

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

На правах рукописи

РУДНЕВ Игорь Анатольевич

ЭФФЕКТЫ ВЛИЯНИЯ НАНОДОБАВОК И РАДИАЦИОННЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА  
ТРАНСПОРТНЫЕ И МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ  
ПЕРСПЕКТИВНЫХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ

01.04.07 - Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени доктора  
физико - математических наук

Автор



Научный консультант:  
д.ф.-м.н., профессор, НИЯУ МИФИ  
Менушенков Алексей Павлович

МОСКВА - 2013

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>Введение</b> .....	6
<b>Глава 1 Основные токонесущие характеристики сверхпроводящих материалов и методы их модификации</b> .....	16
1.1 Современные сверхпроводящие материалы .....	16
1.2 Методы создания искусственных центров пиннинга в сверхпроводящих материалах..	23
1.2.1 Использование примесей и нанодобавок для создания искусственных центров пиннинга .....	23
1.2.2 Радиационные методы создания дефектов кристаллической структуры .....	31
1.2.2.1 Типы радиационных воздействий.....	31
1.2.2.2 Влияние радиационных дефектов на транспортные характеристики высокотемпературных сверхпроводников Re123 .....	32
1.2.2.3 Влияние радиационных дефектов на транспортные характеристики высокотемпературных сверхпроводников Bi2212 и Bi2223 .....	36
1.3 Заключение по главе 1 .....	38
<b>Глава 2 Измерительные методики, используемые в работе</b> .....	41
2.1. Контактный и бесконтактный методы измерений критической плотности тока .....	41
2.2 Методы измерения намагниченности .....	43
2.2.1 Метод дифференциальной холловской магнитометрии .....	43
2.2.2 Шаговый магнитометр .....	44
2.2.3 Измерения намагниченности по методу Фитца .....	45
2.3 Измерение зависимости $\rho(T)$ , определение критической температуры и критического тока тонких пленок .....	46
2.4 Методика измерения константы Холла .....	47
2.5 Методика измерения транспортных характеристик и электрических потерь в ВТСП лентах на переменном токе .....	47
2.6 Локальные методы исследования магнитной индукции в сверхпроводящих материалах	50
2.6.1 Низкотемпературная магнитооптика .....	50
2.6.2 Сканирующая холловская магнитометрия .....	51
<b>Глава 3. Повышение критических характеристик высокотемпературных сверхпроводников на основе Bi с нанодобавками неорганических материалов</b>	53
3.1 Синтез ВТСП образцов с нанодобавками .....	53
3.2. Намагниченность и критический ток ВТСП с различными типами нанодобавок: измерения в малых полях при температурах кипения жидкого азота и жидкого гелия .....	57
3.3 Намагниченность и критический ток ВТСП материалов с различными типами	

нанодобавок: измерения в широком диапазоне температур и магнитных полей .....	71
3.4 Намагниченность ВТСП керамики: исследование локальных процессов методом магнитооптической визуализации .....	84
3.5 Заключение и выводы по Главе 3 .....	88
<b>Глава 4 Влияние облучения заряженными частицами на электрофизические характеристики низкотемпературных и высокотемпературных сверхпроводников ....</b>	<b>91</b>
4.1 Экспериментальные детали .....	91
4.1.1 Тонкопленочные сверхпроводящие образцы, используемые в работе .....	91
4.1.2 Методики ионного облучения тонких сверхпроводящих пленок .....	92
4.2 Влияние радиационных дефектов, созданных ионным облучением на транспортные характеристики тонких пленок Nb <sub>3</sub> Sn .....	95
4.2.1 Используемые образцы и экспериментальные процедуры .....	95
4.2.2 Влияние ионного облучения при $T=300\text{ K}$ на критический ток сверхпроводящих пленок Nb <sub>3</sub> Sn .....	96
4.2.3 Влияние условий облучения на характер радиационно-индуцированного изменения критического тока сверхпроводящих пленок Nb <sub>3</sub> Sn .....	100
4.2.4 Влияние ионного облучения на константу Холла в сверхпроводниках Nb <sub>3</sub> Sn .....	104
4.3 Влияние ионного облучения на электрофизические характеристики тонкопленочных образцов YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub> .....	105
4.3.1 Изменение критического тока, критической температуры, электросопротивления YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub> при ионном облучении .....	105
4.3.2 Коэффициент Холла и концентрация носителей .....	113
4.4 Изменение транспортных характеристик эпитаксиальных пленок Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> CaCu <sub>2</sub> O <sub>x</sub> при ионном облучении .....	117
4.4.1 Критический ток, критическая температура и электросопротивление .....	117
4.4.2 Транспортные свойства эпитаксиальных пленок Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> CaCu <sub>2</sub> O <sub>x</sub> при малых концентрация радиационных дефектов .....	121
4.5 Влияние электронного облучения на критический ток ВТСП композитов Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> CaCu <sub>2</sub> O <sub>x</sub> /Ag и Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>x</sub> /Ag .....	127
4.6 Обобщение и анализ экспериментальных результатов по радиационным воздействиям..	134
4.7 Выводы по главе 4 .....	141
<b>Глава 5 Магнитные неустойчивости в пленках Nb<sub>3</sub>Sn и NbN .....</b>	<b>144</b>
5.1 Проблема неустойчивости критического тока тонких пленок Nb <sub>3</sub> Sn .....	144
5.2 Литературные данные по наблюдению скачков потока в пленочных сверхпроводниках	145
5.3 Экспериментальное наблюдение магнитных неустойчивостей дендритного типа в	

пленках Nb <sub>3</sub> Sn .....	149
5.4 Возникновение и подавление магнитных неустойчивостей в пленках NbN .....	155
5.5 Заключение и выводы по Главе 5 .....	161
<b>Глава 6 Особенности магнитных и транспортных характеристик сверхпроводящих композитов .....</b>	<b>162</b>
6.1 Намагниченность и гистерезисные потери в сверхпроводящих многоволоконных композитах на основе Nb <sub>3</sub> Sn .....	162
6.1.1 Образцы и методы измерений .....	163
6.1.2. Результаты измерений .....	164
6.1.3. Расчет гистерезисных потерь .....	166
6.1.4 Обсуждение и анализ результатов .....	168
6.2 Электрические потери на переменном транспортном токе в многожильных композитах (Bi,Pb) <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>x</sub> /Ag .....	172
6.2.1. Введение. Постановка задачи .....	172
6.2.2. Образцы и методика измерений .....	173
6.2.3. Экспериментальные результаты .....	173
6.2.3.1. Транспортные потери в собственном поле тока .....	173
6.2.3.2. Влияние внешнего магнитного поля .....	176
6.2.3.4. Влияние температуры на транспортные потери .....	179
6.2.4. Обсуждение экспериментальных результатов .....	180
6.3 Характеристики ВТСП лент второго поколения на магнитных и немагнитных металлических подложках .....	183
6.4 Локальные магнитные свойства ВТСП лент: сканирующая холловская магнитометрия и магнитооптическая визуализации .....	190
6.4.1 Особенности локальных исследования магнитных свойств ВТСП лент второго поколения методами сканирующей холловской магнитометрии и магнитооптической визуализации .....	190
6.4.2 Результаты локальных исследований магнитных свойств ВТСП лент методом магнитооптической визуализации .....	193
6.5 Повышение критического тока ВТСП композитов при импульсном плазменном кумулятивном воздействии .....	205
6.7 Выводы по главе 6 .....	210

<b>Глава 7 Моделирование магнитных и транспортных характеристик слоистых ВТСП с центрами пиннинга</b> .....	212
7.1 Моделирование процессов намагничивания и перемагничивания двумерной пластины с дефектами .....	213
7.1.1. Модель и методика расчета .....	214
7.1.2 Кривые намагниченности $M(H)$ модельного сверхпроводника .....	218
7.2 Проникновение и распределение магнитного потока .....	224
7.3 Моделирование транспортных характеристик на постоянном и переменном токе .....	228
7.3.1 Моделирование транспортных потерь .....	228
7.3.2 Механизм подавления критического тока высокотемпературных сверхпроводников при увеличении концентрации дефектов .....	232
7.4 Выводы по Главе 7 .....	234
<b>Заключение</b> .....	236
<b>Список цитируемой литературы</b> .....	238

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** Сверхпроводящее состояние, которое характеризуется волновой функцией с дальним параметром порядка  $\Delta$  и макроскопической фазовой когерентностью [1], разрушается как при повышении температуры и магнитного поля, так и при увеличении электрического тока, текущего через сверхпроводник. Из трех критических характеристик сверхпроводников - критической температуры  $T_c$ , критического магнитного поля  $H_c$  ( $H_{c2}$  для сверхпроводников второго рода) и критической плотности тока  $J_c$ , с практической точки зрения наиболее важным параметром является величина критического тока. Действительно, охлаждение сверхпроводящих материалов ниже критической температуры как с использованием жидких хладагентов, так и с помощью современных криокулеров не является сложной технической задачей, особенно принимая во внимание то факт, что большое число высокотемпературных сверхпроводников имеет  $T_c$  выше температуры кипения жидкого азота (максимальным значением  $T_c = 135$  К на сегодняшний день обладает соединение  $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$  [2, 3]). Значение критического магнитного поля играет существенную роль лишь при создании сверхпроводящих магнитных систем. При этом и в сверхпроводящих соленоидах, и во многих других практических применениях сверхпроводящих материалов, на первый план выходят значения величины критического тока как функции температуры и магнитного поля  $J_c(T, H)$ , так как гигантские плотности электрического тока ( $\sim 10^6 - 10^7$  А/см<sup>2</sup>), которые достигаются в технических сверхпроводниках, дают возможность создания разнообразных устройств, гораздо более компактных по сравнению с аналогами, выполненными из традиционных электротехнических материалов. Именно высокие транспортные характеристики перспективных сверхпроводящих материалов, т.е. их способность пропускать большие плотности как постоянного, так и переменного тока с малыми потерями энергии привлекают внимание как физиков, так и разработчиков электротехнического и электроэнергетического оборудования.

Критический ток является характеристикой, чрезвычайно чувствительной к дефектному состоянию сверхпроводника, так как он определяется физикой взаимодействия вихревой решетки Абрикосова с системой центров пиннинга, роль которых играют разнообразные природные, технологические и искусственные дефекты. Так, при малых концентрациях дефектов  $n_d$  пиннинг решетки вихрей Абрикосова не достаточно эффективен, и величина критического тока не оптимальна. Увеличение концентрации дефектов усиливает пиннинг и приводит к росту критического тока до максимального значения при некотором оптимальном дефектом состоянии сверхпроводника. Актуальными являются задачи как нахождения способа контролируемого создания дефектов, так и определение условий, а именно, типа, концентрации и дисперсности дефектов, при которых наблюдается существенное повышение критического тока

сверхпроводящих материалов, что в итоге приведет к повышению эффективности реальных сверхпроводящих устройств.

В другом пределе, большие концентрации дефектов приводят к подавлению сверхпроводящих свойств. С практической точки зрения важно изучение как механизмов повышения критического тока для улучшения токонесущих характеристик сверхпроводников, так и причин деградации  $J_c$  при воздействиях, приводящих к появлению дополнительных дефектов в структуре материала. Так, например, характер изменения критического тока за счет появления в сверхпроводящей матрице радиационных дефектов определяет ресурс работы реальных магнитных систем в полях ионизирующих излучений (ИТЭР, ЦЕРН-БАК).

Выявление закономерностей изменения транспортных характеристик перспективных сверхпроводников при различных контролируемых воздействиях, приводящих к формированию дефектов структуры, исследование взаимосвязи магнитных и электрических свойств, выяснение физических причин наблюдаемых явлений на примере реальных сверхпроводящих материалов и разработка на основе полученных знаний практических методов увеличения критического тока сверхпроводников, являются актуальными и важными задачами.

Актуальность диссертационной работы также подтверждается ее выполнением в рамках ряда государственных контрактов и договоров, финансируемых Росатомом, ФЦП "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007 - 2012 годы", ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013 годы», Российского фонда фундаментальных исследований, Соглашением между НИЯУ МИФИ и Международной лабораторией сильных магнитных полей и низких температур (Вроцлав, Польша).

**Объекты и методология исследований.** Как с физической, так и с прикладной точек зрения, медно-оксидные высокотемпературные сверхпроводящие соединения и низкотемпературные интерметаллические сверхпроводники со структурой A-15 являются наиболее интересными для исследований влияния дефектов на их транспортные и магнитные свойства. Первые материалы имеют значительную перспективу для использования в токонесущих элементах электротехнических и магнитных устройств в силу возможности использования в качестве хладагента относительно дешевого жидкого азота. Низкотемпературные сверхпроводники уже сейчас активно применяются для создания сверхпроводящих магнитных систем различного назначения.

В диссертации не ставилась задача изучения транспортных и магнитных характеристик и их модификации при изменении дефектного состояния всего многообразия известных упорядоченных сверхпроводящих материалов. В качестве объектов исследований из обширного списка медно-оксидных сверхпроводников были выбраны высокотемпературные сверхпроводники

(ВТСП)  $\text{Bi}_{2-y}(\text{Pb})_y\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_x$  ( $n=2,3$ ) и  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . Именно эти ВТСП материалы в настоящее время широко используются для изготовления токонесущих лент первого и второго поколений. В лентах первого поколения применяются металлургические технологии, при этом высокотемпературные сверхпроводники  $\text{Bi}_{2-y}(\text{Pb})_y\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_x$  ( $n=2,3$ ) находятся в ленте в виде поликристаллических жил. В лентах второго поколения используются пленочные технологии нанесения сверхпроводника  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  на гибкие подложки. Соответственно,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  в таких лентах представляет собой тонкий токонесущий слой. Этими обстоятельствами определяется наш выбор вида модельных образцов для проведения основных исследований: сверхпроводники в виде поликристаллических образцов  $\text{Bi}_{2-y}(\text{Pb})_y\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_x$  ( $n=2,3$ ) и тонкие пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .

Из низкотемпературных сверхпроводящих материалов в диссертации изучалось соединение  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  - интерметаллид со структурой А-15. Выбор  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  определяется, во-первых, его высокой чувствительностью к радиационным воздействиям и, во-вторых, значительной практической важностью этого сверхпроводника. Ряд исследований также были проведены на нитриде ниобия.

В качестве основных инструментов контролируемых воздействий на сверхпроводники, приводящих к изменению их свойств, использовались внедрение наноразмерных добавок тугоплавких неорганических материалов и облучение заряженными частицами (ионами и электронами). Метод введения в сверхпроводящую матрицу нанодобавок тугоплавких материалов: оксидов, карбидов, нитридов, силицидов и т.п. использовался в работе для создания новых центров пиннинга в поликристаллических ВТСП материалах и, как следствие, для повышения критического тока сверхпроводников. Этот метод относительно прост, удобен и масштабируем от лабораторных исследований до промышленного применения. Радиационное воздействие, т.е. создание радиационных дефектов, тип и концентрация которых зависит от вида, флюенса и условий облучения, также является хорошо контролируемым способом создания структурных дефектов. При малых концентрациях радиационные дефекты не оказывают заметного влияния на сверхпроводящие параметры сверхпроводника и могут играть роль дополнительных центров пиннинга, приводя к росту критического тока. Дальнейшее увеличение концентрации дефектов вызывает изменение сверхпроводящего перехода, критической температуры, электросопротивления, критического тока. Это позволяет использовать радиационное воздействие в качестве инструмента для изучения радиационно-индуцированного коррелированного изменения различных электрофизических характеристик сверхпроводника.

Плотность критического тока является транспортной характеристикой сверхпроводника на постоянном токе. Однако, в целом ряде технических приложений как низкотемпературные, так и высокотемпературные сверхпроводники используются в условиях переменных электромагнитных полей, в частности, на переменном транспортном токе или в медленно меняющемся внешнем

магнитном поле. В таких приложениях сверхпроводящие токонесущие элементы представляют собой различные композитные материалы, а на центральное место выходят проблемы измерения и минимизации электрических потерь энергии, определения общих закономерностей диссипативных процессов, присущих различным композитам и выявления фундаментальной связи диссипации энергии в переменных электромагнитных полях с транспортными характеристиками материалов на постоянном токе. Поэтому, в диссертации исследовались магнитные и транспортные свойства не только модельных объектов, но и реальных токонесущих композитных лент первого поколения и лент второго поколения, в том числе на магнитных и немагнитных металлических подложках.

В качестве основных методов исследования транспортных и магнитных свойств использовались:

- транспортные измерения критического тока, критической температуры, электросопротивления, магнитосопротивления, константы Холла в широком интервале температур и магнитных полей;
- измерение кривых намагниченности и гистерезисных потерь энергии в широком диапазоне температур и магнитных полей;
- измерение транспортных энергетических потерь при различных температурах и магнитных полях;
- локальные магнитные исследования методами низкотемпературной магнитооптики и сканирующей холловской магнитометрией.

В зависимости от вида исследований температурный диапазон составлял  $2,5 \div 300$  К, диапазон по магнитным полям -  $0 \div 14$  Тл.

Целью диссертационной работы является решение крупной научной проблемы в области контролируемой модификации свойств сверхпроводящих материалов, а именно: получение новых знаний и выявление закономерностей влияния нанодобавок и радиационных воздействий на транспортные и магнитные характеристики перспективных сверхпроводников.

Для достижения поставленной цели в работе решены следующие **задачи**:

1. Проведены экспериментальные исследования влияния наноразмерных добавок тугоплавких неорганических материалов на величину необратимой намагниченности и критический ток поликристаллических образцов ВТСП материалов.
2. Выполнены экспериментальные исследования влияния ионного облучения на критический ток, критическую температуру, электросопротивление, магнитосопротивление, константу Холла высокотемпературных сверхпроводников  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $NbBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_{2-y}(Pb)_ySr_2Ca_{n-1}Cu_nO_x$  ( $n=2,3$ ). Проведено сопоставление и обобщение данных по корреляциям радиационно-стимулированного изменения исследуемых характеристик.

3. Экспериментально изучено влияние радиационных дефектов на критический ток, критическую температуру, концентрацию носителей пленок  $Nb_3Sn$ . Проведено сопоставление и обобщение экспериментальных данных.
4. Исследованы особенности намагничивания пленок низкотемпературных сверхпроводников, связанные с магнитными неустойчивостями дендритного типа.
5. Экспериментально изучены транспортные и гистерезисные энергетические потери в сверхпроводящих композитах, находящихся в переменных электромагнитных полях.
6. Экспериментально исследованы локальные и интегральные магнито-транспортные характеристики композитных ВТСП лент.
7. Проведено численное моделирование магнитных и транспортных характеристик слоистых высокотемпературных сверхпроводников с дефектами.
8. Разработаны и модернизированы экспериментальные методики и стенды, предназначенные для измерения транспортных и магнитных характеристик сверхпроводящих материалов (критическая температура, критический ток, электросопротивление, константа Холла, энергетические потери на переменном токе, гистерезисные потери, намагниченность, локальные магнитные характеристики), реализованы измерения в диапазоне температур 2,5-300 К и магнитных полей 0-14 Тл за счет использования сверхпроводящих соленоидов и уникального битеровского магнита;
9. Разработано и создано уникальное экспериментальное оборудование для контролируемого радиационного воздействия заряженными частицами на пленочные сверхпроводники в специальных условиях (облучение в контролируемых условиях по температуре и внешнему полю, в том числе с измерением характеристик *in-situ* в радиационных камерах при низкой температуре).

**Научная новизна результатов диссертации:**

- Впервые в диапазоне температур 4–85 К и магнитных полей 0–14 Тл изучено влияние широкого спектра нанодобавок карбидов, нитридов, силицидов, оксидов ( $NbC$ ,  $TaC$ ,  $NbN$ ,  $AlN$ ,  $ZrN$ ,  $Si_3N_4$ ,  $NbO_x$ ,  $BN$  и др. ) на намагниченность и критический ток поликристаллических ВТСП. Экспериментально установлены значения концентрации и дисперсности внедряемых нанодобавок, при которых наблюдается эффект повышения критического тока поликристаллических сверхпроводящих материалов на основе  $Bi$ . Определены диапазоны температур и магнитных полей, при которых наблюдается максимальное повышение критического тока образцов.
- Впервые получены дозовые зависимости критического тока сверхпроводящих пленок  $Nb_3Sn$  для различных условий ионного облучения в широком диапазоне флюенсов и обнаружено, что критический ток исследованных образцов характеризуется большей чувствительностью к радиационным воздействиям, чем их критическая температура.

- Впервые установлены общие закономерности радиационно-индуцированного изменения критического тока в пленках различных ВТСП материалов:  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ . Найдены корреляции между изменением критического тока и других электрофизических характеристик (критической температуры, электросопротивления, константы Холла) ВТСП соединений  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ .
- Впервые в сверхпроводящих пленках соединений ниобия ( $Nb_3Sn$ ,  $NbN$ ) обнаружены и изучены магнитные неустойчивости дендритного типа.
- Впервые получены комплексные экспериментальные данные, описывающие влияние температуры и магнитного поля произвольной ориентации на величину электрических транспортных потерь в ВТСП композитах первого поколения, отличающихся числом жил, технологией изготовления и внутренним строением. Показано, что для ВТСП композитов наблюдается одинаковый фундаментальный механизм диссипации энергии на переменном токе.
- Впервые обнаружены особенности парамагнитного поведения пленочных слоев  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  на металлической подложке из мягкого ферромагнетика в сильных магнитных полях.
- Впервые исследованы локальные процессы перемагничивания в композитных ВТСП материалах в диапазоне температур 4–77 К и установлено, что перемагничивание ВТСП композита сопровождается зарождением и распространением волны аннигиляции магнитного потока.

#### **Практическая ценность работы.**

- Данные по влиянию нанодобавок на критический ток ВТСП могут быть использованы в ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, МГУ им. М.В. Ломоносова, НИЦ КИ, ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, МВТУ им. Н.Э. Баумана и др. для создания сверхпроводящих материалов с повышенным уровнем транспортных характеристик.
- Результаты исследования радиационных воздействий на сверхпроводящие материалы в различных условиях облучения могут быть применены в НИЦ КИ и предприятиях Росатома при прогнозировании влияния радиационных дефектов на электрофизические свойства сверхпроводников, используемых на практике, и оценке радиационной стойкости сверхпроводящих магнитных систем, работающих в радиационных полях (токамак, ЦЕРН-БАК, ИТЭР, источники синхротронного излучения).
- Результаты исследований магнитных неустойчивостей в сверхпроводящих пленках  $Nb_3Sn$ ,  $NbN$  могут быть использованы в НИЦ КИ, ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, МГУ им. М.В. Ломоносова при разработке современных сверхпроводящих материалов и изделий на основе пленочных технологий.
- Результаты исследований магнитных и транспортных характеристик сверхпроводящих композитов могут быть использованы в НИЦ КИ, ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, МГУ им. М.В.

Ломоносова, МАИ (НИУ), ОАО «Русский сверхпроводник», ВНИИКИ, ОАО «ФСК ЕЭС», ЗАО СуперОкс и др. при разработке, контроле и аттестации сверхпроводящих токонесущих композитов, используемых в системах транспортировки электроэнергии, токоограничителях высоковольтных электросетей, индукционных накопителях энергии, электродвигателях и других электроэнергетических изделиях на их основе.

- Результаты исследований, представленных в диссертации, использованы в учебном процессе НИЯУ МИФИ при чтении лекций, проведении лабораторных работ, научно-исследовательской работе студентов, преддипломной практике и дипломном проектировании.

**На защиту выносятся** следующие основные положения:

1. Выявленные закономерности влияния нанодобавок оксидов, карбидов, нитридов, силицидов на величину необратимой намагниченности и плотность критического тока в диапазоне температур 4–77 К и магнитных полей 0–14 Тл:

- установление типа нанодобавок, их концентрации и дисперсности, при которых наблюдается максимальное увеличение намагниченности и плотности критического тока;
- определение диапазонов температуры и магнитного поля, при которых наблюдается повышение критического тока образцов ВТСП.

2. Экспериментальные результаты влияния ионного облучения на транспортные свойства пленок  $Nb_3Sn$ :

- обнаружение эффекта радиационно-стимулированного падения критического тока  $I_c$  пленок  $Nb_3Sn$  при ионном облучении;
- установление характера и корреляций радиационно-стимулированных изменений критического тока, критической температуры и константы Холла;
- обнаружение эффекта опережающего падения величины критического тока по сравнению со значением критической температуры при ионном облучении пленок  $Nb_3Sn$ .

3. Установленные закономерности влияния ионного облучения на транспортные свойства ВТСП материалов  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ :

- определение характера изменения критического тока пленок ВТСП при ионном облучении, в том числе обнаружение явления повышения критического тока пленочных ВТСП при малых флюенсах ионного облучения;
- определение характера и корреляций радиационно-стимулированных изменений сверхпроводящих и нормальных свойств пленок ВТСП  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ ;
- обнаружение эффекта повышения критического тока композитных ВТСП при электронном облучении.

4. Экспериментальные результаты исследования магнитных неустойчивостей в сверхпроводящих пленках, а именно – обнаружение и анализ явления проникновения магнитного потока в пленки  $Nb_3Sn$  и  $NbN$  в виде дендритной структуры.

5. Экспериментальные результаты исследования магнитных и транспортных свойств ВТСП композитов в изменяющемся магнитном поле и под действием транспортного тока:

- установление механизма диссипации энергии в композитных ВТСП материалах в условиях низкочастотного токового транспорта, связанного с перемагничиванием сверхпроводника в насыщенном током слое;

- обнаружение эффекта влияния магнитного состояния металлической подложки на характер поведения намагниченности ВТСП композитов;

- наблюдение и анализ процессов локального проникновения магнитного потока в диапазоне температур 4–77 К, сопровождающихся возникновением и распространением волны аннигиляции магнитного потока.

6. Разработанная физическая модель и результаты численного расчета процессов перемагничивания слоистых сверхпроводников с дефектами.

**Авторский вклад.** Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены и разработаны лично автором или под его руководством при его непосредственном участии. Автором лично поставлены и сформулированы большинство задач исследований. Практическая реализация используемых автором экспериментальных методик, а также проведение основных экспериментальных исследований с их помощью выполнены лично автором или соавторстве с сотрудниками, а также с аспирантами и дипломниками под его руководством. Автором лично или при его непосредственном участии проводилась обработка и интерпретация экспериментальных данных, апробация результатов исследований, подготовка ключевых публикаций по выполненной работе.

**Достоверность и обоснованность результатов,** полученных в диссертационной работе определяется комплексным подходом к исследованиям, использованием большого количества различных, в ряде случаев взаимно дополняющих экспериментальных методов, большой статистикой измерений исследуемых образцов, согласием полученных результатов как с теоретическими, так и с экспериментальными данными, известными из литературы.

**Апробация результатов.** Результаты проведенных по теме диссертации исследований докладывались и обсуждались на следующих конференциях, симпозиумах, совещаниях и семинарах:

Рабочее совещание по проблемам высокотемпературной сверхпроводимости (Свердловск, 1987 г.); Международная конференция по высокотемпературным сверхпроводникам, материалам и механизмам сверхпроводимости (Швейцария, 1988 г.); Школа-семинар «Физика и химия твёрдого

тела» (Благовещенск, 1988 г.); Всесоюзное совещание «Физикохимия и технология сверхпроводящих материалов» (Москва, 1988 г.); II Всесоюзная школа по физике и химии сложных и рыхлых кристаллических структур (Харьков, 1988 г.); XXV и XXVI Всесоюзные совещания по физике низких температур (Ленинград, 1988 г. и Донецк, 1990 г.); VII Всесоюзная конференция по радиационной физике и химии неорганических материалов (Рига, 1989 г.); International Workshop «Effects of Strong Disorder in HTSC» (Свердловск-Заречный, 1990 г.); Международная конференция "Материалы для термоядерных реакторов" (Ленинград, 1990 г.); Международная конференция «ВТСП и локализационные явления» (Москва, 1991 г.); III Международная школа-симпозиум «Физика и химия твёрдого тела» (Благовещенск, 1991 г.); 1-ая Научная конференция МИФИ по высокотемпературной сверхпроводимости (1992 г.); V Nato Advanced Research Workshop «High-Temperature Superconductors and Novel Inorganic Materials Engineering» (Москва, 1998 г.), «AC Loss and Stability» (Нидерланды, 1998 г.); Ежегодные научные конференции ИСФТТ РНЦ «Курчатовский институт» 1997–2004 гг., Ежегодные Научные сессии МИФИ/НИЯУ МИФИ (1998–2013 гг.); Ежегодные школы по прикладной сверхпроводимости (Протвино, 1996–2003 гг.); Российский электротехнический конгресс (Москва, 1999 г.); «First Euroconference on Vortex Matter in Superconductors» (Греция, 1999 г.); XXII, XXV, XXVI International Conference on Low Temperature (Финляндия, 1999 г., Голландия, 2008 г., Китай 2011 г.); 18<sup>th</sup> General Conference of the condensed matter division of the European Physical Society (Швейцария, 2000 г.); 10<sup>th</sup> International Workshop on Critical Current (Германия, 2001 г.); Всероссийские совещания по физике низких температур (НТ-31, Москва, 1998 г.; НТ-32, Казань, 2000 г.; НТ-33, Екатеринбург, 2003 г., НТ-34, Лоо 2006 г.); ICMC 2003 Topical Conference on the Voltage-Current Relation in Technical Superconductors (Нидерланды, 2003 г.), Nato Advanced Research Workshop on Magneto-Optical Imaging (Норвегия, 2003 г.); I - IV Международные конференции «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости» (Звенигород, 2004, 2006, 2008, 2011 гг.); VII - XI European Conference on Applied Superconductivity EUCAS (Австрия, 2005 г., Бельгия, 2007 г., Германия, 2009 г., Нидерланды, 2011 г., Италия, 2013 г.); I-III Международные форумы по нанотехнологиям (Москва, 2008–2010 гг.); Международная конференция «Магниты и магнитные материалы» (Суздаль, 2006 г.); II-IV Международные конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (Суздаль, 2008, 2010, 2012 гг.); Международная конференция по прикладной сверхпроводимости ASC2010 (США, 2010 г.), 22 Международная конференция по магнитным технологиям МТ-22 (Франция, 2011 г.), 1-я и 2-я Национальные конференции по прикладной сверхпроводимости (Москва, 2011, 2013 гг.), XV Международный междисциплинарный симпозиум «Порядок, беспорядок и свойства оксидов» (ODPO-15) (Лоо, 2012 г.), Международная конференция «Conference on Coated Conductors for Applications» CCA2012 (Германия, 2012 г.), Международная конференция «Quantum in Complex

Matter: Superconductivity, Magnetism and Ferroelectricity» (Италия, 2013 г.), 10-я Международная научно-техническая конференция “Современные металлические материалы и технологии” (Санкт-Петербург, 2013 г.).

**Публикации.** По материалам диссертации опубликовано 182 печатных работы, включая 58 статьи в реферируемых журналах из перечня ВАК, в том числе в ЖЭТФ, Письма в ЖЭТФ, ЖТФ, Письма в ЖТФ, ФНТ, ФММ, ДАН, Неорганические материалы, Перспективные материалы, Applied Physics Letters, Physics Letters, Physica C, Superconductors Science and Technology, Cryogenics и др., 7 статей в сборниках научных трудов, 2 препринта, 87 тезисов докладов на 57 научных конференциях. Также получены: Патент на изобретение, Патент на полезную модель, 2 Свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ.

## Глава 1 Основные токонесущие характеристики сверхпроводящих материалов и методы их модификации

### 1.1 Современные сверхпроводящие материалы

Для применения сверхпроводников в различных областях техники, таких как электроэнергетика, транспорт, промышленная физика, медицина и т.д., необходимы длинные провода, которые должны обладать высокой токонесущей способностью на постоянном и переменном токе. Под высокой токонесущей способностью следует понимать способность провода нести постоянный или переменный ток без существенного выделения энергии. На постоянном токе, в силу наличия сверхпроводящего состояния, падение напряжения, а значит и рассеиваемая мощность, в идеальном случае может быть равна нулю. Это справедливо для тока, величина которого меньше значения критического тока, при котором сверхпроводник переходит в нормальное состояние. Поэтому высокой токонесущей способностью обладают материалы, имеющие большие значения плотности критического тока. На переменном токе даже низкой частоты, в силу ряда физических причин, связанных с перемещением сверхпроводящего материала полем тока, падение напряжения присутствует при любом значении амплитуды тока. То есть, на переменном токе сверхпроводник всегда рассеивает мощность и под высокой токонесущей способностью следует понимать низкий уровень энергетических потерь при рабочих амплитудах переменного тока.

В настоящее время известны сотни сверхпроводящих соединений с различными критическими характеристиками, прежде всего, температурой перехода в сверхпроводящее состояние (рисунок 1.1). До 1986 года, когда известная температура сверхпроводящего перехода немногим превышала 24 К для упорядоченных интерметаллидов со структурой A15, наиболее распространенными техническими сверхпроводящими материалами были NbTi и Nb<sub>3</sub>Sn в силу технологичности их производства. Для охлаждения NbTi и Nb<sub>3</sub>Sn требовался жидкий гелий. После открытия сверхпроводника (LaBa)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> с критической температурой  $T_c=35$  К [4] началась эра высокотемпературных сверхпроводников. Вскоре был синтезирован сверхпроводник Y-Ba-Cu-O с  $T_c=92$  К [5], что уже значительно превышает температуру кипения жидкого азота. Позднее были открыты сверхпроводники на основе Bi, Tl и Hg [2,6,7] с еще более высокими температурами перехода.

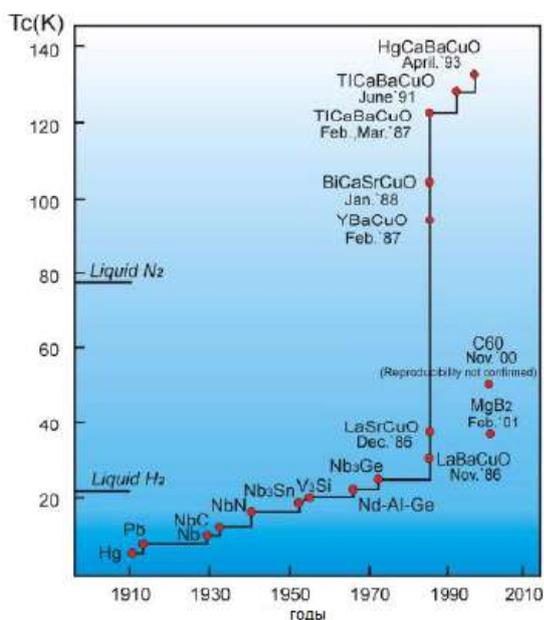


Рисунок 1.1 – Критические температуры различных сверхпроводящих элементов и соединений

Тем не менее, далеко не все как низкотемпературные, так и высокотемпературные сверхпроводники подходят для создания длинных проводников из-за требований к технологичности, удовлетворительным значениям критических характеристик, отсутствия токсичности, стабильности и т.п. В итоге в настоящее время из всего огромного набора сверхпроводящих материалов в технических высокоточных приложениях активно используются всего шесть сверхпроводников: NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn, YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub>, (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+x</sub>, (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+x</sub>, MgB<sub>2</sub>. Из ВТСП в этом списке присутствуют только две модификации сверхпроводников на основе Bi: (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+x</sub> (сокращенно Bi2212, T<sub>c</sub> = 82-84 К), (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> (сокращенно Bi2223, T<sub>c</sub> = 105-112 К), а также YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> (Y123, T<sub>c</sub> = 90-92 К). На основе этих соединений производятся ВТСП ленты соответственно первого и второго поколений.

В лентах первого поколения (1G) используются ВТСП (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> или (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>x</sub>. Эти два оксидных сверхпроводника принадлежат одному семейству висмутовых ВТСП, содержат одни и те же элементы, но из-за различий в стехиометрическом составе имеют разную критическую температуру (соответственно 110 К и 84 К). Основным методом, которым изготавливаются ленты первого поколения, получил название «порошок в трубе». Этот технологический процесс включает несколько этапов: заполнение серебряной трубки ВТСП порошком - прекурсором; обжим и прокатка заполненной трубки; многократные циклы «отжиг - прокат». В процессе термомеханохимической обработки, формируется длинная одножильная или многожильная лента с характерным сечением 4×0,3 мм<sup>2</sup>. Технология

«порошок в трубе» обладает рядом недостатков, связанных с необходимостью деформирования ВТСП материала в процессе прокатки для получения высокой степени текстуры; относительно высокой стоимостью, определяемой дороговизной серебряной матрицы (коэффициент заполнения во ВТСП материале – не более 20% !); низкими токонесущими свойствами данного ВТСП материала в магнитных полях. При температуре кипения жидкого азота критический ток проводов висмутовой системы резко падает при увеличении внешнего магнитного поля и в магнитных полях более 1 Тл практически отсутствует (кроме бессиловой конфигурации поля и тока). И если первые два недостатка имеют технологическую природу, то есть могут быть оптимизированы и улучшены, то последний является проявлением внутренних физических характеристик ВТСП на основе  $Bi$  и связан с очень высокой степенью анизотропии этих материалов.

Рисунок 1.2 демонстрирует характеристики различных материалов в магнитном поле (фазовая  $H$ - $T$  диаграмма) [8]. Ниже линии на  $H$ - $T$  диаграмме материалы проявляют сверхпроводящие свойства, выше – нет. При низких температурах, в районе точки кипения жидкого гелия, и низкотемпературные, и тем более высокотемпературные сверхпроводящие материалы остаются в сверхпроводящем состоянии до полей в несколько десятков Тесла.

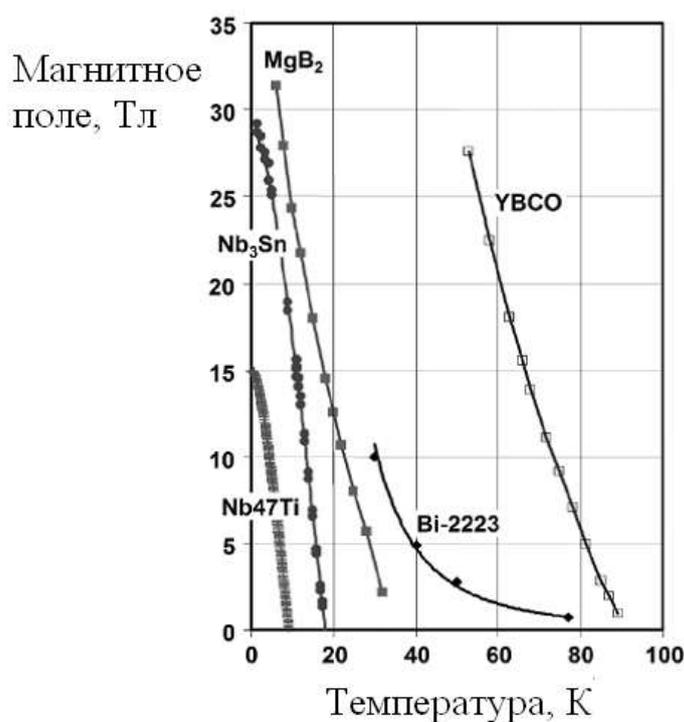


Рисунок 1.2 -  $H$ - $T$  диаграмма различных сверхпроводящих материалов [8]

При  $T=77$  К ситуация принципиально иная. ВТСП на основе  $Bi$  теряют сверхпроводящие свойства (точнее, зануляется величина критического тока) в поле порядка одного Тесла, в то время как  $Y123$  способен сохранять сверхпроводимость в полях до 5-8 Тл. То есть ВТСП  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (и его разновидности с заменой  $Y$  на другие редкоземельные элементы) является

гораздо более перспективным материалом для производства ВТСП проводов для магнитных приложений.

В результате на основе Y123 стали изготавливать ленты второго поколения (2G). 2G ВТСП ленты принципиально отличаются от лент первого поколения. Дело не только в использовании разных сверхпроводящих материалов. Замена в технологии «порошок в трубе» Bi2223 сверхпроводников на Y123 неэффективна, так как в поликристаллическом виде из-за наличия большого числа слабых связей и высокоугловых границ зерен  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  имеет низкую критическую плотность тока [9]. Основное различие между 1G и 2G проводами лежит в применении разных технологических подходов. Если 1G технология «порошок в трубе» является скорее металлургической, то провода второго поколения изготавливаются исключительно пленочными технологиями (подробно о 2G технологиях можно познакомиться в монографии [9]). Соответственно, 1G и 2G провода имеют различное внутреннее строение. На рисунках 1.3-1.5 приведены схемы поперечных сечений проводов первого и второго поколений. Как видно, 1G проводники представляют собой набор ВТСП жил в серебряной матрице. 2G проводники – это совокупность тонких слоев различных материалов, каждый из которых имеет свое предназначение, нанесенных на металлическую подложку. В качестве подложки применяется лента на основе сплавов никеля. Несколько промежуточных «буферных» слоев необходимы для предотвращения химического взаимодействия ВТСП и подложки и задания необходимой базисной текстуры. Поверхностный металлический защитный слой предохраняет ВТСП от взаимодействия с парами воды и  $CO_2$  воздуха, служит защитой от механических повреждений.

Как в лентах первого, так и в лентах второго поколения сечение сверхпроводника составляет лишь малую часть общего сечения провода. В лентах 1-го поколения жилы ВТСП заключены в матрицу из серебра или сплава на его основе, в лентах 2-го поколения толщина пленочного слоя ВТСП составляет порядка 1 мкм при толщине только металлической подложки 50-100 мкм. Таким образом, площадь сечения сверхпроводника в лентах 1-го поколения обычно не превышает 30%, а в лентах 2-го поколения – она менее 2%. В этом случае имеет смысл говорить не о плотности критического тока ВТСП материала, а о так называемой инженерной плотности тока, которая рассчитывается как отношение величины транспортного тока к площади полного сечения ленты. Действительно, не смотря на то, величины критических токов поликристаллического Bi2223 и пленочного Y123 при  $T=77$  К различаются более чем на порядок, из-за существенного различия в коэффициентах заполнения, инженерная плотность тока для 1G и 2G лент различаются незначительно.

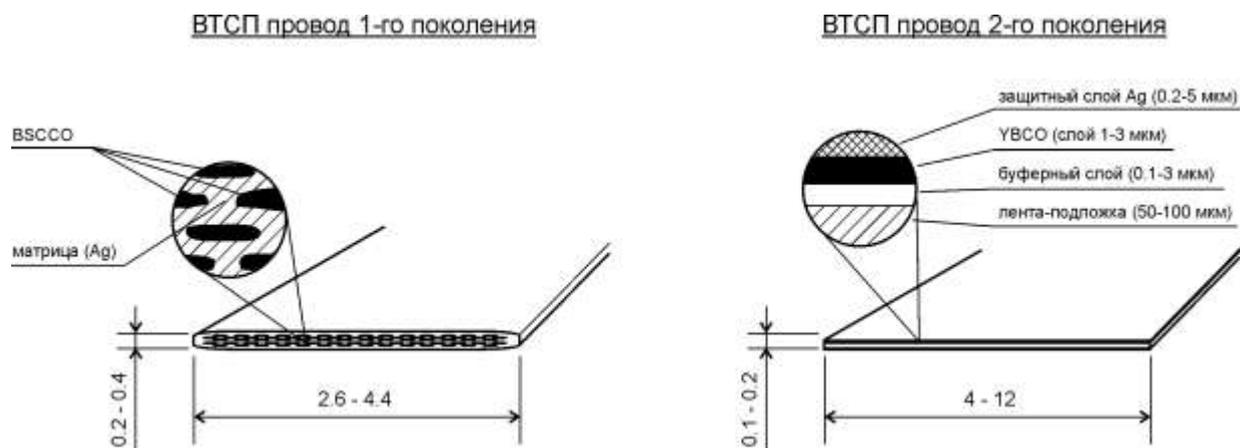


Рисунок 1.3 – Схематическое сечение ВТСП-лент на основе BSCCO и YBCO. Приведены типичные размеры ширины лент. Наиболее распространены в настоящее время ленты шириной около 4 мм



Рисунок 1.4 – Фотография поперечного сечения ВТСП ленты первого поколения производства Sumitomo Electric Industries (фото с сайта компании)

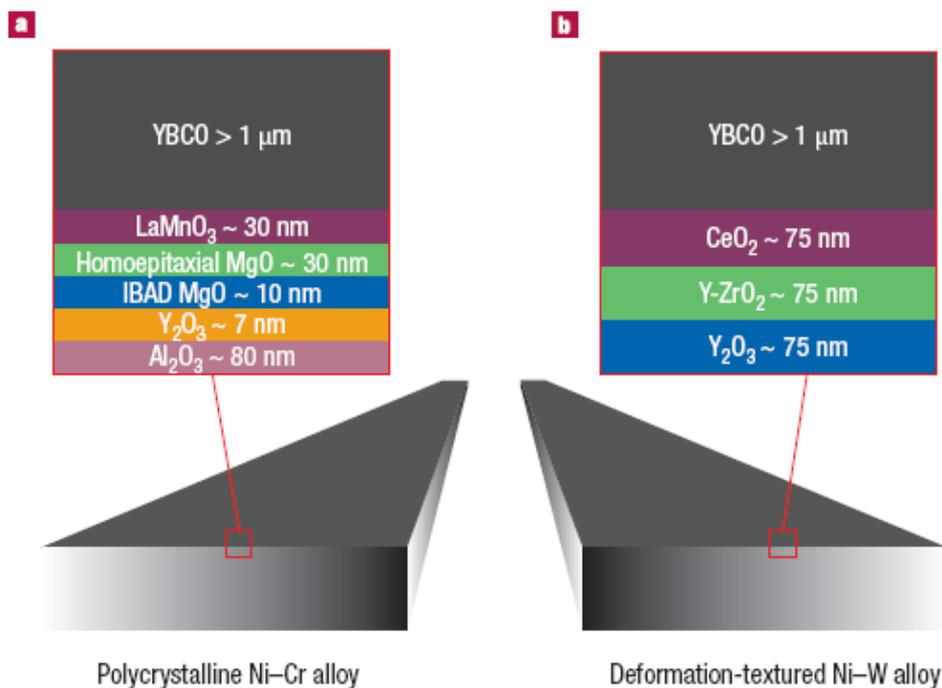


Рисунок 1.5 – Пример структуры ВТСП лент на поликристаллической подложке NiCr (a) и деформационно-текстурированной подложке сплава хастеллой NiW (b) [10]

Таким образом, под проводами первого и второго поколения следует понимать не использование разных материалов, а применение принципиально различных технологий. В

настоящее время эти два пути представляют собой параллельные направления. Материалы первого поколения имеют на сегодняшний день более высокую конструктивную плотность тока и более высокие потери энергии в переменном поле при меньшей стоимости. Материалы второго поколения считаются более перспективными с точки зрения их использования в сильных магнитных полях и на переменном токе при повышенных эксплуатационных температурах [9].

Тем не менее, последние успехи в создании длинномерных проводников из диборида магния и оксипниктидов на основе процесса «порошок в трубе» указывают на огромный интерес к металлургическим технологиям первого поколения (см. [11]).

Для получения высоких значений транспортного критического тока и для ВТСП лент первого, и для лент второго поколения, существует две общих задачи, требующих решения в процессе изготовления лент. Первая задача: создание высокой базисной текстуры транспортного тока вдоль атомных слоев  $\text{CuO}_2$ , которые являются структурным признаком всех оксидных ВТСП. В настоящее время общепринято, что проводимость на большие расстояния в поликристаллических сверхпроводниках реализуется через сеть связанных малоугловых границ. То есть для высокой токонесущей способности необходима высокая степень текстурирования [9]. Получение высокой степени базисной текстуры, то есть отсутствие слабых связей, является важным, но далеко не определяющим условием появления в ВТСП структурах высоких критических токов. Идеальные бездефектные монокристаллы с полным отсутствием слабых связей имеют низкие значения  $J_c$ . Это связано с физической природой критического тока в сверхпроводниках второго рода, к которым относят все высокотемпературные сверхпроводящие соединения. Высокие значения критического тока реализуются в ВТСП материале, имеющем оптимальную концентрацию дефектов, играющих роль центров пиннинга магнитного потока. Эти дефекты могут быть природные и искусственные.

Для качественного объяснения факта роста  $J_c$  при увеличении концентрации дефектов в ВТСП материале следует обратиться к общепринятому подходу, согласно которому по магнитным свойствам все сверхпроводники делятся на два класса – сверхпроводники первого рода и сверхпроводники второго рода. В сверхпроводниках первого рода Мейсснеровское (диамагнитное) состояние разрушается вместе со сверхпроводимостью при достижении некоторого магнитного поля  $H_c$ , которое называется термодинамическим критическим полем. В сверхпроводниках второго рода диамагнитное состояние наблюдается только в относительно малых магнитных полях до так называемого первого критического поля  $H_{c1}$ . При дальнейшем повышении внешнего поля магнитный поток проникает в сверхпроводник в виде квантов магнитного потока  $\Phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-15}$  Вб. Так как квант магнитного потока образован за счет круговых токов, его часто называют магнитным вихрем или вихрем Абрикосова [12]. Таким

образом, в диапазоне полей от  $H_{c1}$  до  $H_{c2}$  – верхнего критического поля сверхпроводник находится в смешанном состоянии. Лишь превышение внешним магнитным полем величины  $H_{c2}$  приводит к полной потере сверхпроводимости.

При протекании тока через сверхпроводник на систему вихрей со стороны тока действует сила Лоренца, которая вызывает движение вихрей. При движении вихрей происходит диссипация энергии и это приводит к появлению напряжения на сверхпроводнике. Если в сверхпроводнике имеются дефекты, вихри закрепляются (пиннингуются) на них и диссипация энергии не происходит. Критический ток  $J_c$  при прочих равных условиях увеличивается. Таким образом, одним из следствий вихревой теории является то, что увеличение количества центров пиннинга приводит к увеличению  $J_c$ . Наиболее эффективными центрами пиннинга являются нормальные области, имеющие размер, сравнимый с длиной когерентности сверхпроводника. Для ВТСП этот размер имеет порядок нескольких нм. То есть, можно ожидать, что структурные дефекты такого масштаба, а к ним относятся, в частности, как наноразмерные добавки и включения, так и радиационные дефекты, могут играть роль эффективных центров пиннинга, приводящих к повышению критического тока.

Увеличение концентрации дефектов сначала приводит к повышению критического тока, затем наступает его быстрое падение вплоть до нулевых значений (см. качественный график на рисунке 1.6). Ниже рассмотрим литературные данные по влиянию добавок, примесей и радиационных воздействий на критический ток высокотемпературных сверхпроводников.

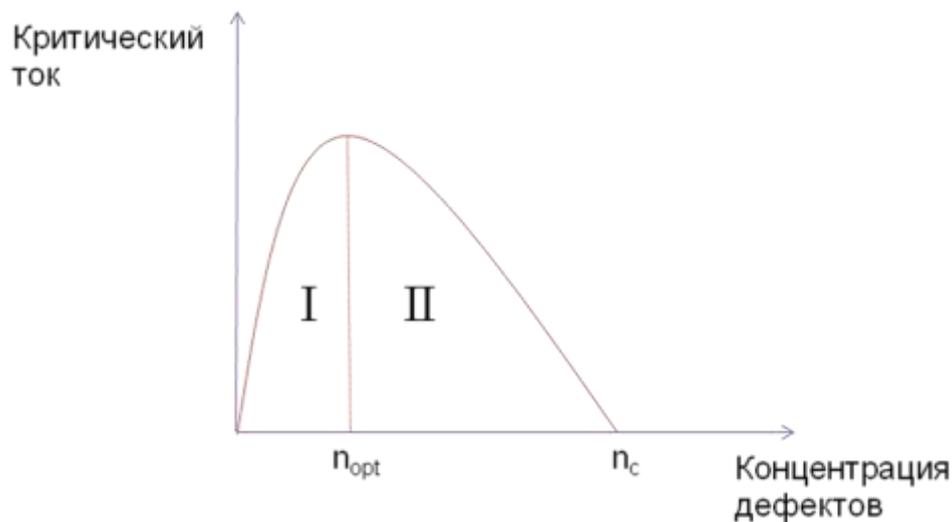


Рисунок 1.6 – Качественная зависимость критического тока от концентрации дефектов для сверхпроводников второго рода. I – область повышения критического тока, II – область падения критического тока

## 1.2 Методы создания искусственных центров пиннинга в сверхпроводящих материалах

Существует три основных метода создания искусственных центров пиннинга в высокотемпературных сверхпроводящих материалах:

- введение примесей и добавок, в том числе выпадение второй фазы в процессе синтеза;
- радиационные воздействия;
- создание искусственной планарной (в том числе упорядоченной) структуры дефектов.

Введение примесей и добавок в сверхпроводящую матрицу с целью создания центров пиннинга осуществляется многочисленными способами. Например, производится добавление к прекурсорам отдельных элементов, которые в процессе реакции образуют несверхпроводящие соединения, которые выпадают в виде точечных, двумерных или трехмерных образований. Так добавки Zr, Ce, Hf при синтезе Y123 приводит к формированию цирконатов, цератов, гафнатов бария [13-15]. Введение примесей отдельных элементов может также приводить к созданию точечных дефектов за счет встраивания примесных атомов в кристаллическую структуру ВТСП материала. Другой распространенный способ введения примесей – добавка на этапе синтеза химически нейтральных тугоплавких соединений оксидов, нитридов, карбидов и т.п.

Создание искусственных центров пиннинга с помощью радиационных воздействий основано на образовании в сверхпроводящем материале радиационных дефектов, тип, характерный размер и концентрация которых зависит вида облучения (нейтронное, ионное, электронное) и энергии частиц. Это достаточно удобный способ создания центров пиннинга, используемый в многочисленных экспериментах (см. раздел 1.2.2. ).

Для усиления пиннинга пленочных структур также используется метод, в котором система центров пиннинга образуется на поверхности сверхпроводящей пленки (или подложки перед напылением пленки) путем нанесения металлического слоя и последующего литографирования для создания требуемых в эксперименте размеров и конфигурации центров пиннинга. В том числе, могут получаться различные упорядоченные структуры дефектов с наличием определенной симметрии [16]. Данный способ применяется, в основном, в исследовательских целях.

### 1.2.1 Использование примесей и нанодобавок для создания искусственных центров пиннинга

Химические примеси, такие как Zn, Ho, Gd и др. элементы и соединения [17-19] в локальном объеме подавляют сверхпроводимость. Этот объем становится дополнительным центром пиннинга и в результате достигается увеличение  $j_c$ , в том числе в больших магнитных

полях. Наряду с интенсивным изучением влияния структурных дефектов, таких как вакансии, фазы внедрения и других на механизмы пиннинга в сверхпроводниках, важный вопрос о возможности увеличения пиннинга за счет химических примесей до сих пор исследован недостаточно. Проблема взаимодействия между магнитным потоком и решеткой с внедренными примесями требует знания дополнительных характеристик сверхпроводящего материала таких как: концентрация и расположение примесей в решетке, электронную структуру материала и т. д., только после этого появляется возможность установления механизма увеличения силы пиннинга, а возможно и повышения  $T_c$  сверхпроводника.

В ряде экспериментальных работ [20-22] показано, что некоторые химические примеси, встроенные в плоскость  $\text{CuO}_2$  кристаллической решетки сверхпроводников  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  и  $(\text{Bi,Sr})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  являются эффективными добавками, положительно влияющими на величину  $T_c$ . Кроме того, в ряде случаев [17-19] внедрение добавок (в определенном диапазоне содержания добавки) увеличивает  $j_c$  (добавки способствуют образованию эффективных центров пиннинга). Также предполагают [20-24], что ионы металлов Zn, Mn, Mg и других локально разрывают сверхпроводящие пары, делая несверхпроводящим малый объем ВТСП материала, а откликом на это является увеличение плотности критического тока в больших магнитных полях.

Главной проблемой в увеличении  $j_c$  заключается в формировании высокой концентрации эффективных центров пиннинга в структуре ВТСП материала без уменьшения значения критической температуры [23-25]. То есть, за счет поиска благоприятных примесей, их концентрации и дисперсности должен быть установлен компромисс между увеличением  $j_c$  и снижением  $T_c$ . Следовательно, представляет интерес стратегия увеличения силы пиннинга вихрей, включающая поиск и опробование различных видов химических добавок (прежде всего тугоплавких соединений металлов), способных создавать наноразмерные дефекты в ВТСП.

В отличие от радиационных дефектов, которые будут обсуждаться позднее, в случае введения химических добавок нет простой зависимости сверхпроводящих свойств от содержания добавки (концентрации центров пиннинга). Поведение свойств ВТСП материала с добавками намного сложнее и разнообразнее в своих проявлениях. Существуют две важных закономерности при внедрении наноразмерных частиц добавки. При некоторых малых, довольно узких концентрациях, добавки могут оказывать положительное влияние на критические характеристики сверхпроводника. При дальнейшем увеличении концентрации добавки, как правило, происходит подавление сверхпроводимости. Например, может наблюдаться разложение ВТСП на вторые фазы, либо задержка роста необходимой фазы и происходить рост вторичных несверхпроводящих фаз [25, 26]. Если добавки даже при малых концентрациях ухудшают сверхпроводящие характеристики ВТСП материала, тогда

дальнейшее увеличение их содержания еще более негативно отражается на сверхпроводящих характеристиках [27]. Иллюстраций вышеописанных эффектов является работа [25], в которой проводилось исследование влияния добавки  $\text{Ag}_2\text{O}$  на BSCCO фазы 2223 в концентрациях от 0 – 45 масс.%, а также работа [26] по изучению введения  $\text{Ag}_2\text{O}$  (0 – 20 масс.%) в керамику  $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  (NBCO). В работе [27] установлен выраженный эффект подавления сверхпроводящих свойств независимо от концентрации добавки и их этапов внедрения. В фазу Bi2223 внедрялась добавка  $\text{SnO}_2$ , которая даже при минимальном содержании полностью подавляет сверхпроводимость в ВТСП материале. Такое поведение вызывается тем, что  $\text{SnO}_2$  реагирует с Ca и образует соединение  $\text{Ca}_2\text{SnO}_4$ , которое стабильно в течение всего процесса синтеза. По этой причине содержание Bi2223 резко сокращается.

Рассмотрим влияние различных по природе добавок.

Замещение атомов (катионов) в сверхпроводящей решетке или дефекты замещения (ДЗ). В зависимости от природы добавляемых элементов, они могут замещать различные атомы в кристаллической решетке ВТСП фазы. Подобным примером является Na [17] и Ca [28]. На образцах плавленно-текстурированной керамики Y123 ( $\text{YBa}_{2-x}\text{Na}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ , где  $x = 0,1, 0,2$ ) исследовано поведение намагниченности и плотности критического тока в магнитном поле от величины содержания добавки Na (замещает Ba). Было установлено существенное увеличение величины  $j_c$  ( $\sim 1,4 \cdot 10^4$  А/см<sup>2</sup> при  $H = 0$  Тл) в больших полях ( $H > 1$  Тл), а также появление пик-эффекта на зависимости  $j_c(H)$ . Однако величина  $T_c$  при увеличении содержания Na уменьшается. Рентгенофазный анализ структуры образцов показал отсутствие фаз содержащих Na, т.е. Na становится неотъемлемой частью решетки. Кроме этого, добавка Na приводит к снижению температуры синтеза фазы Y123 и к усилению текстурного роста, связанного с более легкими условиями получения фазы. Кроме того, Na повышает диффузию кислорода и стабилизирует фазу Y123.

В ходе исследований характеристик Bi2223 ( $(\text{Bi}_{0,8}\text{Pb}_{0,2})_2(\text{Sr}_{0,9}\text{Ba}_{0,1})_2\text{Ca}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{Mn}_x)_3\text{O}_{10+y}$ ), изготовленных по методу твердо-фазной реакции с внедренными добавками Mn в диапазоне  $0 < x < 0,3$  показано [18], что в диапазоне концентраций Mn  $0 < x < 0,3$  не происходит выделения фаз, содержащих Mn, а количество фазы Bi2223 увеличивается значительно, при этом технологический процесс облегчается. При исследовании поведения электросопротивления обнаружено, что благодаря Mn сверхпроводящий переход становится более резким. В диапазоне  $0 < x < 0,2$  критическая температура сверхпроводника остается практически неизменной  $T_c \sim 108$  К, при увеличении  $x$  до 0,3  $T_c$  снижается до 104 – 105 К. Введение Mn приводит к существенному увеличению диамагнитного отклика и тем самым увеличивается  $j_c$ .

Исследовалось влияние добавки LiF [29] на сверхпроводящие параметры фазы  $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_{1,5}\text{Ca}_{2,5}\text{Cu}_{3,6}\text{O}_x$ . Установлено повышение  $T_c$  до 119 К с увеличением содержания LiF

(до  $y=0.15$ ). СП переход при этом становится более резким. При внедрении добавки в диапазоне ( $y$  от 0,05 – 0,07) наблюдается резкое увеличение содержания фазы Bi2223 до 70 – 78 %, при этом снижается температура и время синтеза. Однако, с увеличением содержания добавки наблюдается подавление СП свойств. Например при  $y = 0,15$   $j_c = 75$  А/см<sup>2</sup>.

В результате исследований влияния добавок ZnO в концентрации 0 – 0,6 масс.% на свойства Y123 сверхпроводника, установлено, что ионы  $Zn^{2+}$  замещают ионы Cu в плоскости Cu - O и тем самым уменьшают  $T_c$  на  $\sim 5 - 6$  К [30]. Однако, несмотря на уменьшение  $T_c$ , происходит значительное увеличение  $j_c$  даже при незначительных концентрациях ZnO в относительно больших магнитных полях. Например, критическая плотность тока для образцов с добавкой Zn  $j_c \sim 4 - 5 \cdot 10^4$  А/см<sup>2</sup>, а без добавки  $j_c \sim 2 \cdot 10^4$  А/см<sup>2</sup>. Для содержания Zn < 0,1 масс.%  $j_c$  (примесное,  $H$ ) >  $j_c$  (непримесное,  $H$ ) для всех исследуемых магнитных полей (0 – 5 Тл). Анализ микроструктуры СТМ показывает, что с увеличением содержания Zn вплоть до 0,6 масс.% не происходит существенного изменения структуры ВТСП материала (исследования проводились как на поверхности, так и на изломах образцов).

Влияние Mo на свойства высококачественного монокристалла  $Bi_2Sr_2CaCu_{2-x}Mo_xO_y$  (Bi2212) изучены в зависимости от содержания Mo [31]. Образцы легировались в двух уровнях легирования: так называемый – «оптимально допированный» (ОДО) (отжиг на воздухе в течении 10 дней при  $T = 475$  С°) и «передопированный» (ПДО) (отжиг в атмосфере кислорода в течении 10 дней при  $T = 450$  С°) При увеличении содержания Mo из анализа экспериментальных данных получены следующие результаты:  $T_c$  для ОДО  $\sim 80 - 90$  К, а для ПДО  $\sim 60 - 70$  К; анизотропия для ОДО  $\gg$  ПДО (на порядок);  $j_c$  для ПДО > ОДО; на всех образцах проявляется пик эффект; для ПДО значительно улучшены механические свойства относительно ОДО.

Влияние В, Al, Ga, In на образование системы  $Bi_{1.8-x}A_x(Pb)_{0.26}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ , где  $A$  – это выше перечисленные элементы, исследовано в [32]. Величина  $x$  изменялась в диапазоне 0 – 0,5. Образцы производились методом совместного осаждения карбонатов. Рентгеновская дифракция показала замещение Pb примесными элементами  $A$ . Сверхпроводящий образец в основном состоял из двух фаз Bi2212 и Bi2223. Введение В увеличивает количество фазы Bi2223 от 20 % до 42 %, малые добавки Al ( $Al_2O_3$ ) и Ga ( $Ga_2O_3$ ) при  $x = 0,05$  увеличивают содержание фазы Bi2223, но с дальнейшим увеличением количества этих добавок наблюдается стабилизация фазы Bi2212 и исчезновение фазы Bi2223. In и Ga оказывают позитивное влияние на формирование фазы Bi2223 до  $x \leq 0,15$  и 0,2 соответственно, но при дальнейшем увеличении содержания добавки фаза Bi2223 постепенно исчезает. Кроме того, для фазы с добавкой In проявляется резкий сверхпроводящий переход вплоть до  $x = 0,4$ . Критическая температура для образцов с добавками: В, Al, Ga с  $x \leq 0,05$   $T_c \sim 105 - 110$  К; In ( $x \leq 0,4$ )  $T_c \sim 106 - 107$  К, а для In

( $x = 0,5$ )  $T_c \sim 74,5$  К. Для образцов с В ( $x = 0,3$ ), Al ( $x = 0,05$ ), Ga ( $x = 0,15$ )  $j_c$  имеет заметно большую величину, чем для не легированного образца.

В результате исследований магнитного пиннинга в Bi2223/Ag проводах под действием дефектов, вызванных внедрением ионов хрома Cr [21] показано, что сила пиннинга при внедрении Cr увеличивается и, как следствие этого, увеличивается  $j_c$ . Исследовались образцы в виде лент фазы (Bi,Pb)<sub>2,7</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2,2</sub>Cu<sub>3-x</sub>Cr<sub>x</sub>O<sub>y</sub> с содержанием  $x = 0 \div 0,004$ . Анализ рентгеновской структуры показывает, что ионы Cr замещают Cu и это приводит к структурным дефектам. При данных концентрациях Cr его влияние на микроструктуру незначительно.

Изменение пиннинга и СП свойств Y123 в зависимости от содержания Li, Ni, Pd исследовано в работе [22]. Для всех образцов с указанными добавками получено увеличение критического тока по сравнению с  $j_c$  образца без добавок и наличие на кривой  $j_c(B)$  пик-эффекта. При увеличении концентрации примесей  $T_c$  уменьшается. Поведение нормализованной силы пиннинга строго зависит от концентрации добавок. Предполагается, что высоким содержанием примесей соответствует одиночный механизм пиннинга, в то время как при низком содержании добавок основным является механизм структурных дефектов вещества. Увеличение плотности критического тока в образцах является следствием увеличения плотности центров пиннинга вызванного химическим внедрением добавок.

Значение плотности тока для добавки Li в монокристалле Y123 можно приведено в работе [33]. Величина  $j_c \sim 8 \cdot 10^4$  А/см<sup>2</sup>. В этой работе исследовалось причина появления пик-эффекта на кривой  $j_c(B)$ , который наблюдался и в работе [22]. Как предполагают авторы, возможным объяснением этого может быть коллективный пиннинг на точечно-подобных дефектах, созданных при внедрении Li в структуру кристаллической решетки. Отметим, что авторы статей [22, 33] одинаковым образом объясняют наличие пик-эффекта.

Анализ данных показывает, что все дефекты замещения (для которых измерялось  $j_c$ ) увеличивают плотность критического тока. Однако только LiF и Mo при этом увеличивают величину  $T_c$ . Для всех образцов (у которых измерялись механические свойства) при внедрении ДЗ улучшались механические характеристики, а также происходило либо увеличение содержания фазы, либо ее стабилизация.

Рассмотрим введение инертных добавок (несверхпроводящих фаз) в ВТСП керамику. Кроме добавок замещения в ВТСП материалы могут вводиться добавки относительно инертные по отношению к ВТСП фазам. Таковыми могут являться ряд тугоплавких неорганических соединений. Эти соединения менее активно вступают в химические реакции, малорастворимы, и благодаря этому они могут сохраняться в виде структурных дефектов (центров пиннинга). Этим условиям удовлетворяют В, Mg, HfN, TiN и др.

В работе [31] исследовано влияние добавок В<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на свойства Tl(Bi)2212 – 2223. Образцы производились методом SSR из порошков Tl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BaO<sub>2</sub>, CaO, CuO. Показано, что внедрение

малых количеств  $\text{V}_2\text{O}_3$  (< 1,2 масс.%) приводит к улучшению механических характеристик образцов, а также к увеличению содержания фазы 2212 – 2223. В зависимости от способа введения и концентрации добавки  $\text{V}_2\text{O}_3$  могут слегка уменьшаться электрические свойства или значительно увеличиваться относительно сверхпроводника без добавок. Аналогичное поведение имеет  $T_c$ .

Другой пример введения оксидов это работа [30]. В пленке YBCO (Y-123 и Y-211) выполненную по технологии осаждения на подложку под действием лазерного распыления внедрялись нормальные области выпадения  $\text{Y}_2\text{O}_3$  фазы. Области имели диаметр  $d_c \sim 10 - 20$  нм и толщину  $\sim 3$  нм. Плотность дефектов составляла  $\sim 3 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ . Было показано, что для всех исследуемых полей и температур внедрение нанодобавки приводит к значительному увеличению плотности критического тока до  $\sim 48 \text{ МА/см}^2$  при  $T = 10 \text{ К}$ . При этом исследовалось влияние величины добавки на транспортные характеристики. Показано, что при увеличении температуры важную роль начинает играть термическая активация вихрей.  $j_c$  - начинает подстраиваться под большую  $d_c$ , длинные сегменты вихрей начинаются на одном дефекте и заканчиваются на другом, тем самым система вихрей становится более устойчивой к термическим флуктуациям. Конечные результаты показали, что не существует универсального набора массива точек дефектов структуры (положения и размера), которые оптимизируют  $j_c$  для всех  $H$  и  $T$ . Однако для низких областей температур увеличение  $j_c$  напрямую связано с уменьшением  $d_c$ .

Для тонкой пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  в роли центров пининга выступали искусственные включения нанофазы  $\text{Gd}_2\text{Ba}_4\text{CuWO}_y$  (2411W) [34]. Образцы готовились по методу PLD (Pulsed Laser Deposition). Концентрация 2411W достигала 1 моль.%. вторая фаза представляла собой включения с размерами порядка 30 – 100 нм. Как показало исследование нанодобавки второй фазы при температуре больше 50 К значительно увеличивали количество центров пининга. Авторами было предположено, что при низких температурах количество включений второй фазы с характерными размерами близкими к  $\xi$  мало. Увеличение  $T$  приводит к увеличению  $\xi$  и как следствие большее количество дефектов становятся эффективными центрами пининга. В работе также показано значительное увеличение  $j_c$  при полях больших 1 Тл (увеличение на порядок) относительно недопированного образца.

Достаточно интересна работа [35] в которой наблюдалось одновременное замещение и выпадение «вторых» фаз в матрице ВТСП. Исследовалось влияния концентрации Zr и Ce на транспортные свойства лент второго поколения (Gd,Y)BaCuO (фаза 123 изготавливались по методу MOCVD – Metal Organic Chemical Vapor Deposition). Концентрации варьировались для Zr – 0 – 15 моль %, для Ce – 0 – 10 моль %. Показано, что при увеличении концентрации Zr ( $\text{BaZrO}_3$ ) до 7,5 моль % происходит увеличение  $j_c$  до  $0,98 \text{ МА/см}^2$  при 77 К. Это больше чем на

70 % относительного нелегированного образца при  $H \parallel c$ . При этом уменьшение  $T_c$  составило всего 1 К и стало 88,8 К. Дальнейшее увеличение концентрации приводит к уменьшению критического тока. Влияние добавки Се двояко: если выпадает вторая фаза – происходит подавление плотности критического тока; если происходит замещение Ва – происходит увеличение  $j_c$  до 4 МА/см<sup>2</sup> вплоть до достижения 10 моль %. Т.о. в зависимости от методики изготовления может проявляться то или иное свойство.

В отличие от работы [32] в которой В частично замещал Си, здесь В в процессе синтеза образует различные фазы, которые равномерно распределены в объеме сверхпроводника в виде кластеров. Эти кластеры являются дополнительными центрами пиннинга. Отнесение в данном случае В к добавкам внедрения вызвано тем, что основным видом увеличения  $j_c$  является внедрение (хотя происходит и частичное замещение В атомов Си) В в виде кластеров в структуру ВТСП материала.

Исследовано влияние добавки MgO в интервале концентрацией 3, 9, 10 масс.% на свойства Bi2212 [23]. Из экспериментов следует, что при введении MgO сверхпроводящий переход становится более резким относительно нелегированного Bi2212 и увеличивается плотность (уменьшается пористость) образцов. Зерна легированного Bi2212 уменьшаются в размерах на порядок. Анализ микроструктуры показывает, что частицы MgO проникают в зерна и находится в них как в виде отдельных частиц, так и в виде агломераций частиц с размерами 30 – 300 нм. Добавки MgO улучшают механические и токонесущие свойства сверхпроводника. Однако  $T_c$  при этом незначительно уменьшается (~2–3 К).

Также интересна работа [36] по внедрению добавки MgO в пленочные образцы с характерными размерами  $3 \times 30$  мм<sup>2</sup> и толщиной 10-90 мкм, выполненная в направлении оценки не только влияния добавки, но и методики изготовления пленки. В работе рассматривалось четыре варианта добавления MgO в Bi2212. Содержание добавки во всех случаях составляло 4 масс.%. Все варианты изготовления показали, что добавка увеличивает плотность критического тока при росте, как температуры, так и магнитного поля. В зависимости от методики внедрения  $j_c$  увеличивалось в максимуме на порядок. Например, для  $T = 5$  К,  $j_c(H)$  увеличивалось в 5 – 8 раз, а для  $H = 1000$  мТл  $j_c(T)$  увеличивалось в 3 – 40 раз в зависимости от метода изготовления, причем максимальные величины прироста достигались при больших полях и температурах. Абсолютное значение  $j_c$  было в диапазоне 2500 – 15000 А/см<sup>2</sup>.

В работах [37, 38] рассматривается влияние карбида ниобия и TaC на характеристики Bi2223. Показана возможность повышения критической плотности керамики Bi2223 при 77 К в два раза за счет внедрения микродобавок TaC (0,1 масс.%) и термообработки при 840 С° в течение 30 – 40 часов. Показано, что микродобавки TaC (0,05 – 0,1 масс.%) не оказывают существенного влияния на фазовый состав и кристаллографические параметры керамики. При

увеличении содержания ТаС до 0,2 масс.% и выше становятся заметными микроструктурные изменения, которые приводят к понижению сверхпроводящих свойств легированной керамики по сравнению с нелегированной. Малые концентрации ТаС способствуют уменьшению ширины сверхпроводящего перехода обеих сверхпроводящих фаз (Bi2223 и Bi2212) и некоторому повышению  $T_c$ . Также положительные эффекты от введения добавок наблюдались в [39, 40].

Анализ влияния углерода С на микроструктуру и СП свойства кристалла  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  представлен в [20]. Углерод добавляется к фазе Y123 – 90 % + Y211 – 10 % в концентрациях от 0,1 – 1,25 масс.%. Из проведенного исследования получено, что рост фазы Y123 никак не зависит от содержания С. При этом, увеличение содержания С приводит к уменьшению  $T_c$  и величины захваченного магнитного поля, а тем самым к уменьшению  $j_c$ . Однако, вследствие наличия пик-эффекта на кривой  $j_c$  при полях  $H \sim 2$  Тл и содержании С  $\sim 0,82 - 1,25$  масс.%, происходит существенное усиление  $j_c$  относительно образцов без добавки С. При С  $\sim 0,82$  масс.%  $j_c(H = 2 \text{ Тл}) > j_c(H = 0 \text{ Тл})$ . Авторы объясняют этот эффект возможной заменой  $(CO_3)^{2-}$  на  $CuO_4$  в плоскости Cu – O, при этом индуцируется вакансия кислорода, однако величина и причины этого эффекта еще не достаточно изучены.

Отметим, что в отличие от добавок замещения, большинство инертных добавок увеличивают критический ток,  $T_c$ , повышают механические свойства и стабилизируют ВТСП фазу.

Одним из способов повышения критического тока ВТСП материалов является получение композитов, состоящих из сверхпроводящей и несверхпроводящей фаз (ультрадисперсные включения). При этом несверхпроводящая фаза должна быть равномерно распределена в сверхпроводящей матрице в виде включений порядка нескольких нанометров и должна быть совместимой со сверхпроводящей фазой в условиях синтеза, а также иметь низкую склонность к агрегации на границах зерен сверхпроводящей матрицы. Известно, что несверхпроводящие фазы, термодинамически устойчивые по отношению к ВТСП соединению, образуются за счет отклонения от стехиометрического состава ВТСП фазы. Примером служит выделение фазы  $Y_2BaCuO_5$  (Y-211) так называемой «зеленой фазы» в ВТСП-матрице Y123 при термообработке твердого раствора при составах и температурах вне пределов однофазности [41]. Плотность критического тока в этом случае достигает  $\sim 10^5$  А/см<sup>2</sup> при  $T=77$  К и  $H=0,9$  Тл. Известны многочисленные работы по выделению несверхпроводящих фаз в матрице из соединения Bi2212 [42-47]. Результаты этих работ наглядно показывают возможность существенного повышения критической плотности тока в композиционных ВТСП материалах за счет создания в них наноразмерных выделений, совместимых с основной сверхпроводящей матрицей.

Вышеизложенные данные относились, как правило к объемным поликристаллическим либо текстурированным керамикам. В пленочных образцах на основе Y123 центры пиннинга в виде

добавок и примесей также создаются различными методами. Основные из них: декорирование поверхности подложки, введение добавок (как правило, цирконатов, цератов и гафнатов бария), введение примесей замещения редкоземельных металлов. В связи с активными работами по разработке методов получения ВТСП лент второго поколения, вопросам поиска новых способов создания искусственных центров пиннинга посвящены сотни работ. Отметим некоторые из них, носящие обзорный характер [10, 13-15]. Так, в подробном обзоре [10] приведены данные по влиянию на критический ток пленок Re123 искусственных центров пиннинга, созданных методами декорирования, введения добавок и примесей (в том числе магнитных), замещения элементов и т.п. (см. обширный список литературы к обзору [10], а также недавние публикации [48-50]).

## **1.2.2 Радиационные методы создания дефектов кристаллической структуры**

### **1.2.2.1 Типы радиационных воздействий**

Для создания радиационных дефектов применяются облучение нейтронами и заряженными частицами – ионами и электронами.

Нейтронное облучение создает в сверхпроводящем материале каскады повреждений, являющиеся хорошими центрами пиннинга. Нейтронное облучение, несмотря на существенное преимущество - создание однородного распределения дефектов в массивных структурах, имеет ряд принципиальных недостатков. Среди них относительно малая скорость дефектообразования, наличие пострадиационной активности, трудности проведения низкотемпературного облучения. Эти недостатки в значительной мере отсутствуют у ионного облучения. Преимущество же последнего обусловлено следующими обстоятельствами:

- ионное облучение позволяет за непродолжительное время набирать флюенс, достаточный для изменения критических характеристик вещества (в связи с чем существует практическая возможность создания экспериментального оборудования для проведения облучения в широком диапазоне температур, вплоть до гелиевых с проведением измерений без промежуточного отжига);
- отсутствие пострадиационной активности;
- возможность варьировать в широких пределах процесс дефектообразования в структуре материала путем изменения энергии и вида бомбардирующих ионов, в том числе, создавать практически однородное повреждение на образцах, толщина которых много меньше проективного пробега частиц;
- возможность выделять облучаемые участки на пленочных образцах, используя коллимацию и диафрагмирование пучка.

Существенным недостатком ионного облучения энергиями 0,1-5 МэВ является необходимость использования относительно малых толщин образцов. Это связано с небольшими (порядка 1-10 мкм) проективными пробегами ионов в материале [51]. Использование ионов высоких энергий 100 МэВ – 6 ГэВ приводит к созданию в материале аморфизированных треков с размером 5-7 нм, которые могут быть эффективными центрами пиннинга. Проективный пробег таких ионов достаточно велик, что позволяет проводить облучения массивных образцов и ВТСП лент в защитной оболочке. Электронное облучение также можно применять для создания радиационных дефектов. Проблема состоит в том, что заряженные электроны создают в материалы точечные дефекты, которые не являются эффективными центрами пиннинга.

### 1.2.2.2 Влияние радиационных дефектов на транспортные характеристики высокотемпературных сверхпроводников Re123

Сразу после открытия соединений ВТСП возник вопрос о радиационной стойкости новых материалов. Уже первые экспериментальные данные по ионному [52-54] и нейтронному [55-57] облучению показали высокую чувствительность критической температуры ВТСП к облучению. Практически одновременно с исследованиями радиационного воздействия на критическую температуру  $T_c$ , удельное электросопротивление и структуру ВТСП, начались работы по изучению радиационно-индуцированного изменения плотности критического тока  $J_c$ . Получение первых данных по  $J_c$  ограничивался рядом обстоятельств. Первое из них состояло в том, что существовала определенная трудность изготовления электрических контактов, имеющих малое омическое сопротивление и способных пропускать без существенного перегрева значительные по абсолютной величине токи. Второе обстоятельство было связано с отсутствием тонкопленочных образцов удовлетворительного качества, использование которых позволило бы резко уменьшить величины пропускаемых токов. Совокупность этих причин привела к практически единственной в то время возможности оценить изменение критического тока из магнитных измерений на поли или монокристаллах, используя в качестве воздействия нейтронное облучение, которое способно создавать радиационные повреждения в массивных образцах.

Начальные результаты, полученные в [56], показали, что при небольших флюенсах, когда  $T_c$  падает не более, чем на 3 К происходит повышение  $J_c$ . В этой работе облучались монокристаллы  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  с размерами 0.4 мм по плоскости  $a$ - $b$  и 0.2 мм вдоль оси  $c$  быстрыми нейтронами ( $E > 0.1$  МэВ) при  $T_{обл} = 30^\circ\text{C}$  до флюенса  $F = 8.16 \cdot 10^{17}$  н/см<sup>2</sup>. В то время, как критическая температура, измеренная индуктивным методом упала на 2.5 К (исходная величина  $T_c = 91$  К), плотность критического тока, определенная из кривых намагниченности,

увеличилась в 1.6 и 2.4 раза при температурах измерений соответственно 45 К и 77 К в поле  $B=1$  Тл. В расчетах использовалась модифицированная формула Бина:

$$M = J_c \frac{a_2}{20} \left(1 - \frac{a_2}{3a_1}\right) \text{ где } J_c \text{ в А/см}^2, M \text{ - еми/см}, a_1 \text{ и } a_2 \text{ в см}, \text{ причем } a_1 > a_2 \text{ и}$$

определяются из условия, что произведение  $2a_1 \times 2a_2$  равно площади сечения образца. Авторы заметили, что при облучении зависимость  $J_c(T)$  становится слабее, а форма кривых  $J_c(B)$  почти не меняется для направления поля  $B||c$  и, в то же время, оказывается отличной от исходной для  $B//a$ . Кроме того,  $J_c$ , измеренная в поле  $B||c$ , увеличивается слабее, чем для  $B//a$ , т.е. при облучении уменьшается анизотропия монокристалла в отношении к  $J_c$ . Почти одновременно с [56] появилась работа [57], в которой керамические однофазные образцы  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  облучали нейтронами ( $E > 1$  МэВ) при  $T_{обл} = 50$  К до больших доз  $F = 10^{19}$  см<sup>-2</sup>. Авторам не удалось заметить повышения  $J_c$  (измеренного индуктивным методом), т.к. первая же доза  $F = 4 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup> привела к резкому, более чем на порядок, падению  $J_c$  ( $T = 4.2$  К и  $B = 0$ ). В магнитном поле  $B = 12$  Тл  $J_c$  уменьшилось в 2 - 3 раза, т.е. не так сильно, как в нулевом поле. Увеличение критического тока на малых флюенсах при облучении нейтронами однофазных образцов  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  наблюдалось в [58] ( $E_n = 1$  МэВ,  $T_{обл} = 300$  К) и [66] ( $E_n > 1$  МэВ,  $T_{обл} = 80^\circ$  С). В [58] наибольшее возрастание  $J_c$ , в 18 раз от 29 А/см<sup>2</sup> до 520 А/см<sup>2</sup> при  $T = 77$  К, было замечено при флюенсе  $F = 6 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup>. При понижении температуры измерений увеличение  $J_c$  наблюдалось в гораздо меньшей степени. Авторы работы [59] отметили, что при  $T = 7$  К  $J_c$  возросла более чем в 3 раза в нулевом магнитном поле и в 7 раз в поле  $B = 1$  Тл с тенденцией усиления роста  $J_c$  при повышении поля для максимального флюенса  $F = 9.6 \cdot 10^{17}$  н/см<sup>2</sup>.

Представленные результаты были подтверждены более поздними работами. Это - облучение поли- и монокристаллов Y123 нейтронами с  $E_n > 1$  МэВ при 60°C (увеличение  $J_c$  при малых флюенсах  $F < 10^{18}$  см<sup>-2</sup> в области магнитных полей  $B > 0.1$  Тл) [60]; облучение монокристалла Y123,  $E_n > 0,1$  МэВ (увеличение  $J_c$  в 2-3 раза при  $T = 7$  К в нулевом поле при  $F = 3 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup>) [61]. В последней работе из релаксационных экспериментов были оценены энергии активации пиннинг-центров, которая составила  $E = 0.01 \div 0.06$  эВ и  $0.01 \div 0.03$  эВ для соответственно облученных и необлученных образцов.

Наиболее рекордные результаты, относящиеся к повышению  $J_c$  путем нейтронного облучения, были получены [62] и [63]. В работе [62] сообщалось о достижении плотности критического тока  $J_c = 8 \cdot 10^5$  А/см<sup>2</sup> при  $B = 0$ ,  $T = 77$  К при облучении быстрыми нейтронами монокристалла  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  малых размеров  $10 \times 80 \times 30$  мкм<sup>3</sup>. Начальный критический ток составлял  $J_c = 6.5 \cdot 10^3$  А/см<sup>2</sup>, а резкое увеличение произошло при флюенсе  $F = 7.9 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>. В [63], облучая реакторными нейтронами специально изготовленные, сильно текстурированные, объемные,  $5 \times 0.4 \times 0.3$  см<sup>3</sup>, образцы отличного качества, была получена рекордная на то время

плотность критического тока для массивных керамик при  $T=5\text{ K}$ :  $J_c > 2.1 \cdot 10^7\text{ A/cm}^2$  при  $B=0.1\text{ Тл}$ ;  $1.8 \cdot 10^7\text{ A/cm}^2$  при  $B=1\text{ Тл}$ ;  $8 \cdot 10^6\text{ A/cm}^2$  при  $B=5\text{ Тл}$ . При температуре кипения жидкого азота плотность критического тока стала равняться соответственно  $5 \cdot 10^5\text{ A/cm}^2$  при  $B=0.1\text{ Тл}$ ;  $2 \cdot 10^5\text{ A/cm}^2$  при  $B=1\text{ Тл}$ ;  $1.2 \cdot 10^3\text{ A/cm}^2$  при  $B=5\text{ Тл}$ . Измерения  $J_c$ , как и во всех предыдущих работах, проводились из кривых намагниченности. В [64] было впервые обнаружено повышение резистивного критического тока при облучении быстрыми нейтронами ( $E_n > 0.1\text{ МэВ}$ ). Эксперименты проводились на тонких эпитаксиальных пленках  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , напыленных лазерным методом на подложки из  $\text{SrTiO}_3$ . Пленки имели толщину  $0.4\text{ мкм}$  и следующие параметры:  $T_c$ (по середине перехода)  $= 89.5\text{ K}$ ;  $J_c(B=0, T=4.2\text{ K}) = 2 \cdot 10^7\text{ A/cm}^2$ ,  $\rho_{100} = 80\text{ мкОм}\cdot\text{см}$ ,  $\rho_{300}/\rho_{100} = 3.25$ . Наблюдаемое увеличение  $J_c$  для флюенса  $F = 4.9 \cdot 10^{17}\text{ см}^{-2}$  в нулевом магнитном поле составило  $50\%$ , а в магнитном поле  $B=8\text{ Тл}$  -  $300\%$ . Величина  $J_c/J_{c0}$  имела разное значение в зависимости от угла между осью  $c$  и вектором поля  $B$ . Максимальное повышение  $J_c$  зарегистрировано при направлении  $B \parallel c$ .

Ряд работ посвящен исследованию нейтронного облучения ( $E > 0,1\text{ мэВ}$ ) на свойства ВТСП лент второго поколения [65-67]. Так, в [65] проведен анализ результатов влияния нейтронного облучения на критический ток 2G лент, изготовленных по различным технологиям. Было установлено, что при максимальном флюенсе  $10^{22}\text{ м}^{-2}$  критический ток, измеренный транспортно, увеличивается в магнитных полях более  $1\text{ Тл}$  при температурах, вдали от критической (критическая температуры падала на  $2\text{ K}$  при максимальном флюенсе). Такое поведение объясняется гранулированностью ВТСП лент. Также наблюдается сдвиг линии необратимости в область больших полей и температур для неоптимизированных лент. Сделан вывод о том, что нейтронное облучение может повышать критический ток, не обладающих высокими параметрами, в то время как ленты с исходно высоким критическим током при облучении незначительно изменяют свои свойства.

Ионное и электронное облучение. Первые работы были выполнены в МИФИ [68-70]. Облучали монокристаллические пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , а затем и  $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , выращенные в ФИАНе методом лазерного напыления на подложках из  $\text{SrTiO}_3$ , ионами  $\text{He}$  ( $E=3.6\text{ МэВ}$ ) при  $T_{obl}=300\text{ K}$  и  $T_{obl}<30\text{ K}$ . Было обнаружено, что для  $T_{obl}=300\text{ K}$  уже при первом флюенсе  $F=5 \cdot 10^{14}\text{ см}^{-2}$  произошла деградация  $J_c(T=77\text{ K})$ . Подробнее эти данные будут представлены в главе 4. Дальнейшие исследования подтвердили полученные результаты. Так, в [71, 72] представлены результаты облучения ионами  $\text{Ne}$  ( $E=1\text{ МэВ}$ ,  $T_{obl}=300\text{ K}$ ) ориентированных пленок  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  хорошего качества ( $T_c > 90\text{ K}$ ,  $J_c = (10^5 \div 10^6)\text{ A/cm}^2$  при  $T=77\text{ K}$ ), полученные соиспарением  $\text{Y}$ ,  $\text{Cu}$  и  $\text{BaF}_2$  на  $(100)\text{ SrTiO}_3$  подложку. Изменения в  $J_c(T=77\text{ K}, B=0)$ , определяемой резистивным методом, не наблюдались при  $F=10^{11}\text{ см}^{-2}$  и появились при  $F=5 \cdot 10^{12}\text{ см}^{-2}$ , когда кривые  $\rho(T)$  были еще абсолютно идентичны. Зависимость  $J_c(F)$  имела монотонный и нелинейный вид. При

$F=4 \cdot 10^{12}$  см<sup>-2</sup> произошло падение  $J_c$  на три порядка, в то время как  $\rho_{300}$  (удельное электросопротивление при  $T=300$  К) возросло не более чем на 50%, а  $T_c$  оставалась выше 77 К. Авторы работы [73] наблюдали падение критического тока при нулевом магнитном поле и заметное его увеличение в полях  $B>1$  Тл. Максимальный прирост  $J_c$  составил 100% при флюенсе  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup>. Облучение осуществлялось ионами кислорода,  $E=25$  МэВ,  $T_{обл}=77$  К, причем измерения проводили без отогрева до комнатной температуры. В качестве образцов авторы использовали эпитаксиальные пленки  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , выращенные лазерным напылением на монокристаллические подложки  $SrTiO_3$ , причем как ось  $c$  образцов, так и ось  $\langle 100 \rangle$  подложки были перпендикулярны плоскости пленки. Несмотря на то, что  $T_c$  составляла 88 К, т.е. не самое высокое значение для соединения  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  пленки имели значительную плотность критического тока при  $T=77$  К,  $B=0$  -  $J_c=5.2 \cdot 10^6$  А/см<sup>-2</sup>, измеренную резистивно на мостике шириной 8 мкм и длиной 140 мкм. Заметим, что увеличение  $J_c$  наблюдалось при достаточно высокой исходной плотности  $J_c=10^6$  А/см<sup>-2</sup> ( $B=3$  Тл,  $T=60$  К), причем увеличение  $J_c$  оказывалось больше при повышении температуры измерений, но не выше 77 К. Это связано с тем, что в области температур, близких к критической начинал сказываться эффект уменьшения  $T_c$  (при  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup> - на несколько градусов).

Авторы работы [74] облучали ионами  $Ar^+$   $E=600$  кэВ при  $T_{обл}=77$  К и протонами  $T_{обл}=300$  К пленки  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , выращенные магнетронным методом на подложках  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$  и  $SrTiO_3$ . Лучшие исходные параметры наблюдались для пленок на  $SrTiO_3$ :  $T_c > 89$  К,  $\Delta T_c < 1.2$  К,  $J_c=2.4 \cdot 10^6$  А/см<sup>-2</sup> при  $T=77$  К и  $B=0$ . Облучение как  $Ar^+$ , так и  $H^+$  не привело к росту  $J_c$  даже на малых флюенсах ( $F=5 \cdot 10^{14}$  Н<sup>+</sup>/см<sup>-2</sup>,  $T_{обл}=295$  К и  $F=10^{12}$   $Ar^+$ /см<sup>-2</sup>,  $T_{обл}=77$  К). При следующих дозах  $F=5 \cdot 10^{15}$  Н<sup>+</sup>/см<sup>-2</sup> и  $F=6 \cdot 10^{12}$   $Ar^+$ /см<sup>-2</sup> произошло резкое падение  $J_c$ . В некоторых работах помимо ионов с относительно небольшими энергиями  $E=0.5 \div 3.6$  МэВ, применялись высокоэнергетичные пучки. Так, в работе [75] облучали керамические образцы  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ( $0.1 < x < 0.7$ ) ксеноном с  $E=3.5$  ГэВ при  $T_{обл}=105$  К. Плотность критического тока, определенная из намагниченности, увеличилась в 3.5 раза для  $F=2.5 \cdot 10^{11}$  см<sup>-2</sup> ( $B=0$ ,  $T=5$  К). Протонами с  $E=800$  МэВ,  $T_{обл}=90^\circ$ С воздействовали на керамические таблетки  $EuBa_2Cu_3O_{7-x}$  и  $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$  [76]. При малых дозах ( $F=10^{17}$  см<sup>-2</sup>)  $T_c$  упала на 2 К от исходной величины 92.7 К, а  $J_c$  возросло в нулевом магнитном поле в 3 раза при температуре измерения  $T=7$  К и в 2.5 раза для  $T=75$  К (измерения  $J_c$  из намагниченности). При наличии магнитного поля увеличение было заметнее. Авторы работ [77, 78], Kato, Shiraishi и др. (Япония) для генерации радиационных дефектов в различных ВТСП использовали 3 МэВ электроны при  $T=370$  К [77]. Они обнаружили, что критический ток из намагниченности, определенный на образцах однофазной керамики при  $T=77$  К и  $B=1$  Тл, возрастает в 1.5 раза, причем в больших полях наблюдается большее возрастание. Авторы отмечают, что возрастание  $J_c$  значительнее в случае нейтронного

облучения [58], чем электронного. Эти же авторы в [77] рассмотрели воздействие электронного пучка, кроме  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , на соединения  $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_2O_x$  и  $Bi_{1.4}Pb_{0.6}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$  и обнаружили небольшое повышение  $J_c$  при  $T=77\text{ K}$  для флюенсов меньших, чем  $F=5.0 \cdot 10^{17}\text{ см}^{-2}$ . Отметим, что в [78] вещества получались из расплава и имели более высокий критический ток. Флюенс, при котором наблюдалось повышение  $J_c$  на порядок меньше, чем в случае обычного синтеза [77]. Укажем также на две интересные работы [79,80], в которых сообщалось об увеличении критического тока пленок  $ErBa_2Cu_3O_{7-x}$  и  $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$  после воздействия на них рентгеновским излучением и последующего отжига в атмосфере кислорода.

Из работ последнего времени отметим результаты влияния облучения ионами Ag ( $E=200\text{ МэВ}$ ) пленок Y123 (исходное значение  $T_c \sim 73\text{ K}$ ) [81]. Вплоть до флюенсов  $5 \cdot 10^{12}\text{ см}^{-2}$  наблюдался значительный рост электросопротивления, ширины сверхпроводящего перехода и падение критической температуры. Интересно отметить, что при первом флюенсе  $10^{11}\text{ см}^{-2}$  обнаружено увеличение критической температуры на несколько градусов, которое сопровождалось также уменьшением ширины сверхпроводящего перехода и удельного электросопротивления. Этот эффект объясняется авторами возможным кислородным упорядочением в цепочках CuO на малых флюенсах. Увеличение критической температуры на малых дозах также было зарегистрировано при электронном облучении ( $E=1\text{ МэВ}$ ) тонких пленок Y123 [82]. Увеличение критического тока и энергии пиннинга были отмечены при измерениях намагниченности и уширения сверхпроводящего перехода в магнитном поле монокристаллов Y123, облученных высокоэнергетичными ионами Pb ( $E=5,3\text{ ГэВ}$ ) [83,84] и U ( $E=1,0\text{ ГэВ}$ ) [85]. В заключение раздела отметим важную работу [86], в которой представлены и детально обсуждены результаты изменения сверхпроводящего перехода пленок Y123 с различным содержанием кислорода, соответствующего диапазону температур от 30 до 93 K) при облучении низкоэнергетичными электронами ( $E=80\text{ кэВ}$ ).

### 1.2.2.3 Влияние радиационных дефектов на транспортные характеристики высокотемпературных сверхпроводников $Bi2212$ и $Bi2223$

Так же, как и в случае с ВТСП Y123, для создания радиационных дефектов в сверхпроводниках на основе Bi используются различные типы дефектов. Так, для этой цели используются различные виды облучения, особенно ионные пучки высоких энергий:  $^{16}O\ E=400\text{ МэВ}$  [87],  $^{127}I\ E=502\text{ МэВ}$  [88],  $^{58}Ni\ E=0.65\text{ ГэВ}$  [88],  $^{197}Au\ E=2,65\text{ ГэВ}$  [89],  $Cu\ E=180\text{ МэВ}$  [90-92],  $Pb\ E=6\text{ ГэВ}$  [93],  $Sn\ E=580\text{ МэВ}$  [94]. Такое облучение приводит к появлению в материале сверхпроводника колончатых дефектов - ярко выраженных и сильно аморфизированных треков с характерным размером 50-70 Å, являющихся эффективными центрами пиннинга. От модельных экспериментов по облучению пленок, монокристаллов, и текстурированных

поликристаллических образцов акцент исследований постепенно сместился к изучению влияния радиационных дефектов на критические параметры реальных ВТСП композитов (см. обзор [95], а также работы [96-98]).

Повышение критического тока композитов, имеющих серебряную оболочку, посредством облучения высокоэнергетичными ионами является трудной технической задачей. Во-первых, это связано с использованием больших дорогостоящих ускорителей. Во-вторых, относительная малость проективных пробегов ионов даже очень высоких энергий в ряде случаев приводит к необходимости предварительной подготовки образцов, заключающейся либо в тщательном утонении серебряной оболочки, либо в ее полном удалении. Использование нейтронов также сопряжено с известными трудностями, такими как пострадиационная активность и большое время набора необходимого флюенса. В этой связи особый интерес приобретает электронное облучение. Проективный пробег электронов равен нескольким миллиметрам и намного превышает возможные толщины ВТСП проводов в серебряной оболочке, а ускорители электронов относительно просты и доступны.

К настоящему времени известно относительно небольшое число работ, в которых изучалось влияние электронного облучения на критическую температуру  $T_c$  и критический ток  $J_c$   $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  и  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ . В [99-103] исследовалось влияние облучения электронами  $E=3$  МэВ при  $T=300$  К на свойства таблеток  $\text{Bi}2223$ , приготовленных твердофазной реакцией. Наблюдался рост критического тока в диапазоне температур  $T < 50$  К при  $F=10^{15}$   $\text{см}^{-2}$ . Степень увеличения  $J_c$  зависела от величины приложенного магнитного поля и температуры измерения (рост больше в больших полях и меньших температурах), причем для  $T=77$  К заметного роста критического тока не зарегистрировано. Данные по электронному облучению имеются также в [104-109]. В [107] представлены данные для ориентированных поликристаллических лент  $\text{Bi}2212$ , полученных нанесением сверхпроводника на серебряную подложку. Облучение проводили электронами с энергией  $E=3$  МэВ при комнатной температуре. Было показано, что повышение критического тока, определенного как магнитным, так и резистивным методами, наблюдалось только при  $T=4.2$  К и в сильных магнитных полях.

В качестве иллюстрации влияния радиационных дефектов на критический ток ВТСП подробнее рассмотрим работу [109], в которой изучалось влияние облучения высокоэнергетичными ионами на свойства сверхпроводника фазы  $\text{Bi}2223$ . Было установлено, что при бомбардировке сверхпроводящего материала ионами  $\text{Ni}^{11+}$  ( $E = 0,65$  ГэВ) и  $\text{Au}^{23+}$  ( $E = 1$  ГэВ) до флюенса  $F \sim 8 \cdot 10^8$   $\text{см}^{-2}$  наблюдалось повышение  $j_c$  на порядок. Как показали микроструктурные исследования материала, дефекты имеют форму близкую к сферической с диаметром около 10 нм. Полученные экспериментальные данные показывают монотонный рост магнитных свойств сверхпроводников при увеличении концентрации радиационных дефектов во всех измеряемых

областях магнитных полей (0 – 6 Тл) и температур (4,2 – 80 К). Например, при  $H = 0$  Тл и  $T = 5$  К для облученных образцов  $j_c \sim 100$  кА/см<sup>2</sup>, а для необлученных  $j_c \sim 10$  кА/см<sup>2</sup>. Таким образом, видно, что величина критического тока облученных сверхпроводников на порядок больше чем для необлученных сверхпроводников. При этом величина  $T_c$  практически не зависит от концентрации радиационных дефектов.

Большинство работ по обсуждаемой проблеме воздействия радиационных дефектов на критический ток ВТСП были выполнены в течение первых нескольких лет после открытия высокотемпературной сверхпроводимости. Затем, вплоть до настоящего времени, радиационное воздействие стало рассматриваться как инструмент изменения пиннинговой структуры исследуемых образцов. Например, изучение влияния колончатых дефектов на поведение вихрей в  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  монокристалле [110], модификация центров системы центров пиннинга в монокристалле  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  [111] и др.

### 1.3 Заключение по Главе 1

В приведенном обзоре литературы на примере большого набора исследований показана возможность повышения функциональных характеристик ВТСП материалов за счет создания в их кристаллической решетке различных структурных дефектов, как при облучении, так и химическом легировании различными элементами и соединениями. Химические добавки по способу их взаимодействия с ВТСП керамиками можно подразделить на следующие группы:

- а) – добавки замещения – это добавки, которые легко растворяются и замещают атомы катионов в кристаллической решетке соединения;
- б) – инертные добавки – это добавки, которые относительно инертны к ВТСП материалу и в виде наноразмерных частиц могут являться эффективными центрами пиннинга;
- в) – добавки (фазы) термодинамически совместимые с ВТСП соединением, выпадающие при определенных концентрациях и условиях термообработки. Эти добавки также способствуют повышению  $j_c$ ;
- г) – добавки, сочетающие несколько механизмов взаимодействия.

В литературном обзоре рассмотрены результаты воздействия указанных типов добавок на сверхпроводящие характеристики ВТСП керамик. Для добавок замещения характерные значения повышения  $j_c$  составляют 30 - 60%, а для инертных добавок 100 - 200%. Такая значительная разница в повышении критического тока объясняется тем, что в случае введения добавок замещения необходимо заметно большее содержание добавки. При этом происходит замещение атомов в решетке, фазовые превращения, выпадение вторых несверхпроводящих фаз, сокращение объема ВТСП матрицы. Кроме того, добавки замещения являются точечными дефектами и, в силу малого размера, не приводят к существенному пиннингу вихрей

Абрикосова. Инертные добавки в меньшей степени влияют на кристаллическую структуру ВТСП и благодаря высокой степени дисперсности могут создавать достаточное количество эффективных центров пиннинга. Фазовый состав ВТСП практически не изменяется.

На сегодняшний день нет теории, которая позволяла бы указать на соединение (добавка) и концентрацию, которые приводили бы к наилучшим свойствам сверхпроводника. До сих пор не решен вопрос прогноза структурных изменений при варьировании содержанием добавки. Пока не установлена прямая и отчетливая связь между процентным содержанием добавки, структурой и электрофизическими свойствами сверхпроводника.

Что касается влияния радиационных дефектов, то следует отметить, что приведенные выше опытные данные свидетельствуют о двух основных эффектах в поведении  $J_c$  при облучении. Первый - это повышение  $J_c$  при определенных условиях. Второй - уменьшение критического тока с возрастанием флюенса и обращение его в нуль при некотором критическом флюенсе  $F=F_c$ .

Перечислим условия, при которых по литературным данным, рост  $J_c$  наиболее значителен:

1. Облучение быстрыми нейтронами и тяжелыми ионами. Легкие ионы и электроны приводят к существенно меньшему эффекту.
2. Облучение монокристаллических и керамических образцов. В пленках рост  $J_c$  наблюдается в значительно меньшей степени.
3. Измерение критического тока во внешних магнитных полях, отличных от нулевого (как правило, больше 1 Тл).
4. Определение плотности критического тока  $J_c$  исходя из измерения намагниченности.

Как ранее было показано в [112], зависимости критической температуры от доз облучения носят универсальный характер. Универсализм зависимости  $T_c/T_{c0}(F)$ , как и в случае со сверхпроводниками типа *A-15* [51], может указывать на то, что за радиационное изменение свойств ответственен один и тот же тип дефектов. Различными авторами указывается, что таким типом дефектов могут быть кислородные вакансии в плоскостях *Сu-O*, количество которых и определяет степень радиационной повреждаемости ВТСП, а диффузия атомов кислорода - поведение  $T_c$  при низкотемпературных воздействиях. При различных типах облучения кислородные вакансии либо остаются точечными дефектами, либо формируют каскады. Это прежде всего относится к ионному и нейтронному облучению, так как в этих случаях часто наблюдается повышение внутризеренного критического тока, что связывается с действием дефектов как пиннинг-центров. В случае электронного облучения возникают простые точечные дефекты типа междоузлия - вакансии, однородно распределенные по объему

зерна. Поэтому, как уже отмечалось в обзоре, электронное облучение приводит к существенно меньшему росту критического тока, чем нейтронное облучение. Причина третьего условия в том, что исходный  $J_c$ , а следовательно, и пининг, в пленках велики, а в монокристаллических и керамических образцах, напротив, малы. Второй эффект - обращение в  $J_c$  в нуль при  $F=F_c$ , был обсужден в диссертации [112] на примере исследований влияния ионного облучения на свойства пленок Y123 и связан с фазовым переходом по концентрации дефектов из сверхпроводящего в нормальное (диэлектрическое) состояние.

Основным преимуществом радиационного воздействия является контролируемость процесса. Можно с высокой точностью заранее рассчитать концентрацию радиационных дефектов в материале. Также хорошо известен тип возникающих радиационных дефектов. Однако этот способ, как уже отмечалось, не лишен недостатков. Перечислим основные:

- трудоемкость, энергоемкость и высокая стоимость процесса радиационного воздействия;
- длительное время облучения при использовании нейтронов и высокоэнергетичных частиц;
- наличие в ряде случаев пострадиационной активности;
- сложность масштабируемости технологии.

Следует еще раз подчеркнуть, что улучшение характеристик сверхпроводников с помощью радиационных воздействий в настоящее время представляет собой существенную проблему, связанную со сложностью и дорогостоящей радиационного облучения. А самое главное - с трудностями переноса результатов лабораторных экспериментов в промышленную технологию производства длинномерных проводников.

В тоже время введение наноразмерных добавок практически избавлено от вышеперечисленных недостатков. Метод достаточно контролируем, очень хорошо масштабируется, дешев и безвреден. Основная задача, которая стоит перед методом введения нанодобавок в ВТСП матрицу – поиск оптимальных видов добавок, их концентраций и дисперсности. Чему в применении к сверхпроводникам на основе  $Bi$  будет посвящена третья глава диссертации. В завершении отметим, что на момент начала работы над диссертационной тематикой в литературе отсутствовали систематические данные по влиянию добавок внедрения на намагниченность и критический ток ВТСП в широком диапазоне температур и магнитных полей, а также данные по коррелированному изменению сверхпроводящих и электрофизических параметров при воздействии радиационных дефектов. Таким образом, основная цель работы, которая заключается в получении новых знаний и установлении закономерностей влияния нанодобавок и радиационных воздействий на транспортные и магнитные свойства как низкотемпературных, так и высокотемпературных сверхпроводящих материалов является обоснованной.

## Глава 2 Основные измерительные методики, используемые в работе

### 2.1 Контактный и бесконтактный методы измерений критической плотности тока

Контактный (четырёх-зондовый) метод измерения критического тока заключается в регистрации вольтамперных характеристик сверхпроводников и последующем определении из ВАХ значения критического тока. В качестве критического тока принимают ток, который приводит к появлению на потенциальных контактах фиксированной напряженности электрического поля (обычно равной 1 мкВ/см). Этот метод прост, позволяет без предварительных вычислений определить значение как критического тока, так и плотности критического тока путем простого деления  $I_c$  на площадь поперечного сечения образца. На рисунке 2.1 представлена схема транспортных измерений. Для получения зависимости критического тока от температуры или магнитного поля записывается соответствующая серия вольтамперных характеристик при последовательном изменении температуры или внешнего магнитного поля.

Индуктивная методика основана на модели критического состояния Бина [113,114]. Из этой модели следует, что внешнее магнитное поле ослабляется внутри пластины по линейному закону, причем наклон распределения поля пропорционален плотности критического тока  $j_c$ . Так как разница между внешним и внутренним полем фактически есть намагниченность образца, то  $j_c \sim M/r$ , где  $r$  – радиус образца. Более точные расчеты и учет остаточной намагниченности приводят к формуле

$$j_c = (M^+ - M^-) F / r, \quad (1.1)$$

где  $M^+$  и  $M^-$  – намагниченность образца при увеличении и уменьшении поля  $H$  на рисунке 2.2,  $F$  – размагничивающий фактор. В таблице 2.1 приведены выражения, связывающие ток и намагниченность для некоторых геометрий.

Индуктивная методика измерения  $j_c$  применяется для оценки критических токов массивных образцов и монокристаллов. Основным преимуществом индуктивной методики является отсутствие необходимости изготовления электрических контактов.

В ходе выполнения работы при измерении критического тока использовались сверхпроводящие образцы нескольких типов: объемные поликристаллические ВТСП материалы с включениями наноразмерных частиц, сверхпроводящие пленки и токонесущие ленты. Первый тип образцов представляет собой таблетки диаметром 8-10 мм и толщиной 1,5-2 мм. На таблетках измерялась критическая температура и плотность критического тока. Критический ток таких образцов наиболее оптимально измерять индуктивным методом (по намагниченности). Прямые транспортные измерения затруднены либо не обоснованы в силу следующих обстоятельств:

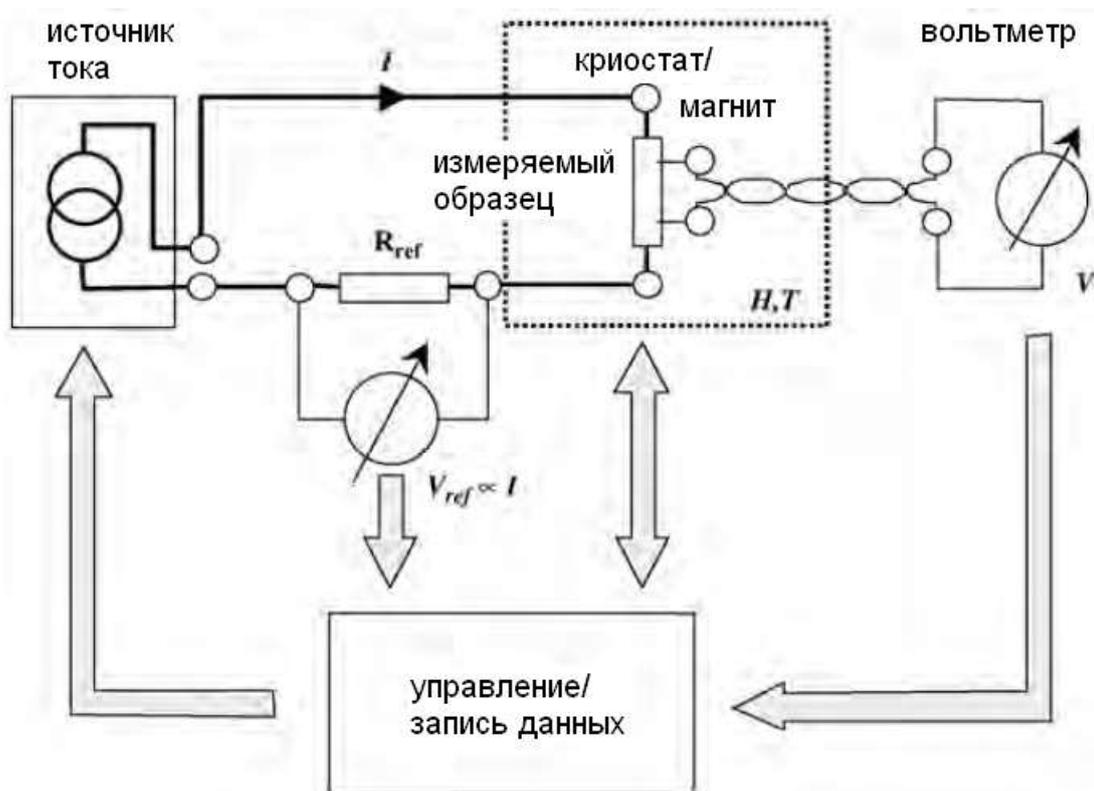


Рисунок 2.1 – Принципиальная схема транспортных измерений критического тока

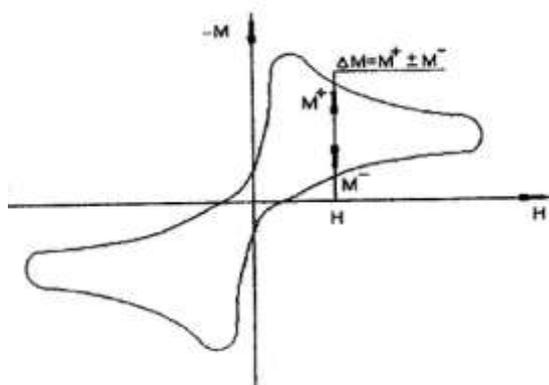


Рисунок 2.2 – Определение критического тока из петли намагниченности

1. Необходимость механического воздействия на образец с целью изготовления токовых каналов прямоугольной формы для точного расчета плотности критического тока. Такое механическое воздействие может привести к микроскопическому растрескиванию ВТСП материала, что изменит его начальные свойства.

2. Необходимость пропускать большие токи через образец. При плотности тока  $10^4$  А/см<sup>2</sup> и поперечном сечении  $2 \times 2$  мм<sup>2</sup> абсолютное значение тока будет составлять 400 А.

3. Чрезвычайно трудоемкая процедура изготовления электрических контактов к объемным ВТСП материалам с малым контактным сопротивлением, величина которого является критичным при транспортных исследованиях. Так, при сопротивлении контактов всего в 1 мОм и измерительном токе 400 А мощность тепловыделения на контактах будет равна 160 Вт, что неизбежно приведет к перегреву образца в процессе измерений и получению сильно заниженных результатов по критическому току.

Таким образом, для измерений плотности критического тока на поликристаллических объемных образцах целесообразно использовать индуктивную методику. Исследования критического тока СП пленок и токнесущих лент проводились с помощью прямой резистивной методики.

Таблица 2.1 Взаимосвязь ширины намагниченности и критического тока для некоторых геометрий образца [8]

Форма образца	Практические единицы M J R [emu см <sup>-3</sup> ], [A см <sup>-2</sup> ], [см]	Единицы СИ M J R [A м <sup>-1</sup> ], [A м <sup>-2</sup> ], [м]
Диск или цилиндр радиуса R, поле параллельно оси	$\Delta M = \frac{RJ}{15}$	$\Delta M = \frac{RJ}{1,5}$
Сфера радиуса R	$\Delta M = \frac{RJ}{30}$	$\Delta M = \frac{RJ}{3,0}$
Прямоугольная пластинка, $a \times b, a > b$ поле перпендикулярно плоскости	$\Delta M = \frac{bJ}{20} \left(1 - \frac{b}{3a}\right)$	$\Delta M = \frac{bJ}{2} \left(1 - \frac{b}{3a}\right)$
Бесконечная пластина толщины h в параллельном поле	$\Delta M = \frac{hJ}{20}$	$\Delta M = \frac{hJ}{2}$

## 2.2 Методы измерений намагниченности

### 2.2.1 Метод дифференциальной холловской магнитометрии

Для регистрации намагниченности с помощью преобразователей Холла (ПХ) применяется геометрия с одним или двумя ПХ. В первом случае образец с ПХ помещается внутрь достаточно длинного соленоида далеко от краев. Вся система образец + ПХ + соленоид опускается в жидкий хладагент, после чего включается внешнее магнитное поле. Регистрируя с помощью ПХ величину магнитной индукции  $B$  и вычитая внешнее магнитное поле  $H$ , получаем значение намагниченности  $M$  сверхпроводящего образца.

Метод дифференциальной холловской магнитометрии основан на применении двух преобразователей Холла, включенных встречно по потенциальным выводам. Первый датчик измеряет поле соленоида  $H$ , а второй, находясь в непосредственной близости от образца, измеряет магнитную индукцию на поверхности образца (таблетки). Так как датчики включены встречно, то из показаний второго вычитается величина внешнего магнитного поля измеряемого первым датчиком. Таким образом, на выходе с датчиков получается величина намагниченности (с точностью до поправочных коэффициентов) как функция приложенного поля. Реализация данного метода выполнена на установке представленной на рисунке 2.3.

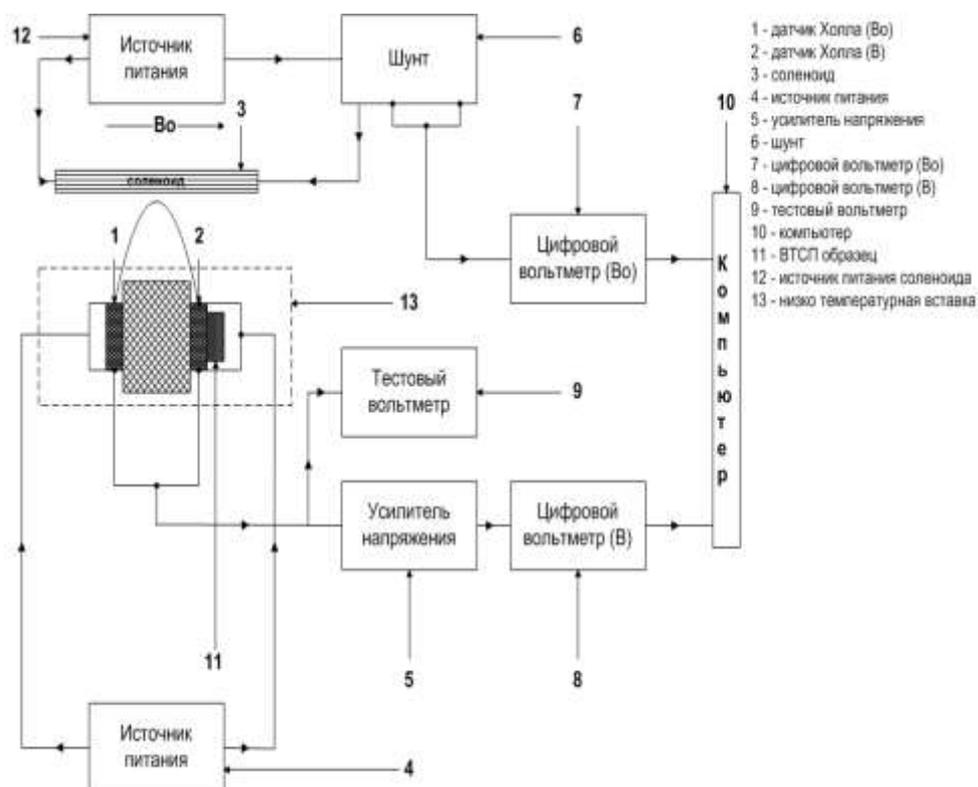


Рисунок 2.3 – Блок-схема экспериментальной установки для измерения намагниченности методов дифференциальной холловской магнитометрии

### 2.2.2 Шаговый магнитометр

Для измерения намагниченности в работе также применялся шаговый (вибрационный) магнитометр, изготовленный в Лаборатории сильных магнитных полей и низких температур (Вроцлав, Польша). Принцип действия вибрационного магнитометра - образец совершает возвратно-поступательные движения между компенсированной парой измерительных катушек, сигнал с которых детектируется синхронно с движением образца. Для улучшения чувствительности в данной модификации магнитометра используется шаговый двигатель, что обеспечивает идеальное постоянство амплитуды и частоты движения образца [115]. Для управления шаговым двигателем применен микроконтроллер, благодаря которому двигатель вращается с переменной скоростью, запрограммированной таким образом, чтобы сигнал с

измерительных катушек был строго синусоидальным даже при амплитуде перемещения образца, сравнимой с расстоянием между измерительными катушками.

В реальной конструкции измерительные программы управляют основным блоком, универсальным прибором Keithley 2000, который измеряет сигнал с датчика Холла, и стабилизатором температуры Lake Shore 340.

Технические параметры магнитометра:

1. Диапазоны измеряемых магнитных моментов 0.4, 4 и 40 емт.
2. Абсолютная точность измерений не хуже 3%.
3. Шум  $\pm 2 \cdot 10^{-5}$  емт, паразитный сигнал без образца в поле 15Т не превышает  $10^{-4}$  емт.
4. Диапазон рабочих температур 1.5 - 300К. Точность стабилизации температуры 0.005 - 0.01К.
5. Рабочее отверстие для образца равно 8 мм.

### 2.2.3 Измерения намагниченности по методу Фитца

Метод Фитца [116] используется для измерения кривых намагниченности и гистерезисных потерь НТСП проводов в виде однослойной катушки. Исследуемый образец помещается в измерительную катушку, предварительно скомпенсированную по отношению к внешнему магнитному полю. Собственная намагниченность образца вызывает появление э.д.с., которая интегрируется по времени с помощью электронного интегратора. Результат интегрирования, который пропорционален намагниченности, подается на один из входов двухкоординатного графопостроителя или цифрового вольтметра. На другой вход подается сигнал, пропорциональный величине внешнего магнитного поля. Образец для измерения намагниченности проводника представляет собой незамкнутую спираль сверхпроводящего композита. Такая форма образца обеспечивает, во-первых, условие перпендикулярности магнитного поля и провода, во-вторых, достаточно малый объем образца. Последнее обстоятельство важно в связи с экспериментальными сложностями создания однородного магнитного поля в большом объеме. Кроме того, спираль позволяет пренебречь краевыми эффектами на концах провода.

Мы внесли изменения в традиционные [116-118] схемы измерения. В качестве приемных были использованы четыре коаксиальных однослойных катушки длиной 2 см. Исследуемый образец СМК в виде открытой спирали помещался между второй и третьей катушками, электрически скомпенсированными в отсутствие образца по отношению к внешнему полю, которые служили для регистрации внешнего магнитного поля вблизи образца. Усредненное значение э.д.с. с внешних катушек также интегрировалось по времени и подавалось на другой вход интегратора. Интеграторы калибровались по полю соленоида в отсутствие образца.

Приемные катушки с измеряемым образцом помещались в специально изготовленный сверхпроводящий NbTi соленоид, который имел осевую неоднородность поля в зоне приемных катушек менее 0.7%. Развертка внешнего магнитного поля была линейна со скоростью  $\partial B/\partial t = 6 \cdot 10^{-3} \div 6 \cdot 10^{-1}$  Тл/сек. При измерениях добивались замкнутости для каждой петли гистерезиса. Из петель намагниченности можно определить гистерезисные потери (потери энергии на цикл перемагничивания).

### 2.3 Измерение зависимости $\rho(T)$ , определение критической температуры и критического тока тонких пленок

Электросопротивление пленок измерялось четырехконтактным методом при измерительном токе  $I = 10 \div 100$  мкА на мостике шириной от 50 до 400 мкм и длиной до 1.5 мм. На пленках Nb<sub>3</sub>Sn мостик изготавливали методом фотолитографии, на пленках различных ВТСП материалов - методом алмазного или лазерного скрайбирования. На образцах Nb<sub>3</sub>Sn резистивные контакты изготавливались термическим напылением меди. На образцах ВТСП резистивные контакты представляли собой площадки термически напыленного или притертого к поверхности пленки индия высокой чистоты. К этим площадкам индием, либо сплавами Вуда или Розе припаивались медные проводки (рисунок 2.4). Сопротивление таких контактов оказывалось, как правило, несколько Ом. Таким образом, изготовление мостика преследовало цель уменьшить полный ток через образец и не допустить сильного перегрева контактов. В случае пленок Nb<sub>3</sub>Sn сопротивление контактов было меньше 100 мкОм.

Критический ток  $I_c$  образца определялся из вольт-амперных характеристик, снятых при разных температурах и магнитных полях. За величину критического тока принимался ток, при котором на потенциальных контактах появлялась напряженность 1 мкВ/см. Плотность критического тока  $J_c$  определялась делением полного тока на сечение мостика. Критический ток пленок измерялся в магнитном поле сверхпроводящего NbTi соленоида с максимальной

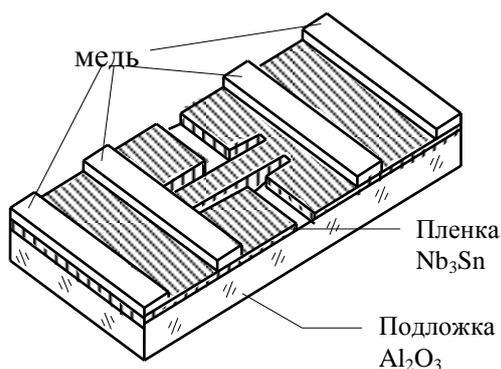


Рисунок 2.4 – Общий вид пленочных образцов после фотолитографии (на примере Nb<sub>3</sub>Sn)

индукцией в центре соленоида - 4 Тл соленоида в диапазоне температур 4.2÷77 К. В этом случае для изменения температуры использовался криостат с двойным гелиевым объемом.

Во внешнем объеме находился СП соленоид, во внутреннем - блок держателя образца. Для измерений магнитопольных зависимостей критического тока ВТСП лент первого и второго поколений также использовались резистивный Биттеровский магнит на 14 Тл и сверхпроводящий безжидкосный магнит на 8Тл. При измерениях в магнитном поле в большинстве случаев выдерживалась геометрия, при которой вектор магнитной индукции был всегда перпендикулярен направлению тока в образце (исключения оговариваются отдельно).

#### 2.4 Методика измерения константы Холла

Измерение Холл-эффекта осуществлялось с использованием пятиконтактной методики. Применение трех потенциальных контактов вместо двух позволяет проводить с помощью резистора тщательную компенсацию резистивного напряжения  $U_x$  к нулю в отсутствие магнитного поля. Кроме того, наличие контактов  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  дает возможность определять зависимости  $\rho(T)$  и критический ток четырехконтактным методом. Процедура определения постоянной Холла заключалась в следующем. При некоторой температуре  $T > T_c$  (как правило 100 К при работе с ВТСП или 20 К при исследовании  $Nb_3Sn$ ) через токовые контакты  $T_1$  и  $T_2$  пропусклся измерительный ток, равный 10мА. При этом на холловских выводах  $U_x$  появлялось резистивное напряжение, связанное с геометрическим расположением контактов  $\Pi_1$ ,  $\Pi_2$  и  $\Pi_3$ . Блоком подгоночных резисторов  $R$  это напряжение сводилось к нулю. Затем включалась развертка магнитного поля, осуществляемая с фиксированной скоростью, и на выводе  $U_x$  появлялась холловская э.д.с., увеличивающаяся с увеличением поля. Сигнал э.д.с. подавался на вход компаратора напряжений, используемого в качестве усилителя. Регистрировалась зависимость холловской э.д.с. от внешнего магнитного поля, из наклона которой, на линейном участке, определялась константа Холла  $R_x$ : 
$$R_x = \frac{\partial U_x}{\partial B} \frac{d}{I}$$
. Здесь  $d$  – толщина образца,  $I$  – транспортный ток. Варьируя температуру измерений, можно получить зависимость  $R_x(T)$ , а проводя облучение, зависимость  $R_x(F)$ .

#### 2.5 Методика измерения транспортных характеристик и электрических потерь в ВТСП лентах на переменном токе

Для измерения энергетических транспортных потерь на переменном токе применялась схема, приведенная на рисунке 2.5. В качестве примера на рисунке показана схема измерения потерь при разных температурах. В эксперименте измерялась синфазная компонента первой

гармоники напряжения на исследуемом образце в зависимости от амплитуды переменного транспортного тока различной частоты. Синусоидально изменяющийся сигнал тока поступал от генератора сигналов специальной формы и усиливался с помощью низкочастотного усилителя УНЧ и понижающего трансформатора. Значение тока определялось с помощью шунта  $R=0.25\text{мОм}$  (300А-75мВ). Резистивная составляющая напряжения, возникающего между потенциальными контактами, измерялась с помощью селективного усилителя. Основная сложность метода заключается в избавлении от индуктивной компоненты напряжения. Были проведены оценки потерь, возникающих вследствие индуктивности, в серебряной оболочке провода и установлено, что величина реактивных потерь в проводе сравнима с величиной активных потерь. Поэтому потребовалась компенсация напряжения, сдвинутого по фазе на  $90^\circ$  относительно тока, с помощью одновитковой трансформаторной петли с переменным потокосцеплением. Компенсация определялась по наименьшему значению возникающего на сверхпроводнике напряжения при плавном изменении потокосцепления (перемещении трансформаторной петли относительно образца). Особое внимание уделялось точному установлению фазы между напряжением и током. Синфазность проверялась по цифровому осциллографу, добивались разницы между фазой напряжения и тока меньше  $0,1^\circ$ .

Мощность полных транспортных потерь определялась как произведение синфазного тока и напряжения. Как было указано в [119], потери напряжения, измеряемые в ВТСП композитах, зависят от положения потенциальных контактов, припаянных к образцу. Для измерения «правдивого» значения потерь (независимо от положения контактов), что обсуждалось в [120] и теоретически подтверждено в [121] (см. также обзор [122] и справочник [8]), потенциальные контакты должны имели форму петли размером 1.5–2 ширины ленты и располагались в плоскости ленты. Частотные и амплитудные зависимости потерь исследовались в диапазоне  $30\text{ Гц} < f < 150\text{ Гц}$  и  $I < 30\text{ А}$ . При выборе частоты принималось во внимание, чтобы первые две гармоники не были кратны 50Гц из-за помех, наводящихся из сети.

Для измерения транспортных характеристик ВТСП композитов на постоянном и переменном токе при различных ориентациях в магнитном поле была разработана специальная магнитная система. Система позволяла проводить измерения при  $T=77\text{ К}$  при одноразовом охлаждении соленоида с возможностью поворота образца без размораживания всей системы, что позволяло избегать термоциклирования образца во время измерений. Поворот плоскости образца на угол относительно линии магнитной индукции осуществлялся в диапазоне  $0^\circ$  до  $90^\circ$ . Полные энергетические потери определяли как произведение синфазного тока и напряжения. В магнитном поле потери определялись при частоте  $f=33\text{ Гц}$ , как функция амплитуды тока для каждого угла и нескольких значений магнитного поля. Все измерения проводились при

температуре  $T=77$  К. Для определения зависимости энергетических транспортных потерь от температуры был сконструирован и изготовлен штوك, схема которого приведена на рисунке 2.6. Этот штук позволяет проводить измерения непосредственно в азотном сосуде Дьюара в диапазоне от 77 К до 130 К с точностью 0.5 К.

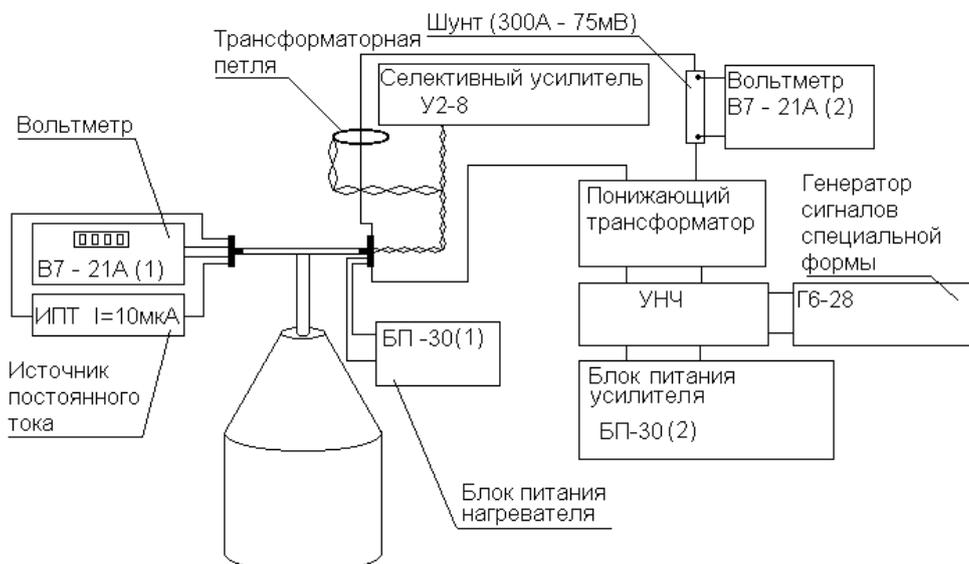


Рисунок 2.5 – Блок схема установки по измерению транспортных характеристик образцов на переменном токе

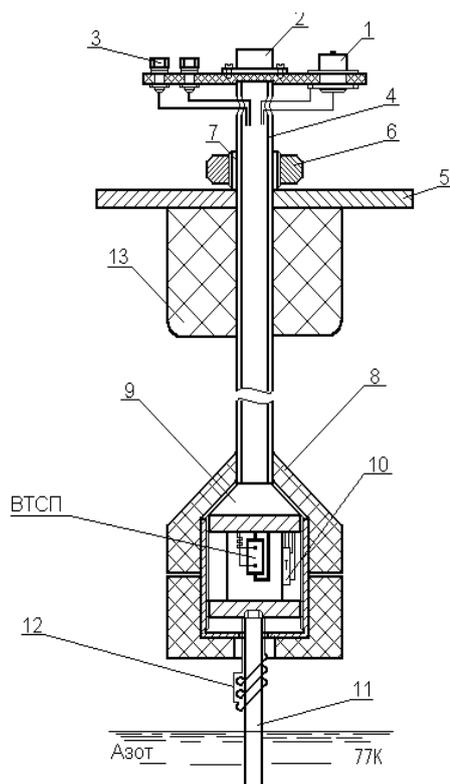


Рисунок 2.6 – Штук для измерения транспортных характеристик ВТСП композитов на постоянном и переменном токе при изменении температуры

## 2.6 Локальные методы исследования магнитной индукции в сверхпроводящих материалах

### 2.6.1 Низкотемпературная магнитооптика

Типичная схема магнитооптического эксперимента приведена на рисунке 2.7. Для проведения измерений с помощью данной методики необходимо наличие современного оборудования (проточный азотный или гелиевый криостат, поляризационный микроскоп, оптический микроскоп высокого разрешения). Схема оптической части эксперимента приведена на рисунке 2.8. В основе метода лежит эффект Фарадея. В материалах с двойным продольным лучепреломлением вектор поляризации падающего линейно поляризованного светового пучка, проникающий на глубину  $l$  параллельно вектору магнитного поля  $H$ , поворачивается на угол  $\alpha = V(\omega)lH_z$  в первом приближении. Таким образом, угол поворота вектора поляризации пропорционален пути, пройденному лучом внутри материала, компоненте магнитного поля  $H_z$ , и константе  $V(\omega)$ , которая определяется свойствами материала и частотой падающего света. В качестве индикаторной пленки использовался Bi-железистый гранат с плоскостной поляризацией оси легкого намагничивания, имеющий характеристики, указанные в таблице 2.2:

Таблица 2.2. Некоторые характеристики магнитооптических индикаторных пленок

Характеристика	(Bi, Lu, Ga, Y) – железистые гранаты с плоскостной поляризацией оси легкого намагничивания
Магнитное разрешение	10 мкТл
Магнитное насыщение	100-300 мТл
Пространственное разрешение	5 мкм (370 нм в специальных случаях)
Температурный диапазон	$\leq 400-600$ К
Константа Верде	$0,008^\circ-0,04^\circ \text{ мТл}^{-1} \text{ мкм}^{-1}$ (для $\lambda=450-550$ нм)

После прохождения магнитооптической пленки и второго поляризатора световой пучок попадает на светочувствительный элемент. По яркости полученного изображения можно судить о величине магнитного поля на поверхности образца. Оптический контраст наблюдается с помощью оптического поляризационного микроскопа высокого разрешения Olympus BX51. Кроме того оптическая система позволяет проводить съемку изображения с микроскопа. Оптическое разрешение микроскопа  $\sim 1$  мкм. Для фокусировки изображения организована система позиционирования. Изображение с камеры передается на рабочую станцию для дальнейшей обработки.

Образец помещается на холодный палец оптического проточного гелиевого криостата. В процессе проведения эксперимента образец находится в вакууме. Диапазон температур 3,5-300 К, магнитное поле до 50 мТл.

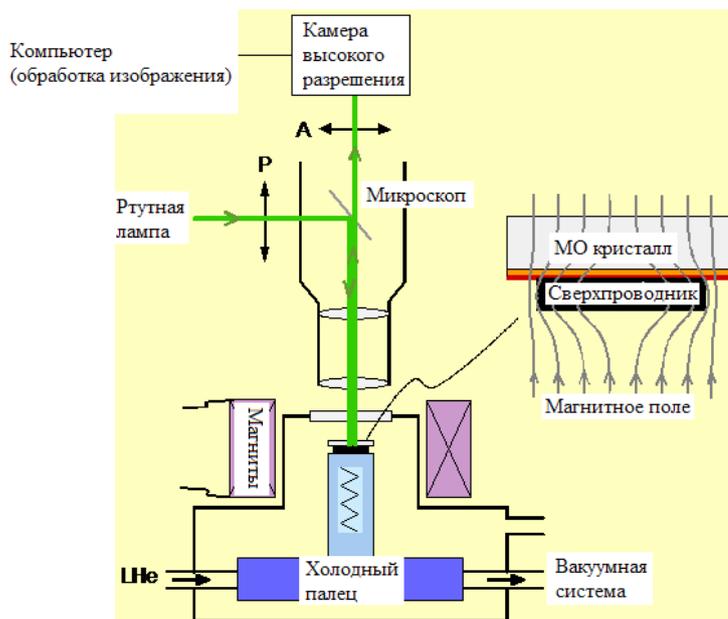


Рисунок 2.7 – Принципиальная схема магнитооптического эксперимента

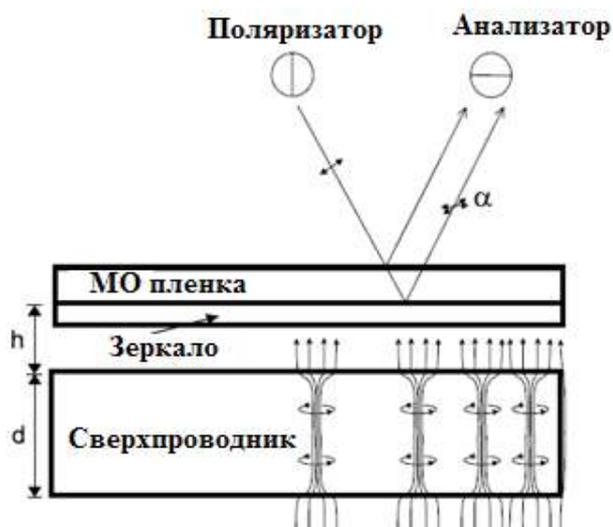


Рисунок 2.8– Оптическая схема магнитооптического эксперимента

### 2.6.2 Сканирующая холловская магнитометрия

Экспериментальный модуль сканирующей холловской магнитометрии (СХМ) состоит из двухкоординатной системы позиционирования в плоскости  $XU$ , с установленной на нее преобразователем холла, держателя образца, с возможностью перемещения по высоте (вдоль оси  $Z$ ), азотной ванны (при необходимости), системы измерения критического тока

сверхпроводника (при необходимости) и системы обработки данных. Схема экспериментального модуля представлена на рисунке 2.9. Исследуемый образец крепится на неподвижном держателе образца (5). К образцу припаиваются мощные токовые и тонкие потенциальные контакты. Токовые провода другим концом крепятся на выходы источника тока. На консоли (4) помещается полупроводниковый преобразователь Холла (ПХ) (на схеме не показан). Образец помещается в азотную ванну (3). Держатель образца расположен на стационарной штанге (7). При протекании транспортного тока возникает магнитное поле, компонента поля  $B_z(x,y)$  (перпендикулярная поверхности образца) детектируется посредством преобразователя Холла. Преобразователь Холла возможно свободно перемещать в плоскости  $XZ$  двухкоординатного манипулятора с высоким разрешением (1). Вся установка размещается на массивном основании для исключения вибраций. Измерительная часть реализована на основе следующих приборов: цифровой мультиметр Agilent 34401A; программируемый источник постоянного тока Yokogawa 7651; цифровой мультиметр Agilent 34420A; коммутационный модуль Agilent 82357B; источник тока до 300А Agilent 6671A (для проведения сканирования при токовой нагрузке образца). Экспериментальный стенд полностью автоматизирован и производит измерения по заданным начальным параметрам (область сканирования, скорость сканирования, величина шага перемещения, точность измерения сигнала преобразователя Холла). В экспериментальном стенде в качестве чувствительного элемента, измеряющего компоненту магнитного поля, перпендикулярную поверхности образца, используется полупроводниковый преобразователь Холла со следующими характеристиками: размер рабочей зоны 0.15x0.5 ммхмм, Номинальный управляющий ток 100 мА, Магнитная чувствительность 152  $\mu\text{В/мТл}$ , Температурный коэффициент ЭДС Холла 1.2 %, Коэффициент нелинейности при  $B=2$  Тл 0.01%. Сканирование магнитного поля производится в режиме либо в режиме захваченного потока (для сверхпроводящих образцов), либо протекания транспортного тока через исследуемый образец.

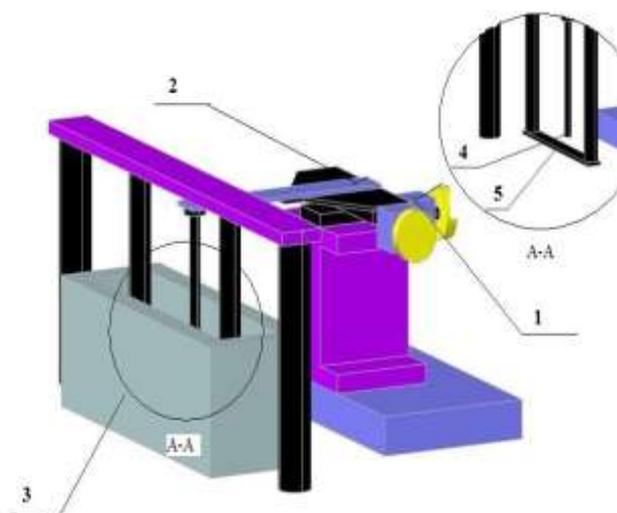


Рисунок 2.9 – Схема экспериментального стенда для сканирования ВТСП лент: 1-двухкоординатный манипулятор с высоким разрешением; 2- консоль; 3- азотная ванна; 4- консоль, на которую крепится ПХ; 5- держатель образца

## Глава 3 Повышение критических характеристик высокотемпературных сверхпроводников на основе $\text{Bi}$ с нанодобавками неорганических материалов

С точки зрения повышения плотности критического тока  $J_c$  (особенно в сильных магнитных полях) создание эффективных центров пиннинга в большинстве известных ВТСП соединений является одной из наиболее важных проблем. Как отмечалось в Главе 2, для создания центров пиннинга используются различные методы структурных трансформаций. Одним из наиболее простых с технологической точки зрения методом создания искусственных центров пиннинга является введение в ВТСП на этапе синтеза наноразмерных добавок различных неорганических соединений, оптимизированных по содержанию и дисперсности. При этом введенная добавка должна быть стабильной и химически инертной в процессе спекания композита, а также должна иметь равномерное распределение в объеме материала.

Ключевым фактором является методология исследований влияния нанодобавок на магнитные и транспортные характеристики ВТСП, которая включает в себя выбор метода измерений критического тока, реализация возможности исследований в широком диапазоне температур и магнитных полей, анализ влияния как концентрации, так и дисперсности вводимых добавок. В данной главе приведены результаты исследования влияния нанодобавок на намагниченность и критический ток ВТСП на основе висмута. Впервые будут представлены результаты измерений не только при температурах кипения жидкого азота и гелия, но и при промежуточных значениях  $T$  в диапазоне 4-77 К. Исследовательский диапазон магнитных полей составлял 0-14 Тл, что достигалось использованием сверхпроводящего соленоида Oxford Instruments и биттеровского магнита.

В качестве нанодобавок использовались тугоплавкие соединения, химически индифферентные к сверхпроводящей матрице. В работе были исследованы образцы с нанодобавками NbC, SiC, TaC,  $\text{Ta}_3\text{N}_5$ , HfN,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , NbN, AlN, ZrN, BN,  $\text{NbO}_x$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , при этом для разных образцов варьировались концентрация и дисперсность (средний размер) добавок. Всего было исследовано более 80 различных образцов, при этом измерено более 250 кривых  $M(H)$ . В силу невозможности представления огромного количества полученных в ходе выполнения работы данных, в диссертации приведены только несколько характерных примеров экспериментальных кривых и обобщающие зависимости.

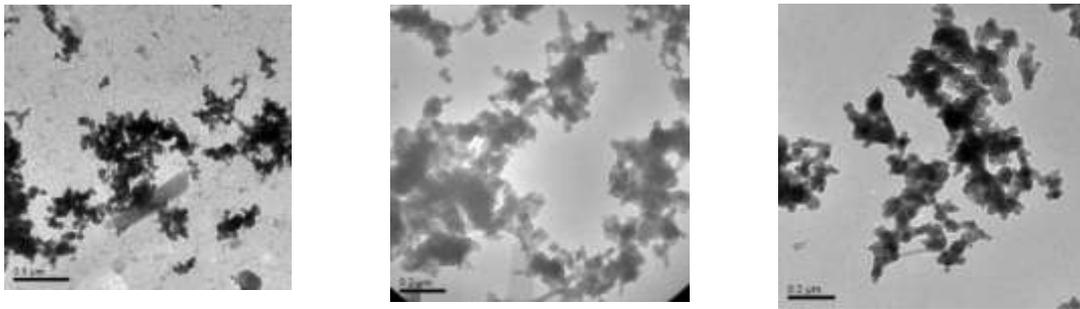
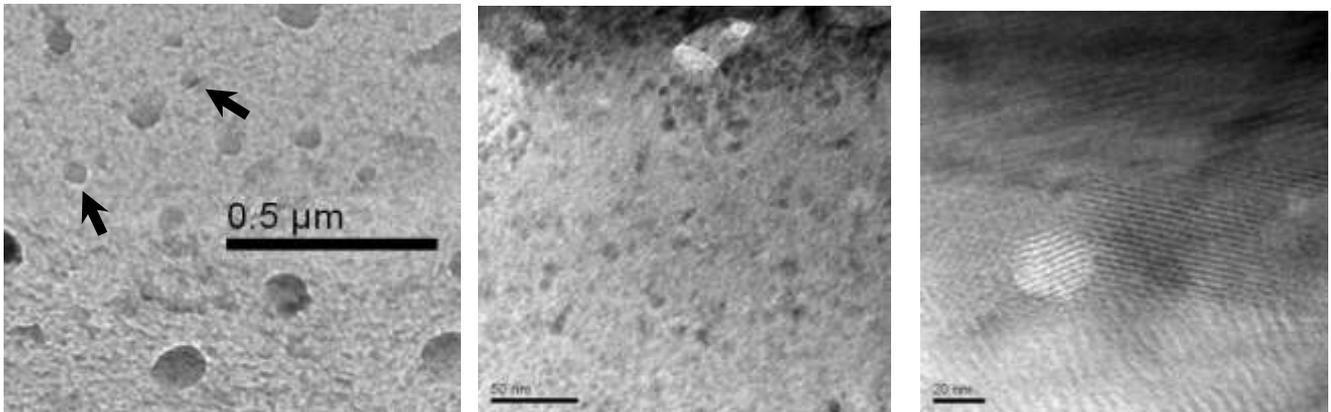
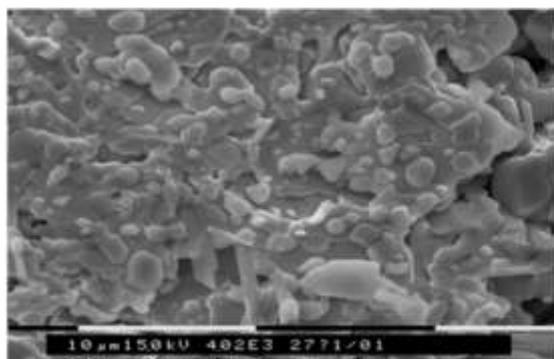
### 3.1 Синтез ВТСП образцов с нанодобавками

Синтез исходных образцов высокотемпературных сверхпроводящих соединений  $\text{Bi}2212$  и  $\text{Bi}2223$  с нанодобавками был выполнен в ИМЕТ РАН д.т.н. Б.П. Михайловым.

Исходное соединение Bi2223 было приготовлено методом совместного осаждения карбонатов. При этом чистота ингредиентов  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Sr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pb}_2\text{O}_3$  соответствовала марке ЧДА. Проводится взвешивание навески предварительно синтезированного методом совместного осаждения карбонатов соединения Bi-2223. По данным рентгено-фазового анализа порошок исходного соединения состоял из фаз 2223 (90 об.%), 2212 (5-9 об.%), 2201 (2-3 об.%) и следов  $\text{PbCaO}_4$ . Проводится взвешивание добавки в заданном количестве для введения в композит. Содержание добавки изменялось в пределах от 0,05 до 0,5 масс.%. Равномерное распределение добавок в объеме композита достигнуто путем механического перемешивания (вращения шихты) в закрытом объеме в течение 72 часов. При этом указанный объем в процессе вращения испытывает неравномерные толчки и смесь периодически переворачивается. Для перемешивания смеси также использована методика ультразвукового перемешивания в жидкости (спирте) инертной по отношению к смеси порошков и легко удаляемой из смеси после перемешивания. Из полученной смеси выполняется приготовление таблеток. Таблетки диаметром 12 мм и толщиной 2,5 – 3,0 мм из композита: ВТСП-добавка приготовлены методом прессования при комнатной температуре при одинаковом давлении 10 МПа. Продолжительность прессования применительно ко всем образцам, содержащим различное количество добавок, составляла 60 сек. После выпрессовки таблеток проводится их взвешивание, обмер размеров (толщины и диаметра) и проведен расчет плотности композитов.

В случае изготовления партий образцов с различным содержанием нанодобавок спекание нескольких таблеток проводилось одновременно для всех образцов одной партии (разных по содержанию добавок) при одинаковых температурно-временных условиях ( $840^\circ\text{C}/24$  ч) в атмосфере воздуха. Для разных партий условия отжига могли варьироваться с целью поиска оптимальных значений температур/время отжига. После спекания проводилось повторное взвешивание, обмер таблеток, расчет плотности. Для проведения измерений в вибрационном магнитометре из массивных таблеток приготавливались образцы, имеющие форму эллипсоида вращения с характерными размерами  $\sim 1 \div 1,5$  мм.

Микроструктура таблеток исследовалась с применением оптического поляризационного микроскопа, сканирующего и просвечивающего электронного микроскопа. Для контроля фазового состава композиционной керамики и кристаллографических параметров ВТСП фазы применялся рентгеновский дифрактометр. На рисунках 3.1.1 – 3.1.3 представлены примеры изображений нанодобавок в ВТСП матрицы с нанодобавками, полученных с использованием просвечивающего электронного микроскопа и сканирующего электронного микроскопа.

Рисунок 3.1.1 – ПЭМ изображения нанодобавок  $NbO_x$ Рисунок 3.1.2 – ПЭМ изображения ВТСП матрицы с нанодобавками  $NbO_x$ 

Образец без добавок 155.

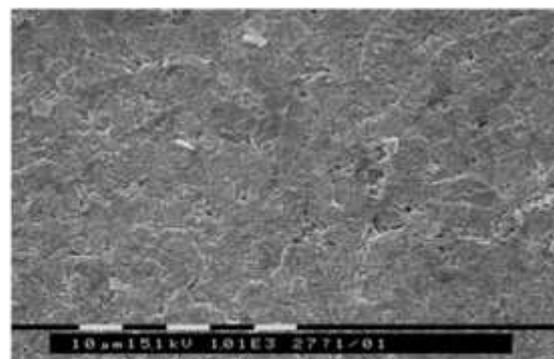
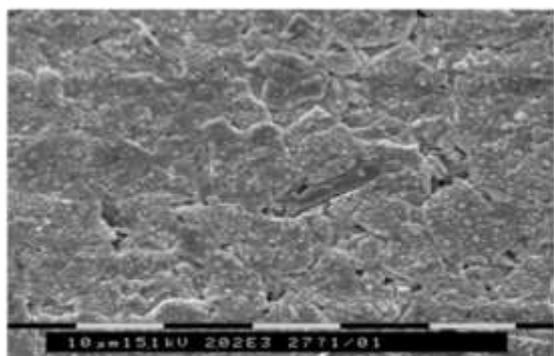
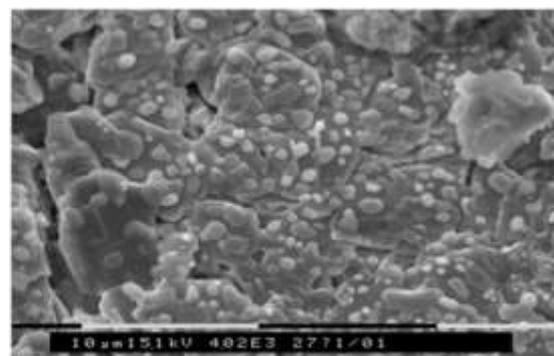
Образец №150 с  $Si_3N_4$  0,2 масс. %. Дисперсность 140 нм.Образец №151 с  $NbN$  0,05 масс. %. Дисперсность 30 нм.Образец №154 с  $Si_3N_4$  0,2 масс. %. Дисперсность 40 нм.

Рисунок 3.1.3 – Микроструктура ВТСП с нанодобавками, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа

Макроскопическая однородность образцов ВТСП с нанодобавками контролировалась путем измерений захваченного магнитного потока (рисунок 3.1.4) методом сканирующей холловской магнитометрии при  $T=77$  К (рисунок 3.1.4), а также с помощью магнитооптических исследований (рисунок 3.1.5).

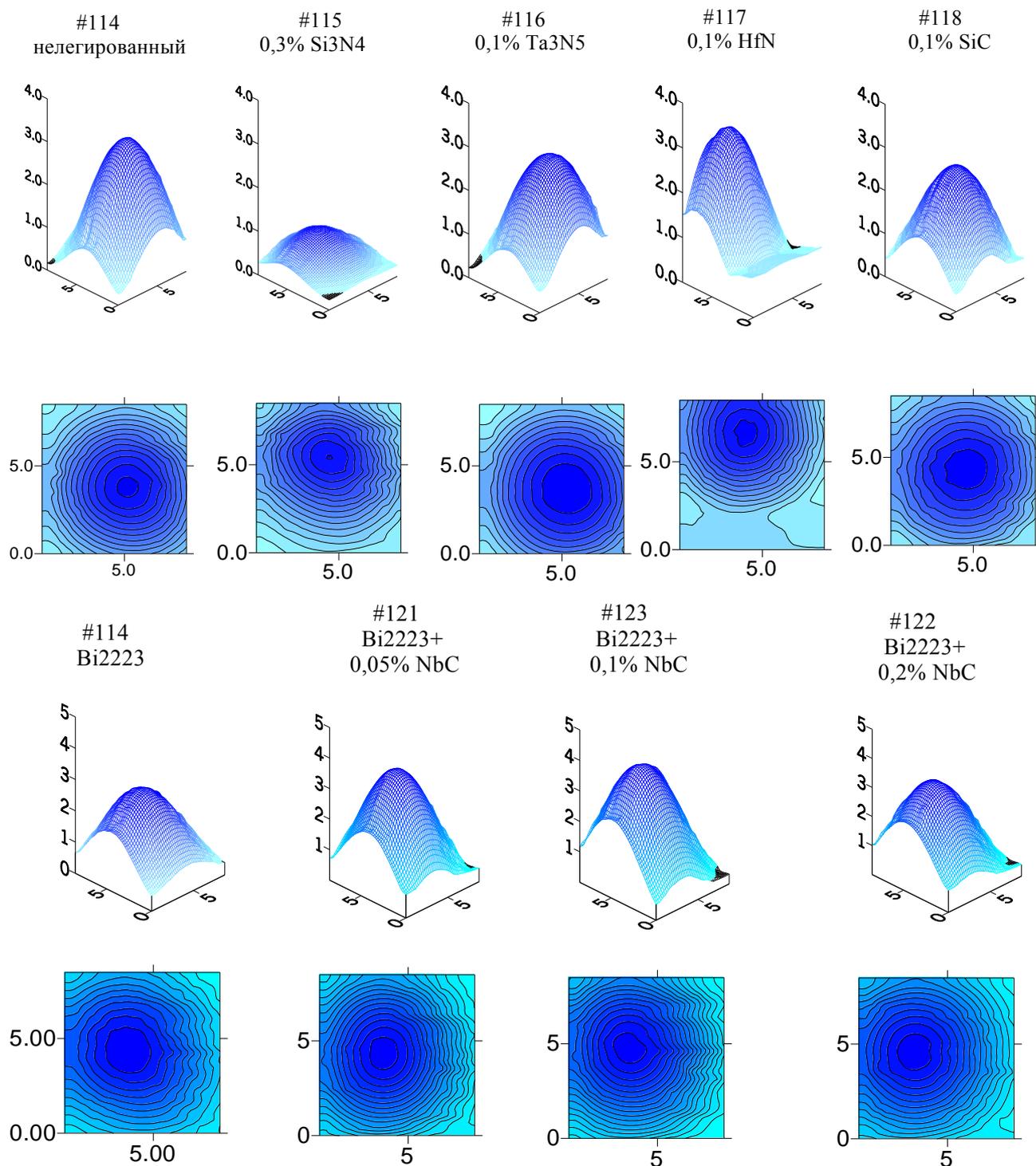


Рисунок 3.1.4 – Распределения захваченного потока, измеренные методом СХМ на таблетках Bi2223 с различными нанодобавками

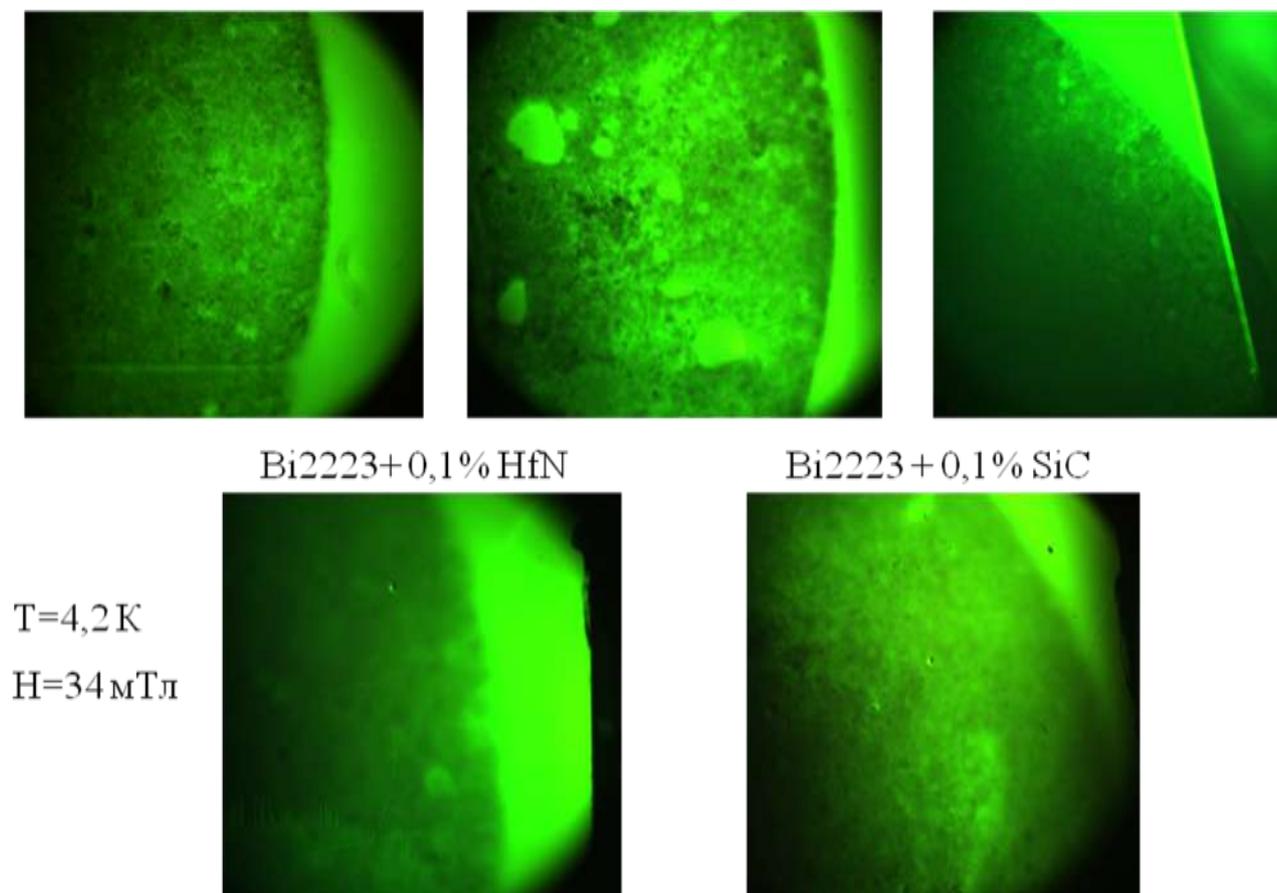


Рисунок 3.1.5 – Примеры магнитооптических изображений ВТСП с нанодобавками

### 3.2 Намагниченность и критический ток ВТСП с различными типами нанодобавок: измерения в малых полях при температурах кипения жидкого азота и жидкого гелия

В данном разделе предоставлены данные экспериментальных исследований влияния нанодобавок тугоплавких неорганических материалов - нитридов, карбидов, оксидов; соединений – NbC, TaC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, NbN, AlN, ZrN, NbO<sub>x</sub>, на величину намагниченности и плотности критического тока как функций внешнего магнитного поля. Измерения проводились для ВТСП образцов на основе Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> методом дифференциальной холловской магнитометрии при  $T=77$  К и  $T=4,2$  К. В ходе каждого эксперимента исследовался набор из образцов с различными видами и концентрациями нанодобавок, которые варьировались от 0,05 – 0,5 масс. %. Помимо изменения содержания нанодобавки, варьировалась дисперсность для образцов с нанодобавками Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и NbO<sub>x</sub>. Дисперсность в зависимости от нанодобавки изменялась от 23 – 400 нм.

Все образцы охлаждались без магнитного поля. После охлаждения проводилось циклическое изменение внешнего магнитного поля в диапазоне от  $H_{max}$  до  $-H_{max}$  ( $H_{max} \approx 60$  мТл

для  $T = 77$  К,  $H_{max} \approx 440$  мТл для  $T = 4,2$  К). Во всех экспериментах по получению петель намагниченности производилось три цикла перемагничивания. Для удобства расчетов петля  $M(H)$  в каждой четверти интерполировалась по методу наименьших квадратов полиномом и который использовался для дальнейших расчетов. Здесь и далее в настоящем подразделе вместо величины намагниченности  $M$  [А/м] используется величина  $\mu_0 M$  [Тл] и  $H=B_0$  – внешнее магнитное поле в размерности [Тл], что связано с особенностями проведения измерений методом дифференциальной холловской магнитометрии и удобством последующих расчетов.

Влияние нанодобавки на ширину петли намагниченности  $M(H)$  определялось относительно нелегированного образца из той же серии. Сравнение влияния нанодобавок относительно друг друга осуществляется по абсолютной величине плотности критического тока  $j_c$  и абсолютном изменении  $\Delta j_c$  относительно нелегированного образца. В результате измерений было получено большое число результатов, демонстрирующих влияние различных нанодобавок на величину намагниченности и критического тока. Для того чтобы не перегружать текст работы однотипными рисунками мы приведем в качестве примера данные по влиянию на намагниченность и критический ток нанодобавок карбида ниобия и карбида тантала

Влияние нанодобавки NbC на петлю намагниченности представлено на рисунке 3.2.1. Здесь показаны петли намагниченности образцов №121 – №123, для которых концентрация добавки составляет 0.05, 0.1, 0.2 масс. %. На этом же рисунке показана для сравнения петля  $M(H)$  образца №155 без добавки. Как можно увидеть из рисунка, нанодобавка положительно влияет на ширину петли намагниченности и, как следствие, на плотность критического тока  $j_c \sim \Delta M$ . Максимальное увеличение величины намагниченности достигается для концентраций равных 0,05 и 0,1 масс. % (образец №121 и №123). Дальнейшее увеличение концентрации не приводит к улучшению сверхпроводящих свойств (образец №122). Максимальное увеличение ширины петли намагниченности составляет  $\approx 1.5$  раза. Необходимо заметить, что ширина петель намагниченности увеличивается пропорционально во всем диапазоне изменения магнитного поля. Это говорит об одинаковых механизмах пиннинга в образцах с различным содержанием нанодобавки.

На рисунке 3.2.2 представлены зависимости плотности критического тока для образцов №121, №122 и №123 с нанодобавкой NbC. Видно, что все концентрации нанодобавки увеличивают  $j_c$  во всей области изменения магнитного поля. Максимальное  $j_c$  при  $H = 0$  у образцов №121, №123 равно  $1440 \text{ А/см}^2$ . Для нелегированного образца (№155)  $j_c(H=0) = 870 \text{ А/см}^2$ . Относительное увеличение значения  $j_c$  образцов №121-123 относительно нелегированного №155 ( $j_{c \text{ sample}}(H=0)/j_{c \text{ 155}}(H=0)$ ): №121 - 165 %; №122 - 128 %; №123 - 165 %.

Для образцов с нанодобавкой TaC получается картина подобная образцам с NbC. Все образцы №124, №125, №126 (концентрации в диапазоне от 0.05 до 0.2 масс. %) имеют петли

$M(H)$  значительно больше, чем у №155, а отличие в величине петель друг друга не значительно (рисунок 3.2.3). Увеличение  $j_c(H=0)$  (рисунок 3.2.4) относительно №155 ( $j_c(H=0) = 870 \text{ A/cm}^2$ ) следующие: №124 - 197 %; №125 - 205 %; №126 - 198 %.

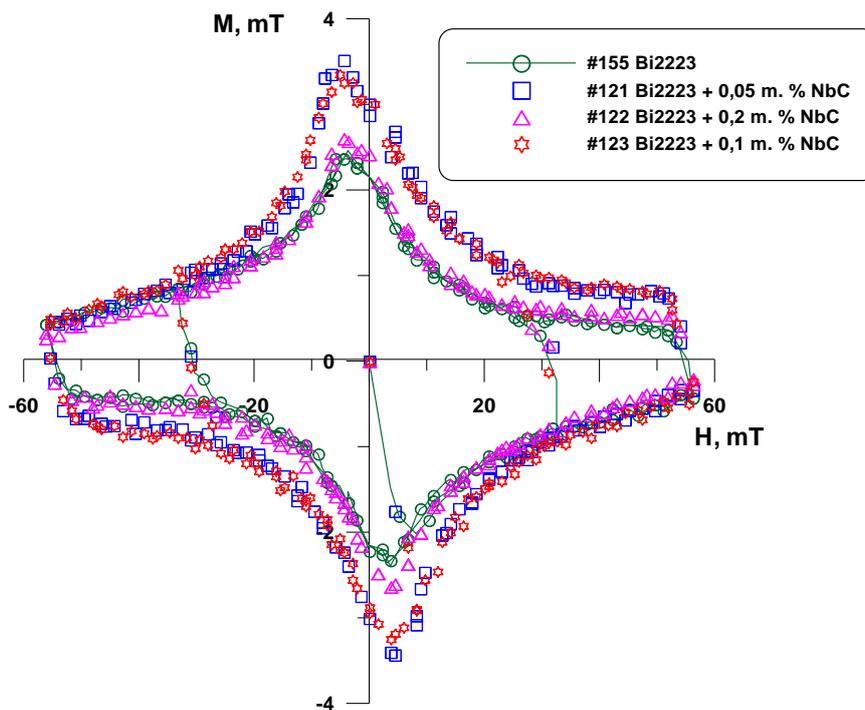


Рисунок 3.2.1 –Зависимость намагниченности  $M$  образцов 121-123 с добавками  $NbC$  в концентрациях от 0,05 до 0,2 масс. % от величины внешнего магнитного поля  $H$ .  $T = 77 \text{ K}$

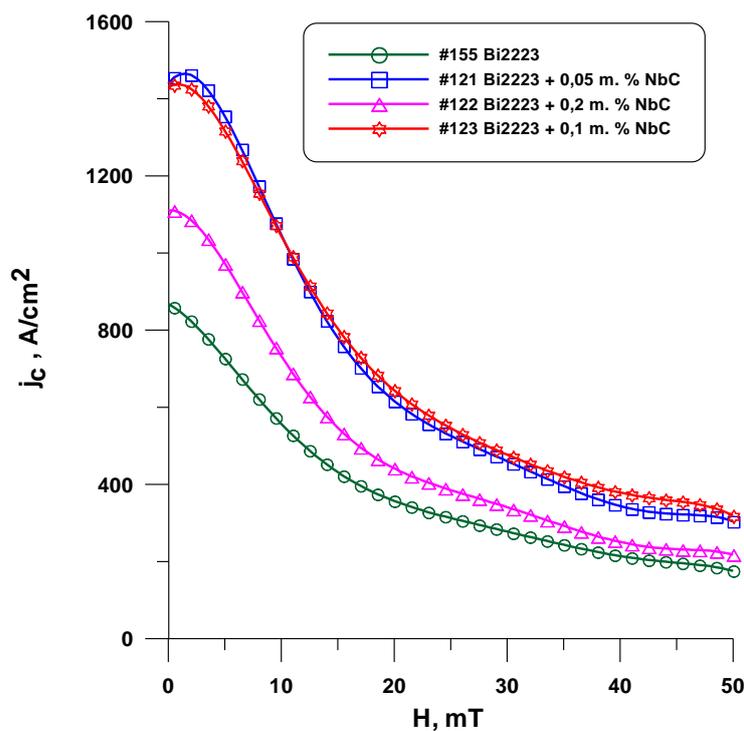


Рисунок 3.2.2 –Зависимость плотности критического тока  $j_c$  образцов 121-123 с добавками  $NbC$  в концентрациях от 0,05 до 0,2 масс. % от величины внешнего магнитного поля  $H$

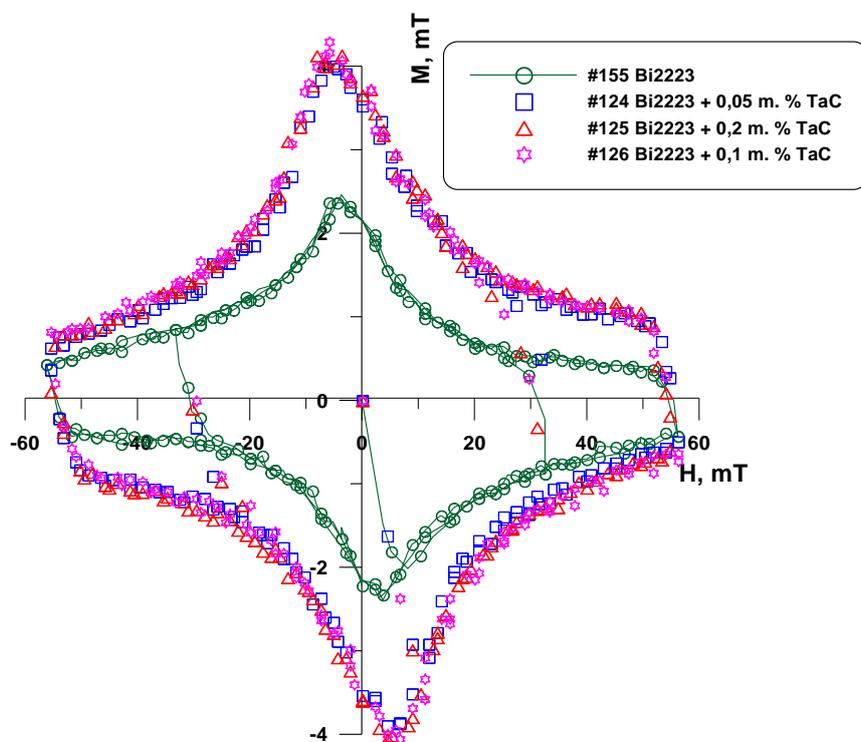


Рисунок 3.2.3 – Зависимость намагниченности  $M$  образцов 124-126 с добавками  $TaC$  в концентрациях от 0,05 до 0,2 масс. % от величины внешнего магнитного поля  $H$

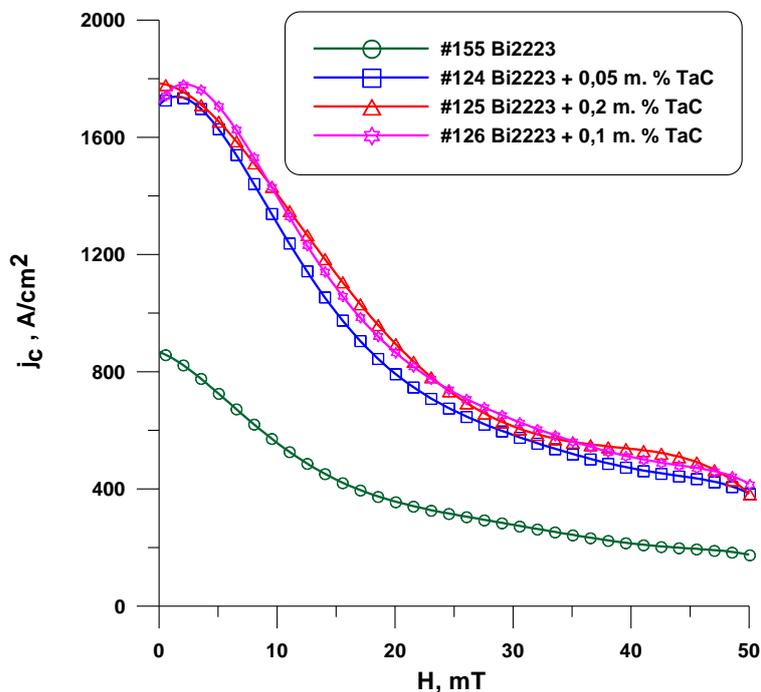


Рисунок 3.2.4 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  образцов 124-126 с добавками  $TaC$  в концентрациях от 0,05 до 0,2 масс. % от величины внешнего магнитного поля  $H$

Сравнивая результаты у образцов с содержанием добавок NbC и TaC, приходим к выводу, что у образцов с TaC имеется дополнительное увеличение плотности критического тока  $j_c$  на 30 – 60 % по сравнению с образцами с NbC. Исследования, проведенные с другими

типами нанодобавок показали, что наилучшие результаты при  $T=77$  К достигаются с применением TaC и TaN.

Изучение влияния дисперсности на намагниченность и критический ток было проведено для добавок  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , ZrN,  $\text{NbO}_x$ . Полученные данные указывают на повышение критического тока при промежуточных значениях дисперсности. Обобщенные результаты будут представлены ниже.

В целом, обобщая полученные экспериментальные данные при  $T=77$  К методом ДХМ, можно сделать вывод о возможности существенного увеличения плотности критического тока при внедрении нанодобавок тугоплавких неорганических соединений карбидов, нитридов, оксидов при температуре жидкого азота. Рассмотрим какие добавки и насколько увеличивают  $j_c$ , а также сравним добавки друг с другом.

На рисунке 3.2.5 – 3.2.7 показаны зависимости плотности критического тока  $j_c$  от магнитного поля  $H$  для одинакового содержания нанодобавок. Зависимости  $j_c(H)$  при содержании нанодобавки 0,05 масс. % показаны на рисунке 3.2.5. Видно, что все образцы кроме образцов с нанодобавками  $\text{Si}_3\text{N}_4(1)$  и AlN показали улучшение характеристик  $j_c$ . Максимальное увеличение  $j_c$  достигается в образцах с нанодобавками TaC и NbC. Увеличение составляет более чем 2 раза для TaC ( $1710 \text{ A/cm}^2$ ) и 1,7 раза для NbC ( $1440 \text{ A/cm}^2$ ). У образцов с добавками AlN,  $\text{Si}_3\text{N}_4(2)(3)$ , NbN наблюдается увеличению  $j_c$ , но не значительно. Увеличение составляет 1,1 – 1,3 раза. Для нанодобавок содержанием 0,1 масс. % зависимости  $j_c(H)$  показаны на рисунке 3.2.6. При этом содержании нанодобавки максимальное увеличение  $j_c$  также наблюдается у образцов с TaC, NbC. У образца с нанодобавкой ZrN наблюдаются характеристики близкие к образцам с NbC. Увеличение составляет  $\approx 2$  раза для TaC ( $1720 \text{ A/cm}^2$ ), 1,65 раза для NbC ( $1430 \text{ A/cm}^2$ ) и 1,8 раза для ZrN ( $1580 \text{ A/cm}^2$ ). Для образцов с нанодобавками AlN,  $\text{Si}_3\text{N}_4(1)(3)$  наблюдается незначительное увеличение  $j_c$  в 1,1 – 1,3 раза. Содержание добавки в 0,2 масс. % не изменило ситуации (см. рисунок 3.2.7). Максимальное увеличение  $j_c$  опять наблюдалось на образцах с нанодобавками TaC и ZrN. У образца с NbC наблюдаются значительно меньшие характеристики относительно образцов с TaC и ZrN. Остальные образцы с нанодобавками AlN, NbN и  $\text{Si}_3\text{N}_4(2)(3)$  показали результаты лучше чем образец с NbC. Максимальное увеличение  $j_c$  для образцов с нанодобавками TaC ( $1780 \text{ A/cm}^2$ ) и ZrN ( $1350 \text{ A/cm}^2$ ) составляет  $\approx 2$  и  $\approx 1,55$  раза соответственно.

Можно заметить, что зависимости плотности критического тока от концентрации нанодобавок TaC, NbC, AlN,  $\text{Si}_3\text{N}_4(1)(3)$  и ZrN имеют максимум (см. рисунки 3.2.8 и 3.2.9). Максимум увеличения  $j_c$  – *оптимум*, достигается для промежуточных значений содержания нанодобавки.

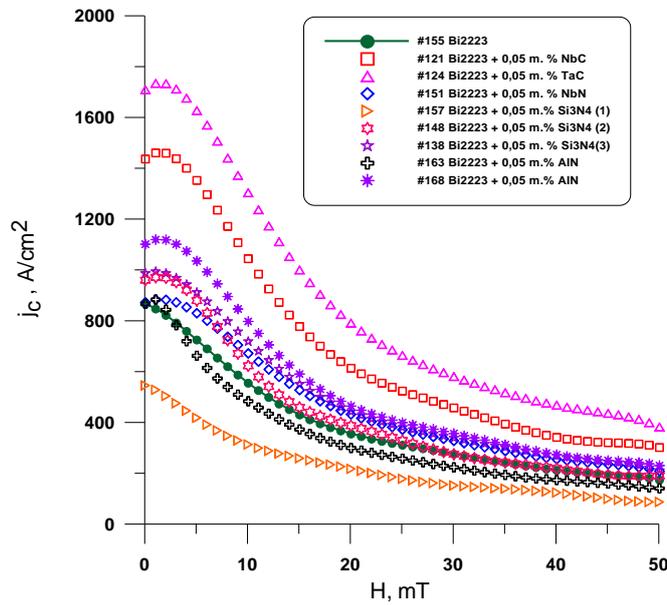


Рисунок 3.2.5 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,05 масс. %

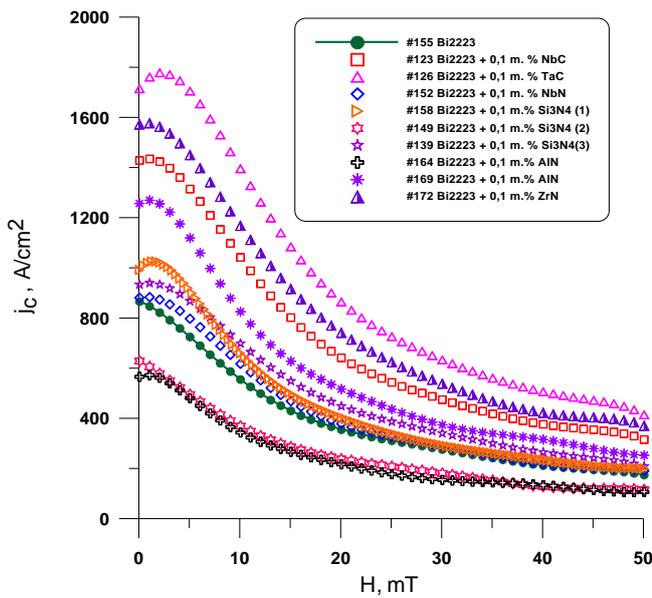


Рисунок 3.2.6 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,1 масс. %

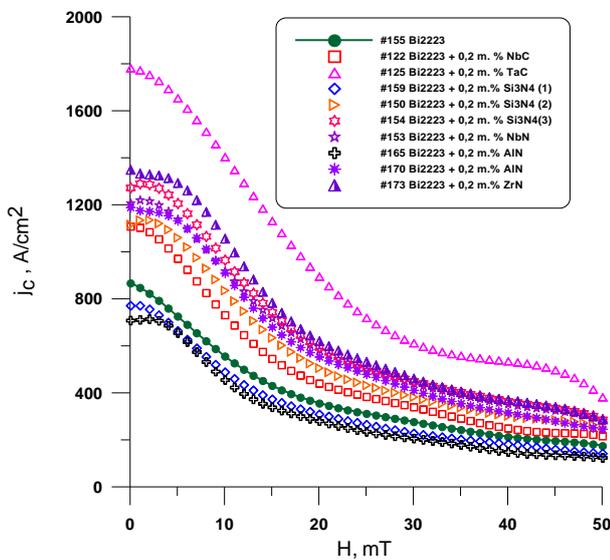


Рисунок 3.2.7 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,2 масс. %  
0,1 масс. %

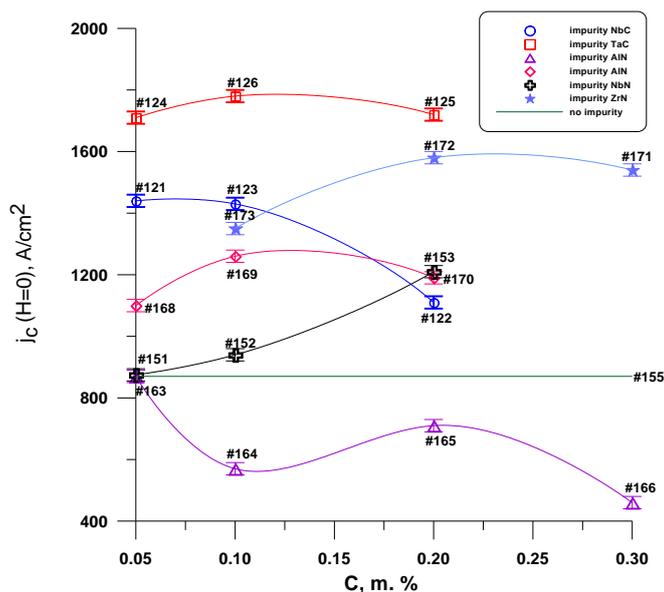


Рисунок 3.2.8 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от содержания добавки при внешнем магнитном поле  $H=0$  мТл для образцов с различными добавками. Образцы с одинаковой добавкой соединены линией. Сплошной линией показана величина  $j_c$  нелегированного образца 155

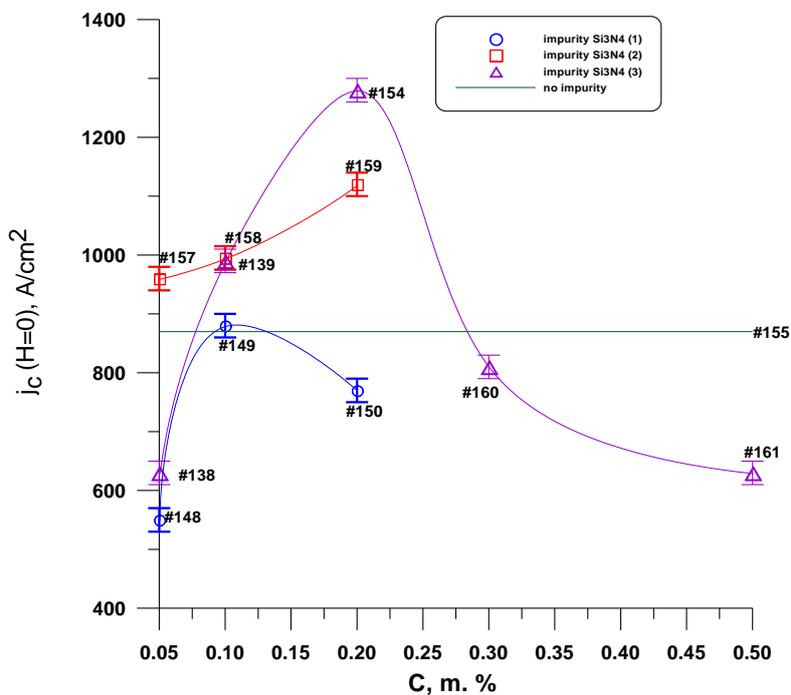


Рисунок 3.2.9 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от содержания добавки  $Si_3N_4$  при внешнем магнитном поле  $H=0$  мТл для образцов. Образцы с одинаковой дисперсностью добавки соединены линией. Сплошной линией показана величина  $j_c$  нелегированного образца 155

Для образцов с нанодобавками NbN и  $Si_3N_4$  (2) зависимости  $j_c(C)$ , где  $C$  – массовое содержание добавки при  $H=0$  мТл, описывается возрастающей кривой. Заметим, что аналогичное поведение  $j_c(C)$  сохраняется и при  $H$  отличном 0 мТл, так как ширина петли

намагниченности увеличиваются пропорционально во всем диапазоне изменения магнитного поля. Возрастающая кривая говорит о том, что для данных нанодобавок не достигнут оптимум по увеличению содержания нанодобавки. Поэтому можно ожидать, что дальнейшее увеличение массового содержания нанодобавки приведет к увеличению  $j_c$ .

Рассмотрев все виды нанодобавок приходим к выводу, что максимальные характеристики во всем диапазоне содержания нанодобавки показали соединения TaC, NbC и ZrN. Максимальное увеличение  $j_c$  составило более чем 2 раза для образцов с TaC.

Какая же обобщенная картина влияния различных нанодобавок на критический ток ВТСП наблюдается при  $T=4,2$  К? Зависимости плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля при  $T = 4,2$  К для одинаковых содержаний нанодобавок представлены на рисунках 3.2.10-3.2.12.

Плотность критического тока  $j_c$  образцов с содержанием нанодобавки 0,05 масс. % показана на рисунке 3.2.10. Для всех образцов, кроме образца с  $\text{Si}_3\text{N}_4$  увеличивается  $j_c$ . Максимальное увеличение  $j_c$ , как и при азотной температуре, наблюдается у образцов с нанодобавками NbC, TaC и AlN. Значение  $j_c(H=0)$  для образцов с NbC – 38,8 кА/см<sup>2</sup>, TaC – 40,7 кА/см<sup>2</sup>, AlN – 51,3 кА/см<sup>2</sup>. Увеличение  $j_c$  составляет более чем в 2 раза. Для образца с NbN в полях  $H \sim 0$  мТл плотность критического тока меньше чем в образцах с NbC, TaC и AlN ( $j_{c\text{NbN}} \sim 33,6$  кА/см<sup>2</sup>). Однако с возрастанием магнитного поля,  $j_c$  нанодобавки становится близкой к величине критического тока образца с TaC. У образца с  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (3)  $j_c$  меньше чем у нелигированного. Зависимости  $j_c(H)$  для содержания нанодобавки 0,1 масс. % показаны на рисунке 3.2.11. В данном случае у образцов с нанодобавками NbC и TaC наблюдались близкие результаты  $j_{c\text{NbC}} \sim 33,6$  кА/см<sup>2</sup>,  $j_{c\text{TaC}} \sim 41,5$  кА/см<sup>2</sup>. Образцы с AlN и ZrN также имеют практически одинаковые характеристики  $j_{c\text{AlN}} \sim 43,5$  кА/см<sup>2</sup>,  $j_{c\text{ZrN}} \sim 41,4$  кА/см<sup>2</sup>. Отметим, что относительно образца №167 (нелегированный образец из той же серии, что и AlN, ZrN) внедрение добавки AlN немного ухудшает свойства. В полях  $\sim 0$  мТл образец с NbN имеет  $j_c$  меньше чем образцы с NbC, TaC, AlN, ZrN. При возрастании магнитного поля зависимости  $j_c(H)$  для образцов с NbC, TaC и NbN совпадают. У образца с нанодобавкой  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (3) наблюдаются самые худшие характеристики. На рисунке 3.2.12 показаны зависимости  $j_c(H)$  для образцов с содержанием нанодобавки 0,2 масс. %. Образцы с нанодобавками TaC, AlN, ZrN и в этом случае показали максимальные значения. Для образца с NbC наблюдается небольшое уменьшение  $j_c$ .

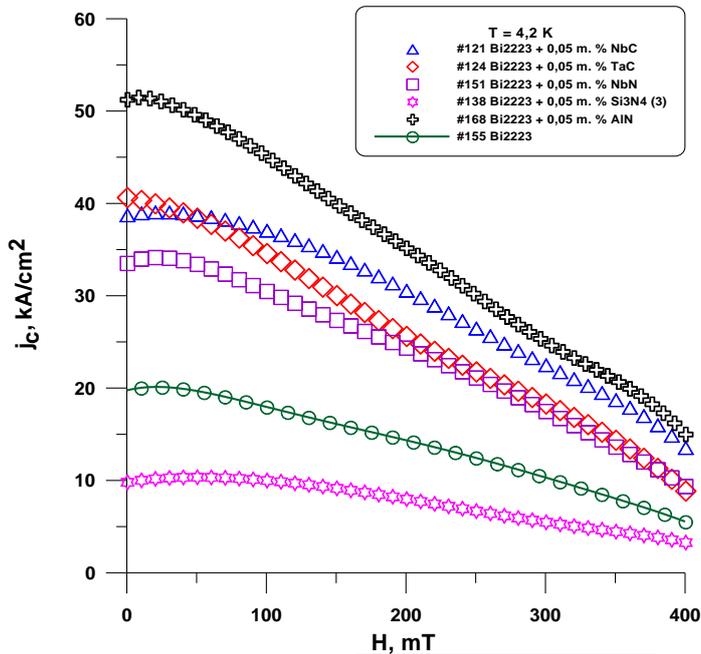


Рисунок 3.2.10 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,05 масс. %

0,1 масс. %

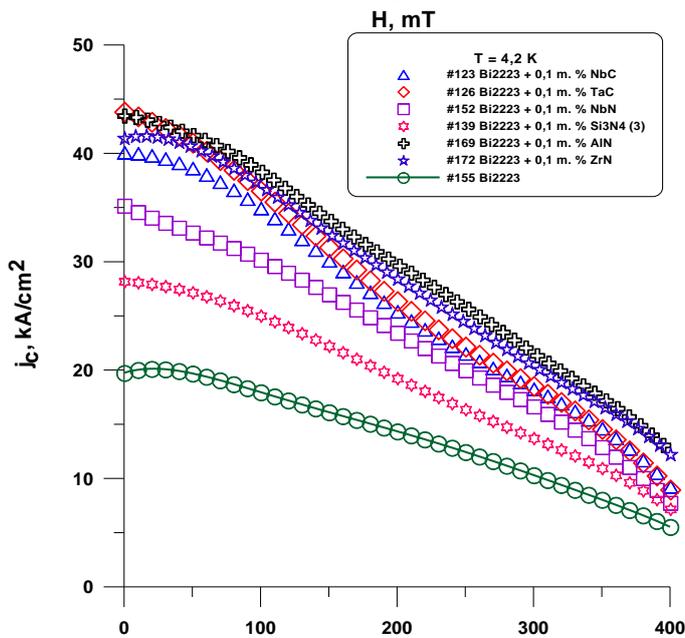


Рисунок 3.2.11 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,1 масс. %

0,1 масс. %

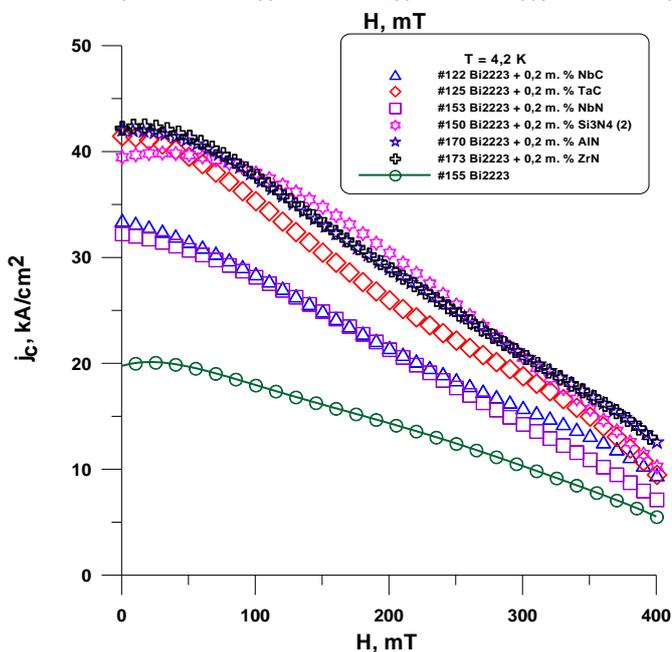


Рисунок 3.2.12 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от внешнего магнитного поля  $H$  для образцов с содержанием добавки 0,2 масс. %

0,1 масс. %

По своим характеристикам образец с нанодобавкой NbC с содержанием 0,2 масс. % близок к образцу с NbN ( $j_{c\text{ NbN}} \sim 32,3 \text{ кА/см}^2$ ). Максимальный прирост  $j_c$  наблюдается у образца с нанодобавкой Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (2), его характеристики близки к образцу с TaC. Здесь также отметим, что для образцов с нанодобавками ZrN, AlN величина  $j_c$  меньше чем у нелегированного образца №167. Самое большое значение плотности критического тока при гелиевых температурах получено у образца с нанодобавкой в 0,27 масс. % ZrN – это образец №171. Заметим, что для нанодобавки ZrN не достигнут максимум увеличения плотности критического тока, поэтому можно предположить, что увеличение массового содержания нанодобавки приведет к увеличению  $j_c$  (см. рисунок 3.2.13). После рассмотрения всех исследуемых нанодобавок можно заключить, что и при гелиевой температуре максимальными характеристиками обладают образцы с нанодобавками NbC, TaC, AlN и ZrN. Как и для азотных температур кривые зависимости  $j_c(C)$ , где  $C$  – массовое содержание добавки имеют куполообразный вид (см. рисунок 3.2.13). Максимальное увеличение плотности критического тока наблюдается для промежуточных значений содержания нанодобавки.

В результате проведенных исследований намагниченности поликристаллических образцов высокотемпературного сверхпроводника Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10</sub> при различных содержаниях нанодобавок, впервые обнаружено, что анализ зависимостей нормированного критического тока от объемной концентрации частиц указывает на существование универсальной кривой  $j_c(n)$ , имеющей экстремум в области оптимальной концентрации нанодобавок  $n_{\text{опт}} \approx 6 \cdot 10^{13} \div 7 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$ . Расчет проводился исходя из характерного поперечного размера внедренной частицы в 30 нм и плотностей NbN:  $\rho \approx 8,4 \text{ г/см}^3$ ; - NbC:  $\rho \approx 8,0 \text{ г/см}^3$ ; - TaC:  $\rho \approx 14,4 \text{ г/см}^3$  (см. рисунок 3.2.14). Подобное поведение, скорее всего, связано с тем, что нанодобавки - это соединения на основе элементов пятой группы таблицы Менделеева – Nb и Ta. Соединения этих элементов обладают похожими химическими свойствами, большой температурой плавления, близкими коэффициентами твердотельной диффузии.

Как уже отмечалось, помимо исследования влияния содержания нанодобавки на электрофизические характеристики ВТСП образцов на основе висмута проводились исследования влияния дисперсности внедряемой нанодобавки на характеристики сверхпроводника. В работе исследовалось влияние дисперсности двух видов нанодобавок Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и NbO<sub>x</sub>. Дисперсность для Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> имела значения: (1) – 400 нм, (2) – 140 нм, (3) – 40 нм; NbO<sub>x</sub>: (1) – 25 нм, (2) – 30 нм, (3) – 123 нм, (4) – 44 нм.

На рисунке 3.2.15 показана зависимость плотности критического тока  $j_c$  образцов с нанодобавкой Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> от концентрации добавки  $n$  для фиксированных величин содержаний нанодобавки в магнитном поле  $H = 0 \text{ мТл}$ . Из этого рисунка вытекает интересный факт,

рассмотрим например кривую с содержанием нанодобавки 0,05 масс. %. Как можно увидеть кривая имеет куполообразный вид (впрочем как и другие кривые).

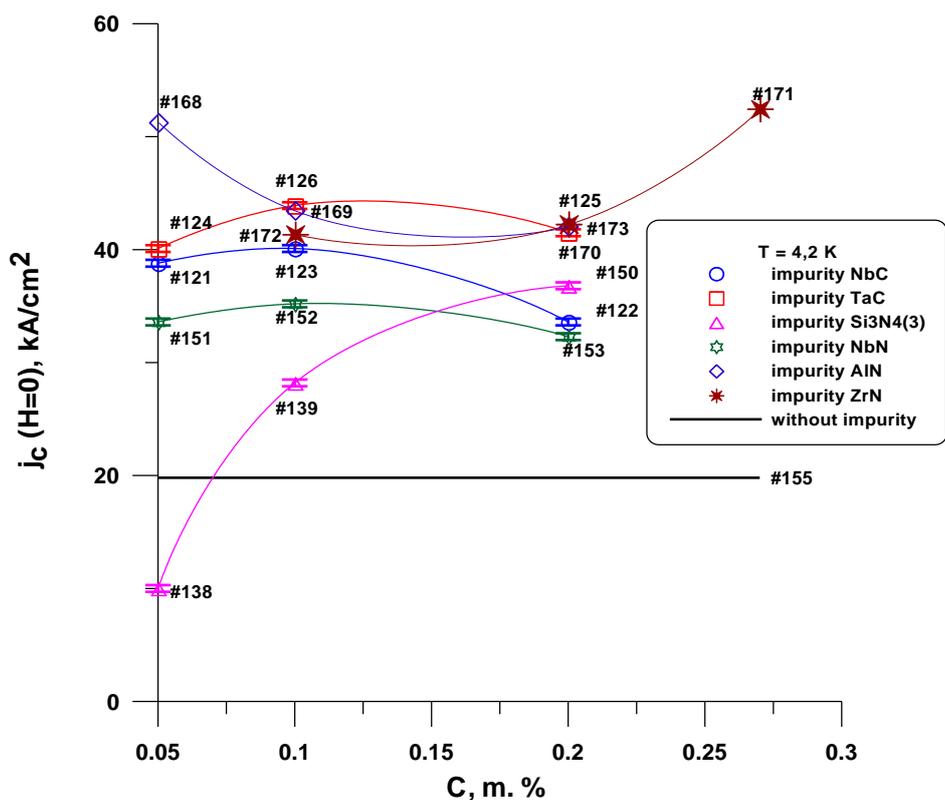


Рисунок 3.2.13 –Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от содержания добавки при внешнем магнитном поле  $H = 0$  мТл для образцов с различными добавками. Образцы с одинаковой добавкой соединены линией. Сплошной линией показана величина  $j_c$  нелегированного образца 155

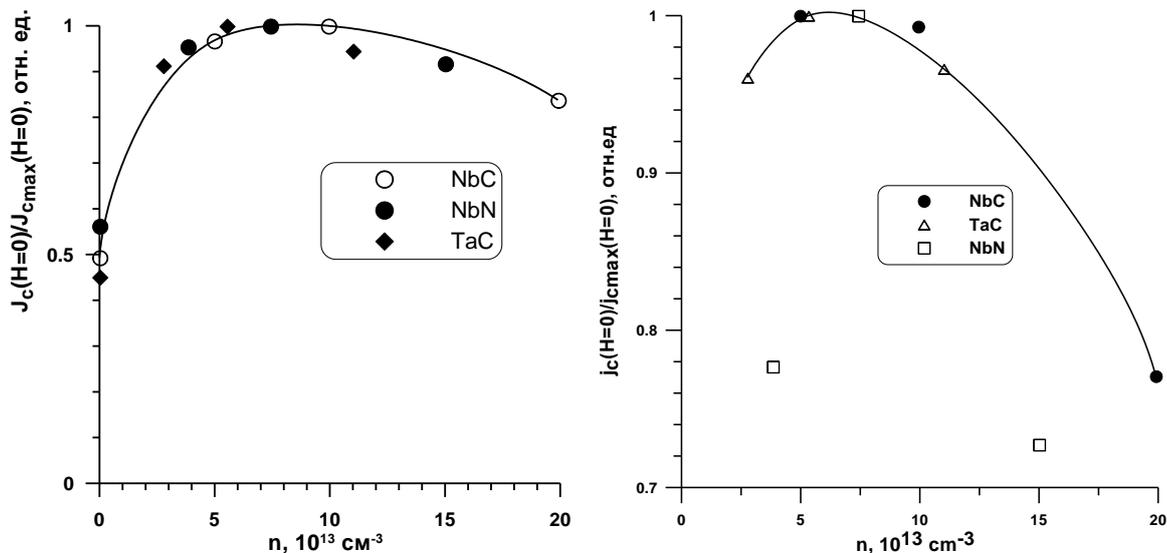


Рисунок 3.2.14 –Зависимость нормированной плотности критического тока от объемной концентрации различных легирующих наноразмерных добавок при  $H = 0$  мТл: слева -  $T = 4,2$  К справа -  $T = 77$  К

Для самой большой дисперсности 400 нм (образец №157) нет никакого увеличения  $j_c$  относительно нелегированного образца (сплошная линия величина  $j_c$  для нелегированного

образца). Уменьшение дисперсности (увеличение концентрации частиц) до 140 нм (образец №148) привело к улучшению характеристик. Дальнейшее уменьшение дисперсности до 40 нм (образец 138) привело к ухудшению свойств. Это ухудшение может связано с растворением нанодобавки в ВТСП матрице и образованием локального несверхпроводящего объема.

Остальные кривые с другим массовым содержанием нанодобавки ведут себя аналогичным образом.

Рассмотрим зависимости  $j_c(n)$ , где  $n$  – объемная концентрация образцов, при различных полях сгруппированных по величине дисперсности. На рисунке 3.2.16 представлена данная зависимость для  $H = 0, 20, 50$  мТл. Кривыми на рисунке соединены образцы с одинаковой дисперсностью. Левая, средняя и правая колонки графиков имеют дисперсность 400, 140 и 40 нм соответственно.

Рассмотрим более подробно поведение  $j_c(n)$  для дисперсности  $(1) = 400$  нм при  $H = 0$  мТл (левая колонка графиков). В этом случае, аналогично  $j_c(n)$  при фиксированной величине содержания нанодобавки (смотрите выше), кривая имеет куполообразный вид. Для образца №157 с минимальным содержанием  $\text{Si}_3\text{N}_4$  0,05 масс. % не наблюдается никаких преимуществ перед нелегированным образцом (пунктирная линия). Дальнейшее увеличение содержания нанодобавки (концентрации частиц) до 0,1 масс. % (образец №158) приводит к небольшому увеличению  $j_c$ . Еще большее увеличение нанодобавки (концентрации частиц) до 0,2 масс. % (образец №159) приводит к подавлению  $j_c$ .

Поведение кривой  $j_c(n)$  для остальных величин дисперсности аналогично описанному выше. Заметим четыре особенности в поведении  $j_c(n)$ :

1. Для промежуточной дисперсности в 140 нм не достигнут максимум кривой  $j_c(n)$  (смотрите образцы №148-150). Поэтому можно предположить, что при дальнейшем увеличении содержания массовой концентрации нанодобавки с той же дисперсностью плотность критического тока будет увеличиваться.

2. При уменьшении дисперсности максимум кривой  $j_c(n)$  сдвигается в сторону увеличения массовой концентрации содержания нанодобавки. Например, для дисперсности 400 нм максимум  $j_c$  достигался у образца №158 с 0,1 масс. %  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ; для 140 нм содержание  $\geq 0,2$  масс. %; для 40 нм содержание у №154 с  $\geq 0,2$  масс. %.

3. С уменьшением дисперсности возрастает прирост в  $j_c$  относительно нелегированного образца. Для образца №158 - практически нет увеличения  $j_c$ ; №150 ~ 130 %; №154 ~ 150 %.

4. Вид зависимости  $j_c(n)$  сохраняется с увеличением магнитного поля  $H$ .

Влияние величины дисперсности нанодобавки  $\text{NbO}_x$  на свойства сверхпроводника можно увидеть на рисунке 3.2.17. Здесь на кривых зависимости плотности критического тока  $j_c$  от дисперсности  $d$  существует максимум. Максимум достигается при промежуточных

значениях дисперсности для образца №185 (30 нм) и №187 (44 нм). Куполообразный характер кривой сохраняется и в разных магнитных полях. Зависимость  $j_c$  от  $n$  – концентрации частиц показана на рисунке 3.2.18. Максимум достигается для концентрации  $\approx 6 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ .

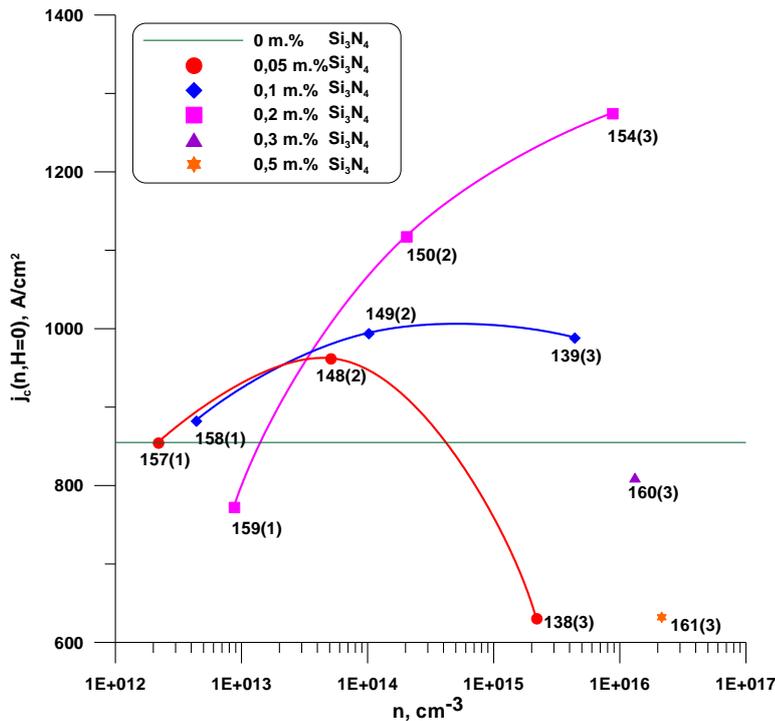


Рисунок 3.2.15 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  образцов с добавкой  $Si_3N_4$  от концентрации добавки  $n$  при магнитном поле  $H = 0$  мТл. Кривыми на рисунке соединены образцы с одинаковым содержанием добавки. Сплошной линией показана величина  $j_c$  для нелегированного образца

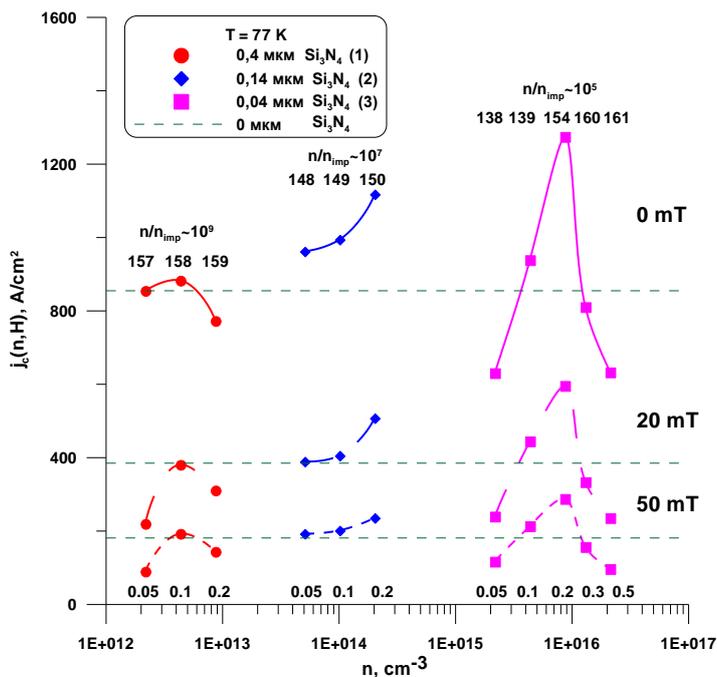


Рисунок 3.2.16 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  образцов с добавкой  $Si_3N_4$  от концентрации добавки  $n$  при магнитном поле  $H = 0, 20$  и  $50$  мТл. Кривыми на рисунке соединены образцы с одинаковой дисперсностью. Левая, средняя и правая колонки графиков имеют дисперсность 400, 140 и 40 нм соответственно. Пунктирной линией показана величина  $j_c$  для нелегированного образца

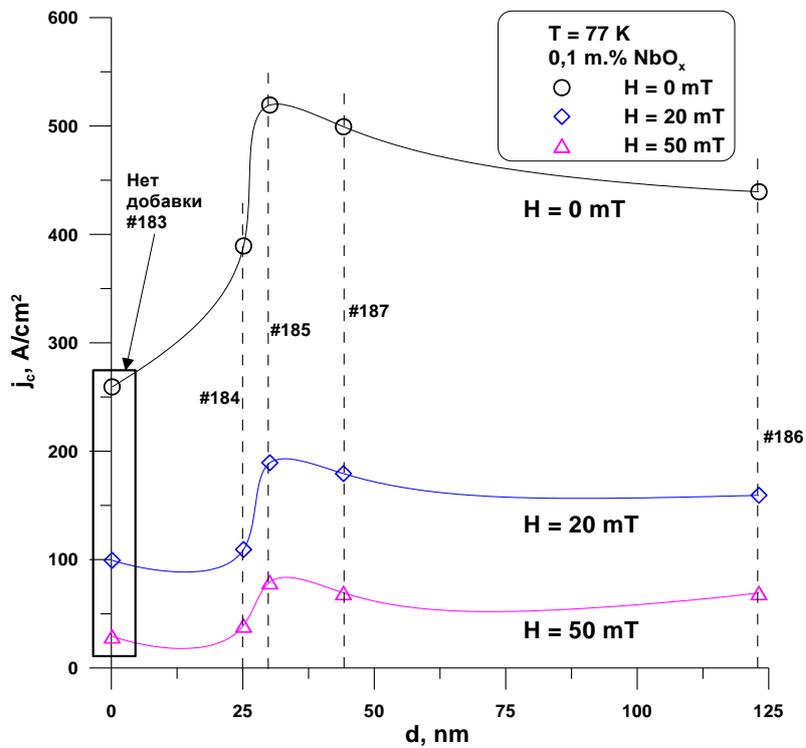


Рисунок 3.2.17 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от дисперсности  $d$  внедряемой добавки  $NbO_x$  при величине магнитного поля  $H = 0, 20, 50 \text{ мТл}$

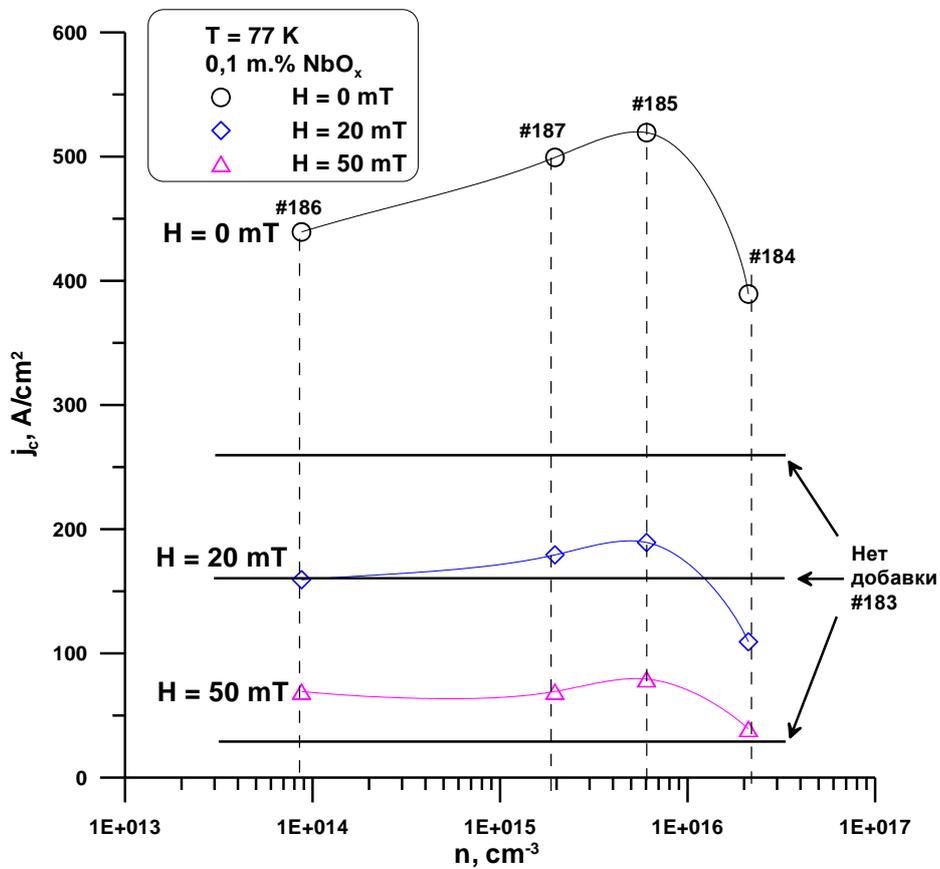


Рисунок 3.2.18 – Зависимость плотности критического тока  $j_c$  от концентрации частиц внедряемой добавки  $NbO_x$  при величине магнитного поля  $H = 0, 20, 50 \text{ мТл}$

### 3.3 Намагниченность и критический ток ВТСП материалов с различными типами нанодобавок: измерения в широком диапазоне температур и магнитных полей

Измерения в широком диапазоне температур 4,2 – 85 К и магнитных полей до 14 Тл производились на образцах Bi2223 с добавками NbO<sub>x</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrN с помощью вибрационного магнитометра. Критическая температура образцов, измеренная по магнитной восприимчивости, равнялась приблизительно 104 К (рисунок 3.3.1) и незначительно изменялась от образца к образцу. Добавка VN добавлялась в керамику Bi2212, синтезированной аналогичным образом.

На рисунках 3.3.2 - 3.3.5 представлены примеры петель намагниченности для температур T=77, 60, 50, 4.2 К. На кривых намагниченности при T=77, 60, 50 К видно поле значения поля необратимости H\*. При этом поле петли намагниченности вырождается в линию, т.е. критический ток сверхпроводника обращается в ноль. Из кривых M(H) для разных образцов мы определяем зависимости H\*(T), которые показаны на рисунке 3.3.6. Видно, что изменение дисперсности добавок приводит к сдвигу кривой H\*(T) (см. рисунок 3.3.7).

Анализ кривых намагниченности позволяет определить влияние дисперсности добавок на плотность критического тока. Действительно, согласно модели критического состояния, ширина петли намагниченности при фиксированном магнитном поле пропорциональна плотности критического тока. Коэффициент пропорциональности зависит от геометрических размеров образцов. Так как в нашем случае все образцы имели форму, близкую к сферической, нормировка намагниченности на массу приводит к учету разницы в размерах образцов. Таким образом, измеряя ширину петли намагниченности, мы можем определить относительное изменение величины критического тока при введении добавок.

Результаты измерений показали существование оптимального значения дисперсности нанодобавки D<sub>s</sub>=44 нм, при котором наблюдается максимальное увеличение j<sub>c</sub> (рисунок 3.3.8). Интересно отметить, что максимальный рост критического тока наблюдается при T=50К. Этот результат объясняется исходя из фазового состояния вихревой решетки Абрикосова. Действительно при низкой температуре вихревая система заморожена и слабо подстраивается под дополнительные центры пиннинга. При высоких температурах решетка расплавлена, и дополнительные центры пиннинга не приводят к эффективному закреплению всей решетки. Вместе с тем, при промежуточных температурах эластичность решетки достаточна для подстройки к центрам пиннинга. Решетка закрепляется как целое, сила пиннинга и критический ток растут.

Изучение влияния концентрации добавки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на намагниченность образцов Bi2223 не выявило существенного повышения критического тока даже при оптимальных для других типов добавок концентрациях 0,05-0,1 масс. %. Только для T=20,30,50 К наблюдалось

повышение критического тока на 10 % (рисунки 3.3.9, 3.3.10). Введение добавок с концентрацией 0,2 и 0,3 масс.% приводило к резкому падению значения критического тока. Вместе с тем, с увеличением поля эффективность центров пиннинга существенно возрастает. Так, при  $T=30$  К в диапазоне полей от 0,5 до 10 Тл наблюдается почти двухкратное повышение критического тока образцов.

Еще большую эффективность продемонстрировало введение в сверхпроводящую матрицу нанодобавки BN. На рисунках 3.3.11 показаны полевые зависимости критического тока при  $T=4,2$  К для образцов Bi2212 с разным содержанием добавки BN. Аналогичные серии кривых были построены для  $T=20, 40, 60$  К (рисунки 3.3.12-3.3.14), из которых были получены как температурные зависимости критического тока (рисунки 3.3.15), так и зависимости критического тока от концентрации искусственных дефектов (наночастиц BN) при различных температурах и магнитных полях (рисунки 3.3.16-3.3.19).

Как следует из представленных графиков, максимальное, почти пятикратное, увеличение критического тока наблюдалось при  $T=40$  К и  $H=1$  Тл. Этот результат коррелирует с данными по добавкам  $NbO_x$  и  $Al_2O_3$ .

Для определения характеристик пиннинговой системы (энергии пиннинга) при различных температурах, для образцов 178, 179, 180, 181 с добавками ZrN дисперсностью соответственно 0, 4220 нм, 560 нм, 470 нм осуществлялись измерения релаксации намагниченности в течении 3х декад по времени. На рисунке 3.3.20 представлены кривые релаксационные кривые  $M(t)$  при  $T=77$  К.

На представленных графиках можно выделить несколько три условных области, отличающихся логарифмической скоростью релаксации  $s = \partial M / \partial \log t$ . Первая область – область быстрой релаксации относится к интервалу времени  $\sim(0-20)$  сек. Быстрая релаксация, по-видимому, связана выходом магнитного потока из межзеренного пространства гранулированного поликристаллического образца. Через 10-20 секунд скорость релаксации резко замедляется, что может указывать на изменение механизма выхода магнитного потока от межзеренного пространства к выходу потока из зерен. Здесь можно говорить физическом механизме термоактивированного крипа магнитного потока. Заканчивается вторая область релаксации резким срывом намагниченности и последующим переходом в третью область, характеризующуюся вновь увеличением скорости релаксации. Резкий срыв намагниченности означает быстрый выход магнитного потока из образца. Механизм такого срыва может заключаться в коллективном взаимодействии вихревой системы с центрами пиннинга. Плавное уменьшение намагниченности отражает уменьшение числа вихрей и как, следствие, увеличение расстояния между ними и уменьшение силы парного взаимодействия. В некоторый момент времени срыв одного или связки вихрей со своих стационарных позиций за счет термической

активации вызывает лавинообразный выход незакрепленных на центрах пиннинга вихрей, что и выражается в резком спаде намагниченности. Лавинный выход вихрей приводит к перераспределению оставшейся вихревой системы, на что указывает изменение скорости релаксации в области, следующей за срывом.

Согласно модели термически активированного крипа потока, скорость логарифмической релаксации  $S$  связана с энергией активации  $U_0$  вихревой системы соотношением:

$$\frac{U_0}{kT} = -\frac{d(\ln|M|)}{d \ln(t)}$$

где  $M$  и  $t$  – значение намагниченности и времени соответственно. Исходя

из данного соотношения, мы можем формально приписать релаксационным процессам три скорости и, соответственно, три энергии активации. На первом интервале энергия активации отражает свойства межзеренного пространства, а на втором и третьем – энергетические характеристики решетки центров пиннинга как потенциальных ям для системы вихрей Абрикосова. На рисунке 3.2.21 для образца 178 показаны температурные зависимости всех трех энергий активации. Зависимость для  $U_1(T)$  немонотонна, в то время как  $U_2$  и  $U_3$  с температурой растут. Последний факт оказывается несколько необычным, так как повышение энергии активации должно приводить к повышению критического тока образцов. Но противоречие снимается, если принять во внимание, что транспортный ток, который измеряется на эксперименте, определяется межзеренным пространством и, следовательно, значением энергии  $U_1(T)$ , которая по мере приближения к критической температуре начинает падать. Подобная температурная зависимость энергии активации также отмечалась в литературе. Отметим, что введение добавок существенным образом не изменяло общую картину наблюдаемых релаксационных процессов. Также незначительно менялись энергии активации магнитного потока.

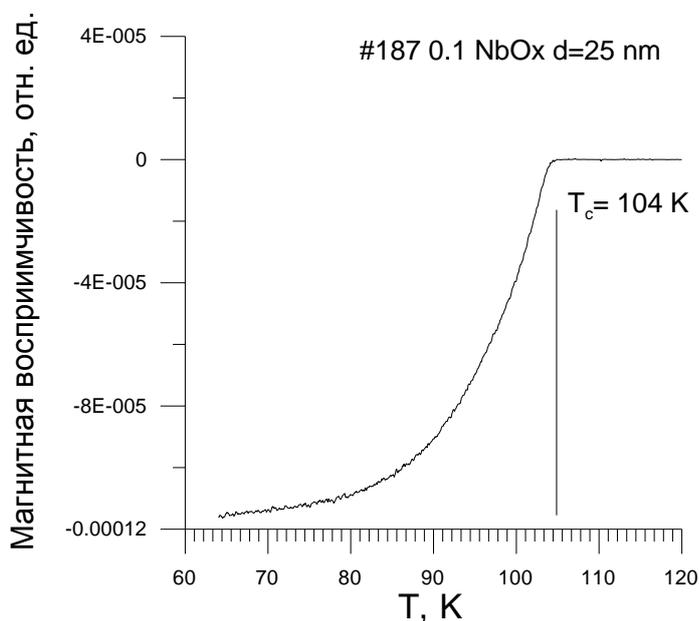


Рисунок 3.3.1 – Зависимость магнитной восприимчивости от температуры  $\chi(T)$  образца Bi2223 с добавками NbO<sub>x</sub> (0.1 масс проц.) с дисперсностью частиц 25 нм

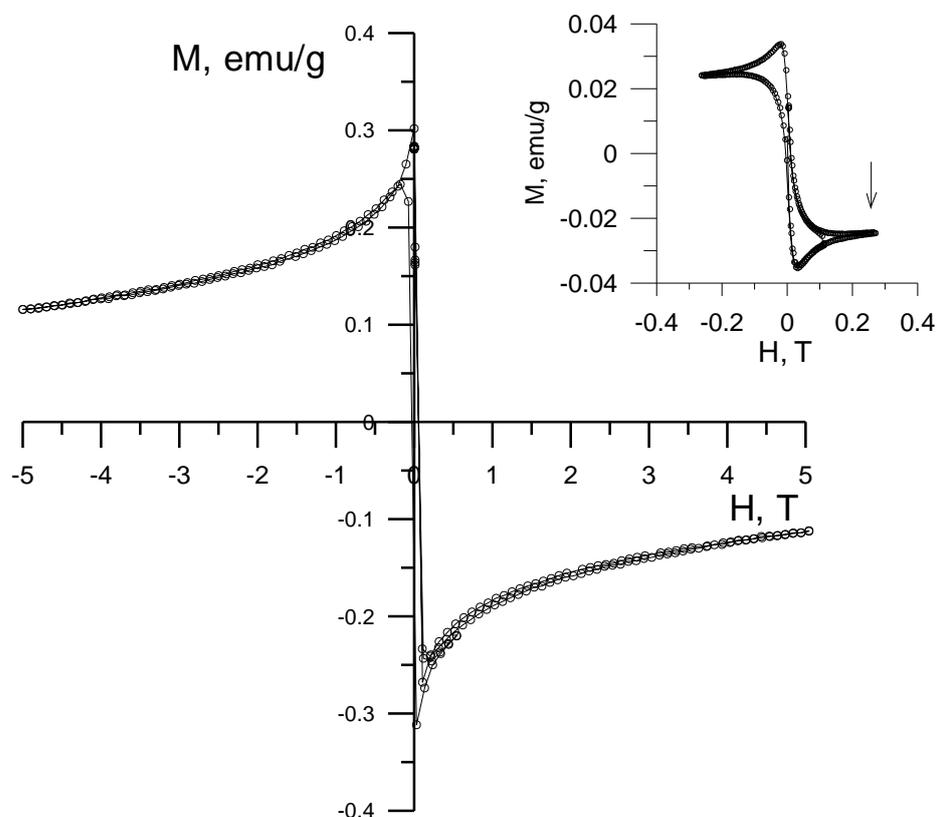


Рисунок 3.3.2 – Кривая намагниченности  $M(H)$  при  $T=77$  К для образца  $\text{Bi2223}$  с добавками  $\text{NbO}_x$  (0.1 масс проц.) с дисперсностью частиц 25 нм. На вставке – кривая  $M(H)$  в диапазоне от -0,3 Тл до 0,3 Тл. Стрелкой показано поле необратимости  $H^*$

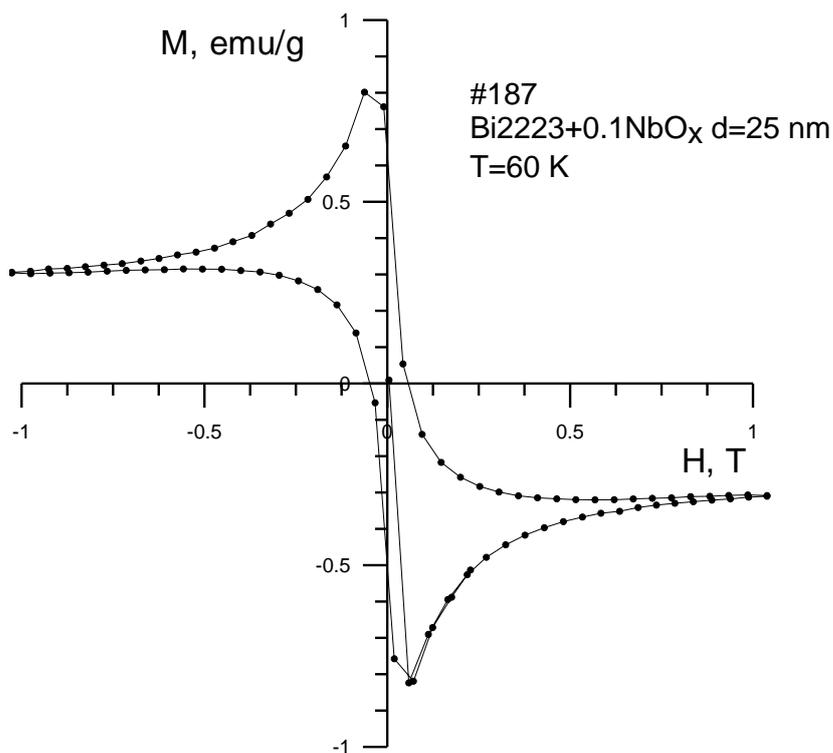


Рисунок 3.3.3 – Кривая намагниченности  $M(H)$  при  $T=60$  К для образца  $\text{Bi2223}$  с добавками  $\text{NbO}_x$  (0.1 масс проц.) с дисперсностью частиц 25 нм. Поле необратимости увеличилось по сравнению с  $T=77$  К

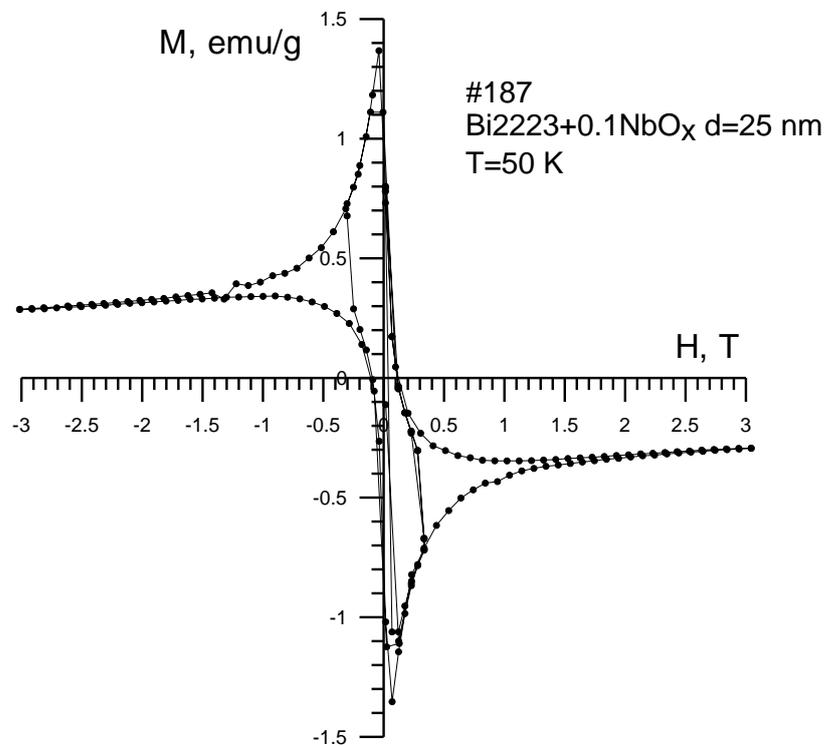


Рисунок 3.3.4 – Кривая намагниченности  $M(H)$  при  $T=60$  К для образца  $\text{Bi2223}$  с добавками  $\text{NbO}_x$  (0.1 масс проц.) с дисперсностью частиц 25 нм. Поле необратимости увеличилось по сравнению с  $T=77$  К

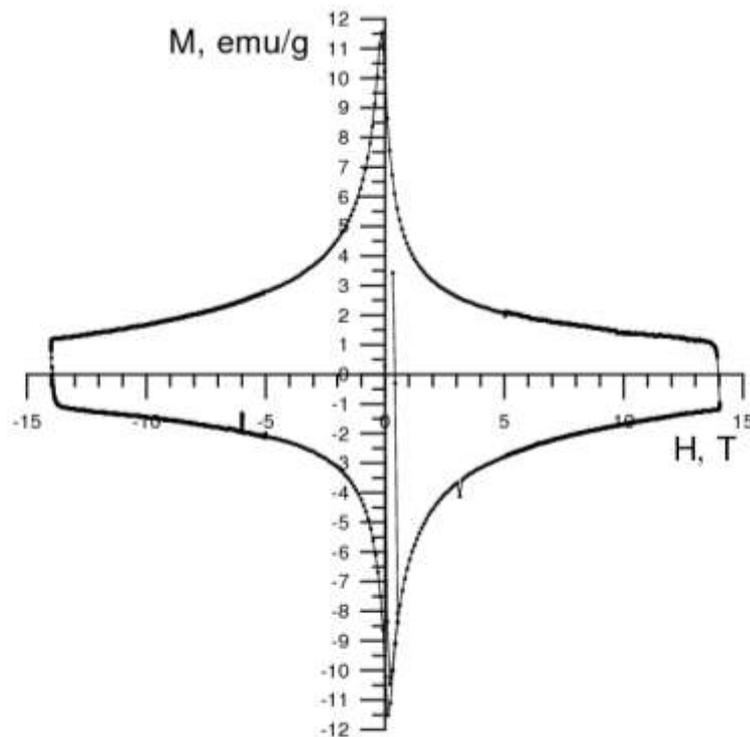


Рисунок 3.3.5 – Петля намагниченности образца  $\text{Bi2223}$  с добавками  $\text{NbO}_x$  (0.1 масс проц.) с дисперсностью частиц 25 нм при  $T=4,2$  К. Поле необратимости не достигнуто

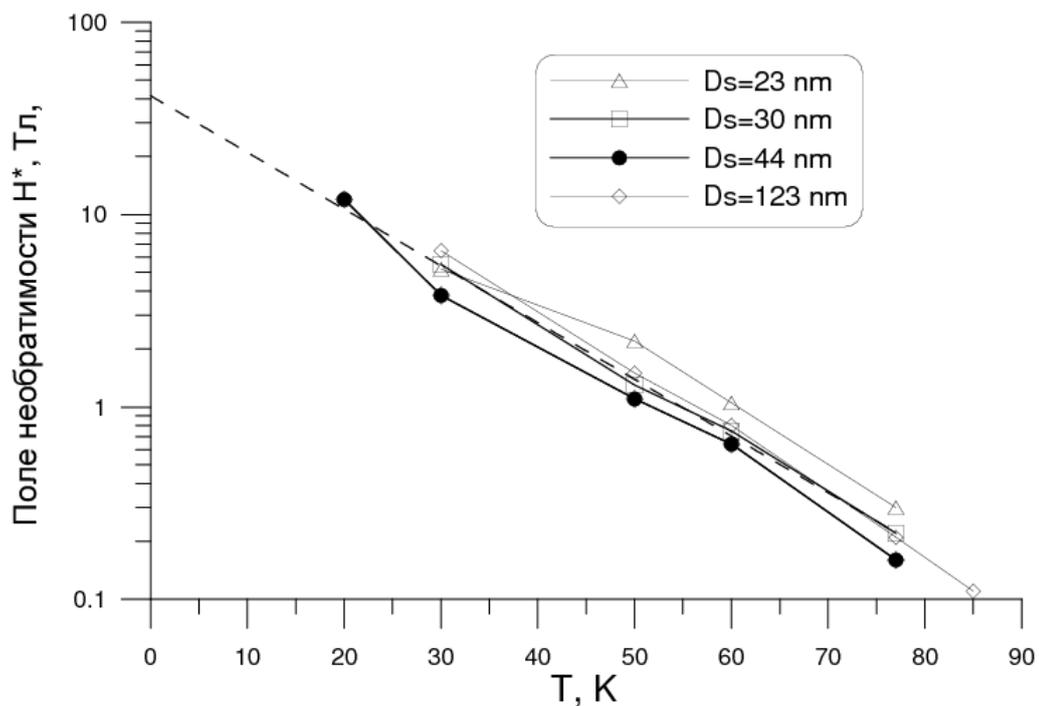


Рисунок 3.3.6 – Зависимость поля необратимости от температуры для образца с добавкой различной дисперсностью

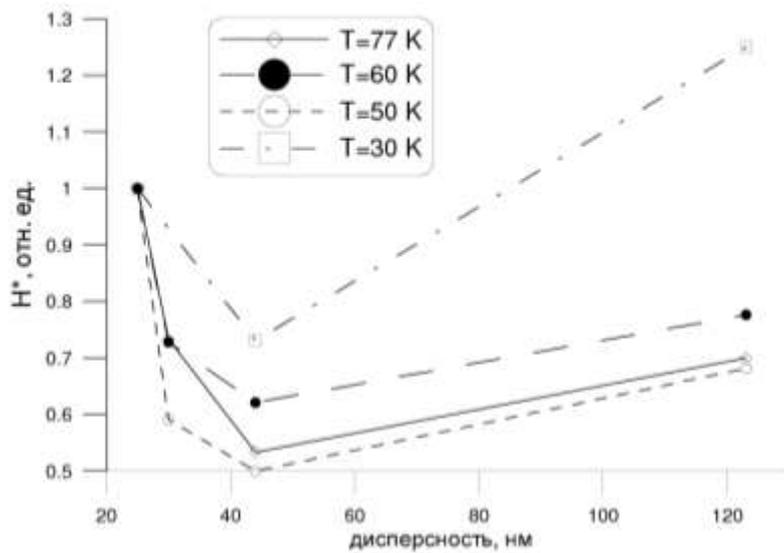


Рисунок 3.3.7 – Зависимость нормированного поля необратимости при  $T=30, 50, 60, 70$  К от дисперсности вводимых частиц.

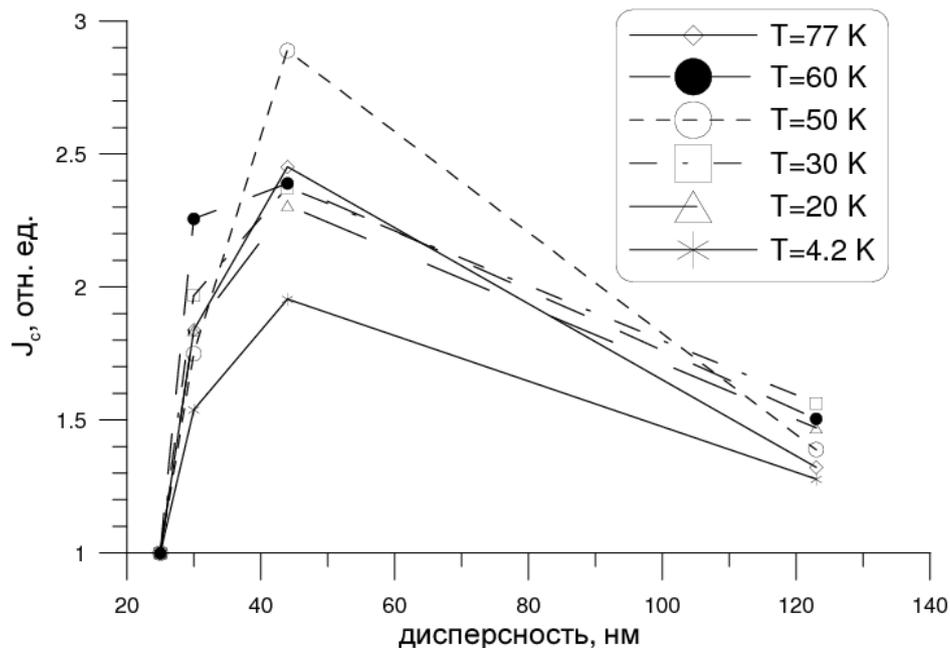


Рисунок 3.3.8 – Зависимость нормированного критического тока от дисперсности вводимых частиц в диапазоне температур  $T=4,2-77$  К

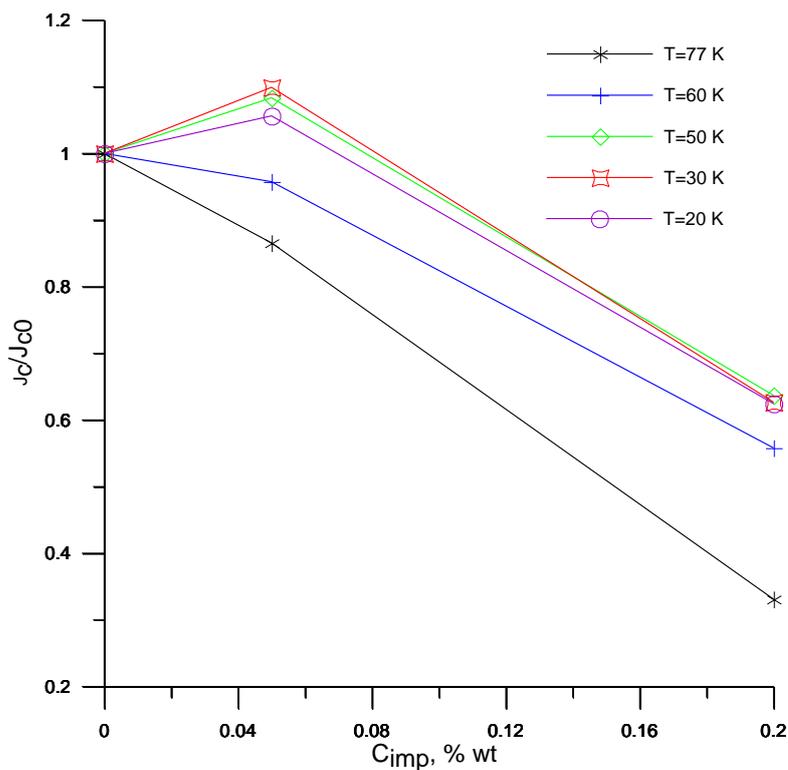


Рисунок 3.3.9 – Зависимость нормированного критического тока при  $H=0$  от массовой концентрации добавок  $Al_2O_3$  при различных температурах

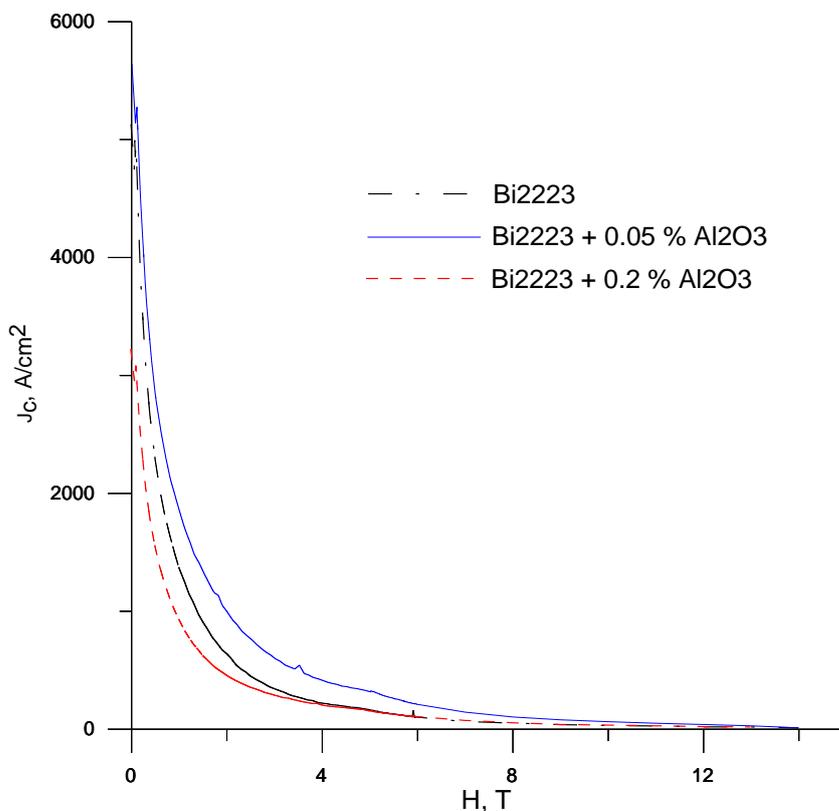


Рисунок 3.3.10 – Зависимость критического тока при  $T=30$  К от магнитного поля для исходного образца (без добавок) и с добавками  $\text{Al}_2\text{O}_3$  0,05 и 0,2 масс.%. Видно, что в диапазоне магнитных полей 0,5-10 Тл наблюдается почти двухкратное увеличение критического тока

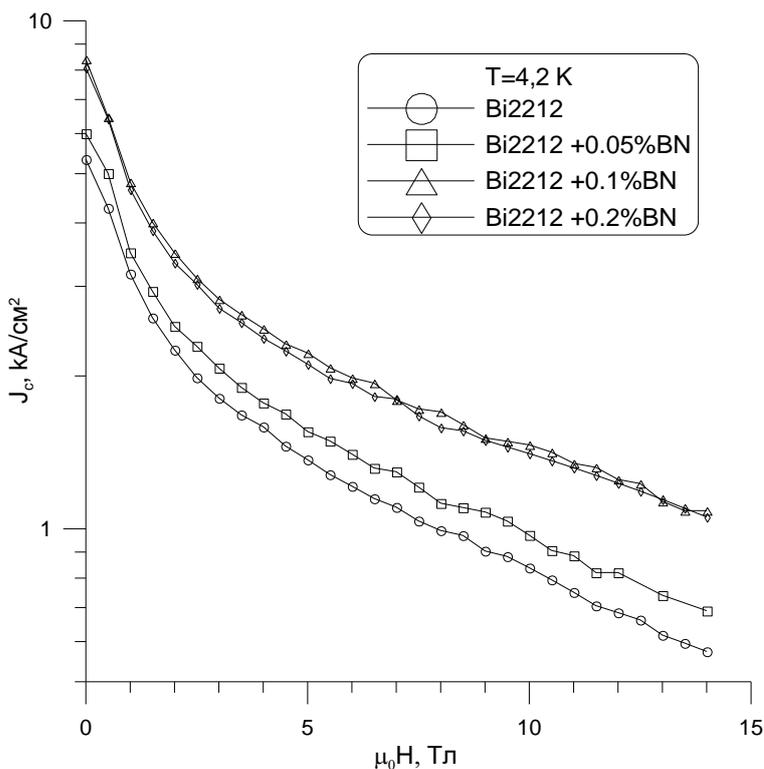


Рисунок 3.3.11 – Зависимость критического тока при  $T=4,2$  К от магнитного поля для исходного образца  $\text{Bi2212}$  (без добавок) и с добавками  $\text{BN}$  0,05, 0,1 и 0,2 масс.%. Видно увеличение плотности критического тока во всем диапазоне магнитных полей

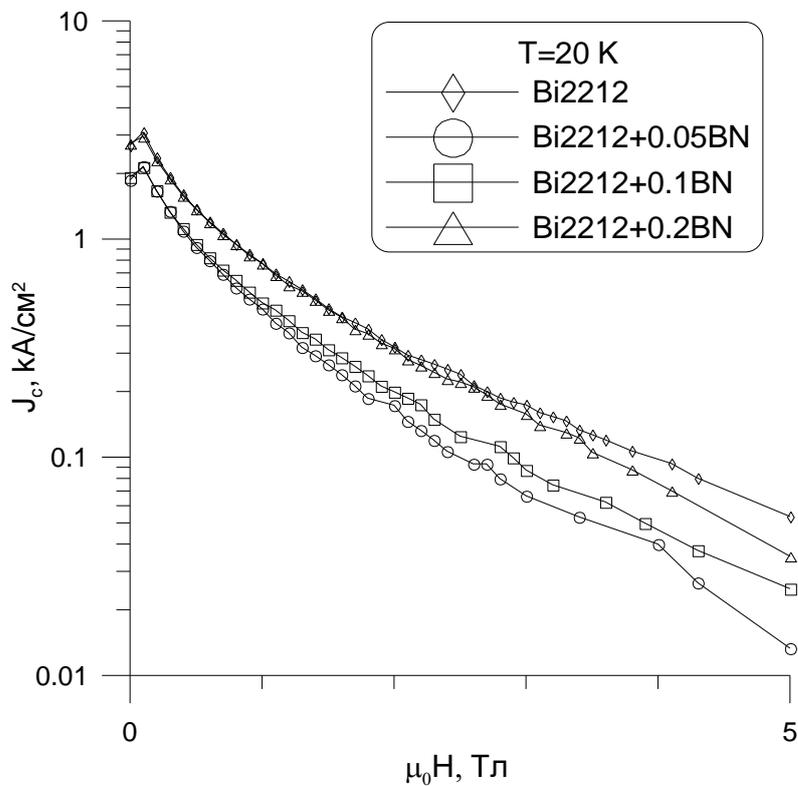


Рисунок 3.2.12 – Зависимость критического тока при  $T=20$  К от магнитного поля для исходного образца Bi2212 (без добавок) и с добавками BN 0.05, 0.1 и 0.2 масс.%. Видно увеличение плотности критического тока во всем диапазоне магнитных полей

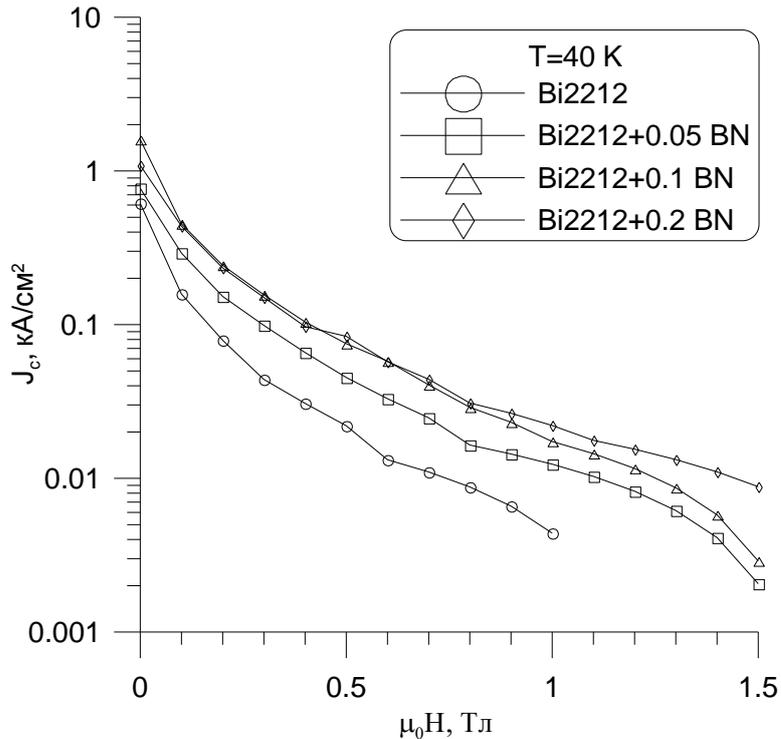


Рисунок 3.3.13 – Зависимость критического тока при  $T=40$  К от магнитного поля для исходного образца Bi2212 (без добавок) и с добавками BN 0.05, 0.1 и 0.2 масс.%. Видно увеличение плотности критического тока во всем диапазоне магнитных полей

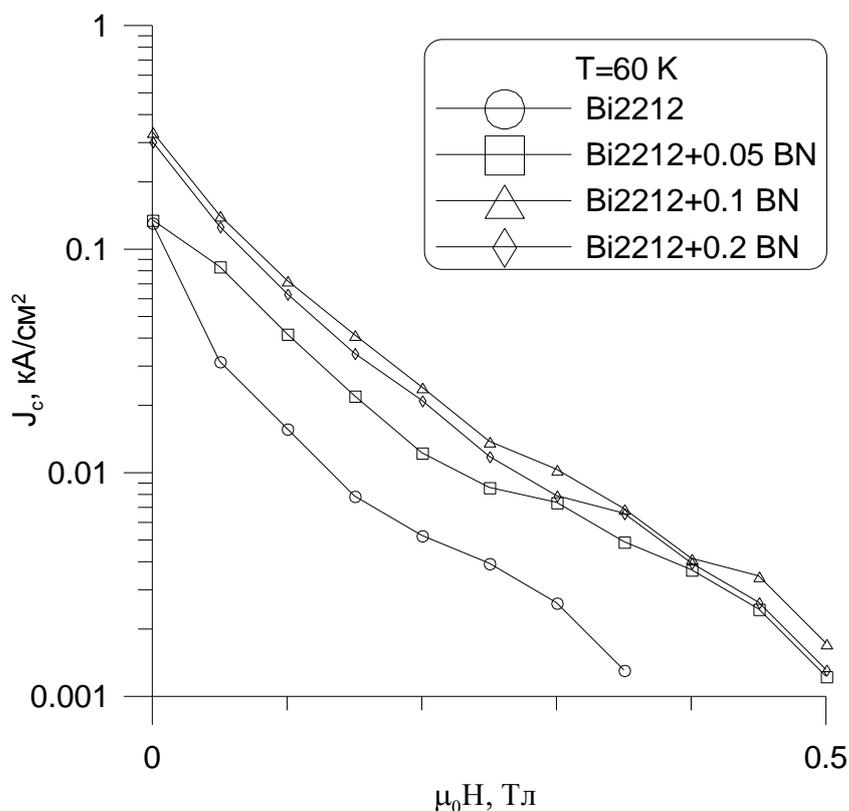


Рисунок 3.3.14 – Зависимость критического тока при  $T=60$  К от магнитного поля для исходного образца Bi2212 (без добавок) и с добавками BN 0.05, 0.1 и 0.2 масс.%. Видно увеличение плотности критического тока во всем диапазоне магнитных полей

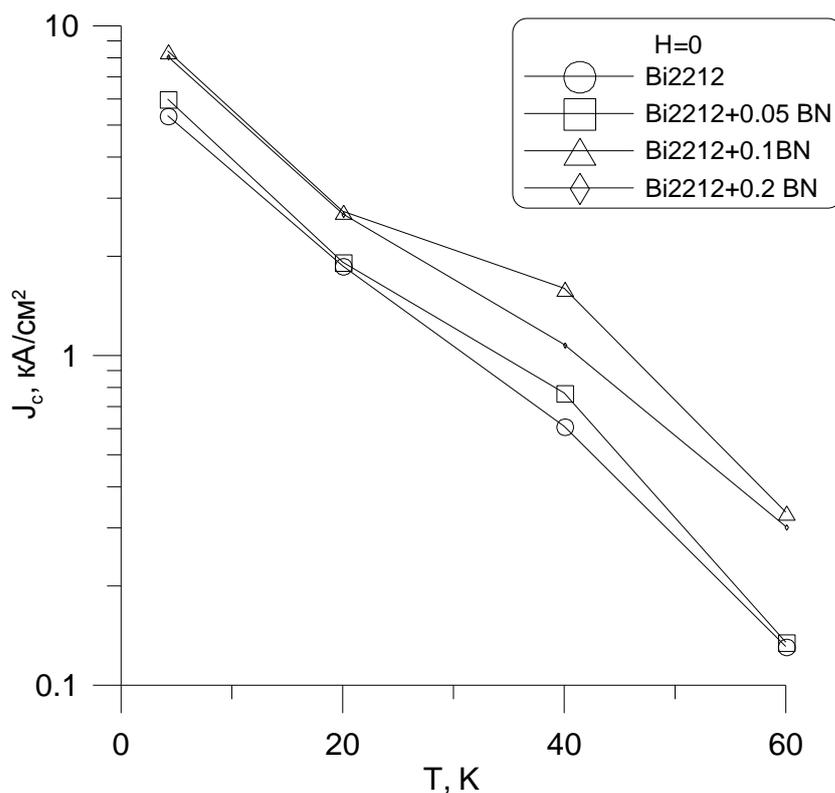


Рисунок 3.2.15 – Температурная зависимость критического тока при  $H=0$  для исходного образца Bi2212 (без добавок) и с добавками BN 0.05, 0.1 и 0.2 масс.%

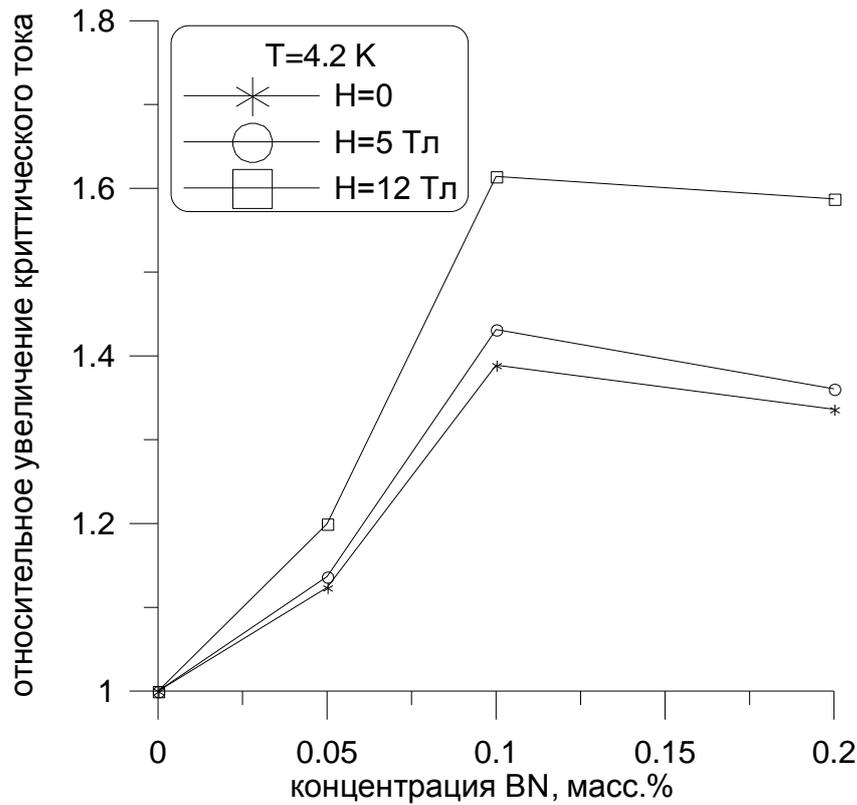


Рисунок 3.2.16 – Зависимость критического тока при  $T=4,2$  К от концентрации добавки BN для различных магнитных полей

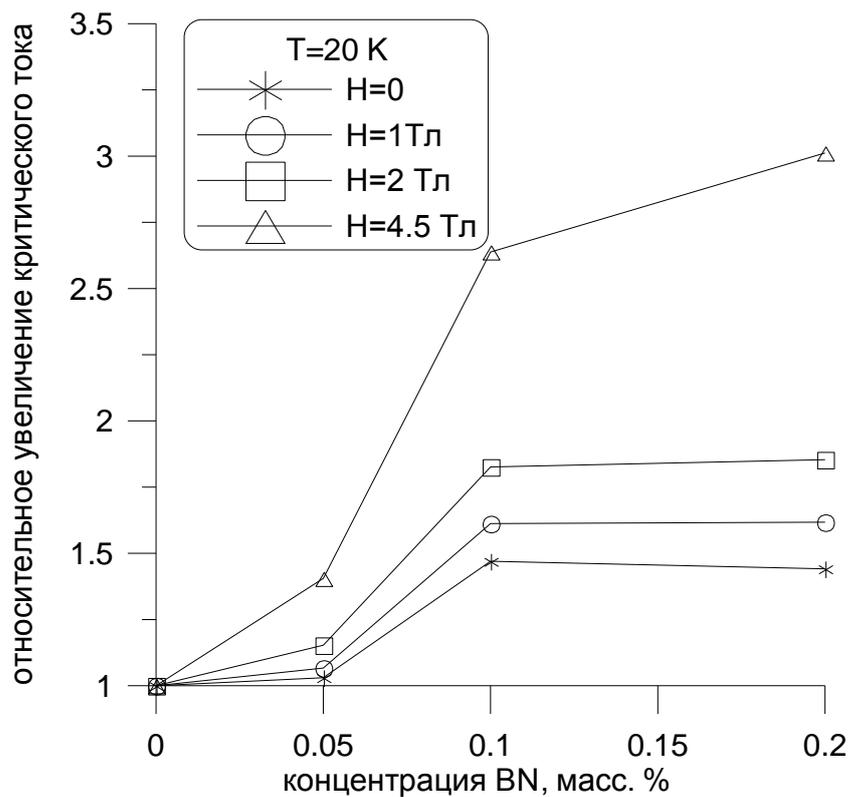


Рисунок 3.3.17 – Зависимость критического тока при  $T=4,2$  К от концентрации добавки BN для различных магнитных полей

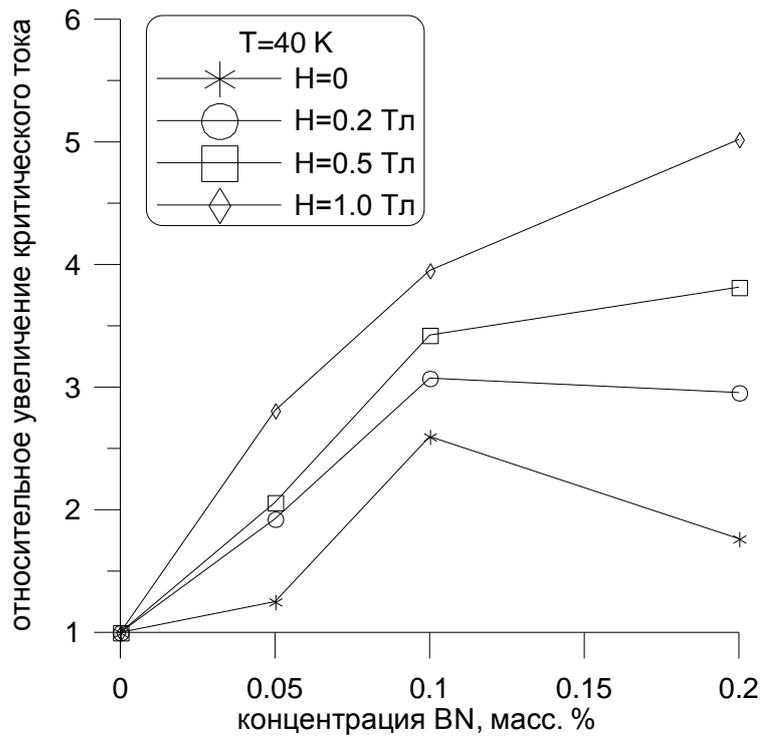


Рисунок 3.3.18 – Зависимость критического тока при T=40 K от концентрации добавки BN для различных магнитных полей

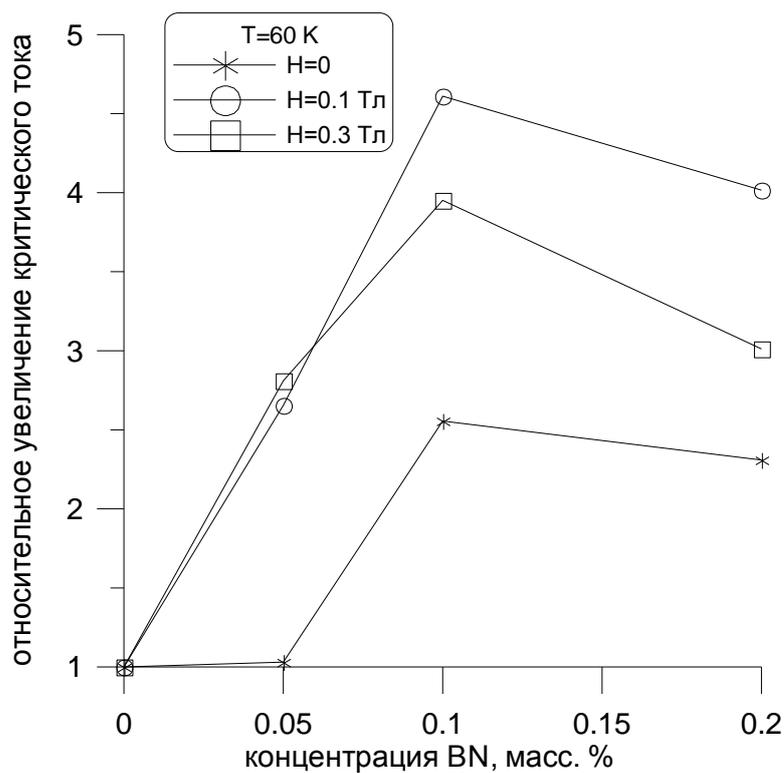


Рисунок 3.3.19 – Зависимость критического тока при T=60 K от концентрации добавки BN для различных магнитных полей

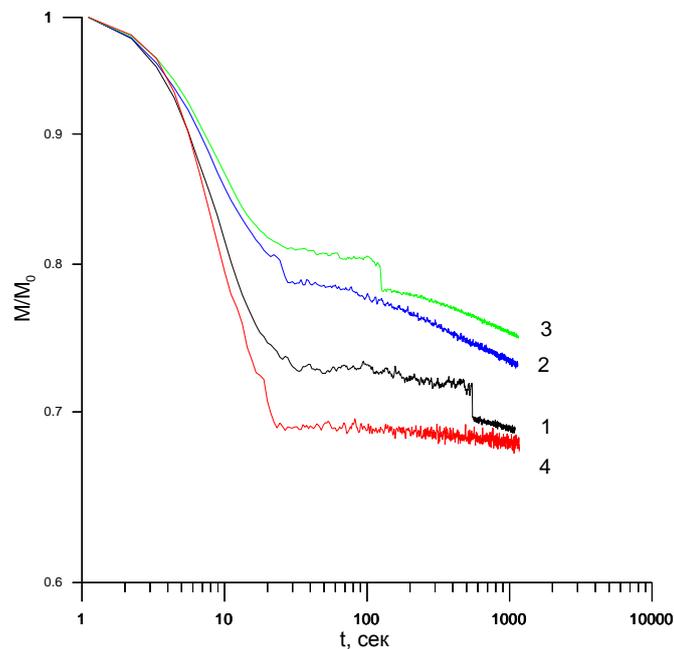


Рисунок 3.3.20 – Релаксация остаточной намагниченности при  $H=0$  для поликристаллической керамики  $\text{Bi}2223$  с ультрадисперсными добавками  $\text{ZrN}$  концентрацией 0,25 масс. %: 1- образец без добавки; 2 – дисперсность 4220 нм; 3 – дисперсность 560 нм; 4 – дисперсность 470 нм.  $T=77\text{K}$

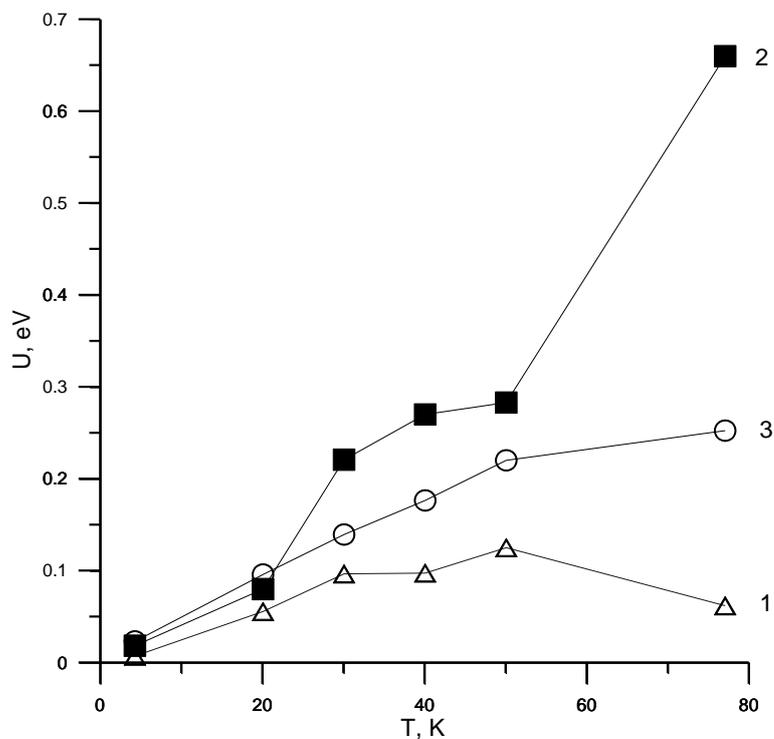


Рисунок 3.2.21 – Температурная зависимость энергий активации для образца 178:

1 - область быстрой релаксации; 2 – область до срыва намагниченности; 3- область после срыва намагниченности

### 3.4 Намагниченность ВТСП керамики: исследование локальных процессов методом магнитооптической визуализации

В предыдущих разделах приводились результаты измерения петель намагниченности объемных ВТСП материалов с нанодобавками. Эти данные носят интегральный характер и не дают четкого представления о локальных процессах намагничивания и перемагничивания ВТСП, в результате которых формируется петля намагниченности. В настоящем разделе мы приводим экспериментальные данные, характеризующие локальные процессы перемагничивания объемных образцов ВТСП, а именно, появление и распространение волны аннигиляции магнитного потока.

Для визуализации пространственного распределения магнитного потока при гелиевых температурах использовалась магнитооптическая (МО) техника, описанная в Главе 2. В качестве исследуемых образцов применялись поликристаллические высокотемпературные сверхпроводники  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10-x}$  (Bi2223) в форме таблеток с диаметром 8 мм и высотой 2 мм соответственно. Температура начала сверхпроводящего перехода  $T_c$ , определяемая из измерений магнитной восприимчивости, составляла  $T_c = 104$  К для  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10-x}$ .

Исследуемый образец Bi2223, помещенный в магнитооптическую установку, охлаждался в нулевом магнитном поле до температуры  $T = 4,0$  К, затем прикладывалось положительное магнитное поле, перпендикулярное поверхности образца. Как результат, при небольшом значении поля на индикаторной пленке появляется магнитооптический отклик в виде яркого абриса вдоль кромки таблетки (рисунок 3.4.1a). Абрис соответствует эффекту Мейсснера, усиление яркости у кромки таблетки – наличию размагничивающих эффектов, а быстрое падение яркости вглубь образца – эффектам экранирования магнитного поля. Увеличение внешнего поля приводит к постепенному проникновению магнитного поля вглубь образца (рисунки 3.4.1b, 3.4.1c). На рисунке хорошо видны неоднородности структуры, представляющие собой области с пониженными сверхпроводящими характеристиками. После снятия максимального положительного поля  $H = +50$  мТл в образце остается захваченный поток положительного знака (рисунок 3.4.1d). Отметим, что яркость изображения уменьшается по мере приближения к краю образца, что соответствует уменьшению магнитной индукции обращению ее ноль. Вместе с тем, вблизи образца снова виден магнитооптический отклик, причиной которого является магнитный поток обратного знака вдоль кромки образца.

Увеличение отрицательного магнитного поля (рисунок 3.4.2) постепенно усиливает отклик вблизи образца. Наблюдается сначала небольшое ( $H=10.2$  мТл), затем уже сильное проникновение отрицательного потока в образец. Угадывается формирование искривленной волны аннигиляции магнитного потока ( $H=13.6$  мТл), которая затем отходит от края образца ( $H=23.8$  мТл) и движется вглубь области захваченного магнитного поля положительного знака. Фронт аннигиляции показан на рисунке 3.4.2 белыми стрелками. Постепенно весь сверхпроводник захватывается полем отрицательного знака, и волна аннигиляции пропадает.

На рисунке 3.4.3 показаны линейные профили модуля магнитной индукции, полученные в результате цифровой обработки МО изображений. В диапазоне внешних полей  $H=13.6—34.6$  мТл на профилях отчетливо виден локальный минимум, соответствующий волне аннигиляции. На рисунке 3.3.4 представлена зависимость положения переднего фронта ВА  $X_{flux}$ , а также «скорость» движения переднего фронта  $V_{flux}$  от величины внешнего магнитного поля. Зависимость  $X_{flux}(H)$  имеет два излома, что соответствует резкому понижению  $V_{flux}$  в области  $H=20—27$  мТл. Такое уменьшение «скорости» движения ВА было отмечено в расчетах и связано с перемагничиванием области сверхпроводника, в которой захвачен магнитный поток обратного знака.

Результаты численного расчета дают значение ширины зоны с нулевой магнитной индукцией порядка 1 мкм. Вместе с тем, экспериментальные данные, полученные в настоящей работе, указывают на величину порядка 100 мкм. Такое большое значение ширины нулевой зоны, по-видимому, можно объяснить поликристаллическостью исследуемых образцов. Это приводит к большому числу слабых связей, которые являются каналами более быстрого проникновения магнитного поля в поликристаллический сверхпроводник. Последнее является причиной сильного уширения зоны с нулевой индукцией. Подтверждением этого является отчетливо наблюдаемая ячеистая структура магнитооптического изображения на переднем фронте входящего магнитного потока (см. рисунки 3.4.1, 3.4.2).

Подчеркнем, что волна аннигиляции магнитного потока представляет собой стационарное явление и перемещается только при увеличении величины внешнего приложенного поля. Изменение знака поля каждый раз приводит к возникновению волны аннигиляции, которая всегда движется от края вглубь образца. При относительно высокой частоте изменения приложенного поля и сложном пространственно-неоднородном потенциальном рельефе центров пиннинга, магнитооптические изображения волн аннигиляции магнитного потока будут представлять собой множественные движения темных пятен.

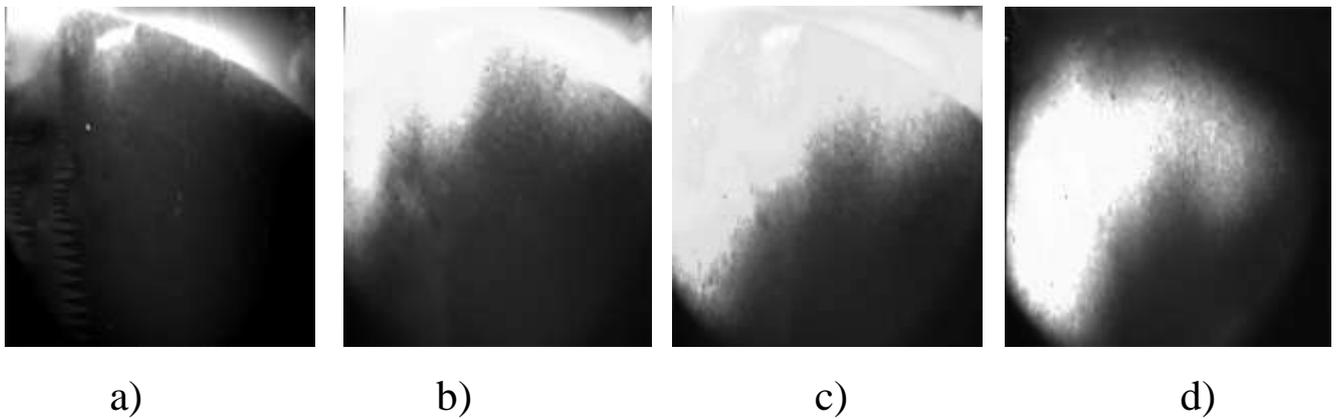


Рисунок 3.4.1 – Магнитооптические изображения поликристаллического образца  $\text{Bi2223}$  при различных значениях приложенного поля: а)  $H=10,2$  мТл ; б)  $H=30,6$  мТл ; в)  $H=44,2$  мТл ; д)  $H=0$  – захваченный магнитный поток после приложения и снятия максимального поля  $H=50$  мТл.

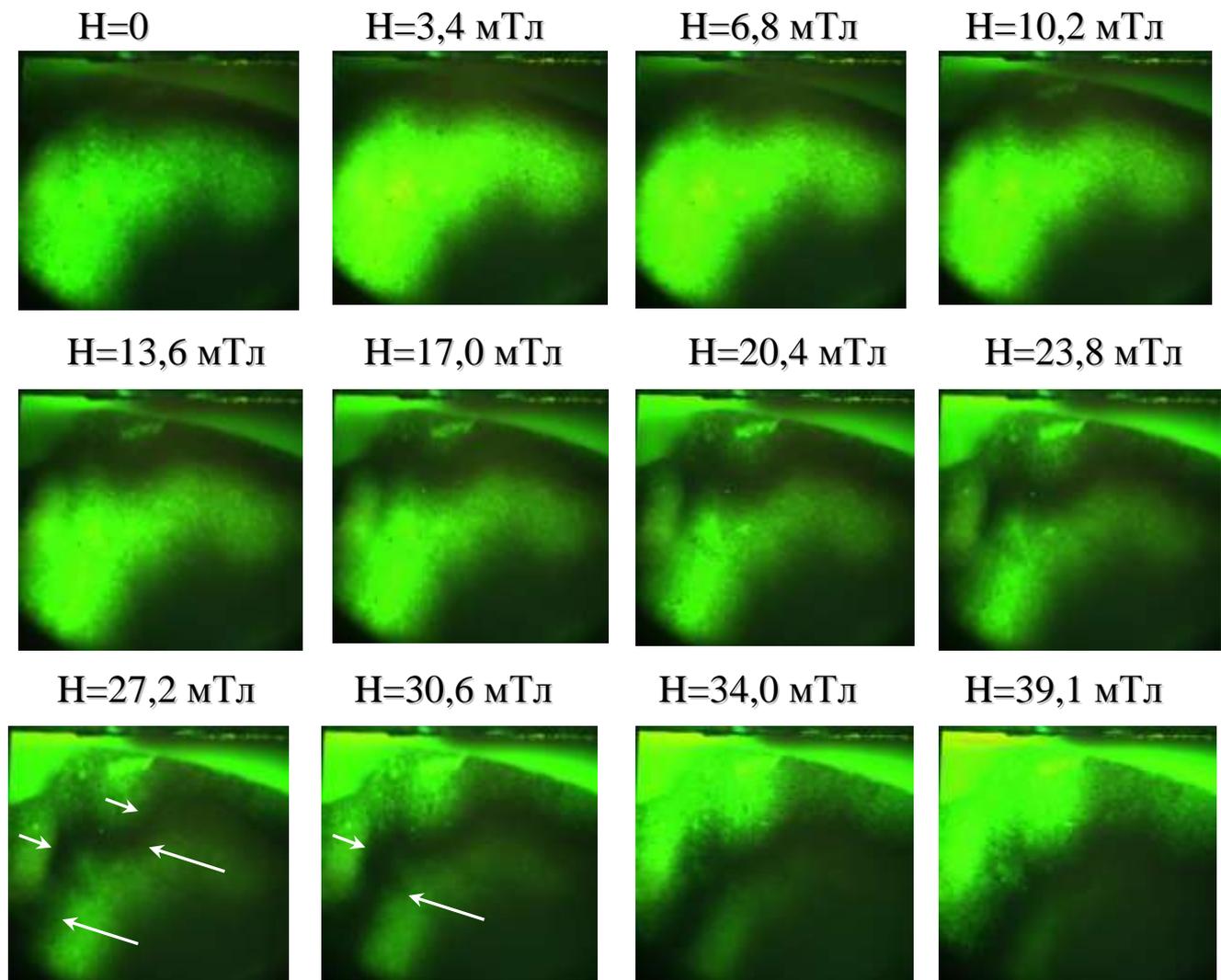


Рисунок 3.4.2 – Движение волны аннигиляции при перемагничивании ВТСП образца в результате увеличения внешнего магнитного поля ( $\text{Bi2223}$ ,  $T=4,2$  К)

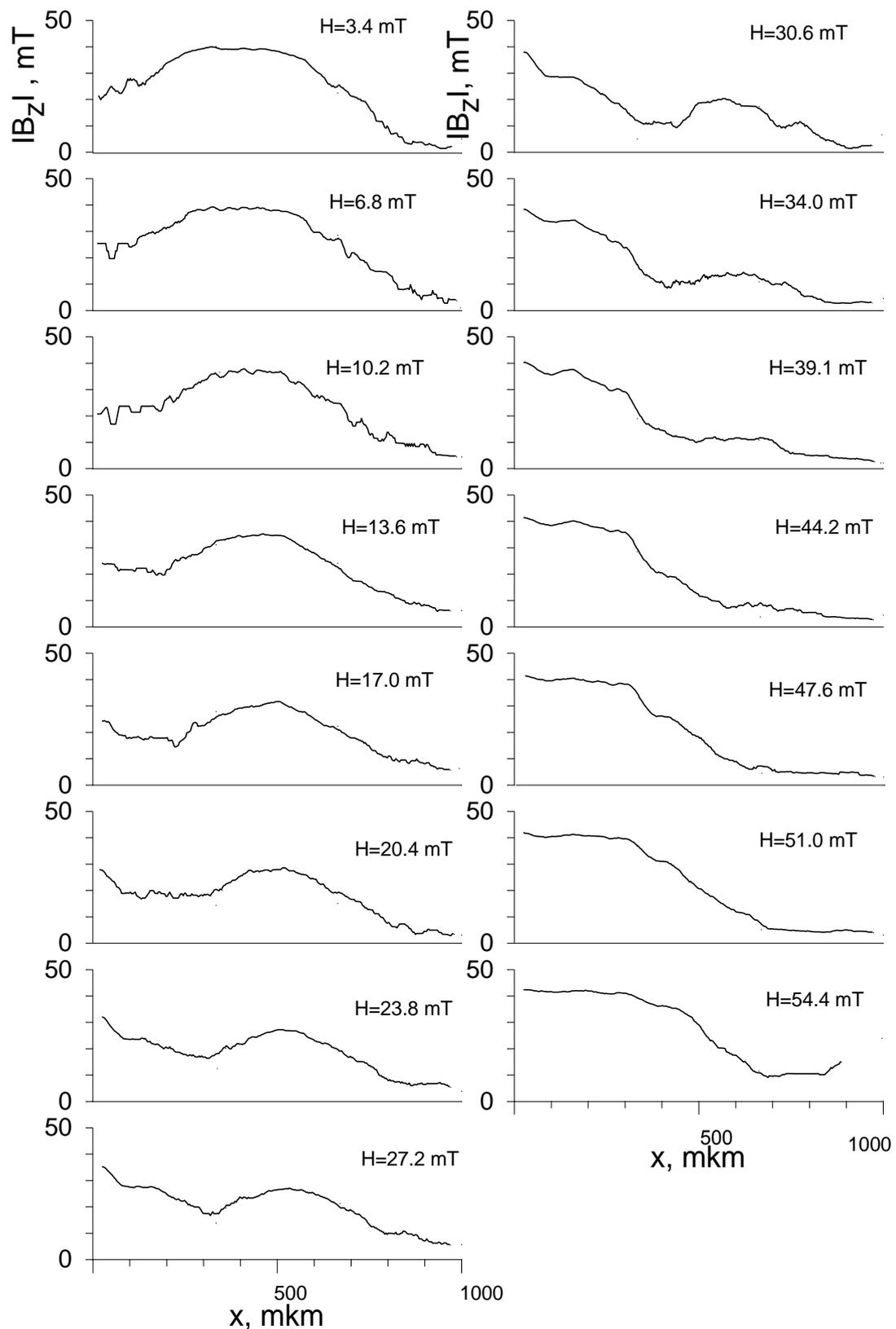


Рисунок 3.4.3 – Линейные профили распределения модуля локальной магнитной индукции при различных значениях приложенного магнитного поля. В диапазоне  $H=13.6$ — $34.6$  мТл на профилях отчетливо виден локальный минимум, соответствующий волне аннигиляции

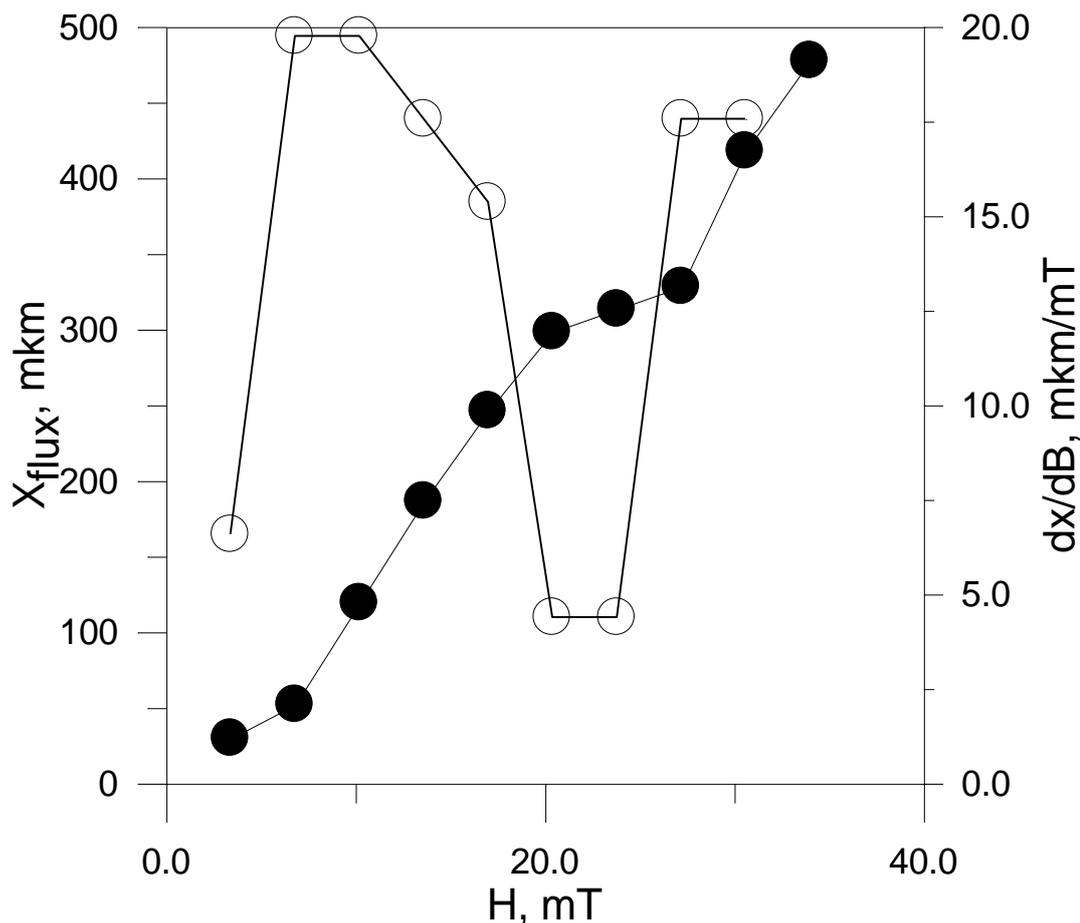


Рисунок 3.4.4 – Зависимость положения переднего фронта ВА  $X_{flux}$  и «скорость» движения переднего фронта  $V_{flux}$  от величины внешнего магнитного поля  $H$

### 3.5 Заключение и выводы по главе 3

В настоящей главе приведены наиболее полные на настоящий момент данные по исследованию влияния нанодобавок неорганических материалов на намагниченность и критический ток ВТСП  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ . Были измерены петли намагниченности и критический ток  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ , содержащих добавки NbC, SiC, TaC,  $\text{Ta}_3\text{N}_5$ , HfN,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , NbN, AlN, ZrN,  $\text{NbO}_x$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , BN различной концентрации и дисперсности не только при температуре кипения традиционных хладагентов – азота и гелия, но и при промежуточных температурах. Диапазон магнитных полей составлял 0÷14 Тл, что позволило наблюдать полные петли гистерезиса намагниченности, а значит получить информацию о поведении точки необратимости петли гистерезиса.

Результаты проведенных экспериментов показали сильную чувствительность значения критического тока к концентрации и дисперсности вводимых добавок неорганических материалов. В большинстве случаев наблюдалось увеличение критического тока, при этом при

$T=77$  К максимальное повышение критического тока (более, чем в 2 раза) наблюдалось для добавок TaC и NbC в диапазоне концентраций 0,01 масс. %.

Увеличение критического тока исследуемых образцов зависит от значения температуры и магнитного поля. Так, на примере добавки VN показано, что максимальное увеличение критического тока наблюдается в области промежуточных температур 30-50 К, при этом в больших полях относительная степень роста критического тока больше.

Полученные данные указывают на то, что используемый набор нанодобавок приводит к созданию в сверхпроводящей матрице достаточно эффективных центров пиннинга с энергией активации порядка нескольких сот мэВ. Центры пиннинга создаются главным образом в сверхпроводящих зернах, на что указывает более заметное повышение критического тока именно в сильных магнитных полях, проникающих не только в межзеренное, но и во внутризеренное пространство.

Также на увеличение пиннинговых характеристик указывает наблюдение сдвига линии необратимости. Такой сдвиг объясняется усилением пиннинга и частичной стабилизацией процессов термоактивированного крипа магнитного потока, приводящего к схлопыванию петли гистерезиса и зануления критического тока. Тот факт, что схлопывание петли намагниченности не приводит к потере сверхпроводящих свойств демонстрируют измерения намагниченности при  $T=77$  К в сильных магнитных полях. В поле до 14 Тл остается четкий диамагнитный отклик на обратной ветви петли намагниченности. То есть, второе критическое поле превышает значение при 14 Тл при  $T=77$  К. А это в свою очередь демонстрирует значительный потенциал расширения области ненулевых значений критического тока даже при  $T=77$  К за счет сдвига петли необратимости. Следует отметить, что похожие данные были представлены в серии работ [36, 39, 40, 46, 123-127] в которых изучалось влияние добавок  $ZrO_2$ , MgO,  $Al_2O_3$  на пиннинг поликристаллических ВТСП на основе Bi. В частности, было показано, что, как и в наших работах, максимальное повышение критического тока наблюдалось при массовой концентрации добавки 0,1 %. Дисперсность частиц в этих работах не изменялась.

Обсудим, почему существует оптимальная концентрация и значение оптимальной дисперсности. По-видимому, увеличение концентрации добавок приводит к постепенной деградации сверхпроводящих свойств, как это отчетливо наблюдается при радиационных воздействиях (см. Главу 1). Наличие оптимума по размеру частицы указывает на, что добавки малых размеров не являются эффективными центрами пиннинга., хотя их размер более близок к длине когерентности. Возможно, в процессе синтеза происходит растворении малых добавок в сверхпроводящей матрице, а более крупные добавки в силу частичного растворения и диффузии в результате термических процессов имеют размеры, близкие к оптимальным для усиления пиннинга, то есть порядка длины когерентности в исследуемых материалах.

Магнитооптические эксперименты позволили прояснить особенность локальных процессов, приводящих к формированию петли намагниченности. А именно, вход и выход магнитного потока в поликристаллические образцы, перемагничивание с формированием фронта волны аннигиляции магнитного потока. Наблюдаемые процессы качественно совпадают с результатами наших расчетов вихревой системы с центрами пиннинга. Подробнее эти расчеты методом Монте Карло будут представлены и обсуждены в Главе 7.

Итак, можно сделать следующие выводы:

1. Установлено, что введение наноразмерных добавок NbC, TaC, ZrN, NbO<sub>x</sub>, BN в диапазоне концентраций 0,05 – 0,27 масс. % и дисперсности 20 - 60 нм приводит в широком диапазоне температур от 4 до 85 К и магнитных полей до 14 Тл к увеличению плотности критического тока поликристаллического ВТСП Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> в 2 – 4,5 раза в зависимости от типа добавки, температуры и внешнего магнитного поля, а также приводит к сдвигу точки необратимости петли гистерезиса в область больших полей. Показано, что максимальная эффективность добавок наблюдается в области промежуточных температур 30-50 К;

2. Найдено, что зависимость плотности критического тока от объемной концентрации нанодобавок соединений близких по химическим свойствам (NbC, TaC, NbN) имеет универсальный вид;

3. Показано, что формирование кривой намагничивания ВТСП материалов связано с последовательным перемагничиванием ВТСП матрицы и сопровождается возникновением и распространением волны аннигиляции магнитного потока (зоны с нулевой магнитной индукцией). Скорость движения фронта магнитной индукции при изменении внешнего поля зависит от типа дефектов, концентрации дефектов и температуры.

## Глава 4 Влияние облучения заряженными частицами на электрофизические характеристики низкотемпературных и высокотемпературных сверхпроводников

### 4.1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДЕТАЛИ

#### 4.1.1 Тонкопленочные сверхпроводящие образцы, используемые в работе

В работе использовались пленки низкотемпературного сверхпроводника  $Nb_3Sn$ , полученные методом магнетронного напыления (МИФИ группа С.В. Антоненко), пленки ВТСП  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-y}$  полученные методом лазерного осаждения (ФИАН, МИФИ); а также пленочные образцы  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ , выращенные методом жидкофазной эпитаксии (НИИ электронной промышленности, Калуга).

Тонкопленочные образцы  $Nb_3Sn$  наносили на сапфировые подложки шириной 5 мм, длиной 12 мм и толщиной 0.5 мм [128]. Толщина образцов составляла 150-500 нм. Образец # $NbSn-8$  изготовлен совместным испарением  $Nb$  и  $Sn$  электронным пучком. Фазовый анализ образцов проводили методом рентгеновской дифракции; содержание фазы  $A15$  в пленках составляло не менее 96 %. Критическую температуру  $T_c$  с точностью  $\pm 0.05$  К определяли четырехконтактным резистивным методом при токе 10 мкА. За  $T_c$  принимали температуру, при которой образец имел сопротивление  $0.1R_{ocm}$ , где  $R_{ocm}$  - сопротивление в начале перехода из нормального в сверхпроводящее состояние. Ширину перехода  $\Delta T_c$  определяли по уровням  $0.1R_{ocm}-0.9R_{ocm}$ . Основные характеристики образцов приведены в таблице 4.2.1.

Осаждение пленок  $Y(Ho)Ba_2Cu_3O_{7-x}$  производилось методом импульсного лазерного распыления мишеней, состоящих либо из смеси порошков окислов иттрия, бария и меди, либо массивной мишени  $Y(Ho)Ba_2Cu_3O_{7-x}$ , изготовленной спеканием указанных окислов. Для распыления применялся твердотельный АИГ: $Nd^{3+}$  лазер, работающий в режиме модулированной добротности. В качестве материала подложек использовались кристаллы титаната стронция. Плоскость  $SrTiO_3$  ориентировалась перпендикулярно оси [100] подложки. Данные рентгеновской дифракции показывали, что образцы представляли собой практически однофазные пленки со структурой  $Y123$  с небольшими примесями других фаз. Параметры решетки основной фазы:  $a=3.828 \pm 0.001$  Å,  $b=3.887 \pm 0.01$  Å,  $c=11.699 \pm 0.002$  Å или  $a=3.840 \pm 0.002$  Å,  $b=3.899 \pm 0.002$  Å,  $c=11.73 \pm 0.01$  Å. Сверхпроводящие параметры пленок представлены в таблице 4.3.1. Пленки  $Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-y}$  синтезировались в вакуумном объеме *in situ* методом лазерного напыления на горячую подложку. Критическая температура и ширина сверхпроводящего перехода измерялись четырёхконтактным резистивным методом. Критическая температура для разных плёнок равнялась  $T_c=22.5-23.0$  К с шириной перехода  $\Delta T_c$

по уровням  $0.1R_0-0.9R_0$  -  $\Delta T_c=1.5-4.0$  К.  $R_0$  - удельное электросопротивление плёнки вблизи перехода. Технологические процессы лазерного осаждения были проведены в ФИАН (группа А.И. Головашкина) и МИФИ (группа А.П. Менушенкова).

Эпитаксиальный рост пленок ВТСП состава  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  на подложках  $NdGaO_3$  и  $CaGdAlO_4$  ориентации (001) проводился в НИИ электронной промышленности (Калуга) по технологии жидкофазной эпитаксии из раствора-расплава. Пленки выращивались в температурном интервале  $865 \div 845^\circ C$ . Подложка  $CaGdAlO_4$  опускалась в раствор-расплав с помощью платинового держателя и в процессе роста медленно вращалась. После окончания роста структура извлекалась из тигля и остывала вместе с печью. Толщина полученных таким образом пленок составляла  $\approx 1$  мкм. По данным рентгено-структурного анализа содержание фазы 2212 в полученных образцах составляло 95-99 %, разориентация оси с менее  $0.5^\circ$ . Готовые к исследованиям образцы пленок  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  имели размер  $4 \times 6$  мм<sup>2</sup>. Для проведения четырехзондовых измерений электросопротивления и критического тока лазерным скрайбированием изготавливали токовый канал размером  $0.2 \times 2.5$  мм<sup>2</sup> и термически напыляли контактные площадки из Ag. Основные характеристики образцов приведены в таблице 4.4.1

#### 4.1.2 Методики ионного облучения тонких сверхпроводящих пленок

В работе применялось ионное облучение с энергиями от 120 кэВ до 3,6 МэВ, имеющее следующие преимущества: большие сечения взаимодействия ускоренных ионов с твердым телом и относительно высокие интенсивности ионного пучка позволяют за непродолжительное время набирать флюенс, достаточный для существенного изменения критических характеристик сверхпроводника; возможность вывода ионного пучка из ускорителя, а также возможность выделения облучаемых участков на исследуемых образцах, используя коллимацию и диафрагмирование пучка, позволяют создавать и использовать экспериментальное оборудование для проведения облучения в широком диапазоне температур, вплоть до гелиевых, с проведением измерений без промежуточного отжига, в том числе в магнитном поле; отсутствие пострадиационной активности позволяет проводить измерения в процессе облучения, либо непосредственно сразу после него; наличие возможности управления в широких пределах процессом дефектообразования в структуре материала, что достигается путем изменения энергии и вида бомбардирующих ионов. В частности, можно создавать практически однородное повреждение на образцах, толщина которых много меньше проективного пробега ускоренных ионов. Из-за относительно малых проективных длин пробега заряженных частиц в качестве образцов для исследования необходимо применять тонкие пленки сверхпроводящих материалов.

Облучение сверхпроводящих пленок ионами  $\text{He}^+$   $E=3.6$  мэВ и  $\text{Ne}^+$   $E=1.56$  мэВ проводилось на циклотронном ускорителе. Интенсивность пучка составляла  $5 \cdot 10^{10} \div 10^{13}$   $\text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ . Для облучения использовались проточные криостаты, позволяющие варьировать температуру держателя образца в пределах  $5 \div 300$  К. Доза облучения контролировалась путем интегрирования ионного тока с погрешностью не хуже 5%. Неоднородность облучения по площади образца составляла менее 5%. Для облучения при  $T \leq 300$  К применялись облучательные камеры, описанные, например в [129].

Для низкотемпературного облучения с последующим измерениями критических характеристик в магнитном поле на циклотронном ускорителе в ходе диссертационной работы автором был разработан и изготовлен оригинальный проточный радиационно-оптический криостат, схема которого приведена на рисунке 4.1.1. В этой конструкции потоком жидкого гелия охлаждался держатель образца и NbTi сверхпроводящий соленоид, а также, обратным потоком газа, медные оптимизированные токовводы. Максимальное магнитное поле, создаваемое на оси СП соленоида равнялось  $B=5$  Тл при  $T=4.2$  К и токе  $I=60$  А. Эксплуатационные параметры изготовленного криостата: рабочее положение - произвольное; время охлаждения до температуры 9.5 К - 1 час; максимальное рабочее значение магнитного поля - 4 Тл; наименьшая достигнутая температура на образце – 4.8 К; расход гелия при облучении при  $T=9.5$  К и  $B=4$  Тл - 7 л/час; время замены образца – 1.5 - 2 часа.

Для облучения СП пленок на ионном монохроматоре “Везувий” и дальнейшего исследования характеристик СП пленок применялась также специально сконструированная стационарная низкотемпературная камера. Особенностью данной камеры являлось то, что исследуемый образец при облучении находился в центре заливного сверхпроводящего соленоида с максимальной индукцией 6 Тл. Таким образом, имелась возможность проведения исследований в магнитных полях *in situ* непосредственно в точке облучения без промежуточного отогрева образца до комнатной температуры. Схема низкотемпературной камеры приведена на рисунке 4.1.2. Основными составляющими камеры являются корпус (1), гелиевый криостат (2) с 6-Тл соленоидом (3), штوك (4) с блоком держателя образца (5). Соленоид располагается так, чтобы его ось совпадала с осью пучка ионов. Образец, закрепленный на держателе образца, помещается в центр соленоида. При этом его поверхность перпендикулярна оси соленоида. Охлаждение держателя образца осуществляется за счет прижимного теплового контакта с гелиевым объемом. Регулируя усилие прижима, или полностью исключая контакт можно устанавливать любую температуру держателя образца в диапазоне 5 - 300 К. Для смены образца шток (4) отсоединяется от стенки камеры и извлекается наружу.

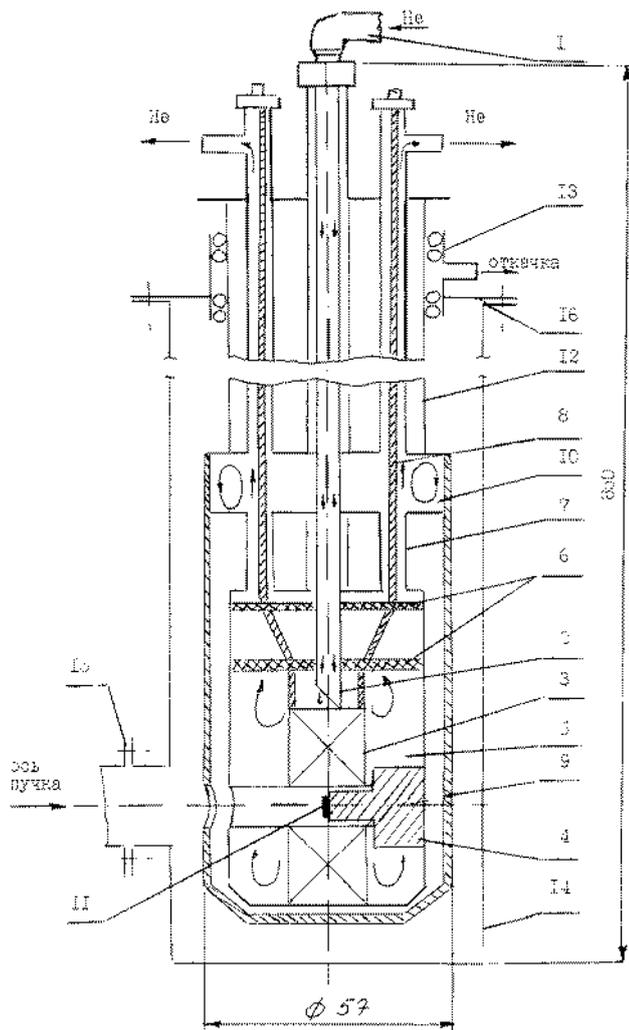


Рисунок 4.1.1 – Схема криостата для облучения в магнитном поле на циклотронном ускорителе.

- 1 - патрубков гибкого сифона;
- 2 - удлинительная трубка;
- 3 - корпус соленоида;
- 4 - держатель образца;
- 5 - гелиевый объем;
- 6 - перегородка;
- 7 - газовые магистрали; 8 - медные токопроводящие шины; 9 - медный экран; 10 - теплообменник;
- 11 - образец; 12 - несущая труба;
- 13 - вакуумное уплотнение движения;
- 14 - корпус; 15 - верхнее фланцевое соединение; 16 - нижнее фланцевое соединение.

Стрелками показан поток газа

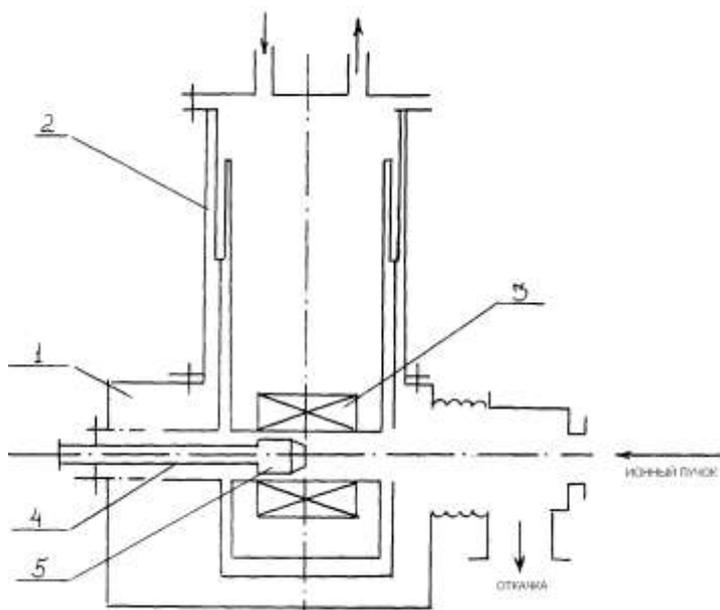


Рисунок 4.1.2 – Схема облучения на ускорителе “Везувий”.

- 1 – корпус; 2 – гелиевый криостат;
- 3 – сверхпроводящий соленоид;
- 4 – шток; 5 – держатель образца

## 4.2 Влияние радиационных дефектов, созданных ионным облучением на транспортные характеристики тонких пленок Nb<sub>3</sub>Sn

В настоящем разделе приводятся результаты исследования влияния радиационных дефектов, созданных ионным облучением на критические характеристики тонких пленок стабида ниобия. Главным образом рассматривается изменение критического тока пленок при облучении в различных условиях: облучение при  $T \approx 300$  К и  $T < 20$  К, облучение во внешнем магнитном поле, в токовом состоянии. Также будут приведены результаты изменения константы Холла при радиационном воздействии.

### 4.2.1 Используемые образцы и экспериментальные процедуры

Таблица 4.2.1

№ обр.	$T_c$ , К	$\Delta T_c$ , К	d, мкм	$\gamma = R_{300}/R_{ост}$	$J_c \cdot 10^6$ , А/см <sup>2</sup> ( $T=4.2$ К, $B=1$ Тл)
#NbSn-1	17.8	0.2	0.18	5.42	6.7
#NbSn-2	17.7	0.1	0.18	5.40	4.7
#NbSn-3	17.7	0.1	0.18	5.22	2.3
#NbSn-4	17.6	0.1	0.18	5.80	7.0
#NbSn-5	17.8	0.4	0.18	4.38	2.3
#NbSn-6	17.8	0.4	0.18	4.40	1.4
#NbSn-7	17.8	0.2	0.5	5.30	1.2
#NbSn-8	15.6	1.5	0.13	4.15	0.8

Методом фотолитографии пленкам придавали форму мостиков длиной 2-5 мм и шириной 30-1500 мкм (топология мостиков представлена на рисунке 2.5). Контакты к пленкам изготавливали посредством напыления меди с подслоем ванадия. Потенциальные и токовые выводы паяли индиевым припоем к медным площадкам. Электрическое сопротивление контактов составляло  $10^{-5}$ - $10^{-6}$  Ом.

Критический ток измеряли четырехконтактным методом. Критическим током считали ток, при котором на потенциальных контактах пленки достигалось напряжение 10 мкВ. Уменьшение напряжения до 1 мкВ уменьшало критический ток не более чем на 3%. Плотность критического тока  $J_c$  определяли делением значения критического тока на поперечное сечение токопроводящего мостика. Измерения зависимостей критического тока от температуры  $J_c(T)$  и магнитного поля  $J_c(B)$  в диапазоне температур 4,2-20 К и магнитных полях 0-4 Тл проводились на полуавтоматической установке, описанной в [130]. Облучали образцы на циклотронном ускорителе ионами  $Ne^+$  с энергией  $E=1.56$  МэВ либо  $He^{++}$  с энергией  $E=3.6$  МэВ. Плотность тока в пучке составляла  $(0.1 \div 1) \cdot 10^{-6}$  А/см<sup>2</sup>. Облучение пленок с энергиями, приведенными

выше, обеспечивало равномерное образование дефектов по толщине и отсутствие заметной имплантации [131]. Погрешность в определении флюенса равнялась  $\pm 15\%$ . Температура облучения, если не оговорено отдельно, равнялась  $T_{obl} \approx 300\text{K}$ .

#### 4.2.2 Влияние ионного облучения при $T=300\text{ K}$ на критический ток сверхпроводящих пленок $\text{Nb}_3\text{Sn}$

Типичная зависимость  $J_c$  от температуры  $T$  при различных флюенсах  $F$  ионов  $\text{Ne}^+$  приведена на рисунке 4.2.1 (образец #NbSn-4). При значениях  $t=T/T_c > 0.6$  для всех  $F$  зависимость  $J_c(T)$  хорошо подгоняется формулой  $J_c \sim (1-T/T_c)^{3/2}$ . На рисунке 4.2.1 также представлены зависимость плотности критического тока от приложенного магнитного поля  $J_c(B)$  при различных  $F$  (образец #NbSn-4). Все зависимости  $J_c(B)$  хорошо аппроксимируются степенными функциями  $J_c = kB^{-a}$ . Показатель степени равен  $a=0.48, 0.44, 0.32$  соответственно для флюенсов  $F=0; F=2.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}; F=3.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ . Изменение показателя степени может указывать на изменение характера пиннинга, а именно, на переход от поверхностного пиннинга к объемному. На изменение характера пиннинга указывает также различие в форме кривых приведенной силы пиннинга  $f(b)$  (рисунок 4.2.2), где  $f=F_{pin}/F_{pin-max}$ ,  $b=B/B_{max}$  а сила пиннинга рассчитывалась как  $F_{pin}=J_c \times B$

Отметим, что значение критический ток исследуемых пленок при малых полях ( $B < 0.2$  Тл) флуктуировало от измерения к измерению. Аналогичное поведение  $I_c$  было отмечено в [132]. Возможная причина неопределенности критического тока может заключаться в термомагнитной нестабильности магнитного потока, приводящей к лавинообразному дендритному проникновению магнитного поля в СП пленки (подробно см. Главу 5).

При облучении массивных сверхпроводников и фольг заряженными частицами [133, 134] и нейтронами [135-143] в начальных стадиях облучения наблюдается рост  $I_c$ . Результаты, полученные в данной работе, показывают, что в подавляющем большинстве случаев критический ток исследуемых пленок при облучении сразу падает, и лишь для некоторых образцов происходит небольшой рост  $I_c$  (примерно на 10%). На рисунке 4.2.3 приведены зависимости  $I_c(F)$  (на графике здесь и далее приводится критический ток, нормированный на свое значение до облучения  $I_{c0}$ ) для пяти образцов, имеющих различный характер поведения критического тока от флюенса. Образцы облучали ионами  $\text{Ne}^+$ . Видно, что  $I_c$  образца #NbSn-4 в начальной стадии облучения увеличивается на 10%, в то время как  $I_c$  остальных пленок, особенно образца #NbSn-5 сразу падает

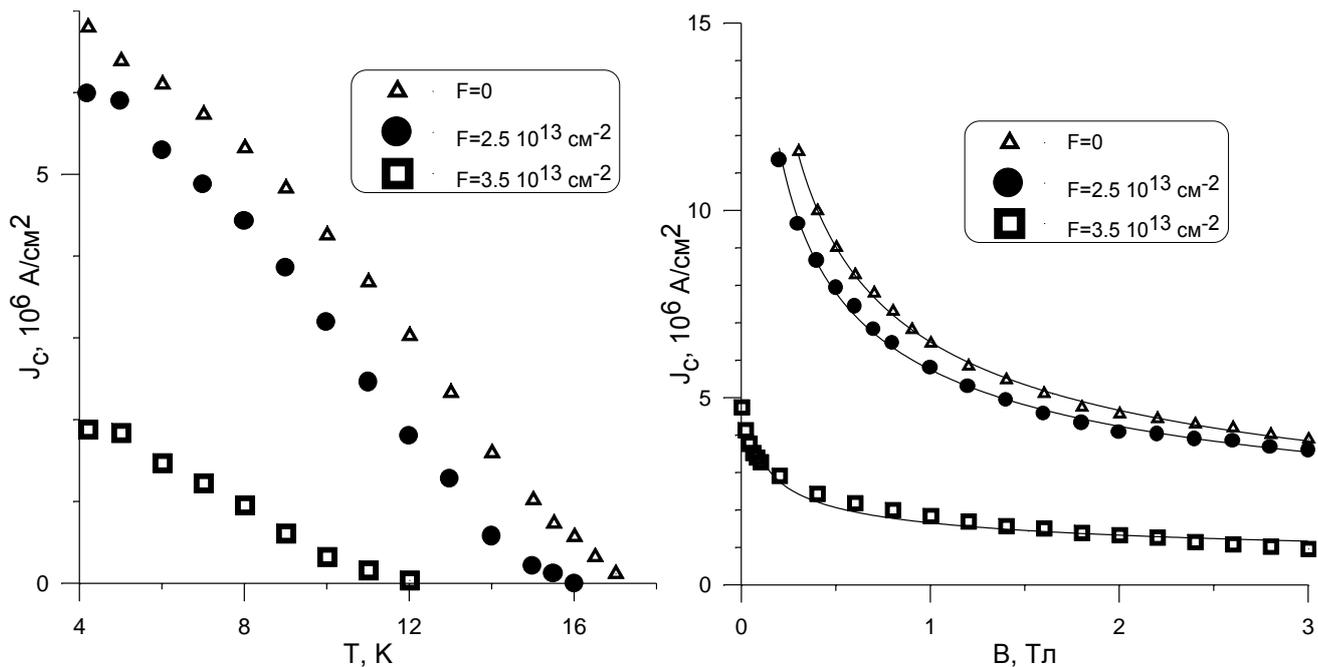


Рисунок 4.2.1 – Типичные зависимости  $J_c$  от температуры  $T$  (слева) и приложенного магнитного поля (справа) при различных флюенсах  $F$  ионов  $Ne^+$  с энергией  $E=1.56 \text{ МэВ}$   $T_{обл} \approx 300 \text{ К}$  ( образец #NbSn-4 ). На кривых  $J_c(B)$  сплошные линии – аппроксимация степенными функциями

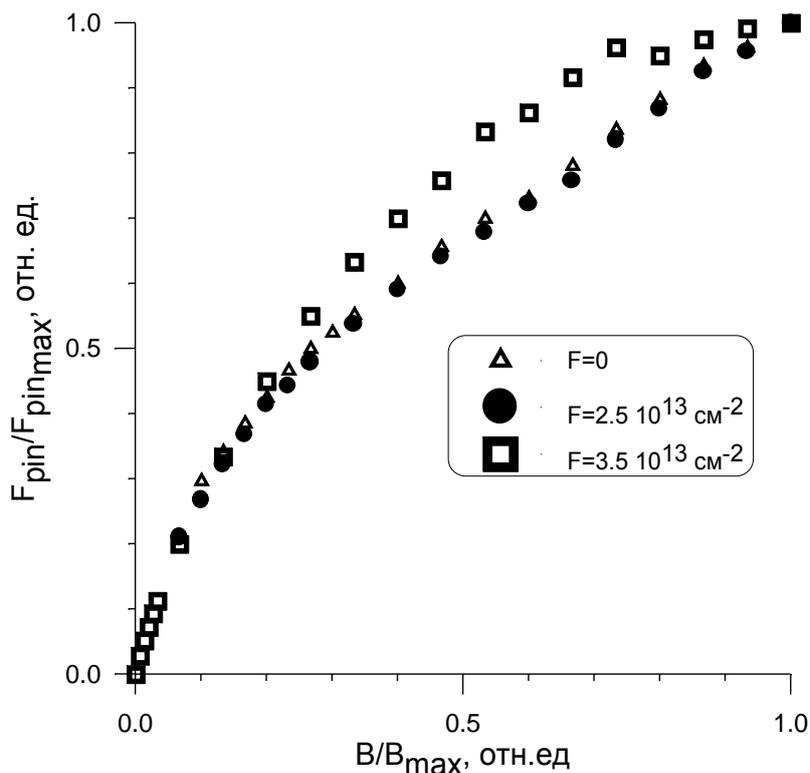


Рисунок 4.2.2 – Зависимость приведенной силы пиннинга от величины нормированного магнитного поля для разных  $F$

Слабый рост  $I_c$ , либо его отсутствие можно объяснить высокой степенью дефектности наших пленок, на что указывают низкие значения коэффициента  $\gamma = R_{300}/R_{0ct}$  ( $R_{300}$  - сопротивление образца при  $T=300$  К). Заметим, что на монокристаллах  $Nb_3Sn$  значение  $\gamma$  достигает 50 [144]. Однако, несмотря на общие низкие значения  $\gamma$  для наших пленок, имеются различия в величине этого коэффициента для различных образцов; кроме того, различны ширины переходов  $\Delta T_c$ , что указывает на различную начальную дефектность образцов. Можно ожидать, что как и для массивных образцов, рост  $I_c$  с флюенсом будет иметь место для пленок с относительно малой степенью дефектности, то есть с большими  $\gamma$  и малыми  $\Delta T_c$ . Именно это наблюдается в наших экспериментах. Так, образец #NbSn-4, проявляющий повышение  $I_c$ , имеет  $\Delta T_c=0.1$  К и  $\gamma=5.8$ ; в то время как  $I_c$  образца #NbSn-5, имеющего  $\Delta T_c$  и  $\gamma$  соответственно 0.4 и 4.4, сразу падает. Отметим, что корреляции между величиной плотности критического тока пленочных образцов до облучения  $I_{c0}$  и поведением  $I_c$  во время облучения фактически не обнаружено, то есть может происходить как рост, так и падение  $I_c$  в начальной стадии облучения (при малых флюенсах) для любых  $I_{c0}$ .

При облучении как ионами  $He$ , так и  $Ne$ , начало деградация  $I_c$  наблюдалась при меньших флюенсах, чем  $T_c$ . Такое поведение характерно для всех исследуемых образцов. Для примера на рисунках 4.2.4(а-в) приведены зависимости  $I_c/I_{c0}$  и  $T_c/T_{c0}$  для образцов #NbSn-1, #NbSn-4, #NbSn-5, где  $T_{c0}$  - критическая температура образца до облучения (значение критического тока взято при  $B=1$  Тл).

Для сравнения различных типов облучения на критическую температуру используется в качестве универсального параметра число смещений на атом  $C_d$  [145]. Мы, применив параметр  $C_d$ , провели сравнение поведения  $I_c$  при облучении ионами  $He$  и  $Ne$ . Пересчет флюенса на  $C_d$  проводился по материалам работы [146]. Результаты пересчета приведены на рисунке 4.3.6. Можно отметить, что, несмотря на некоторый разброс, обусловленный прежде всего большой погрешностью при определении флюенса, точки, соответствующие разным типам облучения, удовлетворительно согласуются друг с другом. Вместе с нашими данными для сравнения взяты результаты работ по облучению фольг  $Nb_3Sn$  толщиной 5 мкм ионами  $^{16}O$  с энергией 25 МэВ [133] и облучению диффузионного слоя  $Nb_3Sn$  толщиной  $\sim 5$  мкм ионами  $He^{++}$  с энергией 2.6 МэВ [134]. Пересчет на  $C_d$  проводился аналогичным образом. Несмотря на различие в образцах (пленка, фольги, диффузионные слои) и температурных условиях облучения (в работе [133] облучение проводили при 30К), точки на участке падения  $I_c$  совпали. Таким образом, для четырех типов облучения зависимости  $I_c(C_d)$  хорошо коррелируют друг с другом. Это может указывать на одинаковый механизм падения критического тока при радиационном воздействии. Отметим, что половинное падение критического тока наблюдается при значении  $C_d \approx 7 \div 8 \cdot 10^{-3}$ , в

то время как половинное падение  $T_c$  происходит при  $C_d \approx 5 \cdot 10^{-2}$  [51]. Эти данные указывают на общность вывода о быстром падении критического тока при радиационном воздействии по сравнению с критической температурой до флюенсов, соответствующих  $C_d \approx 3 \cdot 10^{-2}$ .

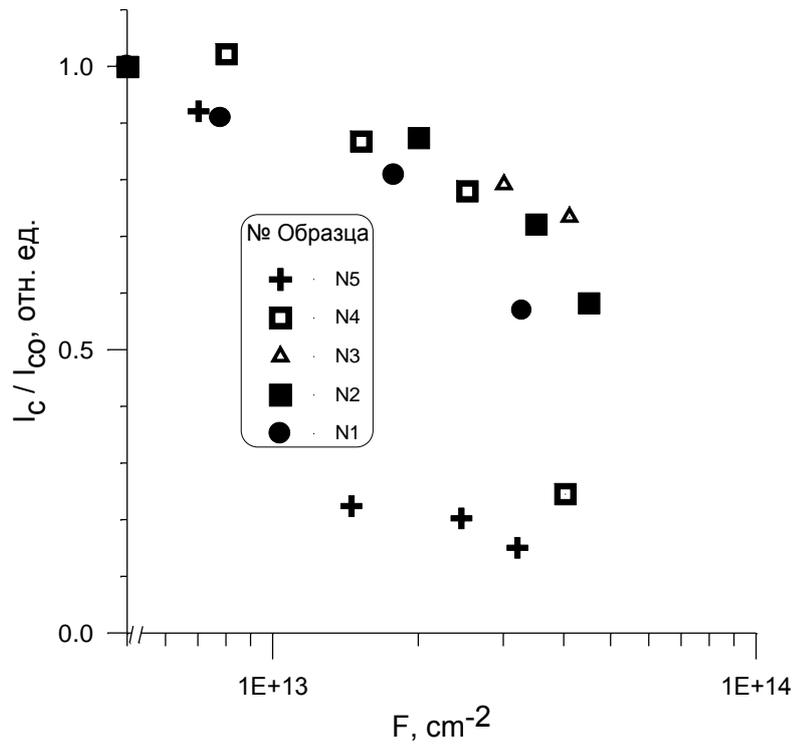


Рисунок 4.2.3 – Зависимости критического тока от флюенса ( $Ne^+ E=1.56$  МэВ,  $T_{обл} \approx 300\text{K}$ ) для различных образцов

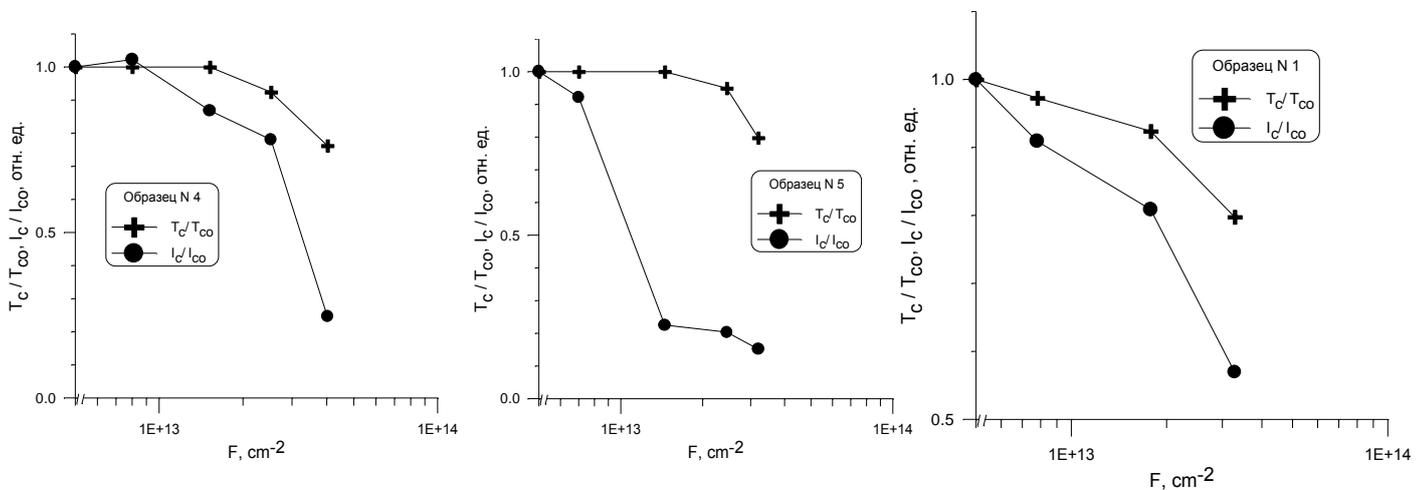


Рисунок 4.2.4(а)-(в) – Зависимости  $I_c / I_{c0}$  и  $T_c / T_{c0}$  от флюенса ( $Ne^+ E=1.56$  МэВ,  $T_{обл} \approx 300\text{K}$ ) для образцов #NbSn-1, 4, 5

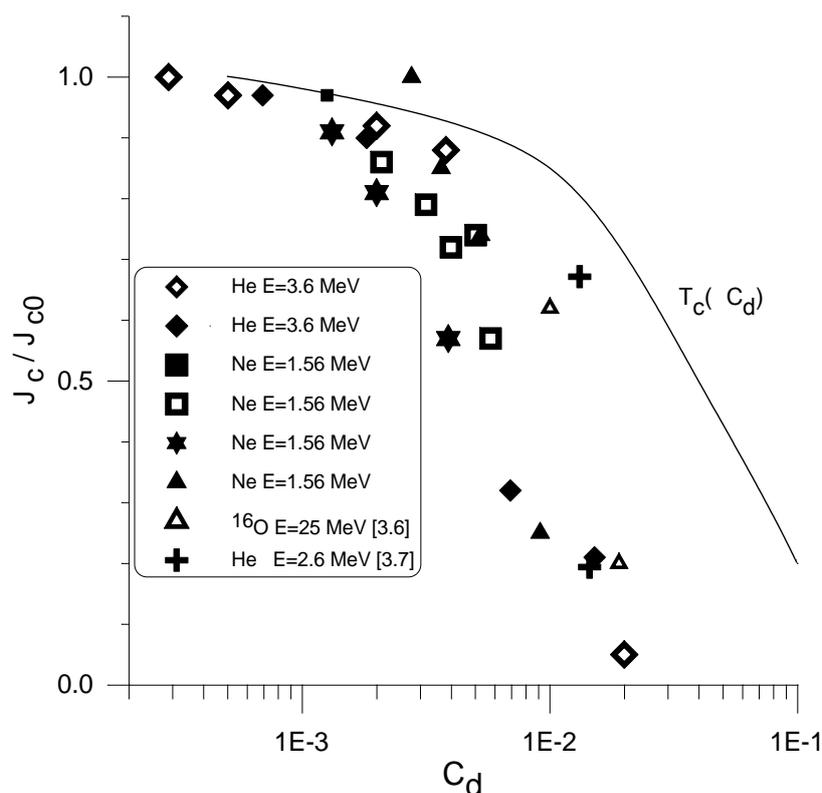


Рисунок 4.2.5 – Зависимости критического тока от параметра  $C_d$  для разных типов облучения и образцов ( см. пояснения в тексте). Сплошная линия - универсальная зависимость  $T_c(C_d)$  [51]

#### 4.2.3 Влияние условий облучения на характер радиационно-индуцированного изменения критического тока сверхпроводящих пленок $\text{Nb}_3\text{Sn}$

В ходе выполнения работы были проведены эксперименты по облучению при низкой температуре, в токовом состоянии и при наличии внешнего фонового магнитного поля. Такие эксперименты были необходимы для проведения имитации условий радиационной повреждаемости  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  в магнитных системах типа «Токамак».

На первом этапе облучение проводилось ионами  $\text{Ne}^+$  ( $E=1,56$  МэВ) на циклотронном ускорителе с использованием специального проточного криостата, описанного в разделе 4.1.2.

На рисунке 4.2.6 показаны дозовые зависимости критического тока при низкотемпературном облучении во внешнем магнитном поле  $B=1$  Тл и  $B=2$ Тл. Для облучения были выбраны два идентичных образца, вырезанные из одной пленки  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Образцы имели  $T_c=16.4$  К,  $\Delta T_c=0.3$  К. Измерение критического тока проводилось без выключения пучка ионов и внешнего магнитного поля, при этом за  $I_{c0}$  принималось значение критического тока при соответствующих полях и температурах до начала облучения. Обращают на себя внимание два

факта. Во-первых, заметное повышение критического тока для малых флюенсов при облучении (на 25%). Во-вторых, различие между облучением при  $B=1$  Тл и  $B=2$  Тл. При  $B=2$  Тл половинное падение критического тока наблюдается при флюенсе в 2 раза превышающим аналогичный флюенс для  $B=1$  Тл. После окончания облучения критическая температура исследованных образцов уменьшилась на 2 К, ширина сверхпроводящего перехода увеличилась до  $T=1.5$  К, а удельное электросопротивление возросло в 3,5 раза.

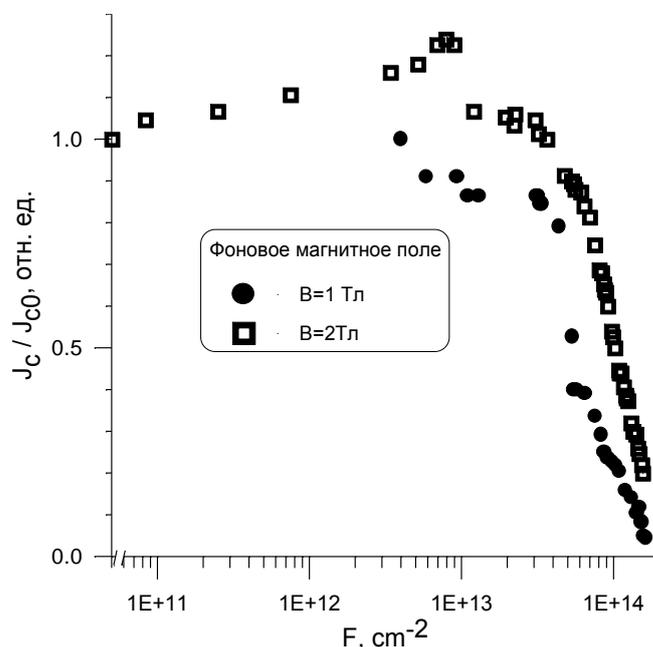


Рисунок 4.2.6 – Зависимости критического тока от флюенса при облучении в фоновом магнитном поле.  $T_{обл} < 10$  К ( $Ne^+$   $E=1.56$  МэВ)

Во время облучения при низкой температуре образец сохранял сверхпроводящие свойства и мог пропускать транспортный ток, меньше критического. Увеличение интенсивности пучка ионов  $I$  приводило к уменьшению критического тока. Отметим еще раз, что критический ток измерялся непосредственно в канале ускорителя без выключения пучка ионов. На рисунке 4.2.7 представлена зависимость нормированного критического тока образцов от  $I/I_{max}$ . Здесь  $I_{max}$  – значение интенсивности пучка, при которой исчезает сверхпроводимость (обращался в ноль критический ток). В наших экспериментах  $I_{max} \approx 6 \cdot 10^{11}$  см<sup>-2</sup>с<sup>-1</sup>. Для данной интенсивности перегрев держателя образца, измеренный по температурному датчику, составлял 1 К. Облучение проводилось как в нулевом магнитном поле, так и в поле  $B=1$  Тл. Из представленной зависимости следует, что изменение критического тока при облучении для  $B=0$  и  $B=1$  Тл примерно одинаково. Половинное уменьшение значения критического тока происходит при значении интенсивности  $I \approx 1.5 \cdot 10^{11}$  см<sup>-2</sup>с<sup>-1</sup>. Таким образом, работа сверхпроводящих устройств в режиме токового состояния с током, превышающим половину критического тока, и в условиях

облучения со значительной интенсивностью частиц может быть затруднена из-за возможного динамического перехода сверхпроводников в нормальное состояние.

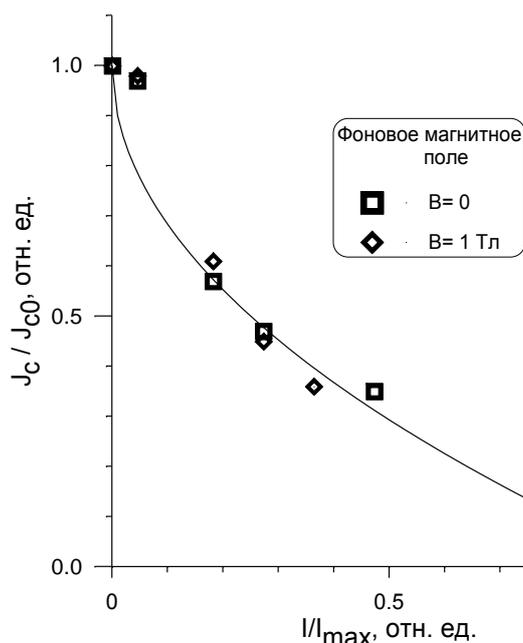


Рисунок 4.2.7 – Зависимости нормированного критического тока от интенсивности ионного пучка (нормированной на  $I_{max}$ ) при облучении в фоновом магнитном поле и без фонового магнитного поля. Сплошная линия – аппроксимация функцией  $J_c = J_{c0} (1 - (I/I_{max})^{1/2})$

Возможны несколько причин уменьшения  $J_c$  под пучком ионов. Наиболее вероятной может быть тепловой перегрев образца за счет облучения. Действительно, перегрев легко определить, сравнивая известные экспериментальные зависимости  $J_c(T)$  при  $B=0$  и  $B=1$  Тл с уменьшением критического тока от воздействия пучка ионов. Экспериментальные данные показывают, что при интенсивности пучка ионов  $I_{пучка} = 1.1 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$  критический ток падает на 42 %, что соответствует изменению температуры  $\Delta T = 1$  К. Это представляется вполне разумным значением, которое может указывать на тепловой характер падения критического тока в пучке ионов.

Однако, в ряде работ, например [147-149], была предложена модель, в которой учитывалось то, что при прохождении высокоэнергетической частицы через сверхпроводник возникает трек, температура которого может быть значительно выше  $T_c$ , что приводит к переходу объема трека в нормальное состояние. Появляется динамический "трековый дефект". При этом считается, что электрический ток будет протекать по оставшейся сверхпроводящей области и его плотность в этой области может стать критической. Авторами работы [148] была рассчитана зависимость интенсивности пучка, при котором пропадает сверхпроводимость, от плотности проходящего через проводник тока, из чего легко получается зависимость критического тока от интенсивности пучка:

$$J_c = J_{c0} (1 - (I/I_{max})^{1/2}) \quad (4.1)$$

где  $J_{c0}$  - критический ток без облучения,  $I_{max}$  - максимальная интенсивность, при которой  $J_c=0$ . На рисунке 4.2.7 сплошной линией показана зависимость (4.1). Совпадение экспериментальных точек с кривой свидетельствует в пользу обсуждаемого механизма.

Появлением динамических трековых дефектов можно также объяснить лучшую радиационную стойкость по критическому току при облучении в магнитном поле. Действительно, объемная сила пиннинга может возрастать за счет взаимодействия вихревой структуры с "трековыми дефектами". Не смотря на процесс тепловой рекомбинации интенсивность пучка возможно настолько велика, чтобы постоянно сохранялось значительное количество "трековых дефектов". Кроме того, процессы тепловой рекомбинации треков могут существенно замедляться из-за того, что в центре трека, на котором запиннингован одиночный вихрь поле будет равно  $H_{c2}(T)$  и, т.о., даже после охлаждения центра трека до температуры ванны, объем трека не может перейти в сверхпроводящее состояние, т.к., незатухающие вихревые токи обеспечивают поле, равное  $H_{c2}$ .

Еще одной возможной причиной уменьшения критического тока (как и сдвига зависимости  $\rho(T)$ ) под динамическим воздействием пучка ионов может быть неравновесное подавление сверхпроводимости электромагнитным полем заряженных частиц [150]. К сожалению, полученные экспериментальные данные не дают однозначного ответа о природе уменьшения критического тока под воздействием пучка быстрых ионов.

Исследование влияния фонового магнитного поля и токового состояния на скорость радиационно-стимулированного изменения критического тока при облучении было проведено на радиационной установке «Везувий» с помощью заливной низкотемпературной камеры (см. раздел 4.1.2). Для исследования использовались восемь пленочных образцов  $Nb_3Sn$ , приготовленных методом магнетронного напыления. Все образцы были идентичны, имели критическую температуру  $T_c \approx 17$  К и плотность критического тока  $J_c > 10^6$  А/см<sup>2</sup> ( $B=0$ ,  $T=4,2$  К). Образцы облучались ионами  $He^+$  с энергией  $E=125$  кэВ при температуре  $T \approx 8$  К. При облучении во внешнем поле максимальная величина поля составляла  $B=5.5$  Тл, а токовое состояние выбиралось как  $0.4I_c$ . Критический ток всегда измерялся в поле  $B=5.5$  Тл. На рисунке 4.2.8 приведены дозовые зависимости критического тока, нормированные к исходному для облучения в токовом состоянии и без тока, а также для облучения в фоновом поле и без поля. Сравнение показывает, что наличие внешних факторов не приводит к систематическому эффекту. Таким образом, можно считать, что дозовые зависимости критического тока, полученные без учета влияния магнитного поля и токового состояния остаются справедливыми в рамках полученной точности исследования.

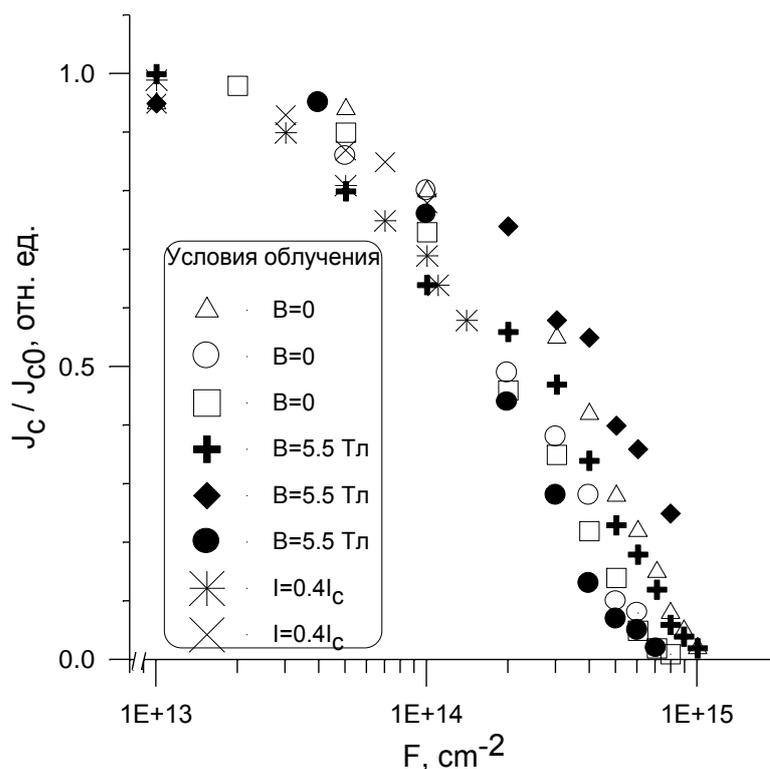


Рисунок 4.2.8 – Зависимости критического тока от флюенса для облучения ионами He ( $E=125$  кэВ) в различных условиях ( см. легенду к рисунку)

#### 4.2.4 Влияние ионного облучения на константу Холла в сверхпроводниках $Nb_3Sn$

Для исследования влияния облучения на константу Холла использовались пленки  $Nb_3Sn$ , нанесенные на подложки из сапфира магнетронным методом. Критическая температура пленок равнялась  $T_c=17.5$ К,  $\Delta T_c=0.1$  К. Толщина использованных пленок  $d=0.12$  мкм. Измерение константы Холла осуществлялось с помощью пяти-контактной методики, которая реализовывалась методом лазерной литографии. Облучение проводилось на ионном монохроматоре «Везувий» ионами  $He^+$  с энергией  $E=125$  кэВ при температуре облучения  $T_{обл}=10$  К. Измерение константы Холла осуществлялось после набора флюенса без промежуточного отжига.

На рисунке 4.2.9 представлена дозовая зависимость константы Холла  $R_H$ , нормированной на исходную до облучения величину. При относительно низких флюенсах наблюдается слабый рост  $R_H$ , затем скорость роста резко возрастает, при флюенсе  $F \approx 3 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> константа Холла имеет максимум и далее следует резкое падение. Флюенс  $F=3 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>, при котором  $R_H$  имеет максимум, соответствует падению критической температуры до уровня  $\approx 0.5T_{c0}$ , а при

максимальном набранном флюенсе  $F=9.4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  температура сверхпроводящего перехода была меньше 7 К. Максимальный рост  $R_H$  составил 250%.

Такое поведение константы Холла в сверхпроводящих пленках  $Nb_3Sn$  отличается от радиационно-индуцированного изменения константы Холла в пленках высокотемпературных сверхпроводников. Для ВТСП  $R_H$  меняется незначительно как при комнатном, так и при низкотемпературном облучении. Причиной немонотонной зависимости от флюенса константы Холла ( $\alpha$ , следовательно, и концентрации носителей) в А-15 может являться размытие пика плотности состояний вблизи поверхности Ферми под влиянием радиационных дефектов [51].

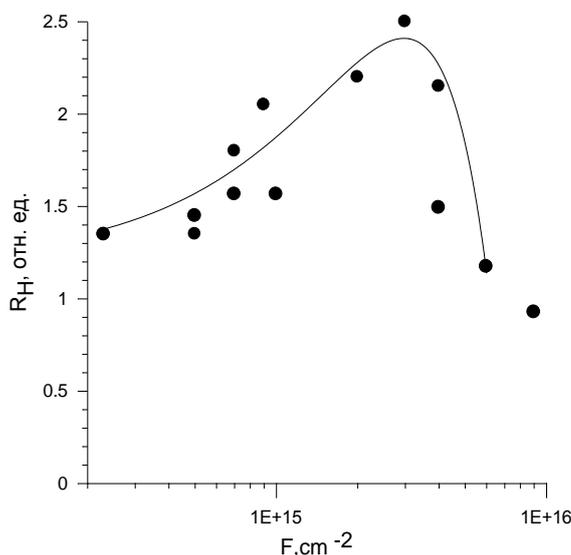


Рисунок 4.2.9 – Зависимость нормированной константы Холла от флюенса облучения ионами He ( $E=125$  кэВ,  $T_{обл}=10$  К)

### 4.3 Влияние ионного облучения на электрофизические характеристики тонкопленочных образцов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

#### 4.3.1 Изменение критического тока, критической температуры, электросопротивления $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при ионном облучении

В данном разделе приводятся результаты облучения тонкопленочных сверхпроводящих образцов  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (также ряд исследований был проведен на пленках  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$  ионами  $He^+$  с энергией  $E=3.6$  МэВ. Для исследований использовались пленки, полученных лазерным напылением по методике, описанной выше. Исходные данные пленок представлены в таблице 4.3.1. Толщина пленок была в несколько раз меньше величины проективного пробега ионов в  $Y(Ho)Ba_2Cu_3O_{7-x}$ . Это обеспечивало относительную однородность создания радиационных дефектов по толщине материала и отсутствие эффекта имплантации. В экспериментах при  $T_{обл}=300$  К (образцы Y1, Y2) после каждого флюенса измерялись зависимости критического

тока  $J_c$  от магнитного поля  $J_c(B)$  и температуры  $J_c(T)$ , электросопротивления от температуры  $R(T)$  (удельного электросопротивления  $\rho(T)$ ), критическая температура  $T_c$ , ширина сверхпроводящего перехода  $\Delta T_c$ . Режим облучения образцов Y3, Y4, Ho5 состоял в следующем. Образцы Y4 и Ho5 весь цикл облучались при  $T_{обл}=30\text{К}$ . После набора каждого флюенса непосредственно в камере ускорителя измерялись  $\rho(T)$ ,  $J_c(T)$ . При измерениях образцы не нагревались выше 100 К. Образец Y3 между циклами низкотемпературного облучения выдерживался 10÷12 часов в вакууме при  $T=300\text{ К}$ ; для этого образца исследовалась температурная зависимость электросопротивления (в диапазоне температур 20-300 К) после некоторых доз облучения.

Таблица 4.3.1. Исходные данные пленок, состав и температуры облучения

Об-разец	Состав	$T_{сн}$ , К	$T_c$ , К	$T_{ск}$ , К	$\rho$ , мкОм•см	$d$ , мкм	$J_{c0}$ , А/см <sup>2</sup> (T=77, B=0)	$T_{обл}$ , К
Y1	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	89.0	84.7	76.4	2520	1.0	-	300
Y2	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	90.0	89.4	88.9	82	0.26	$5 \cdot 10^5$	300
Y3	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	89.7	88.8	88.0	85	0.07	$6.7 \cdot 10^5$	< 30
Y4	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$	81.5	75.0	69.8	333	0.1	-	< 30
Ho5	$HoBa_2Cu_3O_{7-x}$	90.7	90.2	89.2	90	0.216	$9.9 \cdot 10^5$	< 30

Примечание:  $T_{сн}$ ,  $T_c$ ,  $T_{ск}$  – температуры, соответствующие уровням 0.9; 0.5 0.1 изменения электросопротивления  $R$  (удельного электросопротивления  $\rho$ ) при переходе в СП состояние.

На рисунке 4.3.1 показаны кривые перехода образца  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (Y3) в сверхпроводящее состояние по сопротивлению при различных флюенсах облучения. Данный рисунок характерен для всех исследованных образцов, в том числе и для  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ , и температур облучения  $T_{обл}=300\text{ К}$ ,  $T_{обл}=30\text{ К}$ . Видно, что облучение приводит к уменьшению критической температуры и увеличению электросопротивления вблизи начала перехода в СП состояние. Скорости радиационного изменения критической температуры, соответствующей началу перехода в СП состояние  $T_{сн}$  и завершения перехода  $T_{ск}$  различны:  $T_{ск}$  падает быстрее  $T_{сн}$ . Это обстоятельство приводит к росту  $\Delta T_c$ . Из представленного рисунка также видно наличие некоторого порогового флюенса  $F_{м-п}$ , при котором зависимость  $\rho(T)$  меняет свой вид от металлического к полупроводниковому. Флюенс  $F_{м-п}$  различен для разных образцов.

Из зависимости  $\rho(T)$  при различных  $F$  вычисляются кривые  $T_c(F)$ ,  $\rho(F)$ . На рисунке 4.3.2 представлены экспериментальные результаты по зависимостям  $T_c(F)$  для пяти исследованных образцов. Вертикальной чертой обозначена ширина перехода  $\Delta T_c$ . Верхняя и нижняя точки отрезка отвечают значениям  $T_{сн}$  и  $T_{ск}$ . Видно, что  $T_c(F)$  (как и  $T_{сн}(F)$ ,  $T_{ск}(F)$ ) имеет две

характерные области флюенсов: область, где изменения  $T_c$  незначительны и область быстрого уменьшения  $T_c$  вплоть до нулевой величины ( по концу перехода). На рисунке 4.3.3 показаны зависимости  $\rho(F)$ , которые также имеют две характерные области. В одной, начальной области изменения незначительны, в другой наблюдается резкий рост электросопротивления. Сопоставление радиационного изменения  $T_c$  и  $\rho$  на одном графике показывает, что характерные области флюенсов совпадают между собой, т.е. величины  $T_c$  и  $\rho$  изменяются коррелированно. (рисунок 4.3.4). Также на рисунке 4.3.4 и отдельно на рисунке 4.3.5 представлены данные по изменению критического тока исследуемых образцов при увеличении флюенса. Характерной особенностью является быстрое монотонное уменьшение  $J_c$  и обращение его в нуль. При этом флюенс соответствующий падению  $J_c$  вдвое в 8-10 раз меньше, чем аналогичный для  $Nb_3Sn$  (см. раздел 4.2).

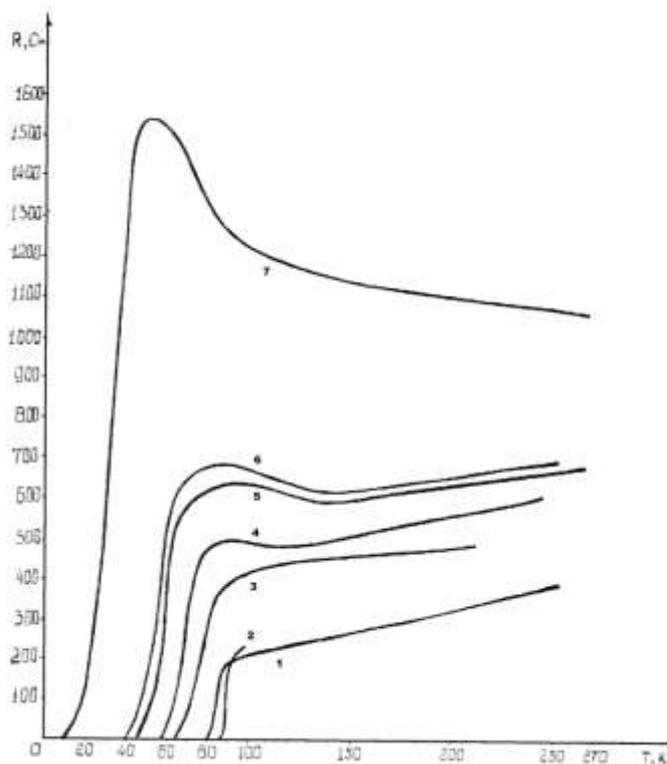


Рисунок 4.3.1 – Кривые сверхпроводящего перехода по  $R(T)$  при различных флюенсах облучения ионами  $He^+$  (образец Y3): 1 –  $F=0$ ; 2 –  $F=0.5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 3 –  $F=6.0 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 4 –  $F=9.9 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 5 –  $F=1.3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ; 6 –  $F=1.5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ; 7 –  $F=2.1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$

Нетрудно видеть, что для всех образцов радиационно-стимулированное поведение критического тока, критической температуры и электросопротивления аналогично. Рост  $\rho$  сопровождается уменьшением  $T_c$  и  $J_c$ , причем скорость уменьшения критического тока с флюенсом  $dJ_c/dF$  значительно превосходит  $dT_c/dF$ . Т.е. критический ток оказывается более чувствительным к дефектам, чем  $T_c$ . Отметим также, что критический ток пленок, измеренный

в нулевом магнитном поле, при облучении ионами  $He$  ( $E=3.6$  МэВ) всегда уменьшается. Это согласуется с данными работ [71-74].

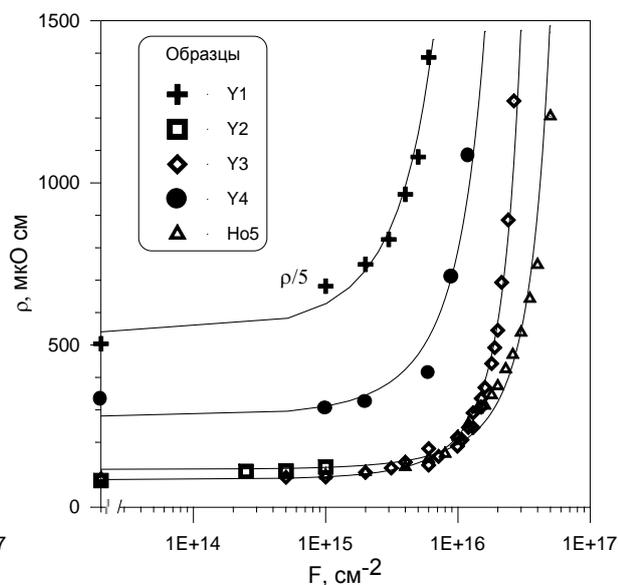
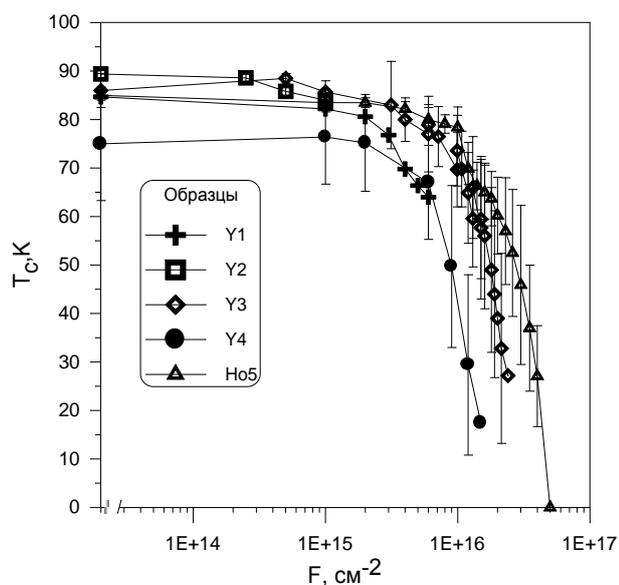


Рисунок 4.3.2 – Изменение критической температуры при ионном облучении ( ионы  $He^+$ ,  $E=3.6$  МэВ ). Отрезок на графике соответствует ширине сверхпроводящего перехода

Рисунок 4.3.3 – Рост удельного электросопротивления при облучении. Для образца Y1 на графике приведены значения  $\rho/5$ . Сплошные линии – аппроксимация функциями  $\rho \sim \exp(\alpha F)$

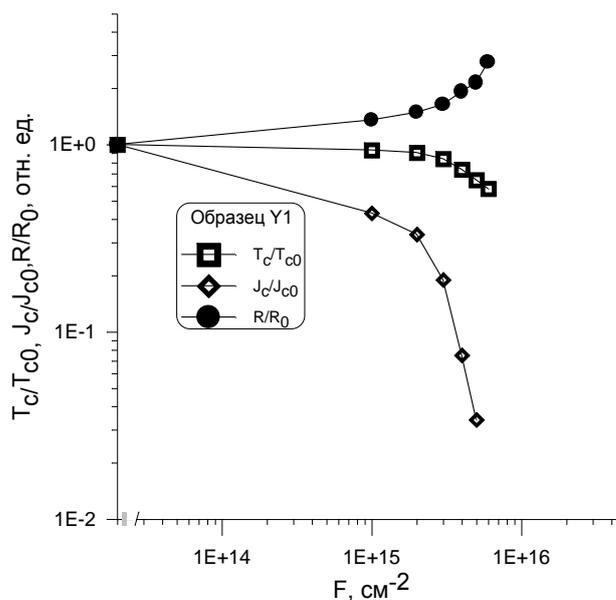
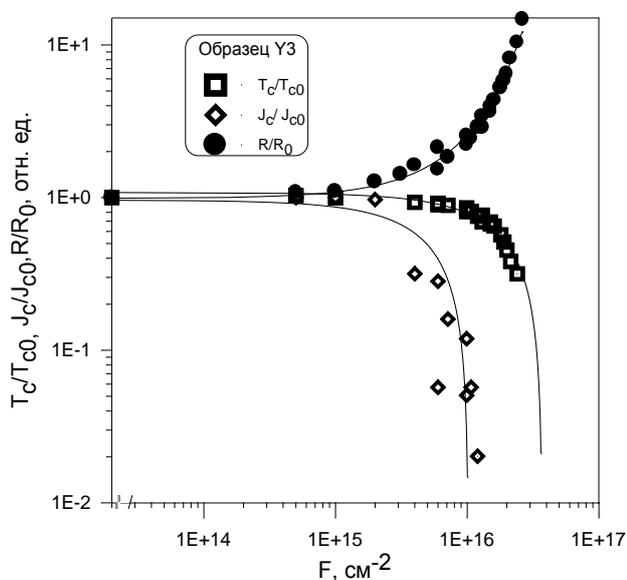


Рисунок 4.3.4 – Относительные изменения плотности критического тока ( $T=20$  К,  $B=0$ ), критической температуры и удельного электросопротивления для образца Y3 (слева) и Y1 (справа) при ионном облучении

Несмотря на качественно похожее поведение, существуют особенности зависимостей  $J_c(F)$ ,  $T_c(F)$ , связанные с исходными параметрами образцов (см. таблицу 4.3.1). Образцы Y3 и Но5, имеющие наименьшие исходные  $\rho$ , демонстрируют большую радиационную стойкость по  $J_c$  и  $T_c$ , чем образцы Y1 и Y4. Экспоненциальный рост сопротивления  $\rho(F)$  у образцов Y3 и Но5 начинается при большем флюенсе, чем у Y4. Отметим, что резкое падение  $T_c$  и рост  $\rho$  начинаются с одинаковых флюенсов для всех образцов, кроме образца Y1, имеющего большее исходное удельное электросопротивление и малый  $J_{c0}$ . Отсюда следует, что скорости изменения  $dJ_c/dF$  и  $dT_c/dF$  зависят от исходных значений  $T_{c0}$ ,  $\rho$  и  $J_{c0}$ .

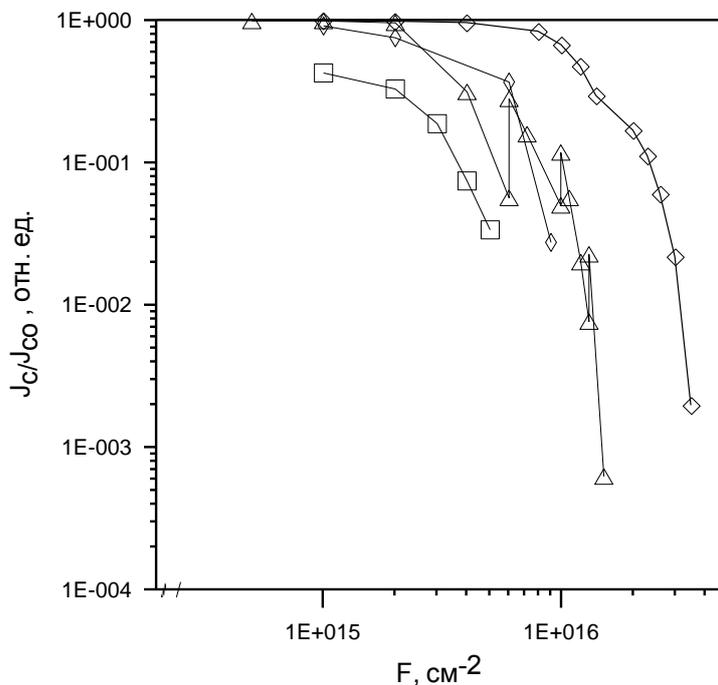


Рисунок 4.3.5 – Изменение критического тока 4-х образцов ВТСП при ионном облучении (ионы  $He^+$ ,  $E=3.6$  МэВ )

На скорость радиационного изменения критического тока оказывают влияние температура и магнитное поле, при которых производятся измерения, т.е. отношение  $J_c/J_{c0}$  для фиксированного флюенса зависит от  $T$  и  $B$ . Влияние магнитного поля на  $J_c$  при различных  $F$  демонстрируется на рисунке 4.3.6. Хотя зависимость  $J_c(F)$  является монотонной, тем не менее, заметно уменьшение чувствительности  $J_c$  к  $B$  при больших флюенсах. При увеличении магнитного поля до 0.5 Тл отношение  $J_c/J_{c0}$  падает, а затем для полей до 3 Тл растет; при увеличении температуры  $J_c/J_{c0}$  уменьшается. Отметим, что повышение плотности критического тока, измеряемого при температуре кипения жидкого азота не наблюдалось даже для самого маленького флюенса  $F=5 \cdot 10^{14}$  см<sup>-2</sup>. Отношение  $J_c(B=3\text{Тл})/J_c(B=0)$  при увеличении флюенса также практически не меняется (от 0.12 до 0.15). Это указывает на то, что области полей  $B > 3$  Тл рост  $J_c$  при облучении маловероятен.

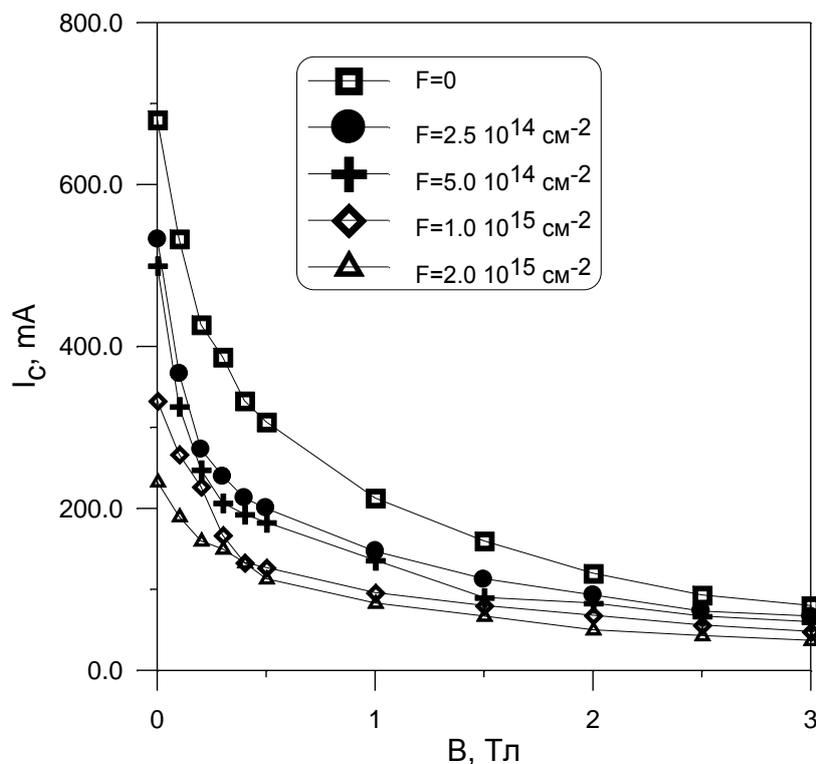


Рисунок 4.3.6 – Зависимости  $J_c/J_{cmax}(B)$  для образца Y2 ( $T=77$  К) для различных флюенсов облучения ( $T_{obl}=300$  К)

Влияние температуры на скорость изменения  $dJ_c/dF$  демонстрируется на рисунках 4.3.7 и 4.3.8. Видно, что существует характерное значение флюенса ( $F=2 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> для образца Y3 и  $F=8 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> для образца Y5), слабо зависящее от температуры, начиная с которого  $J_c$  резко падает. Температурные зависимости  $J_c(T)$  для различных  $F$  изображены на рисунках 4.3.9.

Отметим, что образцы Но5 и Y2 облучались при постоянной температуре  $T=30$  К и не отогревались выше 100 К. Для образца Y3 несколько циклов низкотемпературного облучения сопровождалось 10÷12 часовой выдержкой облученного образца в вакууме при температуре 300 К, затем образец снова охлаждался и облучение продолжалось. Такой процесс повторялся несколько раз. Нами были отмечены следующие особенности, присущие только низкотемпературному облучению. Для образцов Y2 и Y3 при малых флюенсах ( $F=(0.5 \div 1) \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>) было обнаружено повышение  $T_c$  на 1.5 К, которое сопровождалось уменьшением  $\Delta T_c$ ;  $J_c$  при этом практически не изменилось. Выдержка образца Y2 в вакууме при 300 К в течении 10÷12 часов после низкотемпературного облучения приводила к частичному восстановлению сверхпроводящих свойств, т. е. к увеличению  $T_c$  и  $J_c$  (см. рисунок 4.3.10) сопровождающиеся одновременным уменьшением  $\Delta T_c$  и  $\rho$ .

Циклы облучения были закончены при флюенсах, для которых при температуре 4.2 К образцы уже не переходили в сверхпроводящее состояние. Повторные измерения  $T_c$  и  $J_c$  через

15 дней, в течении которых пленки находились на воздухе при температуре 300 К, дали следующие результаты. Для образца Но5 критическая температура стала равняться  $T_{сн}=61.1$  К,  $T_c=50.4$  К;  $T_{ск}=47.3$  К; полный переход в сверхпроводящее состояние произошел при 45 К. Для образца Y4  $T_c$  стало равняться 49 К. Восстановление  $T_c$  сопровождалось уменьшением  $\rho$  и появлением  $J_c$ , причем восстановленные значения  $T_c$ ,  $\Delta T_c$ ,  $J_c$ , практически полностью совпадали с соответствующими значениями, которые имели пленки при  $F=2.6 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> (образец Но5) и  $F=10^{16}$  см<sup>-2</sup> (образец Y4). Данные по отжигу указывают на существование радиационных дефектов с температурами отжига 100÷270 К. Отметим также, что образец  $\text{NoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  менее чувствителен к облучению ионами, чем  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  и имеет иное поведение при отжиге в вакууме. Можно сделать предположение, что при облучении и отжиге играет роль, какой атом находится в матрице Y или No. Работы других авторов, выполненные позднее [151-154] указывают на более точные значения температур отжига дефектов. В [151] говорится, что первая температура  $T_{отж}$  находится вблизи 200 К, и в [152]  $T_{отж}$  определена как 160 К.

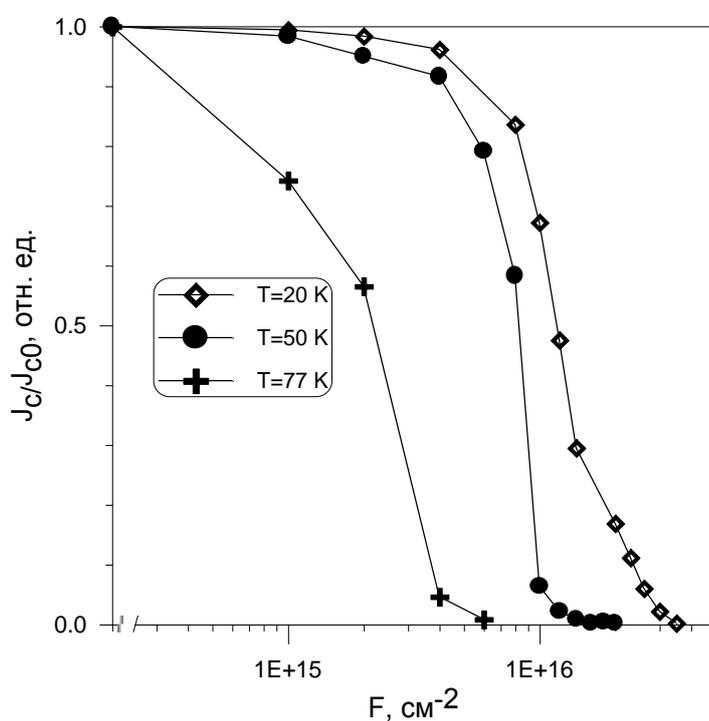


Рисунок 4.3.7 – Падение критического тока образца Но5 при облучении для разных температур измерений ( $B=0$ ). За  $J_{c0}$  принято исходное значение критического тока для каждой температуры

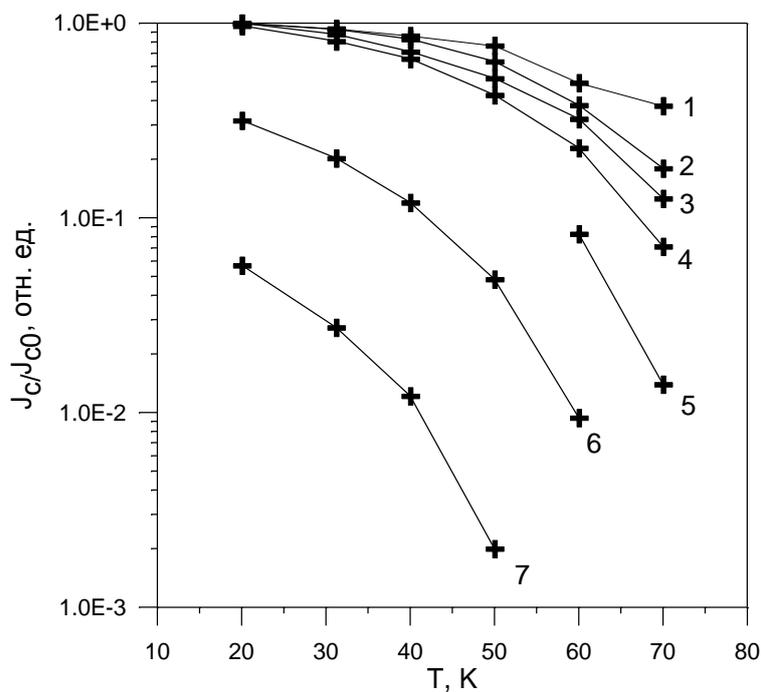


Рисунок 4.3.8 – Зависимости  $J_c/J_{cmax}(T)$  при разных флюенсах для образца Y3  $T_{обл} < 30$  К,  $B=0$ .  
 1-  $F=0$ ; 2-  $F=5 \cdot 10^{14}$   $\text{cm}^{-2}$ ; 3-  $F=1 \cdot 10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ ; 4-  $F=2 \cdot 10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ ; 5-  $F=3 \cdot 10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ ; 6-  $F=4 \cdot 10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ ;  
 7-  $F=6 \cdot 10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$

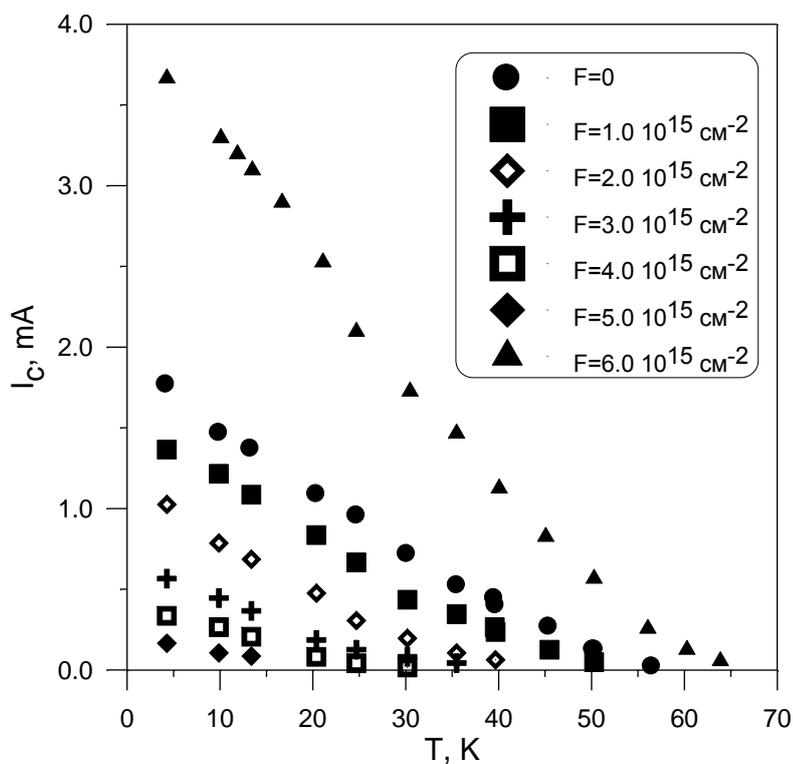


Рисунок 4.3.9 – Зависимости  $J_c/J_{cmax}(T)$  при разных флюенсах для образца Y1.  
 $T_{обл} = 300$  К,  $B=0$

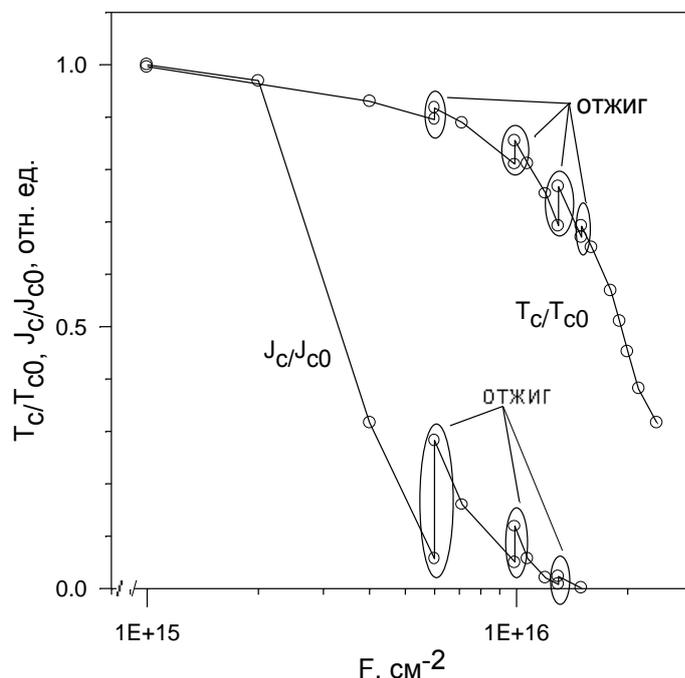


Рисунок 4.3.10 – Пример частичного восстановления сверхпроводящих свойств, т. е. увеличения  $T_c$  и  $J_c$  после выдержки образца Y2 в вакууме при 300 К в течении 10÷12 часов после низкотемпературного облучения

#### 4.3.2 Коэффициент Холла и концентрация носителей

Одной из возможных причин падения критической температуры, критического тока и, прежде всего, резкого роста  $\rho$  может быть уменьшение концентрации дырок  $p$  за счет выбивания атомов кислорода из их положения в плоскости  $O4-Cu-O5$ . Вторая возможная причина роста  $\rho$  - появление хаотического потенциала за счет образовавшихся радиационных дефектов, дополнительное рассеивание на которых уменьшает подвижность носителей. Поэтому представляется интересным исследовать влияние облучения на эффект Холла, дающего определенную информацию о концентрации носителей, анализируя которую, можно отдать предпочтение тому или иному механизму радиационных изменений параметров ВТСП.

Для исследования влияния облучения на константу Холла использовались 6 образцов, представляющих собой ориентированные пленки Y123 на подложках из  $SrTiO_3$ . Угол между осью с пленок и нормалью к плоскости поверхности пленки не превышал  $5^\circ$ , а в некоторых случаях был меньше  $1^\circ$ . Толщина пленок определялась из технологических режимов напыления и уточнялась из измерений электросопротивления. На свеженапыленные пленки наносились контактные площадки путем термического осаждения серебра сквозь танталовую маску. В одном технологическом цикле осаждения также проводилось залуживание контактов чистым индием сразу после напыления серебра, что в последствии обеспечивало надежную пайку подводящих проводов. Затем на пленках изготовлялась топологическая картинка для проведения пятиконтактных измерений. На пленке Y-N1 эта процедура проводилась методом

лазерной литографии. На остальных образцах применялось алмазное скрайбирование с использованием механизма микрометрического перемещения образца и алмазной иглы в качестве режущего инструмента. После формирования геометрии и распайки контактов с использованием чистого индия, образцы были готовы к исследованиям.

Во всех экспериментах  $U_x$  имело положительный знак. На рис. 4.3.11 представлена температурная зависимость производной Холловского напряжения от поля  $dU_x/dB$  в диапазоне температур 100÷300 К для исходного образца Y-Ni1. Константа Холла  $R_H$ , следуя выражению в рамках однозонного приближения пропорциональна этой величине. На этом же рисунке приведены зависимости  $dU_x/dB$  от температуры для трех значений флюенсов. Облучение в этом случае проводилось на циклотронном ускорителе ионами  $He^+$  ( $E=1.2$  МэВ),  $T_{обл}=300$ К. При флюенсе  $F3=5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> критическая температура равнялась  $T_c=58$  К. Общей чертой всех представленных кривых является уменьшение  $R_H$  с температурой, причем с ростом  $F$  зависимость  $R_H(T)$  становится более полой, а при  $F=5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> также немонотонной. Изменение  $R_H(F)$  при разных температурах имеет различный характер (рисунок 4.3.11). Так, если при первом флюенсе  $F=2 \cdot 10^{14}$  см<sup>-2</sup> произошло увеличение  $R_H$  во всем диапазоне температур, то последующее облучение привело к уменьшению  $R_H$  при некоторых температурах. Однако видно, что общее изменение константы Холла при введении радиационных дефектов незначительно, причем прослеживается тенденция уменьшения  $R_H$  с понижением температуры. При  $T=100$  К максимальное изменение  $R_H$  составило 40%.

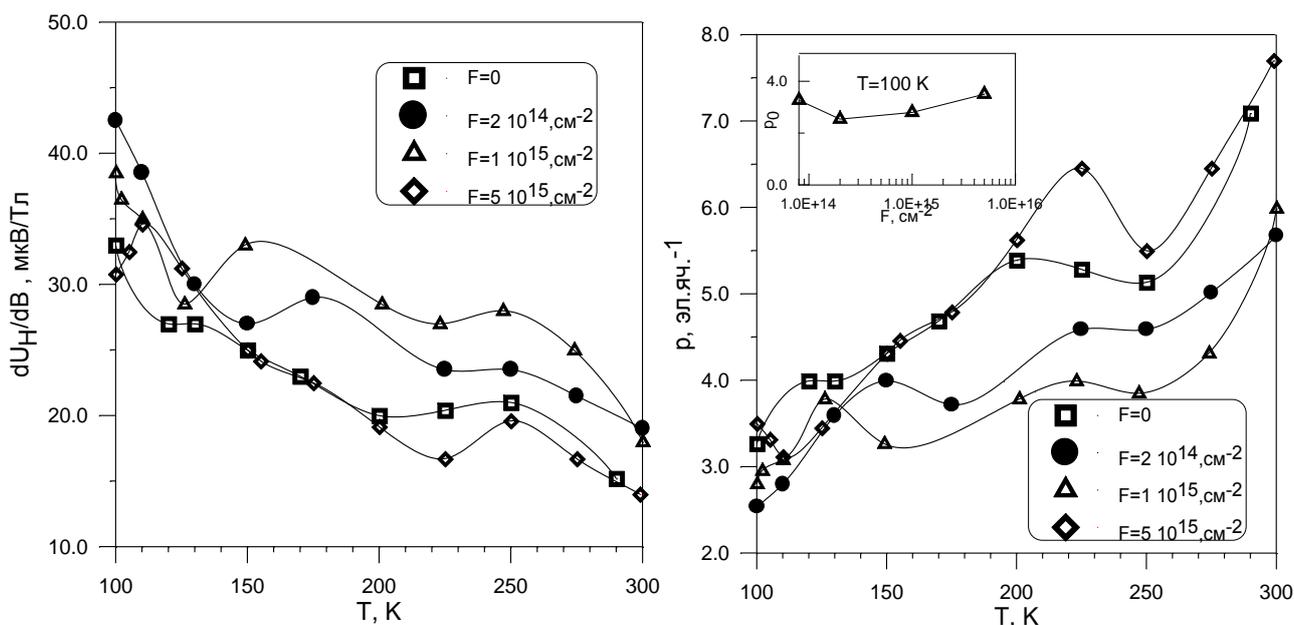


Рисунок 4.2.11 – Температурная зависимость производной холловского напряжения от поля  $dU_x/dB$  (слева) и зависимость концентрации носителей  $p$  от температуры при разных флюенсах ( $T_{обл}=300$  К) для образца Y-Ni1. На вставке справа – изменение концентрации носителей при  $T=100$  К

Результаты измерений константы Холла и удельного электросопротивления при низкотемпературном облучении на ускорителе «Везувий», обобщены на рисунке 4.3.12 для пяти образцов. Видно, что при введении радиационных дефектов, вместе с ростом  $\rho$ , наблюдается незначительное изменение  $R_H$ , причем это изменение может быть как в сторону увеличения  $R_H$ , так и в сторону уменьшения  $R_H$ . На рис. 4.3.21е также приведены экспериментальные значения критической температуры  $T_c$ , уменьшающейся при увеличении флюенса.

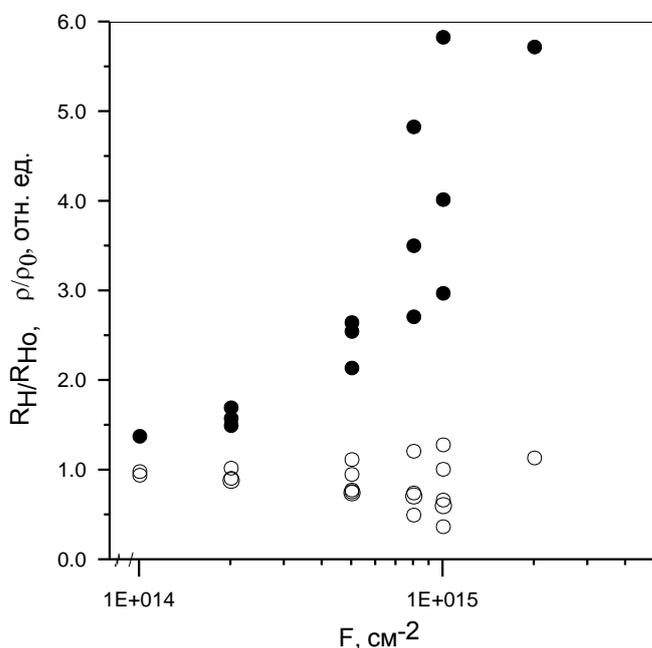


Рисунок 4.3.12 – Нормированные зависимости константы Холла (открытые символы) и электросопротивления (закрытые символы) от флюенса ( $T_{\text{обл}}=10\text{ К}$ ) для нескольких образцов

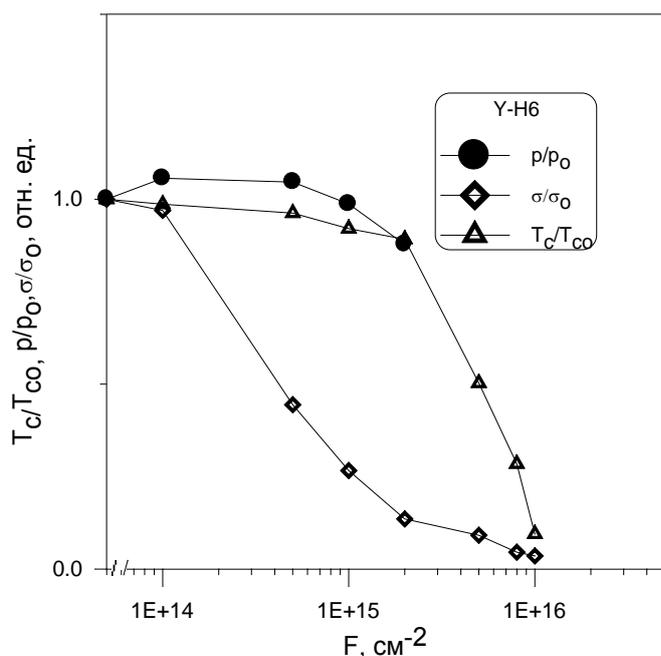


Рисунок 4.3.13 – Зависимость константы Холла, концентрации носителей и проводимости от флюенса ( $T_{\text{обл}}=10\text{ К}$ ). Образец Y-Ni6

Константа Холла, получаемая при измерениях, является экспериментальной величиной. Чтобы перейти к анализу концентрации носителей, необходимо воспользоваться зонной моделью, в которой произведен расчет константы Холла. В простейшем виде, в случае однозонной модели, концентрация носителей определяется как  $p=1/eR_H$ . Из факта

положительности  $R_H$  следует, что носителями выступают дырки. При  $T=100$  К нами рассчитывались значения удельной концентрации дырок на единицу объема элементарной ячейки  $V_0 \approx 175 \text{ \AA}^3$ . Для разных образцов концентрация дырок варьировалась в пределах или  $0.3 \div 1.0$  дырки на ячейку. Видно, что при облучении, что концентрация носителей меняется не более чем на 40 % (рис. 4.3.11). Аналогичный результат получен при облучении нейтронами поликристалла Y123 [155] и при облучении ионами Ne ( $E=1$  МэВ) пленок  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  [156-158], а также при электронном облучении [159]. Облучение в данных случаях осуществлялось при  $T=300$  К.

Таким образом, резкий рост  $\rho$  (падение  $\sigma$ ) не сопровождается падением концентрации носителей  $p$ . Такое поведение принципиально отличается от случая термического воздействия в вакууме (см. [158]), при котором наблюдается уменьшение  $p$  по мере выхода кислорода из объема сверхпроводника. Из сопоставления этих двух фактов вытекает важный вывод, что при ионном облучении в вакууме не происходит нарушения кислородной стехиометрии образцов. Так как дырки формируются за счет окисления меди в положении  $\text{Cu1}$  в плоскости  $O4\text{-Cu-O5}$ , то второй вывод заключается в том, что не происходит выбивание атомов кислорода из положений в плоскости  $O4\text{-Cu1-O5}$ . В противном случае должно было бы наблюдаться уменьшение концентрации носителей. То есть, резкий рост электросопротивления, наблюдаемый при радиационном воздействии, нельзя объяснить сильным изменением концентрации дырок. Из этого следует третий вывод, что в образце возникает хаотический потенциал радиационных дефектов, с которым взаимодействуют носители. Это взаимодействие уменьшает время релаксации, и, следовательно, проводимость.

Аномальное поведение  $\rho(F)$ , наблюдаемое при низкотемпературном облучении и заключающиеся в увеличении концентрации дырок при облучении (при по-прежнему сильном росте  $\rho$ ), было замечено на образцах, имеющих низкое начальное значение  $p=0.3$  дырки на ячейку. Такое значение  $p$  может указывать на некоторый дефицит кислорода в плоскости упорядочения. Можно предположить, что облучение за счет перераспределения кислорода между разными позициями и приводит к увеличению числа атомов в плоскостях  $\text{Cu1-O}$  и, следовательно, росту концентрации дырок. Вторая возможная причина роста  $p$  при облучении заключается в геометрическом расположении оси  $a$ , вдоль которой имеются вакансии кислорода в позициях  $O5$  базовой плоскости  $O4\text{-Cu-O5}$ . Радиационно-индуцированное перераспределение кислорода между позициями  $O4$  и  $O5$  может привести к увеличению концентрации дырок по оси  $a$ . Эффекту способствуют низкие температуры облучения, стабилизируя этот процесс, т.к. тепловая рекомбинация дефектов существенно затруднена. Подтверждением является наблюдаемый нами частичный возврат концентрации дырок при отжиге образцов до 300 К.

#### 4.4 Изменение транспортных характеристик эпитаксиальных пленок $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ при ионном облучении

##### 4.4.1 Критический ток, критическая температура и электросопротивление

Для исследований использовались сверхпроводящие пленки  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ , изготовленные методом жидкофазной эпитаксии. Готовые к исследованиям образцы имели размеры  $4 \times 6 \text{ мм}^2$ . На пленках лазерным скрайбированием изготавливались мостики размером  $200 \times 2500 \text{ мкм}^2$  и термически наносились контактные площадки из Ag для проведения четырехзондовых измерений электросопротивления и критического тока. Электросопротивление измерялось на постоянном токе 100 мкА. Критический ток определялся по уровню напряжения на потенциальных контактах в  $1 \cdot 10^{-6} \text{ В}$ . В таблице 4.4.1 представлены элементный состав образцов, параметр  $c$  кристаллической ячейки и угол  $\alpha$  разориентации оси  $c$ , а также некоторые сверхпроводящие и нормальные параметры образцов. Образцы облучались на циклотронном ускорителе ионами  $\text{He}^+$  с энергией  $E=1.2 \text{ МэВ}$  при температуре 300 К.

Таблица 4.4.1 Некоторые сверхпроводящие и нормальные параметры образцов

Образец	$T_{сн}$ , К	$T_{ск}$ , К	$\Delta T_c$ , К	$\rho_{100}$ , мкОм·см	$J_{c0}$ , А/см <sup>2</sup> ( $T=4.2 \text{ К}$ , $B=0$ )	$\Gamma$
Bi1	85.5	79.7	5.7	0.35	$2 \cdot 10^5$	2.31
Bi2	84.5	79.5	4.8	2.88	$7 \cdot 10^4$	0.9
Bi3	84.0	69.0	15.0	3.25	мал	1.58
Bi4	90.0	81.5	8.5	4.00	$2.5 \cdot 10^5$	1.9

Примечание. Здесь  $T_{сн}$ ,  $T_{ск}$  – критическая температура, соответствующая началу и концу сверхпроводящего перехода;  $\Delta T_c$  – ширина сверхпроводящего перехода;  $\rho_{100}$  – удельное электросопротивление при  $T=100 \text{ К}$ ;  $\Gamma = \rho_{300}/\rho_{100}$ .

На рисунке 4.4.1 представлены кривые перехода в сверхпроводящее состояние по сопротивлению при разных флюенсах  $F$  для образца Bi1. При увеличении флюенса (концентрации дефектов) кривые  $R(T)$  испытывают сдвиг к меньшим температурам при одновременном увеличении ширины сверхпроводящего перехода  $\Delta T_c$ . На рисунке 4.4.2 приведены дозовые зависимости критической температуры, соответствующей нулевому сопротивлению, для пленок Bi1 и Bi2, а на рисунке 4.4.3 – увеличение ширины сверхпроводящего перехода при облучении. Одновременно с падением  $T_c$  и увеличением  $\Delta T_c$  наблюдается рост электросопротивления в нормальном состоянии (рисунок 4.4.3), причем зависимость  $T_c(\rho)$  практически линейна для малых и средних флюенсов (рисунок 4.4.4).

Падение критического тока, показанное на рисунке 4.4.5 опережает падение критической температуры. В целом характер радиационного изменения сверхпроводящих свойств в  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  такой же, как в других оксидных ВТСП. Это указывает на идентичность механизмов подавления сверхпроводимости как в  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ , так и ВТСП на основе Y (структура типа Y-123), и в электронных сверхпроводниках типа  $Nd_{1.85}Ce_{0.15}CuO_{4-y}$  (см. раздел 4.5). Обсуждение возможных механизмов подавления сверхпроводимости и переход металл-изолятор будет дано в разделе 4.7.

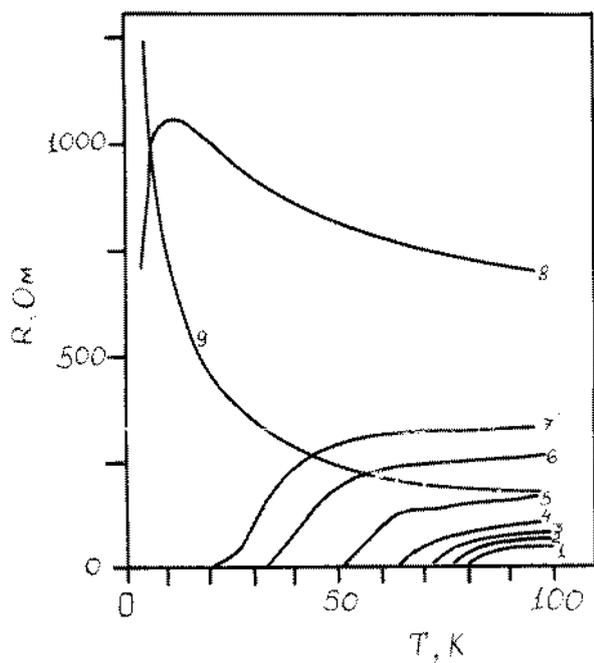


Рисунок 4.4.1 – Кривые перехода в сверхпроводящее состояние по сопротивлению при разных флюенсах облучения ионами гелия ( $E=3.6$  МэВ) для образца Vi1. Для  $F=2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  приведено значение  $R/10$ . 1-  $F=0$ ; 2-  $F=1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 3-  $F=2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 4-  $F=3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 5-  $F=5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 6-  $F=8 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ; 7-  $F=1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ; 8-  $F=1.5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ; 9-  $F=2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$

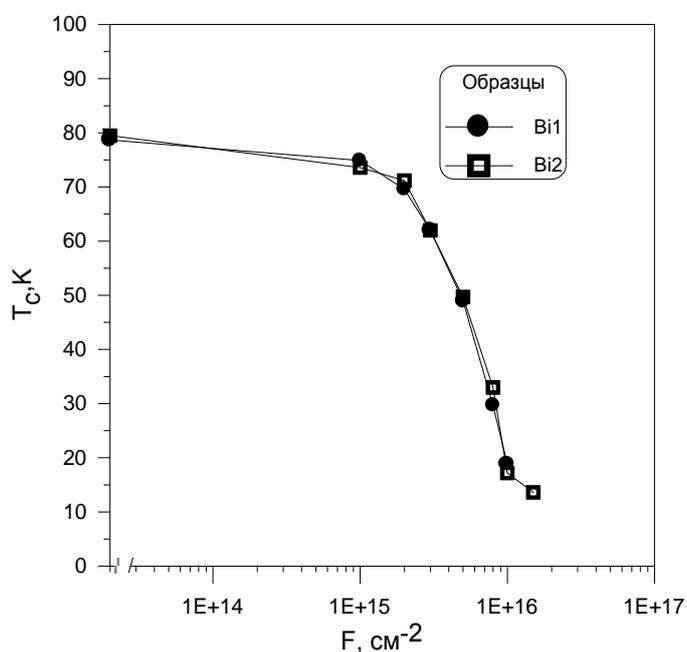


Рисунок 4.4.2 – Дозовые зависимости критической температуры, соответствующей нулевому сопротивлению, для пленок Vi1 и Vi2

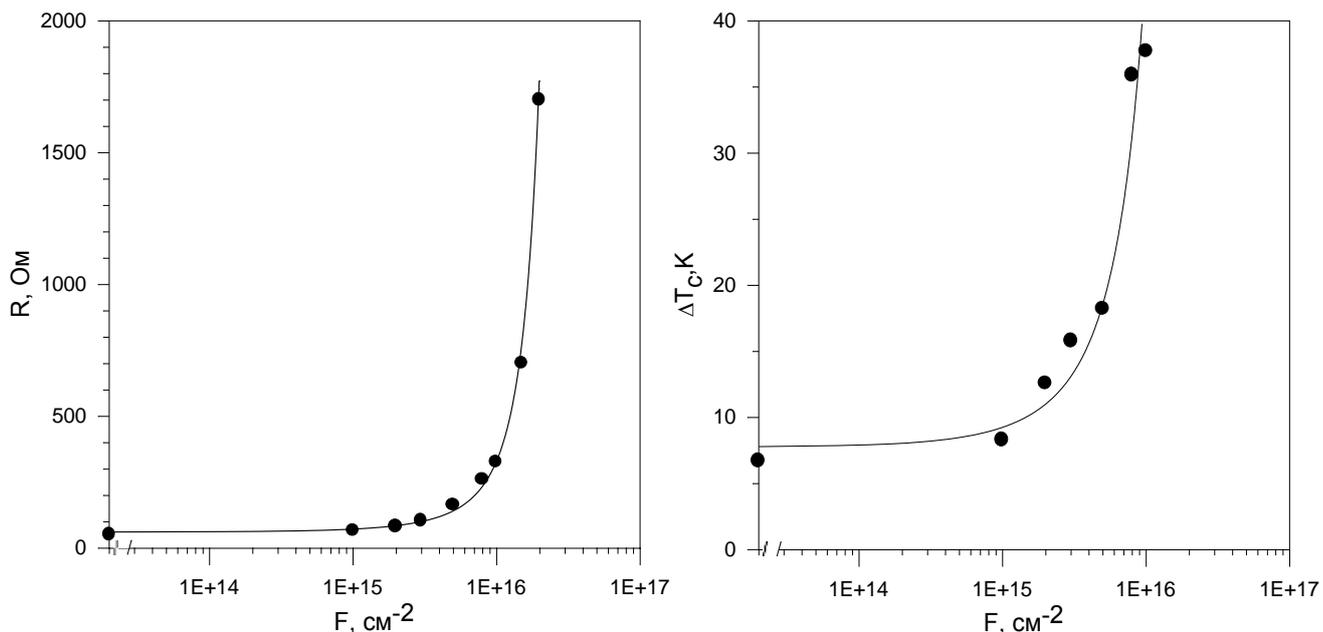


Рисунок 4.4.3 – Рост электросопротивления при  $T=100$  К (слева) и увеличение ширины сверхпроводящего перехода (справа) при облучении для пленки Bi1. Сплошные линии – аппроксимации функцией  $\rho \sim \exp(\alpha F)$

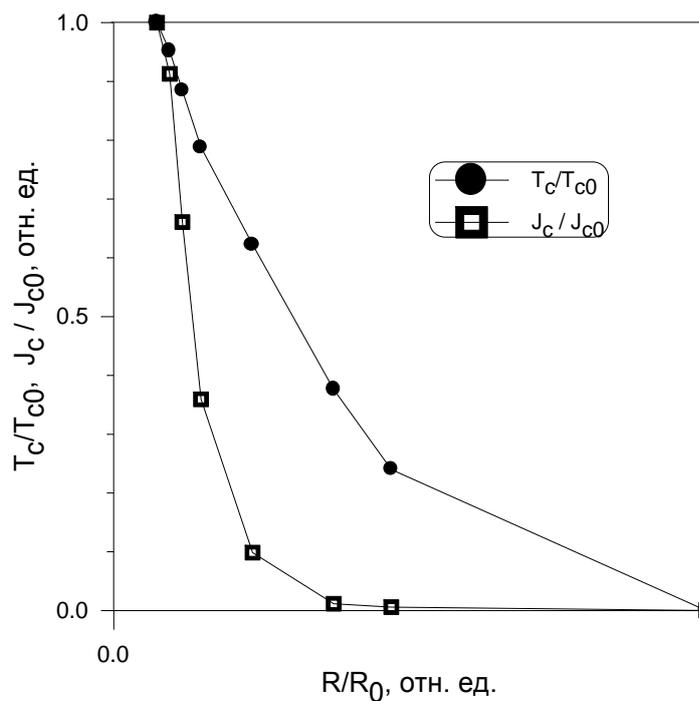


Рисунок 4.4.4 – Зависимость  $T_c(\rho)$ ,  $J_c(\rho)$  (в нормированных единицах) для Bi1.  $J_c$  при  $T=4.2$  К. За  $\rho_c$  взято значение  $\rho$  при  $F=F_c$

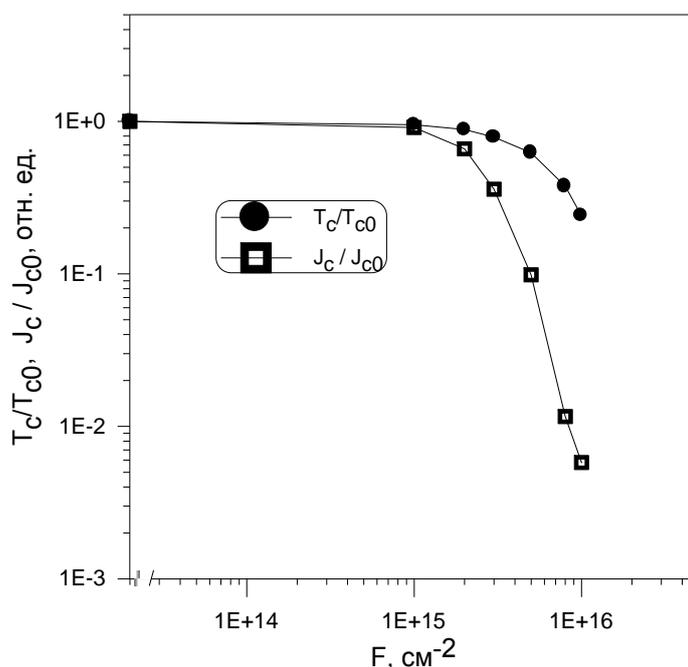


Рисунок 4.4.5 – Относительные изменения плотности критического тока ( $T=4.2$  К,  $B=0$ ) и критической температуры при облучении

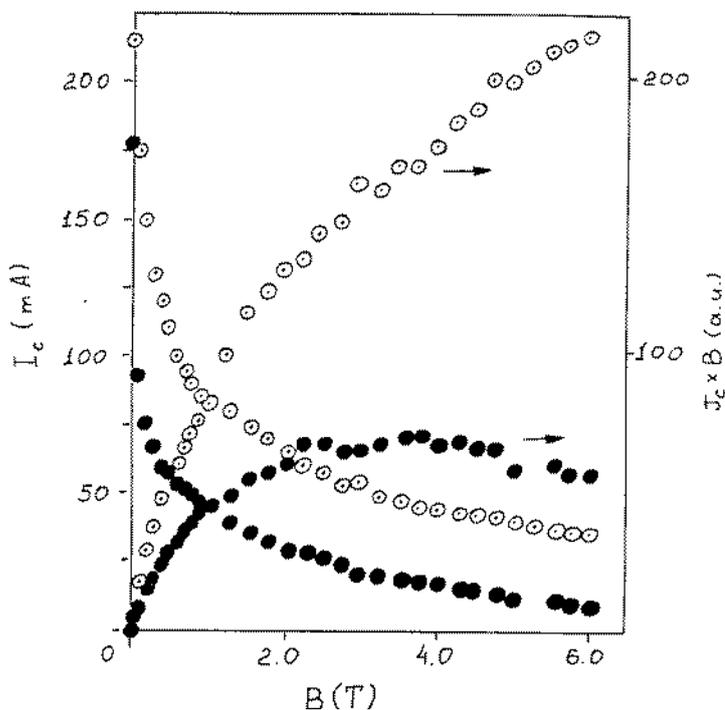


Рисунок 4.4.6 – Зависимости критического тока и силы пиннинга от магнитного поля при  $F=0$  (●) и  $F=1 \cdot 10^{14}$  см<sup>-2</sup> (○) ( $T=17$  К, образец Vi4)

Отметим, что в нашей работе при флюенсе  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup> было зарегистрировано повышение  $I_c$  как в больших полях, так и в нулевом поле (в нулевом поле в 1.2 раза). Повышение критического тока продемонстрировано на рисунке 4.4.6 и может быть связано с действием радиационных дефектов при малых концентрациях как центров пиннинга. Подробно это явление будет исследовано в следующем разделе.

#### 4.4.2 Транспортные свойства эпитаксиальных пленок $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ при малых концентрациях радиационных дефектов

Влияние малых концентраций радиационных дефектов изучалось при облучении эпитаксиальных пленок  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  ионами  $He^+$  с энергией  $E=1.2$  МэВ при температуре 300 К. На рисунке 4.4.7 в логарифмическом масштабе представлены вольт-амперные характеристики пленки  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  до облучения и при малом флюенсе  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup> при трех температурах  $T=4,2$  К; 17 К; 77 К. Все ВАХ хорошо экстраполируются экспоненциальной функцией, что согласуется с результатами расчетов. При облучении для  $T=4,2$  К и  $T=17$  К наблюдается смещение ВАХ в сторону увеличения токов, что означает рост критического тока. При этом, повышение  $I_c$  составило 5% и 18% соответственно для  $T=4,2$  К и  $T=17$  К. При  $T=77$  К повышения  $J_c$  не наблюдалось. Эти данные согласуются с анализом результатов численных расчетов, проведенных методом Монте-Карло. А именно, максимальное увеличение критического тока наблюдается в области промежуточных температур, для которой характерна фаза ориентационного плавления вихревой решетки.

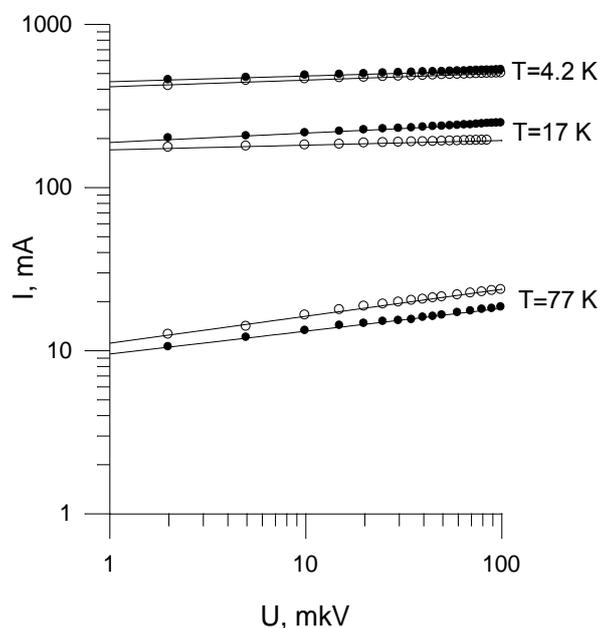


Рисунок 4.4.7 – Вольтамперные характеристики эпитаксиальной пленки  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  при различных температурах. Светлые символы –  $F=0$ , темные символы –  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup> (ионы  $He^+$ ,  $E=1.2$  МэВ,  $T_{обл}=300$  К)

Изменение параметров пиннинговой структуры можно проследить, исследуя уширение сверхпроводящего перехода в магнитном поле  $\delta T_c$ . Одним из механизмов уширения резистивного перехода в поле может быть течение потока, которое приводит к появлению напряжения. В работе [160], исходя из этого механизма, получено выражение

$$\rho/\rho_n = \{ I_0[A(1-T/T_c)^{3/2}/2H] \}^{-2} \quad (4.4.1)$$

где  $\rho$  - удельное сопротивление, обусловленное движением потока,  $\rho_n$  - удельное сопротивление в нормальном состоянии,  $I_0$  - модифицированная функция Бесселя,  $A$  - константа, характеризующая силу пиннинга. Приняв  $\delta T_c = T_c(H) - T_c(H=0)$ , получим, что

$$\delta T_c = \eta H^{2/3}/A \quad (4.4.2)$$

Здесь  $\eta$  - коэффициент не зависящий от характеристик смешанного состояния. Из (4.4.2) следует, что во-первых  $\delta T_c$  степенным образом зависит от величины магнитного поля, а во-вторых, увеличение силы пиннинга приводит к более слабому уширению СП перехода в магнитном поле. Именно такой результат мы получили в эксперименте. На рисунке 4.4.8 приведены кривые  $R(T)$  при различных величинах магнитного поля для необлученного образца *Bi4* и зависимость  $\delta T_c(H^{2/3})$  при  $F=0$  и  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup>. После облучения до флюенса  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup> мы наблюдали сужение кривых  $R(T)$  в магнитном поле, которое отражено на рисунке 4.4.9 в зависимости  $\delta T_c(H^{2/3})$ . Хорошо видно, что в обоих случаях функция  $\delta T_c(H)$  близка к выражению (4.4.2).

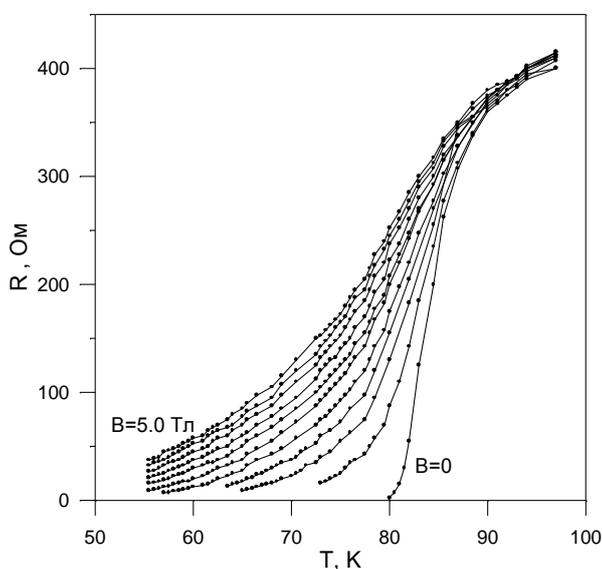


Рисунок 4.4.8 –  $R(T)$  при различных величинах магнитного поля для необлученного образца *Bi4*. Величина магнитного поля для кривых справа налево соответственно:  $B=0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0$  Тл

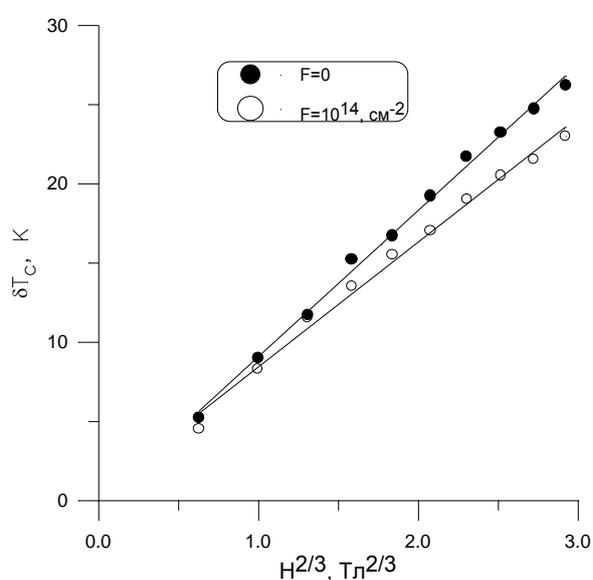


Рисунок 4.4.9 – Зависимость  $\delta T_c(H^{2/3})$  при  $F=0$  и  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup>

Точные функциональные зависимости, полученные из эксперимента:  $\delta T_c(H) = 8.81 H^{0.70}$ ,  $F=0$ ;  $\delta T_c(H) = 7.99 H^{0.69}$ ,  $F=10^{14}$  см<sup>-2</sup>. После облучения коэффициент  $\eta/A$  уменьшился, что означает увеличение на  $\approx 10\%$  константы пиннинга  $A$ . Интересно отметить, что критический ток в

нулевом поле возрос на почти такую же величину. При дальнейшем облучении до флюенса  $F=2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  зависимости  $I_c(H)$  и кривые  $\rho(T,H)$  практически не изменились. Уменьшение ширины СП перехода в магнитном поле также наблюдалось, например, в [161] при электроном облучении монокристалла  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .

С целью анализа активационной энергии потока рассмотрим уширение сверхпроводящего перехода  $\rho(T)$  в магнитном поле до и после облучения. На рисунке 4.4.10 эти кривые представлены в полулогарифмическом масштабе  $\ln \rho$  от  $T^{-1}$  (для  $F=0$ ), а на рисунке 4.4.11 представлены кривые  $\ln \rho(T^{-1})$  при  $B=0.5$  Тл и  $B=5$  Тл для двух флюенсов  $F=0$  и  $F=10^{14} \text{ см}^{-2}$ . Видно, что в диапазоне малых сопротивлений наклон  $\ln \rho/T^{-1}$  практически постоянен и приведен на рисунке 4.4.12 как функция внешнего магнитного поля.

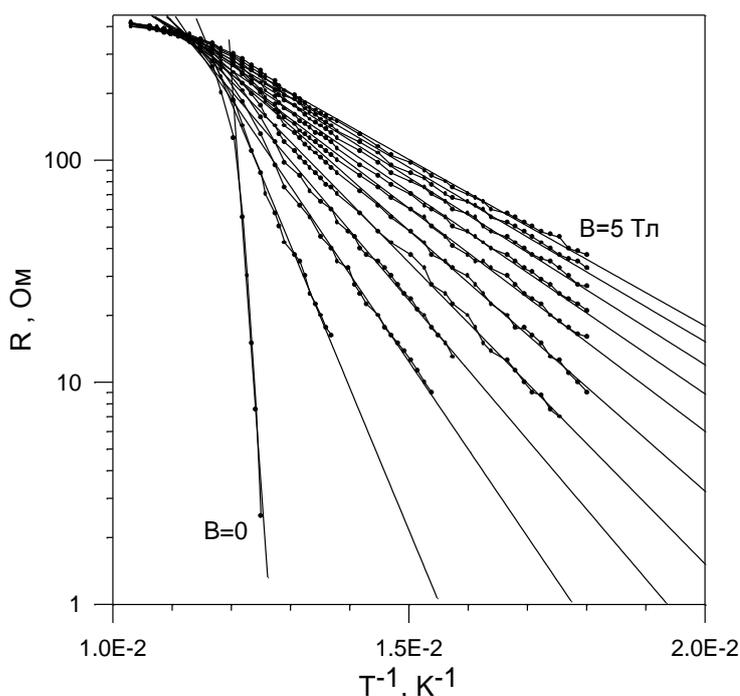


Рисунок 4.4.10 – Кривые  $R(T^{-1})$  для  $F=0$ , построенные в полулогарифмическом масштабе. Величина магнитного поля для кривых слева направо соответственно:  $B=0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0$  Тл. Прямые линии – аппроксимация прямыми при малых  $T$

Электросопротивление в режиме крипа потока описывается законом Аррениуса [162]

$$\rho(T,H) = \rho_0 \exp(-U(T,H)/kT) \quad (4.4.3)$$

Здесь  $U(T,H)$  - активационная энергия, а  $\rho_0 = \rho(T=T_c)$ . Из (4.4.3) следует, что

$$U = \ln \rho / (kT)^{-1}. \quad (4.4.4)$$

Таким образом, наклон на экспериментальных кривых равен энергии активации и на рисунке 4.4.12 фактически приведены зависимости энергии активации потока от магнитного поля для  $F=0$  и  $F=10^{14} \text{ см}^{-2}$ . Во всем диапазоне магнитных полей энергия активации при облучении возросла.

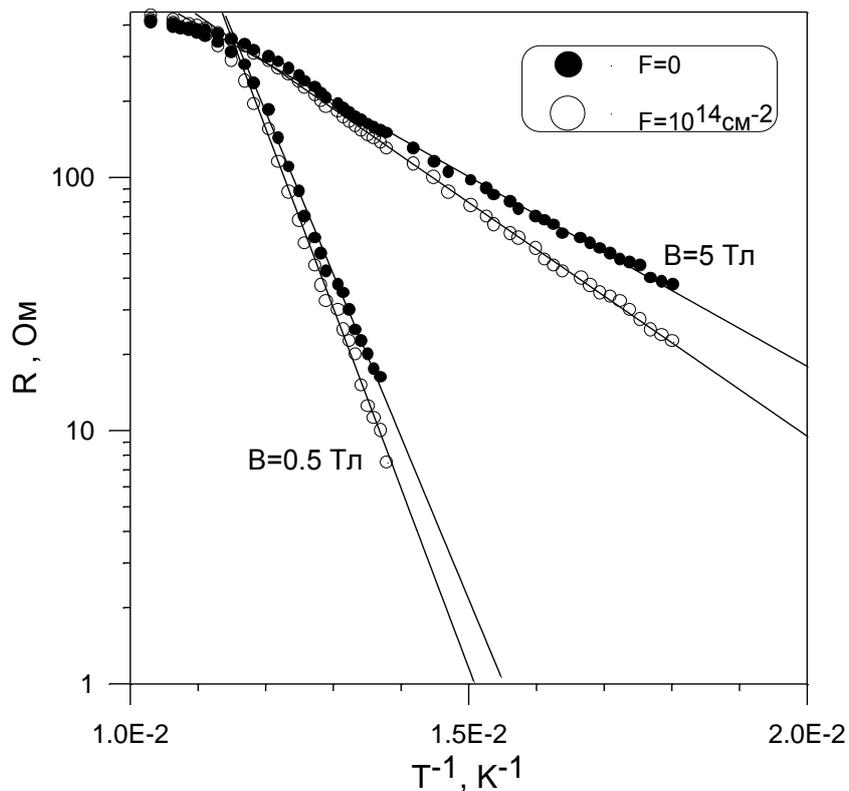


Рисунок 4.4.11 – Кривые  $\ln R (T^{-1})$  при  $B=0.5$  Тл и  $B=5$  Тл для  $F=0$  и  $F=10^{14}$  см $^{-2}$

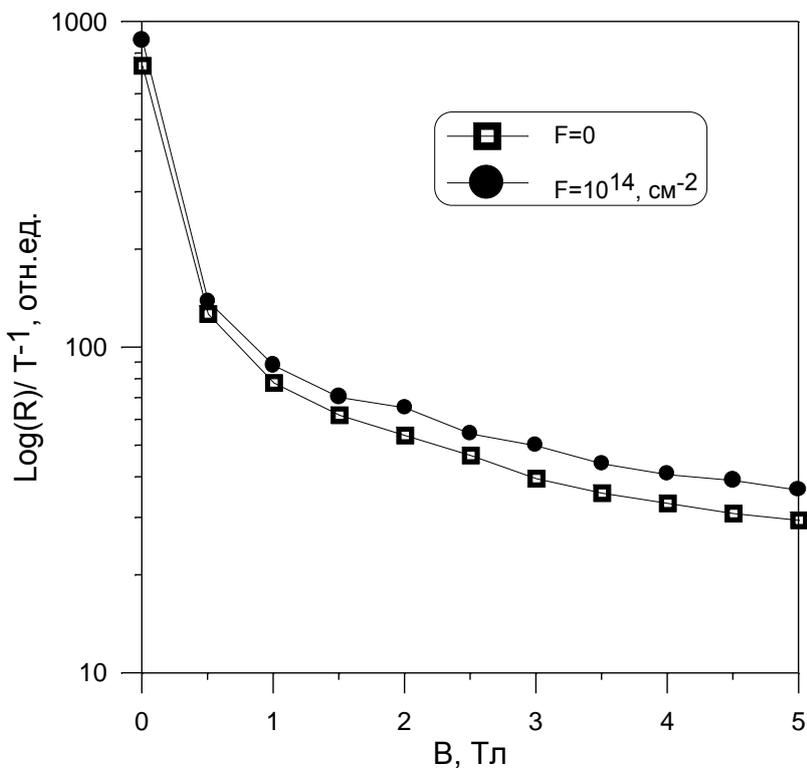


Рисунок 4.4.12 – Зависимость  $\ln \rho / T^{-1}$  от магнитного поля для  $F=0$  и  $F=10^{14}$  см $^{-2}$

Однако, следует отметить, что наклон кривой Аррениуса на рисунке 4.4.12 не является в точной мере активационной энергией. Так как  $U$  определяется из наклона  $\ln\rho/T$  в некотором диапазоне температур, следует необходимо учитывать температурную зависимость активационной энергии. Следуя подходам для оценки температурной зависимости энергии активации, приведенных в [163-167], получаем, что закон Аррениуса в этом случае приобретает вид

$$\rho = \rho_0 \exp(-4 U_0(0)(1-t)^q / kT) \quad (4.4.5)$$

а наклон кривой Аррениуса выражается как

$$\ln\rho/T^1 = 4 U_0(0)(1-t)^q [1 + qt/(1-t)] \quad (4.4.6)$$

Из (4.4.6) следует, что вблизи  $T_c$  активационная энергия равна наклону кривой Аррениуса деленному на фактор  $\eta = 1 + qt/(1-t)$ . Учет фактора  $h$  дает большую поправку к величине вблизи  $T_c$ , где сильна температурная зависимость активационной энергии. При уменьшении  $t$ , особенно для  $t < 0.5$ , когда  $U_0(t)$  практически константа учет фактора  $\eta$  менее существенен. Например, для  $T = 81$  К  $\eta = 14.5$ , а при  $T = 42$  -  $\eta = 1.4$ . На рисунке 4.4.13 представлена зависимость энергии активации с учетом температурной зависимости. Реальная величина  $U$  с учетом фактора  $\eta$  равна  $\approx 50$  мэВ при  $B = 0$ .

Мы посчитали энергию активацию для облученных пленок и обнаружили незначительное увеличение ее значения при облучении (не смотря на рост критического тока). Тот факт, что энергия активации может сохраняться неизменной при облучении  $Bi$  и  $Tl$  купратов при значительном увеличении критического тока был объяснен в [167] исходя из взаимосвязи электронной анизотропии и активационной энергии. Практически неизменную  $U(T)$  также наблюдал Shuster [168] при облучении ВТСП тяжелыми ионами.

Из полученных экспериментальных данным мы также можем построить линию необратимости и определить ее сдвиг при облучении. Линия необратимости разделяет  $H$ - $T$  плоскость на область обратимого поведения намагниченности (критический ток равен нулю) и область необратимого изменения намагниченности (критический ток не равен нулю). Таким образом, температура, соответствующая появлению электросопротивления на кривой уширения СП перехода в магнитном поле равна температуре необратимости  $T^*$  при соответствующем значении магнитного поля  $H^*$ . Набор значений  $T^*$  и  $H^*$  - линия необратимости на плоскости  $H$ - $T$ . Так как зависимость  $\rho(T)$  имеет экспоненциальный вид, определить  $T^*$  можно только с некоторой точностью, например, выбрав значения  $T^*$  при  $\rho = 0.01\rho_0$ . Это соответствует напряжению в 1 мкВ на потенциальных зондах образца, что совпадает с критерием для критического тока. На рисунке 4.4.14 представлена определенная таким образом линия необратимости и ее сдвиг при облучении к большим температурам и магнитным полям.

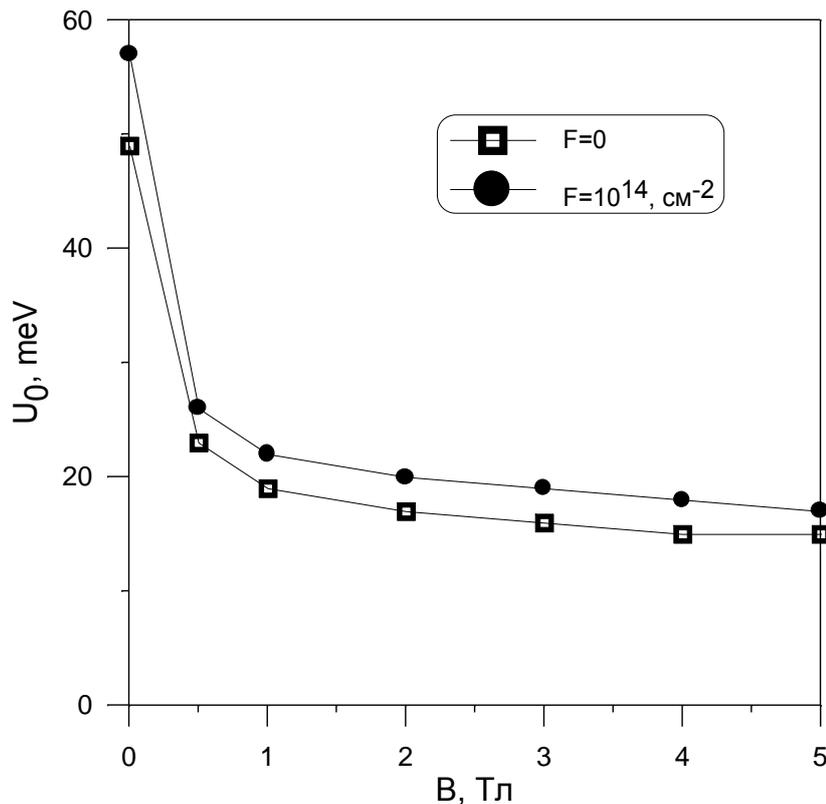


Рисунок 4.4.13 – Зависимость энергии активации магнитного потока от величины приложенного магнитного поля для флюенсов  $F=0$  и  $F=10^{14} \text{ см}^{-2}$

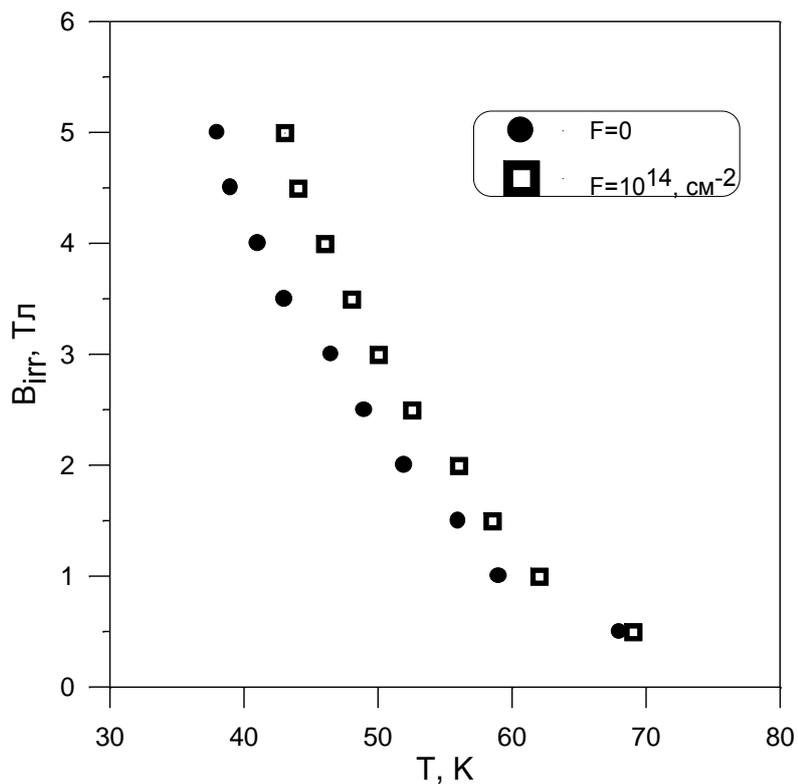


Рисунок 4.4.14 – Кривая необратимости и ее сдвиг при облучении

#### 4.5 Влияние электронного облучения на критический ток ВТСП композитов $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x/\text{Ag}$ и $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x/\text{Ag}$

Недостаточно высокие значения транспортного критического тока  $J_c$  даже для коротких композитных образцов остаются одной из проблем сильноточного применения высокотемпературных сверхпроводников. Наряду с различными технологическими способами повышения критического тока, активно исследуется альтернативный путь, связанный с введением в объем сверхпроводника радиационных дефектов, которые могли бы служить добавочными центрами пиннинга. Для этой цели используются различные виды облучения, особенно ионные пучки высоких энергий (см., например, [169-176]). Такое облучение приводит к появлению в материале сверхпроводника колончатых дефектов - ярко выраженных и сильно аморфизированных треков с характерным размером 50-70 Å, являющихся эффективными центрами пиннинга. От модельных экспериментов по облучению пленок, монокристаллов, и текстурированных поликристаллических образцов акцент исследований постепенно сместился к изучению влияния радиационных дефектов на критические параметры реальных ВТСП композитов.

Повышение критического тока композитов, имеющих серебряную оболочку, посредством облучения высокоэнергетичными ионами является трудной технической задачей. Во-первых, это связано с использованием больших дорогостоящих ускорителей. Во-вторых, относительная малость проективных пробегов ионов даже очень высоких энергий в ряде случаев приводит к необходимости предварительной подготовки образцов, заключающейся либо в тщательном утонении серебряной оболочки, либо в ее полном удалении. Использование нейтронов также сопряжено с известными трудностями, такими как пострадиационная активность и большое время набора необходимого флюенса.

В этой связи особый интерес приобретает электронное облучение. Проективный пробег электронов равен нескольким миллиметрам и намного превышает возможные толщины ВТСП проводов в серебряной оболочке, а ускорители электронов относительно просты и доступны.

К началу работ было известно относительно небольшое число работ, в которых изучалось влияние электронного облучения на критическую температуру  $T_c$  и критический ток  $J_c$   $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  и  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ . В [177-186] исследовалось влияние облучения электронами  $E=3$  МэВ при  $T=300$  К на свойства таблеток  $\text{Bi}2223$ , приготовленных твердофазной реакцией. Наблюдался рост критического тока в диапазоне температур  $T<50$  К при  $F=10^{15}$  см<sup>-2</sup>. Степень увеличения  $J_c$  зависела от величины приложенного магнитного поля и температуры измерения (рост больше в больших полях и меньших температурах), причем для  $T=77$  К заметного роста критического тока не зарегистрировано. В [183] представлены данные для ориентированных

поликристаллических лент  $\text{Bi2212}$ , полученных нанесением сверхпроводника на серебряную подложку. Облучение проводили электронами с энергией  $E=3$  МэВ при комнатной температуре. Было показано, что повышение критического тока, определенного как магнитным, так и резистивным методами, наблюдалось только при  $T=4.2$  К и в сильных магнитных полях.

В настоящей разделе мы представляем результаты первых исследований влияния электронного облучения на  $J_c$  и  $T_c$  фрагментов реальных плоских композитов (лент) ВТСП  $\text{Bi2212}$  и  $\text{Bi2223}$  в серебряной оболочке ( $\text{BSCCO/Ag}$ ). Также в качестве объектов исследований использовались сегменты однослойного соленоида.

Для изучения использовались ленточные композиты  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_x$  ( $n=2, 3$ ) в серебряной оболочке, изготовленные во ВНИИНМ им. А.А. Бочвара по технологии «порошок в трубе» с последующей прокаткой. Степень текстуры, определенная ранее из рентгеноструктурных исследований, оставляла 98.5 % и 90 % соответственно для фаз  $\text{Bi2212}$  и  $\text{Bi2223}$ . С целью предотвращения механического повреждения образцы приклеивали на подложки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Размер образцов определялся особенностями конструкций измерительного оборудования и составлял  $0.1(0.2)\times 3\times 10$  мм<sup>3</sup>.

Транспортный критический ток определяли из вольт-амперных характеристик по порогу в 1 мкВ. Измерения проводились в диапазоне температур 4.2 - 100 К с внешним магнитным полем до 5 Тл, которое ориентировалось как перпендикулярно  $B_{\perp}$ , так и параллельно  $B_{\parallel}$  плоскости композита. Во всех случаях магнитное поле было перпендикулярно направлению транспортного тока. Для создания магнитного поля применяли сверхпроводящий  $\text{NbTi}$  соленоид. Зависимости  $I_c(B)$  измеряли при  $T=4.2$  К и  $T=77$  К. Критическую температуру до и после облучения определяли из экстраполяции в ноль зависимости  $I_c(T)$ . Облучение проводили на электронном ускорителе с  $E=3$  МэВ и интенсивностью пучка электронов  $I_e=10^{11}\div 10^{12}$  см<sup>-2</sup>с<sup>-1</sup>. В процессе облучения образцы охлаждались в специальном азотном криостате и имели температуру ниже 100 К. Все электрофизические измерения проводили после отогрева образцов до комнатной температуры и последующего охлаждения в измерительных криостатах.

Для изучения воздействия электронного облучения на свойства СП материалов использовалась установка, созданная на базе линейного ускорителя электронов и оптического криостата с регулируемой рабочей температурой. На установке возможно проведение облучения образцов потоками электронов с плотностью  $10^{10}$  -  $10^{13}$  см<sup>-2</sup>с<sup>-1</sup> и регулируемой энергией электронов от 2 до 4 МэВ с шириной энергетического спектра не более 10% . Установка допускает плавное изменение температуры образцов от 77 до 300 К. Неравномерность поля облучения не более 10 %.

В работе были использованы 8 ленточных образцов и 4 сегмента соленоида соединения  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x/\text{Ag}$ ; 3 ленточных образца и двухвитковая спираль соединения  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x/\text{Ag}$ .

Все образцы показали качественно одинаковое поведение при однотипном облучении. Для иллюстрации результатов мы приводим наиболее характерные кривые без ссылки на конкретный номер образцов.

На рисунке 4.5.1 представлены типичные зависимости  $I_c(B)$  при  $T=77$  К для разных ориентаций магнитного поля. Видно, что для направления  $B_{\perp}$  падение  $I_c$  происходит резче, чем для  $B_{\parallel}$ , и в области средних магнитных полей (от 0.02 Тл до 3 Тл) значения критического тока для разных ориентаций сильно отличаются. Отметим, что выход  $I_c(B)$  на постоянное значение  $\approx 50$  мА возможно связан с превышением внешним полем поля необратимости  $B^*$  (разного для разных ориентаций), выше которого критический ток равен нулю. По-видимому, напряжение, фиксируемое при измерениях выше  $B^*$  возникает за счет протекания транспортного тока по серебряной оболочке. При  $T=4.2$  К, когда поле необратимости заведомо недостижимо, зависимость  $I_c(B)$  хоть и выполаживается, но не выходит на плато (рисунок 4.5.2). На рисунке 4.5.1 также представлены кривые  $I_c(B)$  для  $F=0$  и  $F=10^{15}$  см<sup>-2</sup> при различных ориентациях магнитного поля. Хорошо видно небольшое повышение  $I_c$  в перпендикулярном поле для  $0.2 < B < 0.8$  Тл и в параллельном поле для  $1 < B < 5.2$  Тл. Однако, уже при  $F=2 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> происходит падение  $I_c(B)$  как при  $T=77$  К, так и при  $T=4.2$  К (см. рис. 4.5.2). В отличие от измерений в магнитном поле, при  $B=0$  повышения  $I_c$  в диапазоне температур  $55 \text{ К} < T < T_c$  для  $F=10^{15}$  см<sup>-2</sup> не наблюдалось, как это следует из рисунка 4.5.3. На вставке к рисунку 4.5.3 представлено изменение критической температуры при увеличении флюенса.

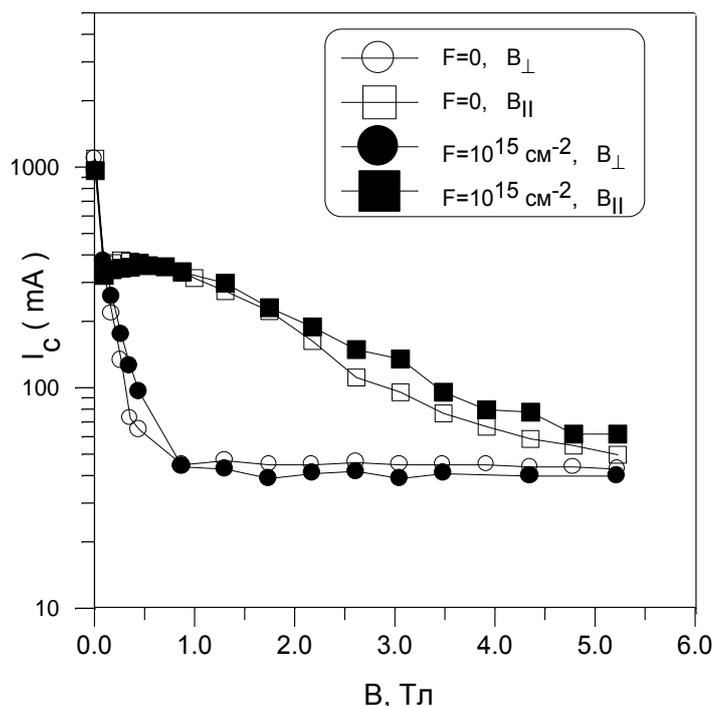


Рисунок 4.5.1 - Зависимости  $I_c(B)$  для  $F=0$  (открытые символы),  $F=10^{15}$  см<sup>-2</sup> (закрытые символы) и разных направлений магнитного поля.  $T=77$  К. (Bi2223/Ag)

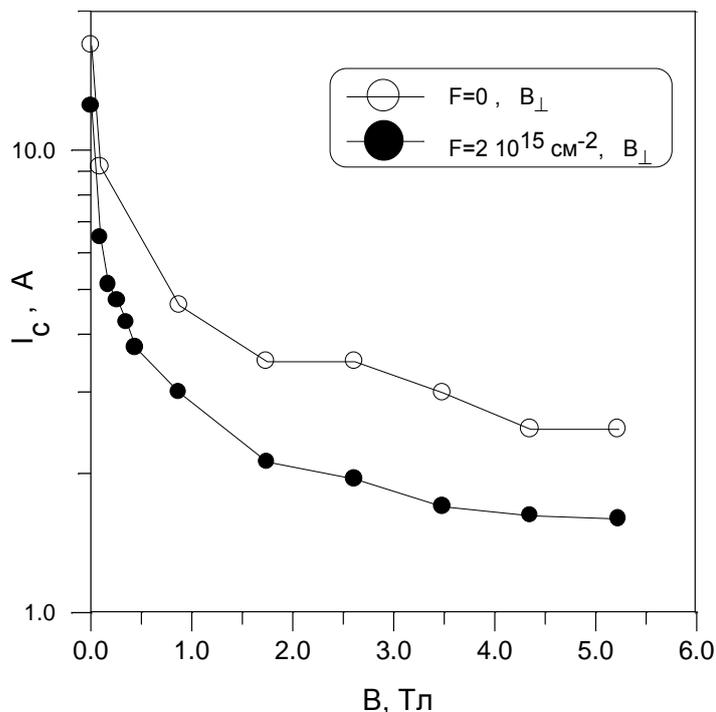


Рисунок 4.5.2 - Зависимости  $I_c(B)$  для  $F=0$  (открытые символы) и  $F=2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . (закрытые символы) при  $T=4.2 \text{ К}$ . ( $\text{Bi}2223/\text{Ag}$ )

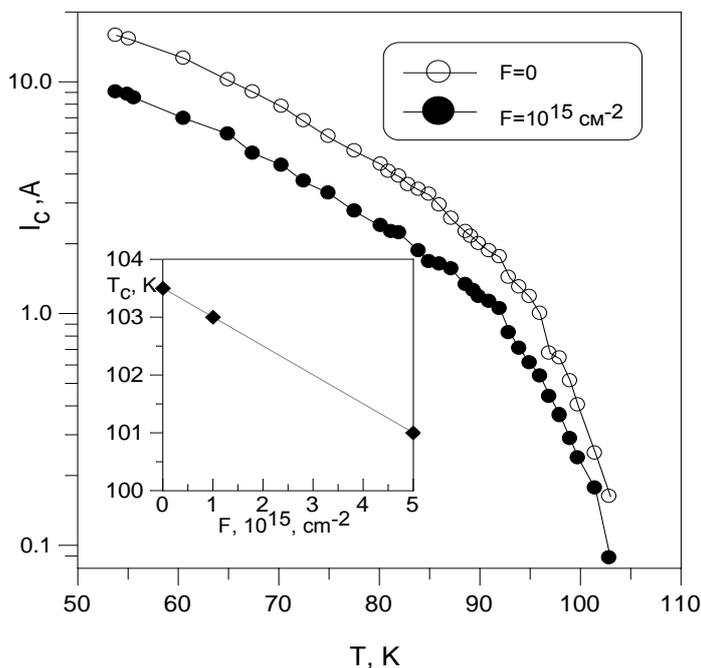


Рисунок 4.5.3 - Кривые  $I_c(T)$  для  $F=0$  (открытые символы),  $F=10^{15} \text{ см}^{-2}$  (закрытые символы).  $B=0$ . ( $\text{Bi}2223/\text{Ag}$ ). На вставке – критическая температура при разных флюенсах

На одном из трех образцов композита  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x/\text{Ag}$  при флюенсе  $F=10^{16} \text{ см}^{-2}$  обнаружено повышение критического тока, в том числе в 1,5 раза в нулевом магнитном поле и  $T=4.2 \text{ К}$  (рис. 4.5.4). В поле  $B=5 \text{ Тл}$  рост  $I_c$  сразу после облучения наблюдался в 40 раз (рисунок 4.5.5). После 2400 часов отжига образцов при комнатной температуре зависимость  $I_c(B)$

изменилась. В нулевом поле  $I_c$  опять вырос, а для  $B > 0.2$  Тл критический ток упал примерно в 2 раза. При флюенсе  $F = 2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  значения  $I_c(B)$  снова уменьшились (см. рисунок 6.5.5), а дальнейшее облучение привело к сильному падению критического тока во всем диапазоне магнитных полей. На двух других композитах  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x/\text{Ag}$  при  $F = 10^{16} \text{ см}^{-2}$  также наблюдалось повышение  $I_c(B)$ , однако в меньшей степени.

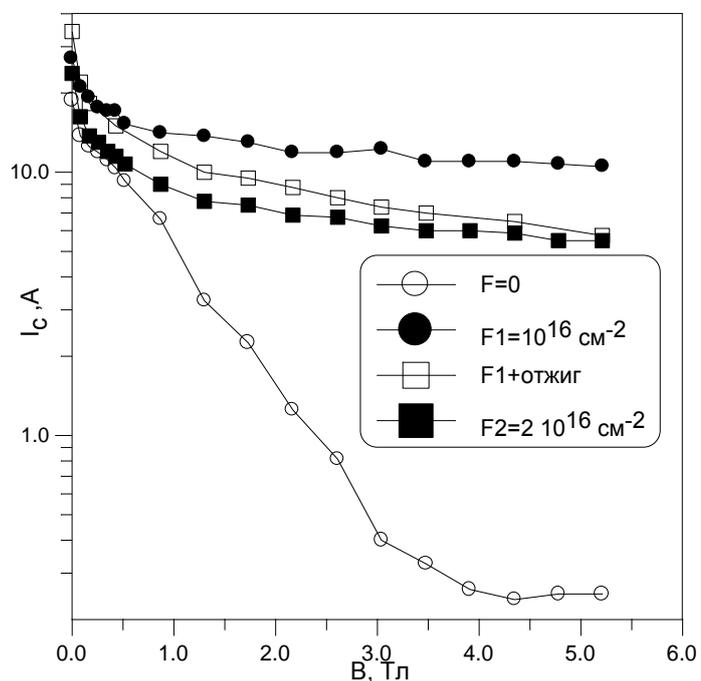


Рисунок 4.5.4 - Зависимости  $I_c(B)$  для образца  $\text{Bi}2212/\text{Ag}$  ( см. легенду на рисунке).  $T=4.2$  К;  $0 < B < 5.2$  Тл

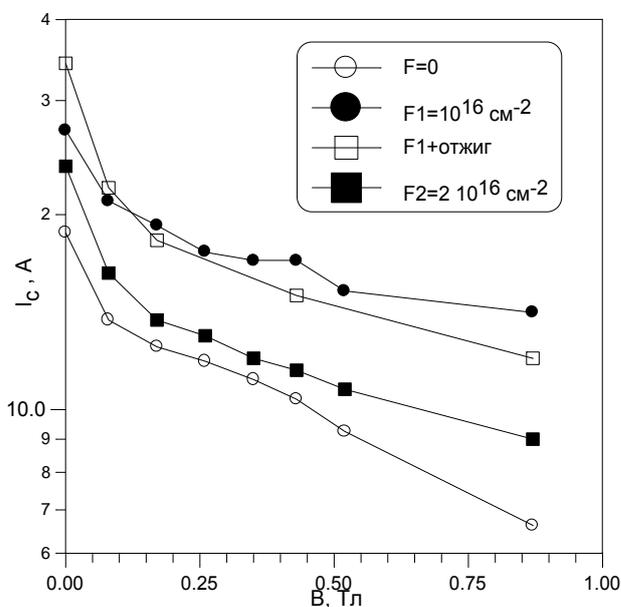


Рисунок 4.5.5 - Зависимости  $I_c(B)$  для образца  $\text{Bi}2212/\text{Ag}$  ( см. легенду на рисунке).  $T=4.2$  К;  $0 < B < 1$  Тл

Падение критического тока при облучении - хорошо известный и многократно наблюдаемый результат. Неожиданностью является то, что падение критического тока практически не сопровождается уменьшением критической температуры, хотя ранее на примере ионного облучения пленок  $Y(Ho)Ba_2Cu_3O_{7-x}$  и  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  было показано, что резкое падение  $I_c$  сопровождается падением  $T_c$  (см. предыдущие разделы). И если в случае соединения  $Bi2223$  такое падение можно объяснить высокой температурой измерений критического тока ( $T=77K$ ), то в случае соединения  $Bi2212$  (измерение при  $T=4.2 K$ ) причина резкого падения  $I_c$  до конца не ясна.

Вместе с тем, гораздо более интересным и нетривиальным результатом является сильное повышение транспортного критического тока для фазы  $Bi2212$ . Попытаемся качественно обрисовать возможную картину пиннинга магнитного потока, приводящего к увеличению  $I_c$ , исходя из некоторых особенностей ВТСП  $Bi$ -системы.

Во-первых, хорошо известно, что электронное облучение создает в материале дефекты малого (практически атомного) размера. В рамках настоящего исследования мы не изучали структуру образованных дефектов. Однако, методами электронной микроскопии, например в работах [187, 188], показано, что характерный размер дефекта, образованного электронным облучением, составляет  $\approx 20 \text{ \AA}$ . Такой дефект может служить центром пиннинга для сверхпроводников с малой длиной когерентности, к которым относятся ВТСП (для сверхпроводников  $BSCCO \xi \approx 18 \text{ \AA}$ ). Во-вторых, следует обратить внимание на то, что вихревое состояние в ВТСП  $Bi$ -системы, имеет двумерный характер. То есть трехмерный флюксoid разбивается на слабосвязанные между собой «вихревые блины» (pancakes) в плоскостях  $Cu-O$  [189, 190]. Пиннинг двумерного «вихревого блина» может привести к пиннингу всего флюксoidа. В тоже время радиационные дефекты, которые являются дополнительными центрами пиннинга, в основном сосредоточены именно в плоскостях  $Cu-O$ . Теперь возможная картина взаимодействия магнитного потока с дефектной структурой, образованной в результате электронного облучения выглядит как пиннинг «вихревых блинов» хаотично распределенными дефектами в плоскостях  $Cu-O$  (рисунок 6.5.7). В пользу предложенной модели пиннинга свидетельствуют эксперименты по исследованию пиннинга магнитного потока на колончатых дефектах в соединениях  $BSCCO$ . В [191] после облучения монокристаллов  $Bi2212$  ионами  $Sn$  ( $E=580 \text{ МэВ}$ ) измеряли намагниченность в двух геометриях. В первом случае кристалл располагали так, чтобы вектор магнитного поля был параллелен трекам, а во втором случае вектор  $\mathbf{B}$  составлял с направлением треков угол  $60$  град. Оказалось, что петли гистерезиса как в направлении облучения, так и под углом к нему практически совпадают. Этот парадоксальный результат авторы [191] объясняли тем, что отдельный флюксoid, разбитый на «вихревые блины» пиннингуется не по всей длине трека, а только в местах пересечения треками

плоскостей  $Cu-O$ . То есть, для пиннинга потока оказываются важны только повреждения в плоскостях  $Cu-O$ , что мы и наблюдаем при электронном облучении.

В аналогичных экспериментах на монокристаллах  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  кривые намагниченности резко отличались, что указывает на пиннинг вдоль всей длины протяженного дефекта и трехмерный характер вихревого состояния.

Двумерный характер пиннинга наиболее сильно проявляется при низких температурах, когда тепловая энергия  $U_T$  не превышает энергию пиннинга на дефекте

$$U_0 \approx H_c^2 \times \xi_{ab}^2 \times d / 8\pi,$$

где  $\xi_{ab}$  - длина когерентности в плоскости  $ab$ ,  $d$  - характерный размер дефекта,  $H_c$  - термодинамическое поле. Простая оценка показывает, что  $U_T \approx U_0$  при  $T \approx 25-30$  К. Таким образом, при высоких температурах энергии пиннинга не достаточно, чтобы препятствовать термически-активированному крипу магнитного потока. Это объясняет слабое повышение или даже в ряде случаев отсутствие повышения  $I_c$  при температуре кипения жидкого азота и значительный рост  $I_c$  при  $T=4.2$  К. Увеличение транспортного критического тока при  $T=4.2$  К с ростом концентрации точечных дефектов также наблюдалось в [192] (облучение протонами BSCCO - керамик ) и в [183] (электронное облучение текстурированной керамики  $Bi2212$ ). Также рост критического тока при низких температурах измерений был зарегистрирован нами в пленках  $Bi-2212$ , облученных ионами (см. предыдущие разделы).

Возможно, на пиннинг магнитного потока также оказывают влияние процессы кластеризации первичных дефектов, на что указывает неполный возврат  $I_c$  после отжига при комнатной температуре (см. рисунок 4.5.5). Аналогичную картину наблюдали в [193] после отжига облученных протонами монокристаллов  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ .

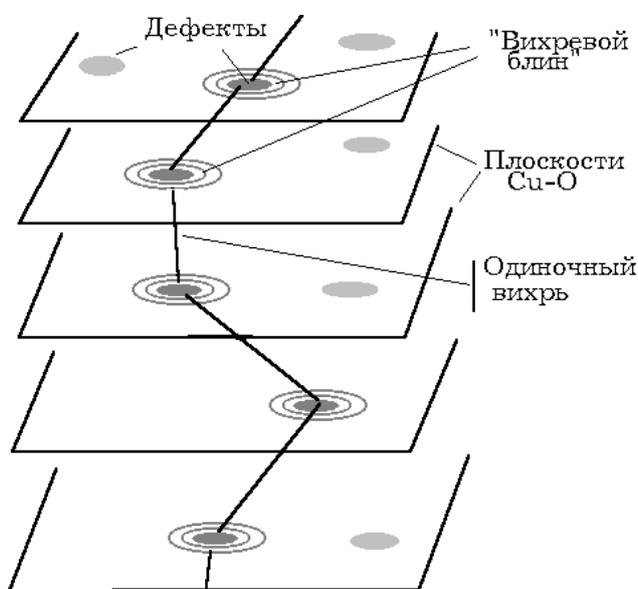


Рисунок 4.5.7 – Иллюстрация пиннинга магнитного потока дефектами электронного облучения

#### 4.6 Обобщение и анализ экспериментальных результатов по радиационным воздействиям

Обобщим полученных экспериментальных данным по радиационным воздействиям на электрофизические характеристики высокотемпературных и низкотемпературных сверхпроводников (Таблица 4.6.1).

Таблица 4.6.1 Характер радиационного изменения различных электрофизических характеристик сверхпроводников при воздействии заряженными частицами (по данным настоящей работы)

	Поведение при увеличении флюенса облучения	
Характеристика/ параметр	Низкотемпературные сверхпроводники Nb <sub>3</sub> Sn	Высокотемпературные оксидные сверхпроводники
Критическая температура	Падает малых и средних концентрациях дефектов.	Падает во всем диапазоне дефектов и обращается в ноль
Ширина сверхпроводящего перехода	Увеличивается	Растет по экспоненциальному закону. В отдельных случаях уменьшается при малых флюенсах.
Электросопротивление	Увеличивается, температурная зависимость $\rho(T)$ от металлического хода выполаживается при больших концентрациях дефектов	Растет по экспоненциальному закону. Температурная зависимость меняется от металлической полупроводниковой при больших концентрациях дефектов.
Критический ток	Увеличивается при малых концентрациях дефектов. Падает, опережая изменение критической температуры при средних и больших концентрациях дефектов. Характер радиационного поведения зависит от исходного параметров сверхпроводника.	Увеличивается при малых концентрациях дефектов. Падает, опережая изменение критической температуры, при средних и больших концентрациях дефектов. Характер радиационного поведения зависит от исходного параметров сверхпроводника.
Константа Холла (концентрация носителей)	Испытывает немонотонное изменение при увеличении флюенса	При увеличении концентрации радиационных дефектов меняется незначительно

Представленные результаты подтверждаются данными, полученными в других лабораториях при изучении радиационных воздействий на свойства низкотемпературных и высокотемпературных сверхпроводников. Остановимся на этом подробнее отдельно для низкотемпературных и высокотемпературных сверхпроводников.

Низкотемпературные сверхпроводники  $Nb_3Sn$ . Результаты по изменению критической температуры и электросопротивления сверхпроводников со структурой A15 хорошо согласуются с представленными ранее в монографии [51], в которой были обобщены многочисленные экспериментальные данные. А именно, в [51] было отмечено, что  $T_c$  сверхпроводников со структурой A15 уменьшаясь достигает некоторых предельных, не равных нулю значений. В тоже время  $\rho$ , несколько увеличиваясь, приходит к насыщению, а ширина перехода  $\Delta T_c$ , переходя через максимум снова падает. При этом существует класс низкотемпературных A15 с исходно низким  $T_{co}$ , которые с облучением увеличивают температуру  $T_c$  в несколько раз, в то время как сопротивление растет. Данные по радиационно-стимулированному изменению критического тока ограничены, в основном исследованиями, связанных с влиянием нейтронного облучения (см, например, [135-143] на критический ток с целью поиска условий увеличения  $I_c$ . Из работ по влиянию заряженных частиц отметим работы по облучению фольг  $Nb_3Sn$  толщиной 5 мкм ионами  $^{16}O$  с энергией 25 МэВ [133] и облучению диффузионного слоя  $Nb_3Sn$  толщиной  $\sim 5$  мкм ионами  $He^{++}$  с энергией 2.6 МэВ [134]. В обоих случаях наблюдалось увеличение критического тока при малых флюенсах с последующим падением по мере роста концентрации радиационных дефектов.

Обсудим, с какими эффектами связано падение критического тока при радиационном воздействии и является ли это падение универсальным. Как уже отмечалось в разделе 4.1.2, функциональный универсализм падения критического тока подтверждается путем сравнения различных типов облучения через параметр число смещений на атом  $C_d$ . Пересчет различных дозовых зависимостей в зависимость критического тока от числа смещений на атом и корреляция полученных результатов для различных типов смещений может указывать на одинаковый механизм падения критического тока при радиационном воздействии. Еще раз отметим, что половинное падение критического тока наблюдается при значении  $C_d \approx 7 \div 8 \cdot 10^{-3}$ , в то время как половинное падение  $T_c$  происходит при  $C_d \approx 5 \cdot 10^{-2}$  [51]. Эти данные указывают на общность вывода об опережающем падении критического тока при радиационном воздействии по сравнению с уменьшением критической температуры до флюенсов, соответствующих  $C_d \approx 3 \cdot 10^{-2}$ . Таким образом, мы впервые показали как универсальность падения критического тока при радиационном разупорядочении, так и опережающий характер падения критического тока по сравнению с критической температурой.

Факт опережающего характер падения критического тока по сравнению с критической температурой при радиационном разупорядочении можно объяснить, опираясь на теоретическое рассмотрение выражения для критического тока СП пленок, полученное в [194] (см. также обзор в УФН [195]):

$$I_c = \frac{c\varphi_0}{(4\pi)^2} \frac{\omega d}{\lambda^2 \xi} \quad (4.6.1)$$

где  $d$  и  $\omega$  – соответственно толщина и ширина сверхпроводящей пленки,  $\lambda$  и  $\xi$  - глубина проникновения магнитного поля и длина когерентности.

Применяя для  $\lambda$  и  $\xi$  выражения для гранулированного сверхпроводника в грязном пределе [196]:

$$\lambda = 0,49\lambda(0)\left(\frac{\xi_0}{l}\right)^{1/2}(1-t)^{-1/2}$$

$$\xi = 0,67(l\xi_0)^{1/2}(1-t)^{-1/2}$$

и предполагая, что длина свободного пробега электронов обратно пропорциональна удельному электросопротивлению, получаем взаимосвязь между критическим током, электросопротивлением и критической температурой:

$$I_c \approx \frac{T_c^{3/2}}{\rho^{1/2}} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{3/2} \quad (4.6.2)$$

Из полученного выражения следует, что при фиксированной температуре измерений падение критического тока определяется не только уменьшением критической температуры, но и ростом электросопротивления, что может является причиной опережающего падения критического тока по сравнению с критической температурой.

Высокотемпературные сверхпроводники. Анализ радиационного поведения критической температуры и критического тока был сделан в диссертации автора [112] на примере исследований ВТСП  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ . Аналогичный подход позднее был распространен на соединение  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  [197]. Обобщающий вывод, который можно сделать из полученных данных заключается в том, что для ВТСП характерно обращение  $T_c$  и  $J_c$  в нуль при некотором критическом значении флюенса  $F_c$  и значительный рост  $\rho$  и  $\Delta T_c$ . Этот позволяет трактовать обращение  $T_c$  и  $J_c$  как наличие фазового перехода сверхпроводник-диэлектрик по концентрации дефектов. Один из возможных механизмов такого перехода – эффект локализации Бозе-конденсата, обсуждаемый в работе [198]. Этот механизм обусловлен воздействием примесного рассеяния на процессы Бозе-конденсации пар и дает зависимость  $T(\rho)$ , близко к экспериментально наблюдаемой (см. экспериментальные данные в настоящей главе):

$$T_c/T_{co} = \alpha(1 - \rho/\rho_c) \quad (4.6.3)$$

Следует отметить, что более поздние результаты исследований процессов перехода сверхпроводника в нормальное состояние при увеличении концентрации дефектов

действительно указывают на возможность локализации куперовских пар с потерей макроскопической фазовой когерентности [199-200]. То есть на вопрос, каким образом осуществляется переход к изолятору, путем прямой локализации куперовских пар или двухстадийным процессом, в котором куперовские пары сначала разрушаются и затем происходит стандартная локализация одиночных электронов в литературе дан ответ. А именно, экспериментально, на основе измерений локальной сверхпроводящей щели, показано, что переход сверхпроводник-изолятор осуществляется посредством локализации куперовских пар [199-200].

Анализ данных по радиационно-стимулированному изменению критического тока соединения Y123, представленных в настоящей главе, также был проведен в [112]. На основе сравнения теоретических и экспериментальных зависимостей  $J_c(\rho)$  показана возможность уменьшения критического тока при росте электросопротивления как для критического тока распаривания, так и для критического тока депиннинга. Вывод, сформулированный в [112], заключается во-первых, в наличии сильной корреляции  $J_c$  и  $\rho$  (см. экспериментальные рисунки 4.2.13, 4.2.14). Во-вторых, в возможности качественного объяснения уменьшения  $J_c$  с ростом  $F$  исходя из теории ГЛАГ.

Все вышеперечисленные выводы также обобщаются и на характер радиационного изменения сверхпроводящих свойств в  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ . Это указывает на идентичность механизмов подавления сверхпроводимости как в  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ , так и ВТСП на основе Y (структура типа Y-123), и в электронных сверхпроводниках типа  $\text{Nd}_{1.85}\text{Ce}_{0.15}\text{CuO}_{4-y}$  [112]. Также, как и для соединений на основе  $\text{Y}(\text{Ho})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , при малых флюенсах падение критической температуры можно объяснить с помощью механизма влияния немагнитных примесей и дефектов на  $T_c$  ВТСП [158], дающего линейную зависимость 4.6.3., близкую к экспериментальной кривой  $T_c(\rho)$ , представленной на рисунке 4.4.8. Отклонение от линейной зависимости наблюдается только при достаточно больших значениях  $R$ , т.е. при высоких концентрациях дефектов. В этих условиях в ВТСП возможна сильная локализация, приводящая, в частности, к Андерсоновскому переходу металл-диэлектрик. Наличие локализации носителей подтверждается как экспоненциальным ростом электросопротивления при облучении

$$R \sim \exp(bF), \quad (4.6.4)$$

(это видно из рисунка 4.4.4), так и характерной температурной зависимостью электросопротивления при  $F=2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ , также представленной на рисунке 4.4.3:

$$R \sim \exp(aT^{1/4}), \quad (4.6.5)$$

Следует также отметить, что зависимость  $T_c$  от флюенса хорошо описывается моделью влияния Андерсоновского разупорядочения на энергию связи пар в кластере  $\text{Cu-O}$ , развитой в [201,202].

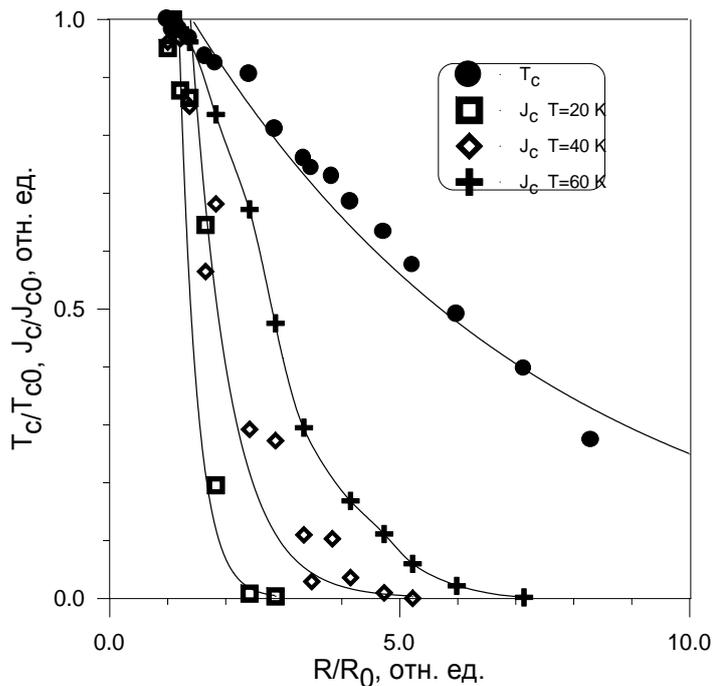


Рисунок 4.2.13 – Зависимости критической температуры и критического тока от удельного электросопротивления при облучении для образца Y3

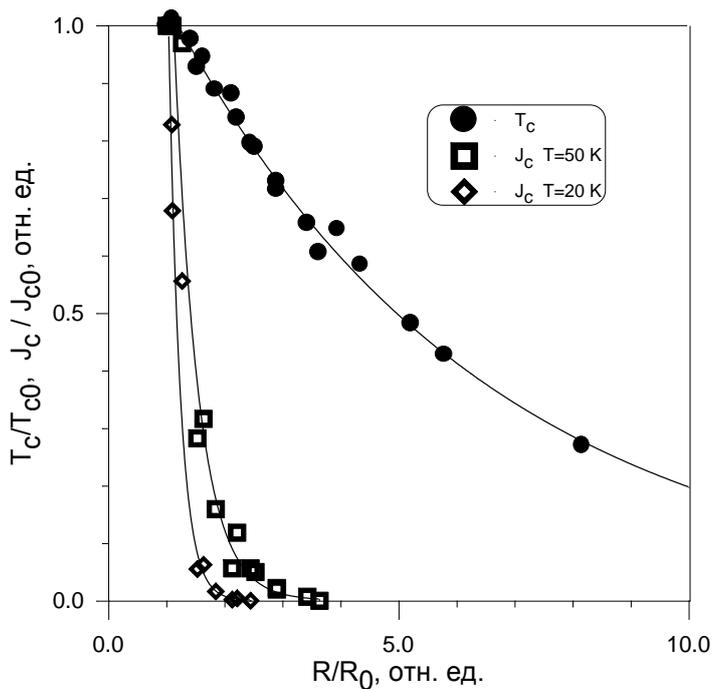


Рисунок 4.2.14 – Зависимость критической температуры и критического тока от удельного электросопротивления при облучении для образца Nb5

Проведем анализ причин различия в дозовых зависимостях  $J_c$ ,  $T_c$  и удельного электросопротивления для различных исследуемых образцов. Как уже отмечалось ранее, возможная причина такого различия - исходная дефектность или разное качество пленок по  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\Delta T_c$ , (см. таблицу 4.1). Действительно, прослеживается корреляция между исходными характеристиками пленок. А именно, образцы, имеющие меньшую величину  $\rho$ , обладают более высоким  $T_c$ ,  $J_c$  и меньшим  $\Delta T_c$ . Кроме того, оказывается, что значения  $\rho$  и  $T_c$  играют определённую роль в радиационном изменении этих величин. Образцы, имеющие самые маленькие значения  $\rho$  (Y3, Но5) демонстрируют большую радиационную стойкость по  $T_c$ , чем образцы Y1, Y4, причем экспоненциально сильный рост электросопротивления у образцов Y3 и Но5 также начинается при большем флюенсе, чем у образца Y4 (рис. 4.2.3). Флюенсы, при которых наблюдается резкое падение  $T_c$  и экспоненциальный рост электросопротивления совпадают для каждого из образцов (за исключением образца Y1, имеющего аномально высокое значение, что также приводит к катастрофически малой величине критического тока и большому значению  $T_c$ ), т.е. уменьшение  $T_c$  начинается только при резком увеличении  $\rho$ . Таким образом, из вышеизложенного следует важный вывод о том, что радиационное изменение  $T_c$  зависит как от исходных значений этой величины, так и от величины удельного электросопротивления в исходном состоянии, что подтверждается результатами работ [163,164]. Однако, в этих работах не рассматривается полная совокупность сверхпроводящих характеристик, отвечающих за транспортные свойства -  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\rho$ . Возникает вопрос о корреляции плотности критического тока со значениями критической температуры и удельного электросопротивления. Оказывается, что для образцов Y2, Y3, Y4, Но5 имеется тесная связь между величиной  $J_c$  и  $T_{ck}$  (точнее с критической температурой, соответствующей значению  $R=0$  и часто обозначаемой как  $T_j$ , что, учитывая увеличение  $\Delta T_c$  с флюенсом (рис.4.2.1), не совсем одно и то же). Мы, используя данные по радиационному воздействию и последующему отжигу, имеем широкий спектр значений  $T_j$  и  $J_c$ , представленный на рис. 4.2.15. Плотность критического тока измерялась при  $T=20$  К и  $B=0$ . Обращает внимание тот факт, что образцы Y2, Y3, Но5, имеющие примерно одинаковые  $\rho$ , имеют хорошую корреляцию  $T_c \leftrightarrow J_c$ , в то время как образец Y4, с более высоким  $\rho$ , имеет меньшую плотность критического тока для аналогичных  $T_c$ , а  $J_c$  образца Y1 ( $\rho=2520$  мкОм·см) меньше на четыре порядка. Таким образом, величина  $J_c$  зависит не только от  $T_c$ , но и от удельного электросопротивления, а, учитывая, что радиационное изменение  $T_c$  в свою очередь зависит от  $\rho$ , следует считать фактор величины  $\rho$  одним из основных, во многом определяющим как величину  $J_c$ , так и степень ее радиационного изменения.

Важным обстоятельством в исследовании радиационных воздействий являются условия, в которых проводится облучение. Так, хорошо известно, что процесс образования радиационных дефектов может существенно зависеть от температуры. Для ВТСП при низкотемпературном облучении существует ряд особенностей в поведении  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\rho$ . Но эти особенности главным образом относятся к процессам отжига радиационных дефектов, что рассматривается ниже. Касаясь влияния температурных условий облучения на непосредственно радиационное изменение  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\rho$ , следует отметить, что корректный вывод об этом сделать трудно, т.к. исходные образцы имеют разное качество. Однако, существуют общие закономерности радиационно-стимулированного изменения  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\rho(T)$ , как при  $T_{обл}=300$  К, так и при  $T_{обл}=30$  К. Обобщим основные из них:

1. Происходит сдвиг кривой перехода в сторону уменьшения температуры, при этом низкотемпературная часть кривой  $\rho(T)$  движется быстрее, чем высокотемпературная, т.е. падение  $T_{ск}$  происходит быстрее, чем  $T_{сн}$  и  $T_c$ .

2. При некотором флюенсе наблюдается изменение характера зависимости  $\rho(T)$  от металлического поведения к полупроводниковому.

3. Наблюдается сильное уменьшение критического тока  $J_c$ .

4. Деградация  $J_c$  происходит значительно быстрее деградации  $T_c$ .

5. Деградация  $J_c$  пленок ВТСП происходит быстрее, чем деградация  $J_c$  пленок  $Nb_3Sn$  (флюенс, соответствующий половинному падению  $J_c$  пленок  $Y(Ho)Ba_2Cu_3O_{7-x}$  в 8 -10 раз меньше чем для  $Nb_3Sn$ ).

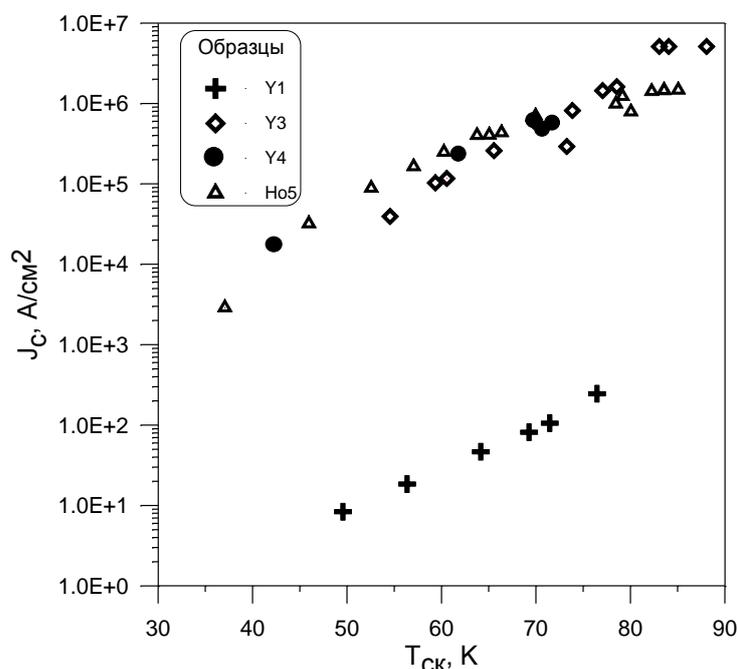


Рисунок 4.2.15 – Зависимость  $J_c$  от  $T_{ск}$  при радиационном изменении величин. Измерение  $J_c$  при  $T=20$  К,  $V=0$ . Образец Y1 имеет существенно большее значение  $\rho$

#### 4.7 Выводы по главе 4

В главе представлены впервые полученные и до настоящего времени единственные экспериментальные данные, касающиеся влияния ионного облучения на критический ток тонкопленочных сверхпроводящих образцов  $Nb_3Sn$ . Данные по радиационно-стимулируемому измерению критического тока сопоставлены как с аналогичными результатами, известными из литературы для других типов образцов (фольг и диффузионных слоев), так и с данными влиянию ионного облучения на критическую температуру. С помощью параметра  $C_d$  – число смещений на атом – проведено сравнение поведения  $I_c$  при облучении для различных типов заряженных частиц. Получены следующие новые результаты:

1. Найдено, что для пленочных образцов деградация  $I_c$  при ионном облучении происходит быстрее деградации  $T_c$  до флюенсов соответствующих параметру  $C_d=3 \cdot 10^2$ . Результаты экспериментов по одновременному комплексному воздействию ионного пучка, магнитного поля, токового состояния, низкой температуры на критический ток пленочных образцов  $Nb_3Sn$  показали, что с точностью 30% факторы внешнего магнитного поля и токового состояния не оказывают влияния на скорость радиационно-стимулированного уменьшения критического тока образцов. Из этих данных следует чрезвычайно важный прикладной вывод, касающийся ресурсного учета проектирующихся физических устройств, в которых ниобий оловянные сверхпроводники будут работать в условиях сложных токовых, радиационных и магнито-полевых нагрузок. А именно, расчет возможного времени устойчивой работы магнитных систем в условиях радиационного повреждения необходимо проводить не по критической температуре, а по критическому току.

2. Продемонстрирована корреляция зависимостей  $I_c(C_d)$  для различных типов облучения, что, как и в случае с  $T_c$ , указывает на универсальный механизм радиационно-стимулированного падения  $I_c$ . Полученные данные свидетельствуют в пользу того, что падение критического тока обусловлено деградацией критической температуры, а значит, имеет фундаментальный механизм, связанный с размытием пика плотности состояний вблизи поверхности Ферми [51]. Этот же механизм может быть ответственен за наблюдаемую немонотонную зависимость константы Холла от флюенса облучения, впервые полученную в данной работе.

3. Обнаружено, что на характер зависимости плотности критического тока пленок  $Nb_3Sn$  от флюенса в начальной стадии ионного облучения, где возможен как подъем, так и падение  $I_c$ , влияет исходная дефектность пленок.

4. Использование уникальных радиационных камер также позволило провести серию экспериментов с измерением критического тока *in situ* без выключения пучка частиц. Впервые обнаружен эффект уменьшения критического тока при динамическом воздействии пучка ионов. Обсуждены различные причины наблюдаемого явления.

В главе также представлена первая полученная важная комплексная информация об изменении  $J_c$ ,  $T_c$ ,  $\Delta T_c$  и  $\rho$  при ионном облучении на одних и тех же образцах высокотемпературных сверхпроводников в широком диапазоне флюенсов. Эти результаты сопоставлены с исследованиями по влиянию радиационных дефектов на константу Холла. Вся совокупность экспериментальных результатов, как полученных в данной работе, так и известных по литературе, указывает на принципиальное отличие радиационного поведения ВТСП (особенно при больших флюенсах) от сверхпроводников типа А-15. Особенности поведения  $J_c$ ,  $T_c$  и  $\rho$  исследований ВТСП на основе Y и Bi позволяют сделать вывод о том, что при большой концентрации дефектов имеет место фазовый переход, а носители тока близки к состоянию локализации.

Основные результаты исследования радиационных воздействий на ВТСП состоят в следующем:

- Впервые проведено систематическое изучение влияния радиационных дефектов на критический ток, критическую температуру и удельное электросопротивление пленочных образцов ВТСП  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $HoBa_2Cu_3O_{7-x}$ ,  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  в широком интервале флюенсов, температур и магнитных полей. Радиационные дефекты создавались при помощи ионного облучения (ионы He с энергиями  $E=125$  кэВ,  $E=1.2$  МэВ,  $E=3.6$  МэВ). Получены дозовые зависимости критического тока  $J_c(F, T, B)$ , критической температуры  $T_c(F)$ , удельного электросопротивления  $\rho(F)$ .
- Показано, что критический ток и критическая температура при облучении падают, а  $\rho$  экспоненциально увеличивается. Экспериментально обнаружено существование критического флюенса  $F_c$ , при котором  $J_c$  и  $T_c$  обращаются в ноль, а удельное электросопротивление  $\rho$  испытывает резкий рост.
- Установлено, что критический ток более чувствителен к облучению, чем критическая температура. Флюенсы, необходимые для половинного падения  $J_c$  и  $T_c$ , различаются в 5-9 раз.
- Проведено исследование влияния радиационных дефектов, созданных ионным воздействием при разных температурах облучения, на константу Холла. Установлено, что облучение не приводит к существенному изменению концентрации носителей  $p$ , которое могло бы вызвать наблюдаемое падение проводимости (рост электросопротивления).
- Найдено, что на значение критического флюенса, а следовательно и скорость радиационно-стимулированного изменения  $J_c$ ,  $T_c$  и  $\rho$ , зависит от исходных транспортных величин. А именно, образцы с высокими значениями  $J_c$ ,  $T_c$  и малыми  $\Delta T_c$  и  $\rho$  имеют большую величину критического флюенса  $F_c$ .

- Изучено влияние электронного облучения на критический ток композитов  $\text{Bi-2212/Ag}$  и  $\text{Bi-2223/Ag}$ . Показано, что при  $B=0$  и температурах  $T>55$  К облучение приводит к падению  $I_c$ , которое не сопровождается существенным изменением критической температуры. Сильное, более чем на порядок, увеличение критического тока в композитах  $\text{Bi-2212}$  в серебряной оболочке обнаружено при гелиевой температуре и магнитном поле  $B=5$  Тл. Полученные результаты объясняются исходя из особенностей смешанного состояния в высокотемпературных сверхпроводников. Таким образом, показана возможность использования электронного облучения для усиления пиннинга и повышения критического тока.

## Глава 5 Магнитные неустойчивости в пленках Nb<sub>3</sub>Sn и NbN

### 5.1 Проблема неустойчивости критического тока тонких пленок Nb<sub>3</sub>Sn

При исследовании температурных и магнитопольевых зависимостей критического тока тонких пленок Nb<sub>3</sub>Sn было обнаружено явление неустойчивости величины  $I_c$ , которое заключалось в отсутствии повторяемости вольтамперной характеристики от измерения к измерению и, как следствие, невозможности точного определения значения критического тока по заданному порогу напряжения. Результаты многократных автоматических измерений при фиксированной температуре и внешнем магнитном поле представляют собой гистограмму со значительным разбросом по  $I_c$ . (рисунок 5.1.1). Нами было установлено, что увеличение температуры и магнитного поля, также как и облучение сверхпроводника, уменьшают неопределенность  $I_c$ . В частности, при достижении некоторого порогового значения температуры  $T^*$  или магнитного поля  $H^*$  значение критического тока перестает флуктуировать и становится неизменным от измерения к измерению.

Для выяснения причин наблюдаемого явления были проведены измерения кривых намагниченности  $M(H)$ . Обнаружено, что кривые  $M(H)$  демонстрируют наличие магнитных неустойчивостей, возникающих как при увеличении, так и уменьшении магнитного поля (рисунок 5.1.2). Намагниченность сверхпроводников в силу модели критического состояния прямо связана с величиной критического тока, поэтому неустойчивость (зашумленность) петли намагниченности приводит к наблюдаемой неопределенности в определении  $I_c$ .

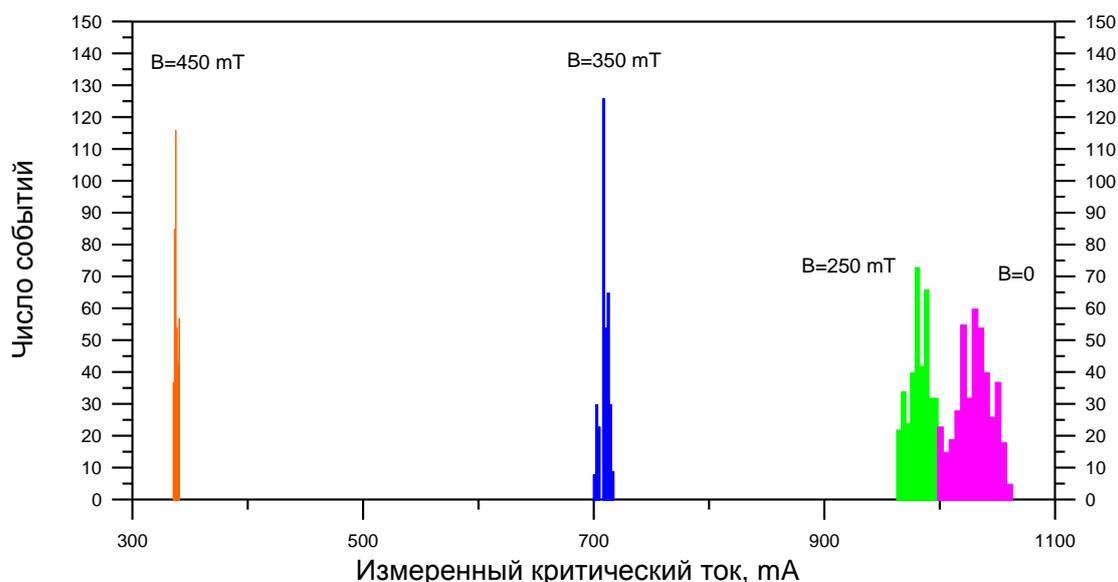


Рисунок 5.1.1 - Гистограмма, демонстрирующая неопределенность при измерениях критического тока в малых полях

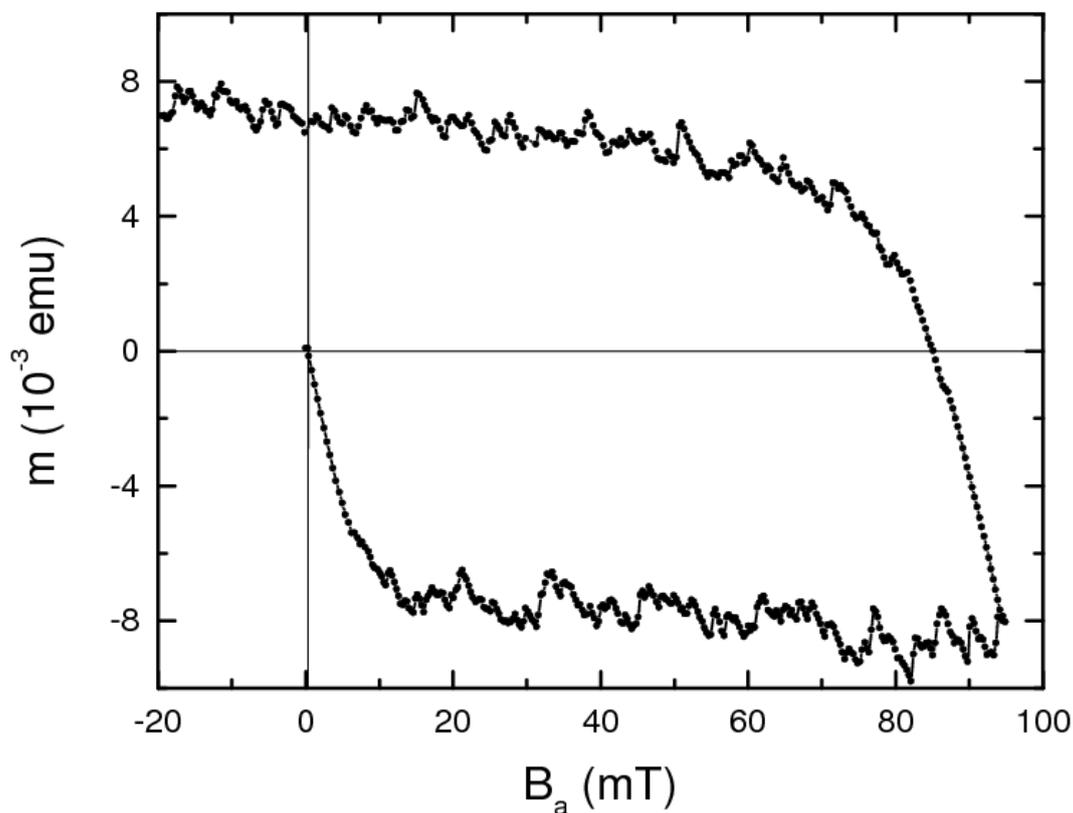


Рисунок 5.1.2 – Кривая намагниченности пленки  $Nb_3Sn$  в малых полях. Отчетливо видны магнитные неустойчивости

Таким образом, причиной неопределенности критического тока могут являться скачки магнитного потока, которые влияют на стабильность критического состояния в жестких сверхпроводниках и приводят к пониженным значениям критического тока в магнитном поле [203, 204]. Целью исследований главы 5 было выяснение особенностей скачков магнитного потока в пленочных сверхпроводниках на основе ниобия, приводящих к флуктуациям критического тока.

## 5.2 Литературные данные по наблюдению скачков потока в пленочных сверхпроводниках

Для сверхпроводящих пленок одним из проявлений скачков потока является дендритная неустойчивость или лавинообразное трековое проникновение магнитного потока в сверхпроводник. В литературе известны данные по регистрации дендритной неустойчивости в пленках  $Nb$  [205, 206], в пленках  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  [207, 208] (под влиянием лазерного импульса), а также в пленках  $MgB_2$  [209] и др.

Впервые спонтанное проникновение магнитного потока с ветвлениями обнаружено в 1967 г. в сверхпроводниках на основе Nb. Этот эффект привлек внимание в 1990-х, когда магнитооптические методы исследования позволили проводить измерения с большим пространственным разрешением. Тогда эффект ветвления или дендритную нестабильность обнаружили в пленках YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>, а также в ниобиевых пленках. Самым чувствительным к нестабильностям сверхпроводником оказался MgB<sub>2</sub> – сверхпроводник, в котором дендритная нестабильность наблюдается как при приложении магнитного поля к охлажденному вне поля сверхпроводнику, так и при пропускании через него транспортного тока [210]. До сих пор эффект не имеет исчерпывающего объяснения, а новые исследования обнаруживают новые особенности явления магнитной нестабильности. Отмечается, что нестабильность возникает внезапно, нарушая распределение экранирующих токов внутри сверхпроводника. В результате наблюдается колебание намагниченности образца при изменении внешнего магнитного поля, изменяются транспортные характеристики, появляются локальные перегревы отдельных участков сверхпроводника. Все эти проявления нестабильностей говорят об их негативном влиянии на сверхпроводящие свойства образцов.

Основным методом изучения дендритных нестабильностей является магнитооптическое исследование сверхпроводящих пленок. Этот метод позволяет увидеть картину пространственного распределения магнитного поля. В основе метода лежит эффект Фарадея. В материалах с двойным продольным лучепреломлением вектор поляризации падающего линейно поляризованного светового пучка, проникающий на глубину  $l$  параллельно вектору магнитного поля  $\mathbf{H}$ , поворачивается на угол  $\alpha = V(\omega)lH_z$  в первом приближении. Таким образом, угол поворота вектора поляризации пропорционален пути, пройденному лучом внутри материала, компоненте магнитного поля  $H_z$ , и константе  $V(\omega)$ , которая определяется свойствами материала и частотой падающего света. После прохождения магнитооптической пленки и второго поляризатора световой пучок попадает на светочувствительный элемент. По яркости полученного изображения можно судить о величине магнитного поля на поверхности образца. При этом, разрешающая способность современных установок такова, что позволяет обнаружить отдельные сверхпроводящие вихри [211]. Для определения намагниченности образца как целого используют холловские измерения [212], измерения на SQUID магнетометре [209], а также измерения на вибрационном магнетометре.

Дендритные нестабильности наблюдаются на пленках различных сверхпроводников, например, пленке YBCO, 300 nm,  $j_c = 1,3 \cdot 10^6$  A/cm<sup>2</sup>, B=10-50 mT, 10K (развитие первого дендрита, индуцированного лазерным импульсом [208]); MgB<sub>2</sub>, 400 nm, B=3,4-60 mT, 5K, T<sub>c</sub>=39K, индуцированные полем [209] и транспортным током [213]. Для всех исследований характерны схожие изображения самих дендритов, вне зависимости от материала и геометрии

образца, а также материала подложки, малые поля образования первого дендрита (5-50 мТл), низкие температуры наблюдения неустойчивостей (2-20 К). Прорастание дендритов начинается с края образца или с другого дефекта на его поверхности. В низкотемпературных сверхпроводниках, таких как Nb и  $MgB_2$ , рост неустойчивости происходит как при увеличении поля, так и при его уменьшении; в некоторых сверхпроводящих пленках, таких как  $YNi_2B_2C$  образование магнитных дендритов наблюдается только при уменьшении внешнего поля [214].

Многочисленное наблюдение возникновения дендритов на одних и тех же образцах показало, что при увеличении температуры воспроизводимость дендритов увеличивается. При более низких температурах дендриты занимают различные области образца в каждом следующем эксперименте (всякий раз охлаждение образца проводилось при нулевом поле) [210, 215]. Для некоторых материалов были построены так называемые «фазовые диаграммы» проникновения магнитного поля в объем сверхпроводящей пленки. Из этих фазовых диаграмм видно, что дендриты образуются только при температурах меньших  $0.7 T_c$  в ограниченной области полей, рост первого дендрита начинается при полях около 5 мТ [209, 215].

Дендриты зарождаются, как правило, на дефектах пленок при достижении локального порогового поля (для  $MgB_2$  это поле составляет порядка 12 мТ [210]) и продолжают расти до тех пор, пока остаются области пленки, где поле превышает пороговое. Таким образом, лавинообразное проникновение магнитного потока завершается, как только во всех сердцевинах всех ветвей дендрита устанавливается пороговое поле. При дальнейшем увеличении внешнего поля величина поля на границах и дефектах пленки остается неизменной, но ветви продолжают расти. Измерены некоторые геометрические характеристики дендритов: так ширина теплового канала, вдоль которого происходит образование ветви дендрита имеет ширину не более 15 мкм, при этом толщина установившейся ветви составляет в ширину 60-80 мкм. Эти экспериментальные данные говорят о том, что наиболее вероятной причиной возникновения дендритов является именно термомагнитная неустойчивость образцов.

В работе [216] было получено экспериментальное значение скорости распространения фронта ветви дендритной неустойчивости. Для проведения эксперимента использовался импульсный наносекундный лазер с линией задержки, что позволило сравниваться магнитооптические снимки, проведенные с интервалом в 2-3 нс и более. Измеренное таким образом значение скорости распространения ветви дендрита составило порядка 360 км/с в  $YNi_2B_2C$ , 160 км/с в YBCO. Отмечено также уменьшение скорости с течением времени до 10 км/с через 10 нс после начала образования дендрита. В работе [216] из макроэлектродинамических соображений была выведена формула для скорости распространения ветви дендрита:

$$v = 2\gamma \frac{hT_c}{ndB_{\text{eff}}j_0} = 2\gamma \frac{hT_c}{nd(B_{\text{in}} - B_{\text{out}})j_0}.$$

Здесь:  $\gamma$  – число порядка 1,  $h$  – теплоемкость пленки,  $d$  – толщина пленки,  $T_c$  – критическая температура,  $j_0$  – максимальный критический ток,  $B_{\text{in}}$  и  $B_{\text{out}}$  – поле на поверхности сверхпроводящей пленки и внешне поле, соответственно. Данная формула хорошо согласуется с экспериментальными данными.

Интерес вызывает тот факт, что скорость распространения ветвей дендрита на порядки превосходит скорость звука в этих образцах.

При исследовании зависимостей критического тока и намагниченности от температуры обнаруживается неожиданный эффект увеличения максимальных токов и намагниченности при увеличении температуры. Присутствие нестабильностей делает невозможным достижение максимальных токов при низких температурах [209]. Распределение токов внутри образцов влияет на направление роста дендритов посредством силы Лоренца. Мейсснеровские токи заставляют дендриты двигаться от краев образца к центру, транспортные токи – от одного края к другому.

В работе [217] показано, что легирование (добавление примесей) увеличивает количество нестабильностей, по сравнению с чистой пленкой, ухудшая тем самым сверхпроводящие свойства. При температуре 1,8 К в сверхчистых пленках MgB<sub>2</sub> дендритных нестабильностей не наблюдается, в то же время в легированных углеродом и просто в менее чистых пленках при той же температуре дендриты имеют место. Также делается вывод о взаимосвязи магнитной стабильности и электрическим сопротивлением образцов в нормальной фазе. Чем выше сопротивление нормальной фазы, тем больше дендритная нестабильность. Такая взаимосвязь может быть обусловлена зависимостью сопротивления движению (току «flux flow resistivity») вихрей от электросопротивления.

Изучалась стабилизация за счет сильного пиннинга на дырочных массивах нанометрового размера. Так, в работе [218] приведен пример стабилизации путем пиннинга сверхпроводящих вихрей на дырочных массивах из ниобия. При больших температурах, когда  $\xi(T) > w$ , где  $w$  – ширина стенок массива, данная система ведет себя как проводящая сеть с ограниченным параболическим верхним критическим полем (осцилляции Литтла-Парка). При низких температурах вихри могут проникать в стенки массива, образец сильно захватывает поле, вплоть до  $3H_{c1}$ . Пиннинг в такой системе очень сильный, в отличие от систем с микрометровыми характерными размерами и сплошным ниобием, и продолжается вплоть до  $H_{c3}$ . Проникновение вихревых лавин в такую систему происходит также в виде дендритов, но за

счет сильного пиннинга уменьшается крип потока, что делает возможным применение таких массивов в областях, где необходима способность нести высокие токи.

Подавление нестабильностей путем нанесения на сверхпроводящую пленку металлической фольги: Au [214, 219], Al [220]. После нанесения на сверхпроводящую пленку покрытия из немагнитного металла наблюдается уменьшение дендритных нестабильностей. С увеличением толщины покрытия образцы сильнее сопротивляются скачкам магнитного потока, при двустороннем покрытии достаточной толщины скачки потока практически исчезают. Стабилизация сверхпроводящих свойств в данном случае вызвана увеличением проводимости системы  $MgB_2+Au$ . Максимальный эффект достигается при толщине покрытия, совпадающем с толщиной сверхпроводника, так как проводимость золота при таких температурах сопоставима с flux-flow проводимостью  $MgB_2$ . Таким образом нанесение золотого покрытия толщиной более 2,5 мкм позволяет существенно увеличить плотность критического тока при  $T < 15K$  и  $H < 1kOe$ .

Замечено также, что нанесение металлического покрытия оказывает влияние на рост нестабильностей только в диапазоне полей от 50 до 2000 Гс для  $MgB_2$ . Этот результат говорит о существовании верхнего и нижнего порогового поля для образования дендритов [219]. Аналогичный эффект достигнут путем нанесения алюминиевой фольги на пленку  $MgB_2$ . В данном случае был обеспечен тепловой контакт, но этого оказывается достаточно для исчезновения дендритных нестабильностей.

В заключение краткого обзора литературы отметим, что, не смотря на некоторый набор экспериментальных данных для ряда сверхпроводящих материалов, данные прямых наблюдений проникновения магнитного потока в пленки  $Nb_3Sn$  (и в пленки других бинарных сплавов ниобия) в литературе полностью отсутствуют. Поэтому с целью прояснения природы скачков магнитного потока в пленках  $Nb_3Sn$  нами были проведены серии локальных магнитооптических экспериментов. В результате таких экспериментов было впервые установлено наличие магнитных нестабильностей дендритного типа и описаны некоторые особенности взаимодействия магнитного дендрита с дефектами СП пленки.

### **5.3 Экспериментальное наблюдение магнитных нестабильностей дендритного типа в пленках $Nb_3Sn$**

Тонкопленочные образцы  $Nb_3Sn$  наносили на сапфировые подложки толщиной 0.5 мм магнетронным методом. Толщина образцов составляла 0.1-0.15 мкм. Для резистивных измерений на пленках методом лазерного скрайбирования изготовлялся мостик шириной 50 мкм и длиной 1.5 - 2.0 мм. Критическая температура  $T_c$  и ширина сверхпроводящего перехода  $\Delta T_c$ , определенные четырехконтактным методом составляли 17.8 К и 0.1 К соответственно.

Плотность критического тока при  $T = 4.2$  К и внешнем магнитном поле  $H = 1$  Тл для разных образцов варьировалась в пределах  $J_c = 2-6 \cdot 10^6$  А/см<sup>2</sup>.

Распределение магнитного потока в сверхпроводнике наблюдалось с помощью стандартной техники получения магнитооптического изображения, основанной на эффекте Фарадея. Образец с помощью низкотемпературного клея прикреплялся на охлаждаемый держатель оптического криостата. Феррит-гранатовая индикаторная пленка помещалась непосредственно на поверхность образца, накрывая часть пленки вместе с мостиком, предназначенным для транспортных измерений. Исследования проводились в диапазоне температур  $T = 3.5-8.0$  К при начальном охлаждении в нулевом магнитном поле. Внешнее магнитное поле прикладывалось перпендикулярно поверхности пленки. В поляризованном свете и в отсутствии внешнего магнитного поля изображение магниточувствительной индикаторной пленки имеет одинаковую фоновую яркость (в пределах магнитных доменов, заканчивающихся острым треугольником). Появление и дальнейшее увеличение внешнего поля приводит к возникновению и изменению контрастных картин, соответствующих распределению магнитного потока под индикаторной пленкой. Динамика процесса при увеличении магнитного поля показана на рисунке 5.3.1.

-  $H = 5.55$  мТл. На рисунке видны несколько ярких полосок, соответствующих проникновению магнитного поля по следу, оставшемуся после лазерного скрайбирования. От ярких линий отходят короткие прямые отростки - проникновение магнитного поля вдоль несверхпроводящих макродефектов. Между двумя горизонтальными яркими линиями виден темный сверхпроводящий мостик. Темный фон означает отсутствие магнитного поля в сверхпроводящих берегах - эффект Мейсснера. Внизу картинке ясно видна яркая линия - нижний ровный край сверхпроводящей пленки. Проникновения магнитного потока по этому краю практически не наблюдается. Изображение верхнего края пленки размыто, так как там уже отчетливо наблюдаются несколько прямых дендритных образований с низкой степенью фрактальной размерности.

-  $H = 6.9$  мТл. На верхнем крае появляются несколько новых прямых дендритов.

-  $H = 8.5$  мТл. Слева от вертикальной полоски "прорастает" первый дендрит повышенной фрактальной размерности. Его яркость выше, чем яркость предшествующих прямых дендритов, так как он соответствует более высокому магнитному полю.

При дальнейшем увеличении внешнего поля появляются все новые дендриты, плотность которых увеличивается. Однажды появившись, дендритные образования "замораживаются" и остаются неизменными при дальнейшем увеличении поля, которое приводит только к появлению новых и новых дендритов. Дендриты накладываются друг на друга, а также, не прерываясь, пересекают друг друга и небольшие макродефекты. Даже при большой плотности

дендриты не размываются, и на изображении видны многочисленные островки сверхпроводника, свободного от дендритного проникновения магнитного потока. При проведении экспериментов в одинаковых условиях дендриты никогда не повторяют себя в деталях. Рост дендритной структуры происходит очень быстро, менее чем за 1 мсек (временное разрешение цифровой камеры), не смотря на низкую скорость изменения приложенного магнитного поля.

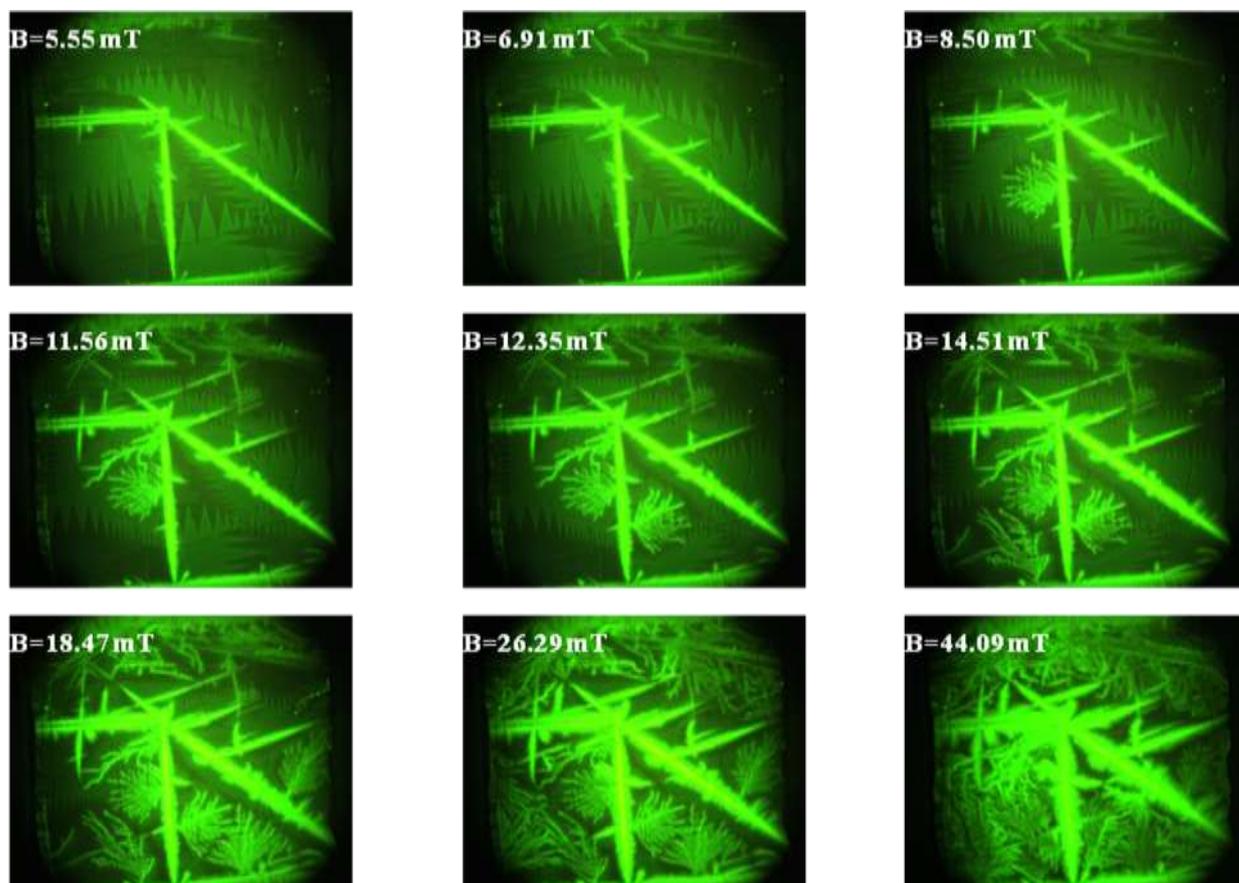


Рисунок 5.3.1 – Проявление дендритной неустойчивости на пленках  $Nb_3Sn$  при последовательном увеличении магнитного поля. Яркие полосы на рисунках – следы лазерного скрайбирования и дефекты полировки подложки

На рисунках 5.3.2 и 5.3.3 представлены увеличенные изображения магнитных дендритов, демонстрирующих некоторые особенности распространения и взаимодействия с дефектами пленки.

Особенность наших пленок  $Nb_3Sn$  состоит в наличии линейных дефектов, которые служат в качестве каналов для легкого проникновения потока, см. рисунок 5.3.2. Это прямые яркие линии на МО изображении представляют собой области с отсутствием сверхпроводимости и, вероятно, связаны с дефектами в подложке вследствие несовершенной

полировки. Как правило, мы видим постепенное проникновение потока по таким дефекта. Поток проникает в эти дефекты постепенно. Например, связанная с линейным дефектом вертикальная линия проникновения магнитного потока, появляющаяся вблизи середины верхнего края плавно увеличивается в размерах по мере роста внешнего поля (рисунок 5.3.2). Тем не менее, постепенное проникновение бывает иногда нарушено внезапным появлением дендрита. И наоборот, распространение дендрита изменяется за счет взаимодействия с дефектами. Иллюстрация такого взаимодействия дефектов и дендритов представлена на рисунках 5.3.3 и 5.3.4.

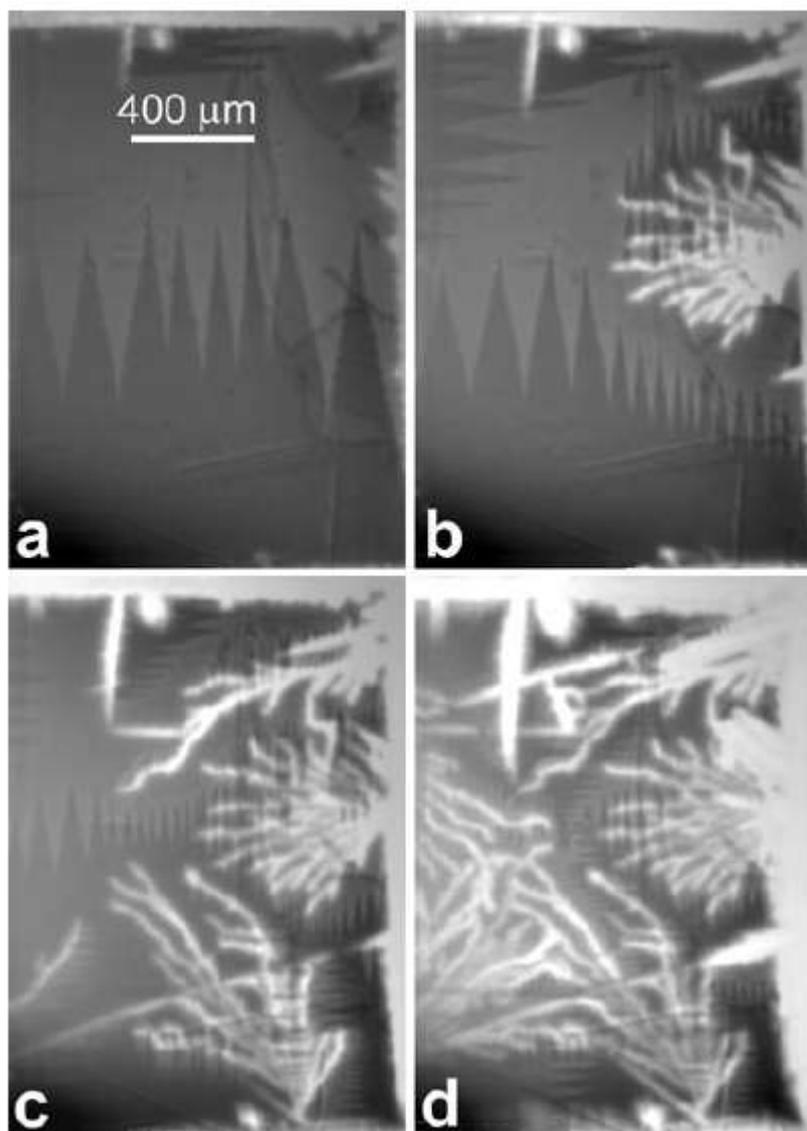


Рисунок 5.3.2 – МО изображения распределения магнитного потока в пленке  $Nb_3Sn$  при  $T=3,5$  К при последовательном увеличении магнитного поля (a) – 5,5; (b) – 8,5; (c) – 14,5; (d) – 26,3 мТл. Яркость изображения соответствует величине локальной плотности магнитного потока. Магнитный поток произвольно проникает в виде дендритных ветвей. Зигзагообразные линии – артефакты, вызванные доменной структурой МО индикаторной пленки

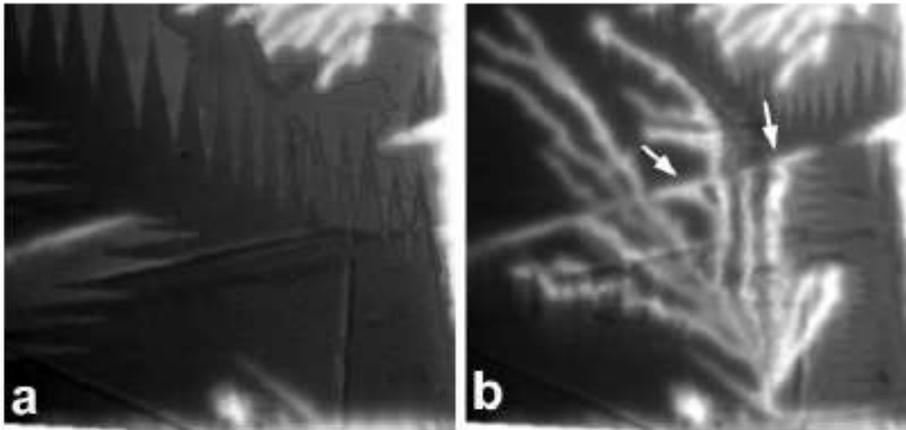


Рисунок 5.3.3 – МО изображение демонстрирует проникновение магнитного потока в области с линейным дефектом. Дендрит внезапно появляется при увеличении поля от 14 мТл (а) до 14,5 мТл (b). Некоторые из дендритных ветвей останавливаются на дефекте (показаны стрелками), другие проходят сквозь него

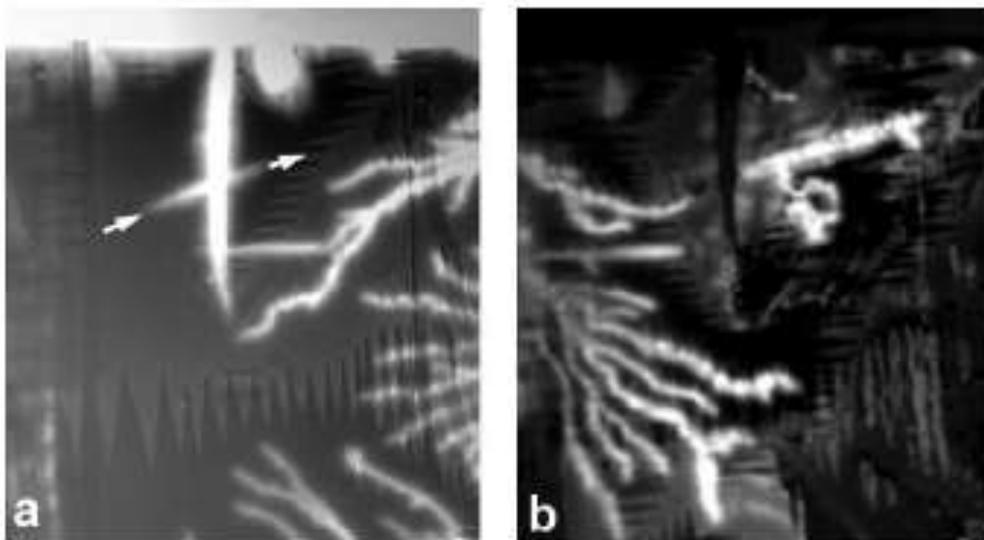


Рисунок 5.3.4 – Распространение дендрита вдоль линейного дефекта: (а) МО изображение при поле 20 мТл, (b) разница между изображениями, полученными при 20.7 и 20.0 мТл. На (b) видно, что одна из ветвей разорвана, т.е. поток проходит в изолированную область через дефект, показанный на (а) стрелками

На рисунке 5.3.3(a) показано МО изображение непосредственно перед первым проникновением дендритной лавины в нижней части пленки. Ясно виден линейный дефект, в который частично проник магнитный поток с правого и левого краев. Изображение (b) показывает ту же область пленки сразу после вхождения дендрита. Мы видим два сценария при достижении дендритными ветвями дефекта. Распространение некоторых ветвей внезапно останавливается дефектом, который «накачивается» магнитным потоком. Следовательно, мы обнаруживает такую же тенденцию, как и для обычного проникновения магнитного потока. А именно, поток предпочитает распространяться вдоль дефектов. С другой стороны, некоторые ветви дендритной структуры пересекают дефекты, как будто бы их нет. Из чего мы делаем предположение, о том, что различные ветви дендритного дерева не растут одновременно. Сначала первые ветви достигают дефекта и заполняют его потоком. После этого дефект перестает взаимодействовать с дендритными ветвями, которые просто проходят через него.

Другой тип взаимодействия дендрит-дефект представлен на рисунке 5.3.4, где изображение (a) показывает распределение плотности магнитного потока при 20 мТл. При увеличении поля на 0,7 мТл большая дендритная структура проникает слева. Изменение в распределении показано на изображении (b), которое получено путем вычитания двух последовательных МО изображений. Удивительно, что яркие области, которые показывают прохождение потока, оказываются разорваны. Отсюда возникает вопрос, как магнитный поток проник в изолированные области, которые видны в верхней половине изображения (b). Сравнение изображений (a) и (b) показывает, что изолированная часть связана с основной дендритной структурой через линейный дефект, отмеченный стрелками. Мы думаем, что этот дефект играет роль направляющей при распространении этой длинной дендритной ветви. Таким образом, поток движется сквозь дефект. В тоже время, плотность потока в дефекте не изменяется в том процессе, так как он остается черным на дифференциальной картинке.

После снятия приложенного магнитного поля в сверхпроводнике остается сильно неоднородный захваченный магнитный поток. На светлом фоне захваченного потока видны многочисленные "темные" дендриты. По-видимому, появление "темных" дендритов связано с лавинным проникновением в образец магнитного поля противоположного знака, появляющегося на краю пленки из-за наличия захваченного потока. Аннигиляция прямого и обратного поля по треку проникновения потока приводит к появлению темного дендрита на светлом фоне захваченного в сверхпроводнике потока.

Увеличение температуры, при которой проводятся исследования, приводит сначала к уменьшению концентрации дендритных образований и затем к полному прекращению появления дендритов. Так, при  $T > 8$  К появление дендритов не наблюдалось.

#### 5.4 Возникновение и подавление магнитных неустойчивостей в пленках NbN

Скачки магнитного потока, аналогичные наблюдаемым в пленках Nb<sub>3</sub>Sn были также обнаружены нами при исследовании пленок другого бинарного сплава ниобия – NbN.

Сверхпроводящие пленки NbN, полученные магнетронным напылением на поликоровую подложку, имели толщину 0,16 мкм и 0,29 мкм;  $T_c=14,2$  К и 15,0 К,  $J_c(4,2$  К; 0) $=10^6$  А/см<sup>2</sup> и  $1,4 \cdot 10^6$  А/см<sup>2</sup> соответственно. Намагниченность образца измерялась на вибрационном магнитометре PARS в диапазоне температур 4,2-8К с использованием проточного гелиевого криостата.

На рисунке 5.4.1 представлен пример кривой намагниченности  $M(H)$  для одной из исследованных пленок. Кривая  $M(H)$ , как и в случае пленок Nb<sub>3</sub>Sn демонстрирует сильную зашумленность, что указывает на наличие широкого спектра скачков магнитного потока.

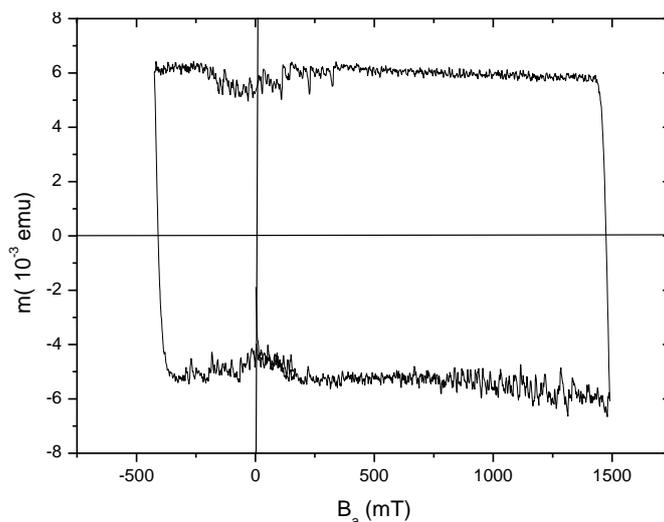


Рисунок 5.4.1 – Магнитный момент пленки NbN при  $T=4,2$  К как функция перпендикулярного магнитного поля

Проведенный Фурье- и автокорреляционный анализ зависимости  $M(H)$  показал наличие белого шума в данных. Отличия в величинах значимых гармоник составляет 3-5 раз, пики расположены плотно. Кроме того, спектры верхней и нижней части петли не имеют общих пиков. Хвост распределения – просто белый шум. Автокорреляционный анализ показывает малую взаимосвязь данных внутри генеральной совокупности. Коэффициент автокорреляции изменяется в диапазоне (-0,3;0,3). Это может говорить о том, что в основе изменения намагниченности лежит случайный процесс (ряд).

Обнаружен эффект подавления магнитных неустойчивостей при нанесение на сверхпроводник проводящей пленки. Так, на рисунке 5.4.2 представлены кривые  $M(H)$  для исходной пленки, а также для случаев пленки с однослойным и двухслойным алюминиевым фольгированным покрытием. Электрический контакт между пленкой и фольгой отсутствовал.

Отчетливо видно, что сильная магнитная неустойчивость, существовавшая в исходной пленке, исчезает при нанесении покрытия. Причиной наблюдаемого явления может быть электромагнитное торможение скачков потока и, как следствие, подавление термомагнитной неустойчивости.

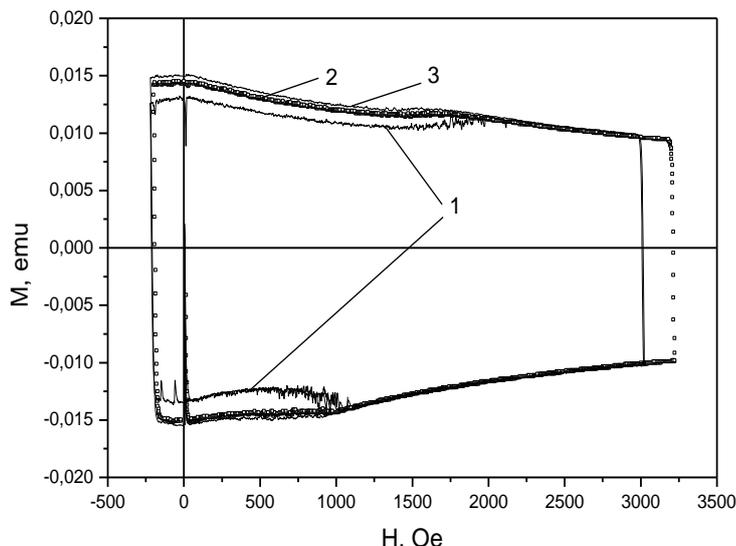


Рисунок 5.4.2 – Зависимость  $M(H)$  при  $T=4,2$  К для пленки NbN. 1 – без алюминиевого покрытия; 2 – однослойное покрытие из Al; 3 – двухслойное покрытие из Al

Влияние температуры на магнитные неустойчивости показано на рисунке 5.4.3, где представлены зависимости  $M(H)$  при  $T=4,2$ ; 4,7; 6,5 К. Видно, что увеличение температуры приводит к подавлению магнитных неустойчивостей и, как следствие, к увеличению величины намагниченности в диапазоне малых полей до 250 Гс, что согласно модели критического состояния может означать увеличение критического тока.

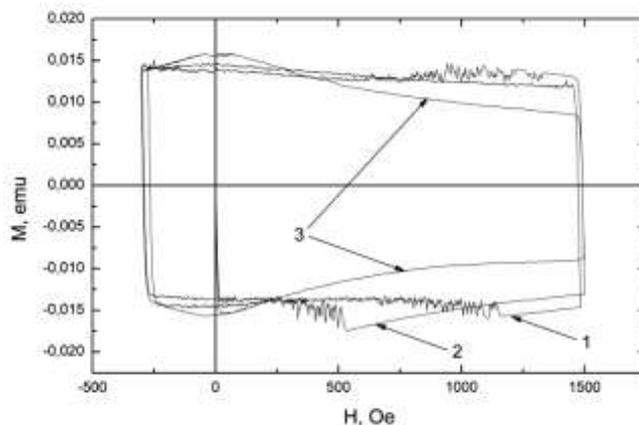


Рисунок 5.4.3 – Кривые  $M(H)$  при различных температурах: 1 – 4,2 К; 2 – 4,7 К; 3 – 6,5 К

Природу прыжков на кривой намагниченности можно прояснить с помощью магнито-оптической визуализации динамики распределения магнитного потока. Образцы крепились на охлаждаемый держатель оптического криостата, на них помещалась индикаторная пленка, после чего образцы охлаждались до температур 3.5–8 К в нулевом магнитном поле. Перпендикулярное магнитное поле прикладывалось со скоростью 0.5 Э/сек. Для низких полей практически весь сверхпроводник находится в Мейсснеровском состоянии, на что указывает отсутствие яркости на индикаторной пленке. При увеличении поля поток плавно проникает, начинаясь преимущественно со слабых области вдоль краев. При поле первого прыжка  $H_{fj} \approx 10$  Э происходит внезапное проникновение относительно большой магнитной структуры (см. рисунок 5.4.4). Дальнейшее увеличение магнитного поля приводит к формированию все больших дендритных структур, входящих одна за другой. В итоге, по достижению поля 28 Э, магнитные дендриты заполняют почти всю площадь пленки. Дальнейший рост поля приводит вхождению новых дендритов с большей плотностью магнитного потока. Эти новые дендриты распространяются поверху уже существующих (рис. при поле 100 Э). Отметим, что наклонные линии проникновения магнитного потока вблизи краев имеют другую природу, а именно, из-за дефектов полировки подложки.

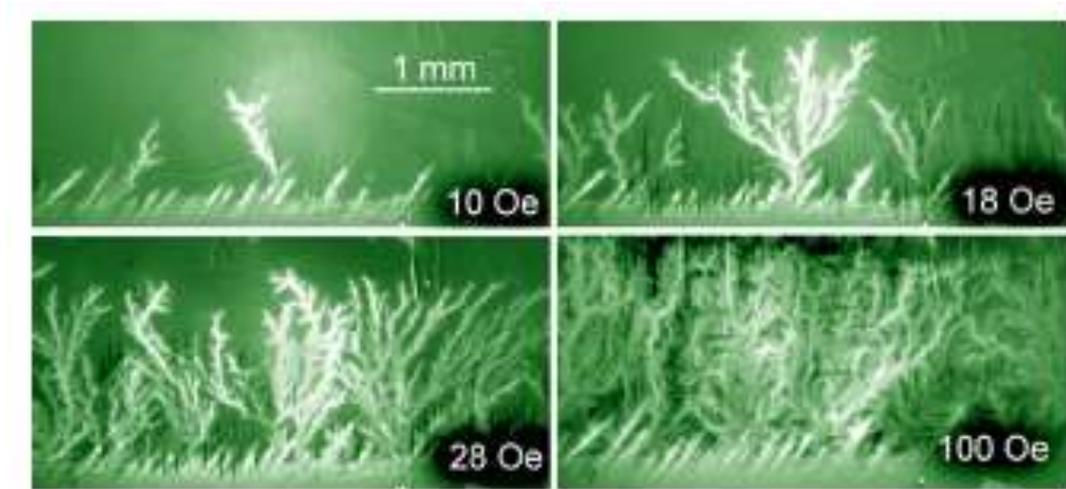


Рисунок 5.4.4 – МО изображения распределения магнитного потока в пленке толщиной 0,29 мкм при увеличении магнитного поля при  $T=3,5$  К. Яркость изображения пропорциональна величине магнитного поля

Наиболее общие особенности дендритной неустойчивости в пленках NbN напоминают ранее наблюдаемые на других материалах. Дендриты распространяются в пленке быстрее чем за 1 м/сек, что является быстрым действием камеры, записывающей МО изображение. Фактически, мы ожидаем, что распространение значительно быстрее, как это было показано на

сверхбыстрых наблюдениях дендритного проникновения в пленках YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> and MgB<sub>2</sub> [221]. Другая особенность заключается в том, что дендритная структура, однажды сформировавшись, остается замороженной и не растет далее при последовательном увеличении магнитного поля. Кроме когда эксперимент повторяется в одинаковых условиях, точно таком же поле картинны формирования дендритов никогда не повторяются.

В наших пленках дендритная нестабильность наблюдалась только ниже  $T^*=5.5$  К, в то время как аналогичная пороговая температура для MgB<sub>2</sub> была 10 К [222, 223]. Выше этой пороговой температуры проникновение потока всегда пространственно ровно и постепенно во времени. Нестабильность исчезает не только когда  $T > T^*$ , а также когда поле становится достаточно большое:  $H > H^*$ . Наши результаты ясно показывают, что величина порога по полю зависит от направления развертки поля. Мы предполагаем, что этот является следствием аннигиляции вихрей, которая имеет место только в случае уменьшения поля. Действительно, при увеличении  $H$  экранирующие токи генерируют вблизи края пленки сильное размагничивающее поле того же знака, что и  $H$ . Однако, при уменьшении  $H$ , направление экранирующих токов и размагничивающего поля становятся противоположны. Как следствие, мы полагаем, что поле на краю пленки  $\sim H - H_p / n$  будет отрицательным, так как размагничивающий фактор пленок  $n \approx 10^{-3}$ , в то время как поле проникновения  $H_p \approx 50$  Э.

Это отрицательное внешнее поле лишь слегка проникает вглубь, что приводит к появлению вблизи края линии, где встречаются вихри и антивихри [224-226]. Их аннигиляция высвобождает дополнительную энергию, которая может способствовать запуску нестабильностей [227]. Следовательно, можно полагать, что дендритная нестабильность имеет место в более широком диапазоне внешних полей на ниспадающей полевой ветви, по сравнению с восходящей ветвью.

Существование порогового поля  $H^*$  ранее было отмечено в исследованиях намагниченности пленок MgB<sub>2</sub> [228]. Наши наблюдения асимметрии для повышающегося и понижающегося поля также находятся в согласии с результатами работы [224], где дендритные скачки были обнаружены только при уменьшении  $H$ . Интересно, что в течение дендритного роста зона аннигиляции может проникать достаточно глубоко в пленку. Это подтверждается наблюдениями «отрицательного» потока в дендритном коре, который распространяется в пленку, содержащую положительный поток при уменьшении  $H$  [209].

Рисунок 5.4.5 показывает МО изображения самого первого дендрита, сформировавшегося в пленке толщиной 0.29 мкм для четырех экспериментов при слегка различных температурах. Эти дендриты формировались также при различных полях первого прыжка  $H_{fj}$ , причем видна ясная тенденция увеличения  $H_{fj}$  с ростом температуры.

Дендриты, сформированные при больших температурах  $T$  и  $Hf_j$  также имеют больший размер более разветвлены. Также отметим, что кривая  $M(H)$  на рисунке 5.4.3 (нижняя часть) показывает увеличивающиеся большие прыжки при достижении поля  $H^*$ . Следовательно, общая тенденция такова, что дендритная структура имеет максимальный размер, когда система близка к пределу стабильности, т.е. для  $H \approx H^*$  или  $T \approx T^*$ .

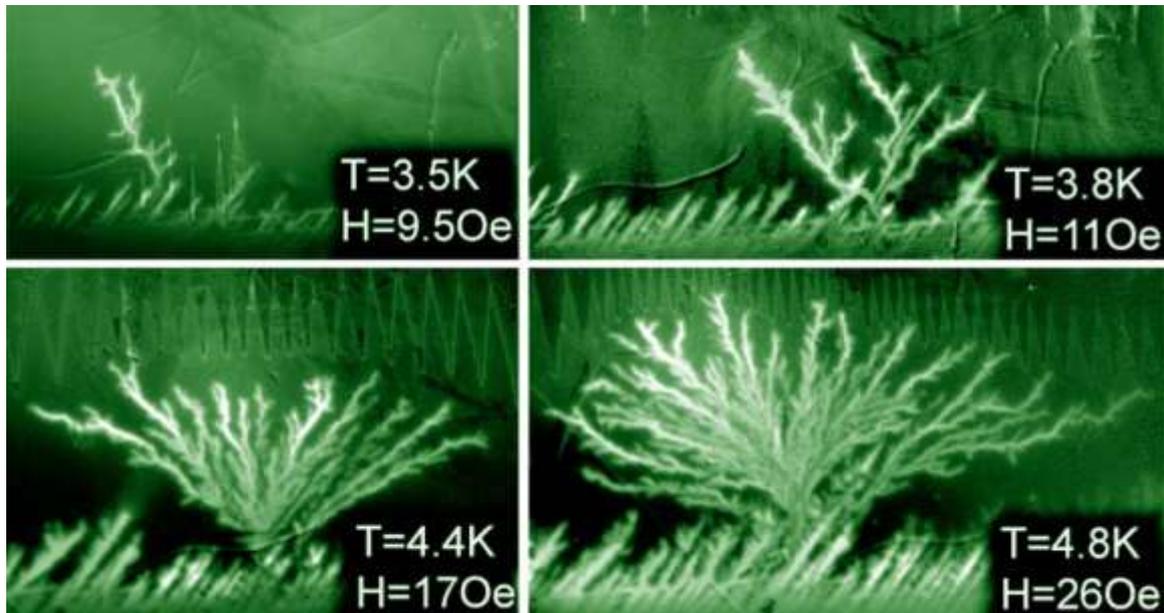


Рисунок 5.4.5 – МО изображения первого дендрита при увеличении температуры

Для количественного определения изменений морфологии разветвленной структуры магнитного потока, мы провели фрактальный анализ их формы.

МО картинки были дискретизированы для получения кластера пикселей, содержащих дендритную структуру. Пиксель принадлежал кластеру если плотность потока, усредненная на его площади  $10 \times 10 \text{ мкм}^2$ , превышала некоторую величину  $H_{\min} \sim 15 \text{ Э}$ . Эта площадь соответствовала 4 физическим пикселям цифровой камеры ряда  $1280 \times 1024$ . Морфология кластера хорошо воспроизводила кажущуюся дендритную форму, видимую магнитооптически, так как корень всех дендритных ветвей имеет в основном схожую величину потока, как обсуждалось в ссылке [224]. Мы вычислили число пикселей  $N(R)$ , которое попадает в круг радиусом  $R$  с центром на корне дендрита. За корень был принят пиксель в кластере, который находится ближе всего к краю образца (линейная структура потока вблизи края была исключена из анализа). Если дендритная структура описывается степенным законом  $N \sim R^D$ , показатель степени дает фрактальную размерность кластера  $D$  [229]. На рисунке 5.4.6 показано обобщение результатов. Размерность меняется от приблизительно единицы при низшей температуре до  $D=1.77$  для наиболее разветвленной структуры при 4,8 К. Ошибка по  $D$  была найдена путем варьирования  $H_{\min}$ , так что общее число пикселей в кластере менялось в 2 раза.

При вычислении размерности область  $R < 0.2$  мм игнорировалась, что из-за произвольности выбора центра круга. Отметим, что более разветвленные дендриты с большим значением  $D$  всегда имеют большую площадь.

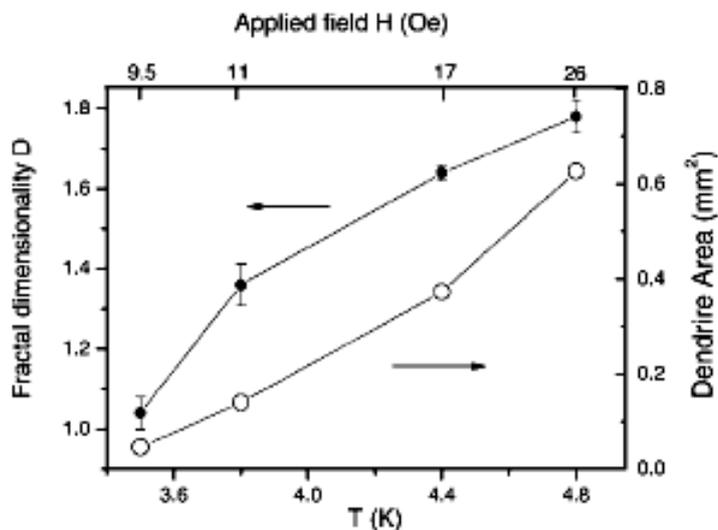


Рисунок 5.4.6 – Фрактальная размерность и общая площадь первого дендрита как функция температуры или магнитного поля

Аналогичная температурная морфология дендритов ранее наблюдалась для Nb [206, 215] и MgB<sub>2</sub> [222]. Различная степень ветвления также была получена в результате численного моделирования, принимая во внимание тепло, генерируемое во время движения потока [222, 220], что предполагает термическую природу неустойчивости. Таким образом, наши результаты дают количественное измерение фрактальной размерности  $D$ ; показывают, что  $D$  и площадь дендритов увеличивается одновременно; этот рост имеет место, когда приближается порог неустойчивости  $H^*(T)$  либо изменяя  $T$ ,  $H$ . Отметим, что аналогичные результаты были получены в более поздней работе по исследованию магнитных неустойчивостей на пленках NbN [331].

Существенное влияние температуры на появление и фрактальную размерность дендритов указывает на термическую природу наблюдаемой магнитной неустойчивости. Такой вывод также в [420-422] на основе подробного анализа экспериментальных данных, прямых измерений температуры в коре дендрита и сравнения экспериментальных данных с результатами теоретических рассмотрений локальных термомагнитных неустойчивостей.

## 5.5 Заключение и выводы по Главе 5

1. С помощью магнитооптической методики и измерения намагниченности исследованы особенности входа и выхода магнитного потока в тонких пленках низкотемпературного сверхпроводника Nb<sub>3</sub>Sn при изменении внешнего магнитного поля. Впервые обнаружено проникновения магнитного потока в пленки Nb<sub>3</sub>Sn в виде лавинного роста магнитных дендритов.

2. Получены экспериментальные данные, характеризующие появление и подавление магнитных неустойчивостей в сверхпроводнике NbN. На основе измерений намагниченности установлено, что экранирование пленки нормальным металлом, а также увеличение температуры приводит сначала к уменьшению, а затем коллапсу магнитополевой области существования дендритных неустойчивостей. Показано, что ниже 5.5 К поток проникает в виде лавинных дендритных структур. Кривые намагниченности в этом режиме проявляют чрезвычайно зашумленное поведение. Стабильность восстанавливается либо выше пороговой температуры, либо приложенного магнитного поля  $H^*$ , причем значение  $H^*$  меньше в случае увеличения поля, чем в случае его уменьшения.

3. Установлено, что как размер дендритов, так и их морфология сильно зависят от температуры. Фрактальный анализ первого дендрита, входящего в чистую пленку показал, что дендриты, формирующиеся при больших температурах имеют большую фрактальную размерность.

4. Показано, что магнитные неустойчивости в сверхпроводящих пленках могут приводить к явлению инверсной зависимости критического тока от температуры – увеличению критического тока при росте температуры.

## Глава 6 Особенности магнитных и транспортных характеристик сверхпроводящих композитов

В предыдущих главах диссертации были представлены результаты исследований влияния нанодобавок и радиационных дефектов на магнито-транспортные характеристики модельных поликристаллических и пленочных образцов различных сверхпроводящих соединений. Вместе с тем, в реальных электротехнических приложениях используются токонесущие композиционные проводники. Сложная внутренняя архитектура токонесущих композитов, выражающаяся, например, в наличии нормальной проводящей матрицы, в которую инкорпорированы сверхпроводящие жилы (НТСП провода, 1G ВТСП провода) или большое число буферных слоев на металлической подложке с различными магнитными свойствами (2G ВТСП провода), безусловно оказывает влияние свойства сверхпроводящего композита в целом. В настоящей главе представлены результаты исследований, указывающих существенное влияние внутренней архитектуры СП композитов на магнитные и транспортные характеристики (на примере ряда НТСП и ВТСП композитов, существенно отличающимися друг от друга строением и начальными характеристиками). Приводятся результаты измерений и анализа намагниченности и гистерезисных потерь в ниобий-оловянных многоволоконных сверхпроводящих композитов (СМК), представлены и обсуждены результаты исследований транспортных характеристик на переменном токе СМК на основе ВТСП  $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ . Описаны результаты измерений намагниченности и критического тока ВТСП лент второго поколения в широком диапазоне температур 4,2-77 К и магнитных полей до 14 Тл, результаты локальных магнитных исследований ВТСП лент методом магнитооптики. Также приведены некоторые результаты исследования влияния плазменного кумулятивного воздействия, при котором наблюдается повышение критического тока ВТСП композитов. Будет показано, что все полученные результаты локальных и интегральных исследований магнитных и транспортных свойств сверхпроводящих композитов дают информацию об особенностях внутреннего строения и дефектного состояния исследованных образцов.

### 6.1 Намагниченность и гистерезисные потери в сверхпроводящих многоволоконных композитах на основе $Nb_3Sn$

Ниобий оловянные многоволоконные сверхпроводящие композиты являются одним важным материалом для создания магнитных систем с большими значениями напряженности магнитного поля. Для успешного применения таких СМК в магнитных системах необходимо добиться, кроме высоких критических токов  $I_c$ , достаточно низкого уровня электрических

потерь. Основными составляющими полных потерь в СМК, работающих в переменных полях или на переменном токе, являются гистерезисные потери, обусловленные перемагничиванием сверхпроводящих волокон, и коллективные потери, определяемые условиями перетекания экранирующих токов через матрицу СМК. Как свидетельствуют многочисленные эксперименты и теоретические расчеты, при малых скоростях изменения магнитного поля (что соответствует реальному режиму работы магнитных систем) гистерезисные потери преобладают [235].

В настоящем разделе приведены результаты измерений и расчета гистерезисных потерь в ниобий-оловянных СМК с различным числом волокон при циклическом изменении магнитного поля в интервале  $\pm 3T_l$ . На основе сравнения и анализа расчетных и экспериментальных данных будет показано, что технологические дефекты внутреннего строения проводников приводят к существенному увеличению значений гистерезисных потерь. Также впервые установлен универсальный характер зависимости величины нормированных гистерезисных потерь от амплитуды магнитного поля носит универсальный характер.

### 6.1.1 Образцы и методы измерений

Для исследований были отобраны ниобий-оловянные СМК, изготовленные по бронзовой технологии [235]. Они имели диаметр  $D_w=0.8$  мм и содержали от  $N_f=4675$  до 25531 ниобиевых волокон в бронзовой матрице ( $Cu - 13.5 \text{ мас.}\% Sn$ ), отделенной от стабилизирующей медной оболочки танталовым барьером. Шаг твиста составлял  $L_p=(10\div 12)$  мм. Диффузионный отжиг, необходимый для формирования сверхпроводящей фазы  $Nb_3Sn$ , проводился в вакууме при  $T=(560\div 650)^\circ C$  в течении 350 часов. Параметры СМК приведены в таблице 6.1.1.

Образцы, использовавшиеся для измерения гистерезисных потерь, представляли собой незамкнутые однослойные спирали СМК с внутренним диаметром 6 мм и длиной 4 см. Такая форма образцов обеспечивает перпендикулярность внешнего магнитного поля (которое было параллельно оси спирали) и композита на всей длине последнего. При измерении намагниченности и гистерезисных потерь использовался метод интегрирования магнитного потока, описанный в разделе 2.2.3.

Таблица 6.1.1 Параметры сверхпроводящих многоволоконных композитов

№ композита	П14/4	П16/7	П2/14	П3/25
Диаметр композита $D_w$ , мм	0.8	0.8	0.8	0.8
Число волокон $N_f$	4675	7225	14641	25531
Шаг твиста $L_p$ , мм	10	10	12	12
Содержание меди в композите, %	64.0	60.0	51.5	51.4
Диаметр волокон до отжига $D_f$ , мкм	3.5	2.9	2.5	2.2
Среднее расстояние между волокнами до отжига, мкм	1.6	1.3	1.0	0.8
Коэффициент заполнения композита сверхпроводником $\eta$	0.22	0.24	0.28	0.40
Критический ток $I_c$ ( $B = 3$ Тл), А	380	360	770	1170
Критический ток $I_c$ ( $B = 12$ Тл), А	66	100	103	131

### 6.1.2. Результаты измерений

По методу Фитца для каждого из образцов регистрировались кривые намагничивания при циклическом изменении индукции магнитного поля в интервале  $-B_m < B < +B_m$ , где  $B_m \leq 3$  Тл - максимальная величина  $B$  в цикле. В использованном диапазоне скоростей развертки магнитного поля форма и размеры петли гистерезиса (для данного образца) не изменялись, тогда как для образцов, изготовленных из СМК с различным числом волокон, форма и (или) площадь петли гистерезиса варьировались очень сильно. Примеры петель гистерезиса представлены на рисунках 6.1.1.

Удельные (в единице объема композита) гистерезисные потери  $Q_h$  за цикл равны площади петли гистерезиса:

$$Q_h = \int_{-B_m}^{+B_m} \Delta M(H) dH = \mu_o^{-1} \int_{-B_m}^{+B_m} \Delta M(B) dB \quad (6.1.1)$$

где  $\Delta M$  - ширина петли гистерезиса,  $B$  - индукция внешнего магнитного поля,  $\mu = 4\pi 10^{-7}$  Гн/м. Результаты измерений приведены в таблице 6.1.2. Видно, что при  $B_m = const$  величина  $Q_h$  возрастает с ростом числа волокон в композите  $N_f$  и, начиная с  $N_f = 14641$ , превышает при  $B_m = 3$  Тл уровень 200 мДж/см. Увеличение амплитуды магнитного поля  $B_m$  от 0 до 3 Тл ведет к монотонному росту  $Q_h$ . Зависимости  $Q_h$  от  $B_m$  для различных СМК изображены на рисунке 6.1.2.

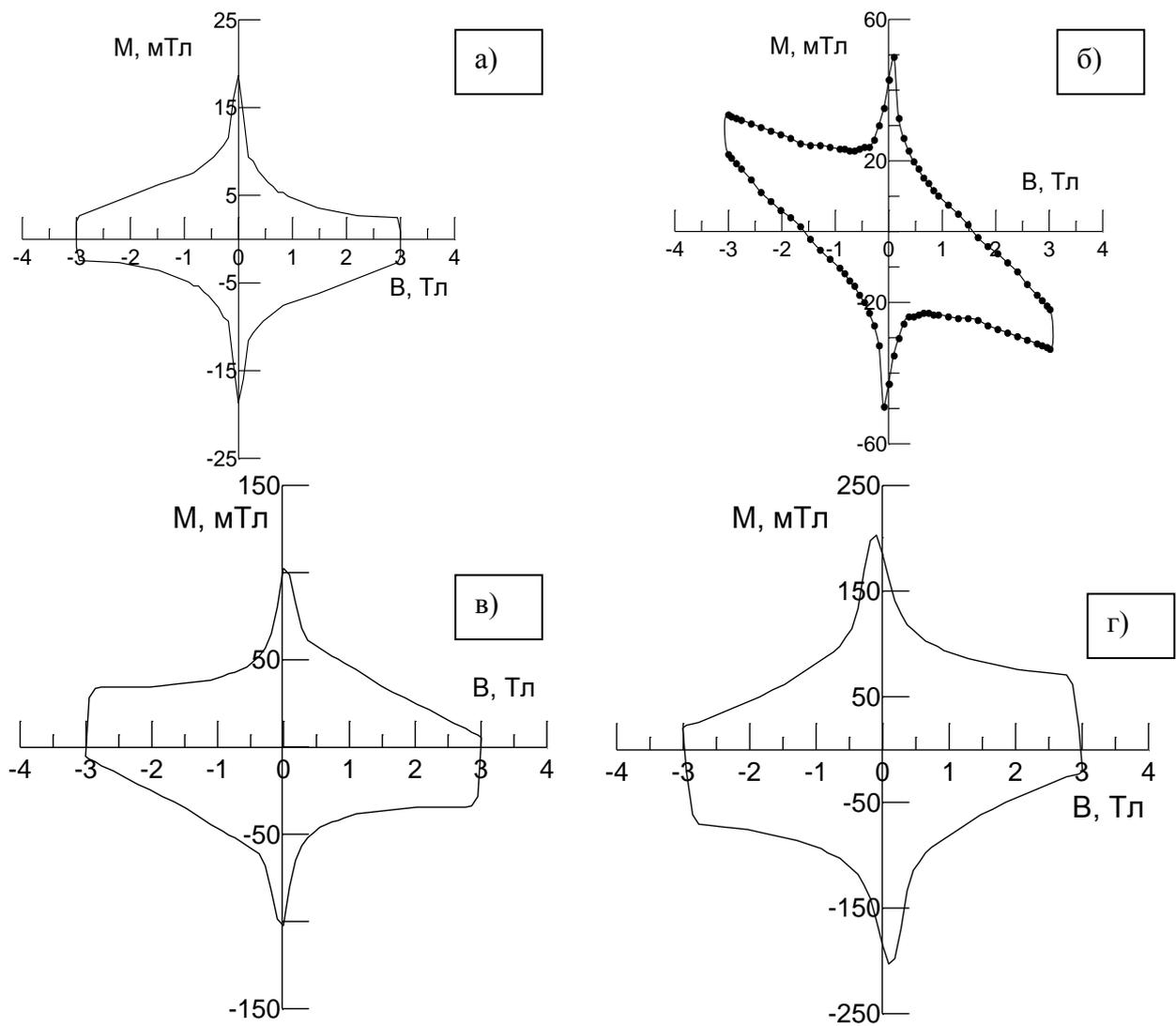


Рисунок 6.1.1 – Кривые намагниченности СМК: а) - П14/4, б) - П16/7; в) - П2/14; г) - П3/25

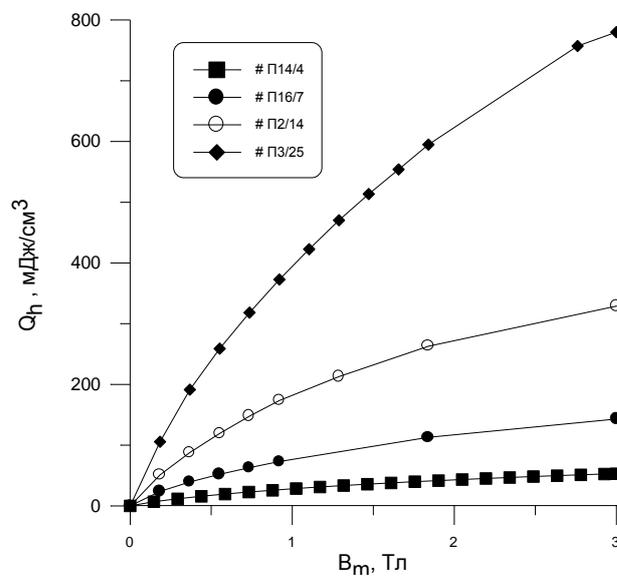


Рисунок 6.1.2 – Зависимости гистерезисных потерь от амплитуды магнитного поля для композитов с разным числом волокон

### 6.1.3. Расчет гистерезисных потерь

Гистерезисные потери в СМК могут быть оценены с достаточно хорошей точностью (10 - 20 %) в рамках простой теоретической модели (см., например, [374]), основанной на предположениях 1) об аддитивном вкладе сверхпроводящих волокон в полную величину потерь и 2) о применимости модели критического состояния к расчету намагниченности волокон. Необходимым условием для проведения теоретической оценки является знание следующих параметров: диаметра композита  $D_w$ , шага твиста  $L_p$ , диаметра волокон  $D_f$ , полного числа волокон в композите  $N_f$  (или коэффициента заполнения композита сверхпроводником  $\eta = N_f D_f^2 / D_w^2$ ), а также зависимости критического тока композита  $I_c$  (или критической плотности тока  $J_c$  в волокнах) от индукции магнитного поля  $B$  в диапазоне  $0 < B < B_m$ , где  $B_m$  - максимальная величина  $B$  в цикле  $-B_m < B < +B_m$ , для которого делается оценка гистерезисных потерь.

Изложим кратко основные формулы, которые используются для оценки гистерезисных потерь в композитах, помещенных в перпендикулярное внешнее поле [374]. Поскольку в подавляющем большинстве случаев справедливо неравенство  $D_w \ll L_p$ , то в очень хорошем приближении можно считать, что магнитное поле перпендикулярно всем волокнам в композите. Далее, для практических целей обычно представляют интерес потери в больших магнитных полях  $B_m > 1$  Тл. Эта величина  $B$  значительно превышает индукцию так называемого поля полного проникновения  $B_p$ , которая определяется формулой

$$B_p = \mu_0 J_c(B) D_f / \pi \quad (6.1.2)$$

Действительно, для типичных значений  $D_f \approx 1$  мкм и  $J_c \approx 10^6$  А/см<sup>2</sup> имеем  $B_p = (10^{-3} \div 10^{-2})$  Тл. При  $B > B_p$  все жилы находятся в насыщенном состоянии, то есть плотность тока в них по абсолютной величине равна  $J_c$ . Если считать, что  $J_c$  не зависит от  $B$  (модель Бина), то при  $B_m \gg B_p$  потери  $Q'_h$  за полный цикл  $-B_m < B < +B_m$  в единице объема волокна определяются формулой

$$Q'(B_m) = (8/3\pi) J_c D_f B_m \quad (6.1.3)$$

Для реальных сверхпроводников (и тем более при больших значениях  $B_m$ ) приближение  $J_c(B) = const$  является очень грубым. Учет зависимости  $J_c(B)$  приводит к изменению формулы (6.1.3):

$$Q'_h(B_m) = (8/3\pi) D_f \int_0^{B_m} J_c(B) dB \quad (6.1.4)$$

Для определения гистерезисных потерь  $Q_h$  в единице объема композита (без учета  $Cu$ ) следует умножить величину  $Q'$  на коэффициент заполнения композита сверхпроводником  $\eta$  (см. выше):

$$Q_h(B_m) = (8/3\pi) \eta D_f \int_0^{B_m} J_c(B) dB \quad (6.1.5)$$

Использование формулы (6.1.5) приводит к относительной ошибке, имеющей порядок величины  $\max\{D_w/L_p; B_p/B_m\}$ , что, как правило, сравнимо с погрешностью определения  $J_c(B)$  и, следовательно, вполне приемлемо.

Основным препятствием на пути расчета  $Q_h$  по формуле (6.1.5) является отсутствие данных о  $J_c$  в слабых магнитных полях (критические токи при  $B \rightarrow 0$  очень велики и их измерение резистивным методом осложнено). Чтобы обойти это затруднение, можно использовать следующий прием. Введем в рассмотрение величину  $Q_h^o(B_m)$ , определяемую формулой

$$Q_h^o(B_m) = (8/3\pi)\eta D_f B_m J_c(B_m) \quad (6.1.6)$$

Величина  $Q_h^o(B_m)$ , как видно из сравнения (6.1.5) и (6.1.6), дает заниженное значение  $Q_h(B)$ , так как  $J_c$  убывает с ростом  $B$ . Между тем, при  $B_m \geq 3$  Тл величина  $J_c(B)$ , как правило, доступна измерению, и поэтому  $Q_h^o(B_m)$  можно легко найти. Для определения  $Q_h(B_m)$ , по известной величине  $Q_h^o(B_m)$  очень удобно использовать результаты экспериментальных измерений намагниченности  $M$  как функции  $B$ . Так как величина  $\Delta M(B)$ , согласно концепции критического состояния, прямо пропорциональна  $J_c(B)$ , а  $Q_h$  представляет собой полную площадь  $S$  под кривой намагничивания, то  $Q_h(B_m)$ , можно представить в виде

$$Q_h(B_m) = Q_h^o(B_m) \times S/S_o \quad (6.1.7)$$

где  $S_o$  - площадь части кривой намагничивания, ограниченной сверху и снизу прямыми  $M_o = M(\pm B_m)$ .

Приведем пример расчета гистерезисных потерь для композита П14/4. Параметры композита (см. таблицу 6.1.1.):  $D_f = 0.8$  мм;  $L_p = 10$  мм;  $D_f = 3.5$  мкм;  $N_f = 4675$ ;  $\eta = 0.22$ ;  $I_c = 380$  А при  $B = 3$  Тл; плотность критического тока в волокнах  $J_c = 8.5 \cdot 10^5$  А/см<sup>2</sup> при  $B = 3$  Тл. Расчет по формуле (6.1.2) дает  $B_p = 12$  мТл при  $B = 3$  Тл. При уменьшении  $B < 3$  Тл величина  $B_p$ , конечно, возрастает (так как  $J_c$  увеличивается), но условие  $B_p \ll B$  остается справедливым практически во всем диапазоне  $-B_m < B < +B_m$  за исключением узкого интервала полей вблизи  $B = 0$ . Поскольку неравенство  $D_w \ll L_p$  также выполняется, то для оценки гистерезисных потерь можно использовать формулы (6.1.6) и (6.1.7).

При  $B_m = 3$  Тл из (6.1.6) получим  $Q_h^o(B_m) = 16.9$  мДж/см. Отношение  $S/S_o = 2.28$  берем из экспериментальных кривых намагничивания. Из (6.1.7), с учетом расчетного значения величины  $Q_h^o(B_m)$ , получим  $Q_h(B_m) = 38.5$  мДж/см<sup>3</sup>. Экспериментальное значение  $Q_h(B_m)$  в образце, для которого проводился расчет, составляет  $53 \pm 10$  мДж/см<sup>3</sup>, то есть чуть больше теоретического. Еще раз подчеркнем, что теоретически (с использованием лишь экспериментального значения  $J_c$  при  $B_m = 3$  Тл) была рассчитана только величина  $Q_h^o(B_m)$ , а при определении  $Q_h(B_m)$  по формуле (6.1.7) были использованы результаты измерений кривой

намагничивания (откуда мы брали отношение  $S/S_0$ ). Полный теоретический расчет потерь может быть выполнен только при условии, что известны зависимости  $I_c$  или  $J_c$  от  $B$  во всем диапазоне  $0 < B < B_m = 3$  Тл. В силу сказанного, полученное нами теоретическое значение  $Q_h(B_m)$  должно рассматриваться как оценочное, и поэтому соответствие теории с экспериментом можно считать достаточно хорошим (при расчете гистерезисных потерь в ниобий-оловянных СМК теория, как правило, приводит к заниженной величине потерь [274]).

Аналогично были рассчитаны гистерезисные потери в остальных композитах. Результаты расчета приведены в таблице 6.1.2.

Таблица 6.1.2 Результаты измерений и расчета гистерезисных потерь композитов с разным числом волокон

№ композита	П14/4	П16/7	П2/14	П3/25
Измеренные величины гистерезисных потерь за цикл $\pm 3$ Тл $Q_h$ , мДж/см <sup>3</sup>	53 $\pm$ 10	143 $\pm$ 15	329 $\pm$ 33	778 $\pm$ 70
$Q^*_h(B_m)$ , мДж/см <sup>3</sup> (расчет)	16.9	13.4	19.3	26.7
$S/S_0$ (расчет)	2.28	2.78	1.76	1.75
$Q_h(B_m)$ , мДж/см <sup>3</sup> (расчет)	38.5	36.5	33.7	46.7
Диаметр волокон до отжига $D_f$ , мкм	3.5	2.9	2.5	2.2
Эффективный диаметр волокон, $D_{eff}$ (расчет при $B=3$ Тл)	5.0	11.3	23.6	36.0
Усредненный эффективный диаметр волокон $D^*_{eff}$ , мкм	4.9	11.4	24.0	36.0
Средний диаметр стренда $D_s$ , мкм	47	38	38	36

#### 6.1.4 Обсуждение и анализ результатов

Видно, что ближе всего к эксперименту находится расчетное значение  $Q_h$  в композите П14/4 с наименьшим числом волокон  $N_f = 4675$ , в то время как различие между расчетными и измеренными значениями  $Q_h$  в остальных СМК весьма значительно и резко увеличивается с ростом  $N_f$ . Такое сильное расхождение теории с экспериментом говорит о том, что не все исходные предположения, которые были использованы при расчетах, справедливы для описания гистерезисных потерь в композитах с большим числом волокон. Что касается предположения о применимости модели критического состояния, то нет достаточно веских аргументов сомневаться в ее справедливости, поскольку эта модель обладает достаточно большой степенью общности (по крайней мере в той ее форме, которая учитывает зависимость  $J_c(B)$ ).

По-видимому, неверным является предположение об аддитивном вкладе сверхпроводящих волокон в полную величину потерь. Эта аддитивность действительно может нарушаться (и подобные явления в физике СМК известны [236-239]), если волокна пересекаются или между ними имеется эффект близости. "Взаимодействие" волокон может приводить к резкому росту гистерезисных потерь, так как вместо независимых волокон возникает одна или несколько областей, каждая из которых представляет собой группу из большого числа волокон. Эффективный диаметр этих областей  $D_{eff} > D_f$  зависит, вообще говоря, от  $B$  [239] и может быть найден по формуле:

$$D_{eff}(B) = (3\pi/4)\Delta M(B)/\eta J_c(B). \quad (6.1.8)$$

Усредненную, не зависящую от  $B$  величину  $D_{eff}^*$  для цикла  $-B_m < B < +B_m$  можно также определить по формулам (6.1.6) и (6.1.7), заменяя в (6.1.6) геометрический диаметр волокна  $D_f$  на  $D_{eff}^*$  и приравнивая расчетное значение  $Q_h(B_m)$  к экспериментальному (так как последнее всегда больше расчетного, см. таблицу 6.1.2, то  $D_{eff}^* > D_f$ ):

$$D_{eff}^* = Q_h(B_m) (3\pi S_o / 8 \eta S B_m J_c(B)). \quad (6.1.9)$$

Важно отметить, что найденная по формуле (6.1.9) величина  $D_{eff}^*$  соответствует усредненной по диапазону  $0 < B < B_m$  величине  $D_{eff}(B)$ , так как  $D_{eff}$  (в отличие от  $D_f$ ) может зависеть от  $B$  (см. (6.1.8)). Так, например, в ниобий-титановых СМК с субмикронными волокнами большая величина  $D_{eff}(B)/D_f$  в слабых полях обусловлена эффектом близости между отдельными волокнами [239]; при этом увеличение  $B$  ведет к экспоненциальному (по  $B$ ) уменьшению отношения  $D_{eff}(B)/D_f$ , которое при  $B=1$  Тл оказывается на несколько порядков меньше, чем при  $B=0$ , что связано с быстрым подавлением эффекта близости в магнитном поле. Таким образом, различие между усредненной величиной  $D_{eff}^*$ , определенной по результатам измерения  $Q_h(B_m)$  с использованием формулы (5.1.9), с одной стороны, и величиной  $D_{eff}(B_m)$ , найденной по экспериментальным значениям  $\Delta M(B_m)$  и  $J_c(B_m)$ , с другой стороны, свидетельствует о сильной зависимости  $D_{eff}$  от  $B$ . А это, в свою очередь, является прямым указанием на определяющую роль эффектов близости (то есть бесконтактного электромагнитного взаимодействия сверхпроводящих волокон) в механизме увеличения  $D_{eff}$ .

Подчеркнем, что отличие  $D_{eff}$  от  $D_f$  приводит к увеличению поля полного проникновения  $B_p$ , определяемого формулой (6.1.2), поскольку в этой формуле  $D_f$  следует заменить на  $D_{eff} > D_f$ . Как следствие, величина  $B_p$  существенно возрастает (в СМК П2/14 и П3/25 с большим числом волокон - на порядок) и при  $B=3$  Тл превышает 0.1 Тл (в слабых полях  $B_p$  еще больше, так как  $J_c$  выше). Такое резкое увеличение  $B_p$  ведет к ухудшению соответствия между экспериментальными и рассчитанными по формулам (6.1.6) и (6.1.7) значениями гистерезисных потерь в слабых ( $B < 0.5$  Тл) магнитных полях.

Что же показали расчеты, выполненные для исследованных нами СМК? Оказалось, что равенство  $D_{eff}^* = D_{eff}(B_m)$  выполняется с очень хорошей точностью в каждом СМК, хотя значения  $D_{eff}^*$  в различных СМК существенно различаются, см. таблицу 6.1.2. Следовательно, эффективный диаметр волокон  $D_{eff}$  не зависит от  $B$  и одинаков как в слабых, так и в сильных полях. Значит, большая величина  $D_{eff}$  связана не с эффектом близости, а с пересечением и (или) частичным слипанием волокон на стадии синтеза СМК. Учитывая, что волокна изначально распределены по СМК неоднородно и образуют связки-стренды, можно предположить, что эффективный диаметр волокна  $D_{eff}$  находится в пределах  $D_f < D_{ef} < D_s$ , где  $D_s$  - средний диаметр одного стренда. Чем больше число пересечений волокон в пределах стренда, тем ближе  $D_{eff}$  к  $D_s$ . Значения  $D_s$  приведены в таблице 6.1.2. Видно что  $D_{eff}$  увеличивается с ростом  $N_f$ , а в образце ПЗ/25 с  $N_f=25531$  величины  $D_{eff}$  и  $D_s$  практически равны (тогда как в образце П14/4 с  $N_f=4675$  значение  $D_{eff}$  близко к геометрическому диаметру волокон  $D_f$ ).

Таким образом, наиболее вероятная причина увеличения гистерезисных потерь с ростом числа волокон в ниобий-оловянных (в отличие от ниобий-титановых [239]) СМК заключается, по-видимому, в "технологическом слипании" волокон в конкретных исследуемых композитах. Поэтому одной из главных задач нам представляется поиск путей обеспечения относительной изоляции сверхпроводящих волокон в пределах одного стренда. Ее решение позволило бы существенно понизить потери, сохранив при этом высокие  $I_c$  (см. таблицу 6.1.1).

В заключение остановимся чуть более подробнее на зависимости  $Q_h$  от амплитуды магнитного поля  $B_m$  (рисунок 6.1.5). Оказалось, что зависимость нормированных гистерезисных потерь  $q_h = Q_h(B_m)/Q_h(B_m^o)$  от приведенной амплитуды  $b = B_m/B_m^o$  является универсальной для всех СМК, независимо от числа волокон в композитах и, несмотря на то, что абсолютные значения  $Q_h(B_m)$  различаются более чем на порядок. Соответствующие экспериментальные данные представлены на рисунке 6.1.6 для  $B_m^o = 3$  Тл.

Принимая во внимание формулу (6.1.5), универсальную зависимость  $q_h$  от  $b$  можно объяснить одинаковой функциональной зависимостью  $J_c$  от  $B$  во всех исследованных СМК. Действительно, полагая, согласно модели Андерсона-Кима,  $J_c = J_{co} B_o / (B + B_o)$ , где  $J_{co} = J_c(B=0)$  и  $B_o$  - константы, получим из (6.1.5), согласно определению величины  $q_h$  :

$$q_h(b) = \ln(1 + \gamma b) / \ln(1 + \gamma), \quad (6.1.10)$$

где  $\gamma = B_m^o / B_o$ . Наилучшее совпадение функции (6.1.10) с экспериментом достигается при  $\gamma = 4.5 \pm 0.5$  (см. рисунок 6.1.3), откуда следует  $B_o = 0.67 \pm 0.07$  Тл.

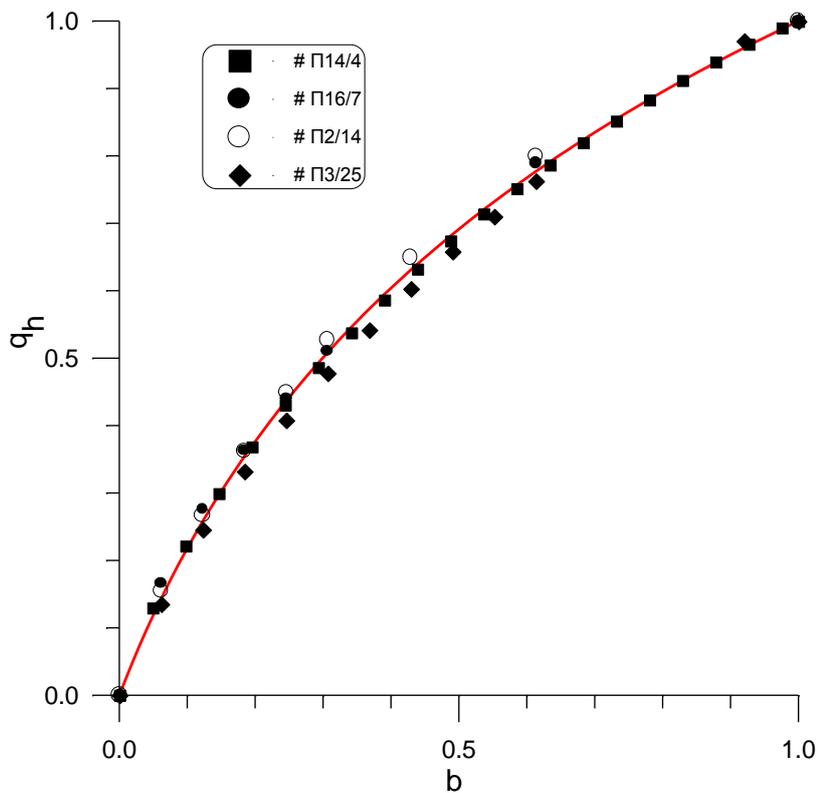


Рисунок 6.1.3 – Зависимости нормированных гистерезисных потерь  $q_h$  от амплитуды приведенного магнитного поля  $b=B_m/B_m^0$  для композитов с разным число волокон.  $B_m^0=3$  Тл. Сплошная кривая –  $q_h=\ln(1+\gamma b)/\ln(1+\gamma)$ ,  $\gamma=4.5$

Таким образом, в настоящем разделе на примере подробного анализа кривых намагниченности и гистерезисных потерь показано существенное влияние внутренней структуры композитов на исследуемые характеристики, а также возможность прогноза значений гистерезисных потерь в больших полях.

## 6.2 Электрические потери на переменном транспортном токе в многожильных композитах $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x/\text{Ag}$

### 6.2.1. Введение. Постановка задачи

Целью исследования, представленного в данном разделе диссертации, является определение фундаментальной природы транспортных потерь в ленточных ВТСП композитах и выявление связи потерь на переменном токе с основными критическими характеристиками сверхпроводников на постоянном токе. Методологически поставленная задача может быть решена путем исследования влияния внешнего магнитного поля и температуры одновременно на транспортных характеристик композитов как на переменном, так и на постоянном токе. Кроме того, такие исследования имеют существенную практическую пользу, так как в ряде электротехнических систем к сверхпроводнику, несущему переменный транспортный ток приложено внешнее магнитное поле различной пространственной конфигурации, а температура быть отлична от рабочей (в нашем случае  $T=77$  К).

Несмотря на интенсивные исследования транспортных потерь в одножильных [240-243] и многожильных [244-248] лентах, к началу исследований влияние внешнего магнитного поля было практически не изучено. Экспериментальные данные, полученные в [240-248] хорошо описывались моделью критического состояния, созданной для традиционных низкотемпературных сверхпроводников. Потери в собственном поле описываются выражением, полученным из теории Лондонов для проводника круглого сечения [248]. Решения для эллиптического и прямоугольного сечений найдены Норрисом [250]. Эти модели основывались на предположении, что плотность критического тока не зависит от магнитного поля и сверхпроводник изотропен относительно его электромагнитных свойств. Рассмотренные модели не были предназначены для описания поведения транспортных потерь в магнитном поле неоднородных многожильных композитов. Тем не менее, с помощью выражений Норриса были успешно объяснены результаты экспериментальной работы [251], посвященной изучению влияния магнитного поля на величину транспортных потерь в одно- и 37-жильных ВТСП композитах.

В данном разделе представлены результаты исследований транспортных потерь в многожильных ленточных композитах  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  в серебряной оболочке (Bi-2223/Ag) в присутствии внешнего магнитного поля различной ориентации относительно плоскости ленты. Рассматривается набор из 8 лент с числом жил  $N$  от 7 до 703. Из анализа экспериментальных результатов следует, что магнитное поле изменяет транспортные потери через изменение критического тока сверхпроводника в магнитном поле. Так же как и в [251] наши данные успешно объясняются моделью Норриса. Кроме того, будет показано, что

транспортные потери в ВТСП композитах являются не чистыми гистерезисными потерями, а потерями в «насыщенной зоне», так же как для случая традиционных низкотемпературных сверхпроводящих проводов. Главное отличие этих видов потерь заключается в том, что потери в «насыщенной зоне» падают с увеличением критического тока, в то время как гистерезисные потери определяются площадью петли намагниченности сверхпроводника и растут с увеличением критического тока.

Также мы представляем результаты измерений и анализа транспортных потерь в многожильных ленточных композитах  $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$  в серебряной оболочке при различных температурах. Из проведенных исследований следует, что увеличение температуры, как и в случае увеличения магнитного поля, приводит к росту транспортных потерь, обусловленному падением величины критического тока  $I_c$  композитов.

Таким образом, в результате проведенных исследований будет сделан важный вывод о том, что величина электрических потерь на переменном транспортном токе в сверхпроводящих композитах определяется величиной критического тока и характером изменения  $I_c$  при внешних воздействиях.

## 6.2.2. Образцы и методика измерений

Для исследований были выбраны ленточные композиты  $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$  с числом жил  $N=7, 19, 37, 61, 91, 127, 169$  и  $703$ , изготовленных во ВНИИНМ им. А.А.Бочвара методом «порошок в трубе». То есть, число жил в исследованных образцах отличалось на 2 порядка. Характерные размеры измеряемых лент составляли  $0.1 \div 0.2 \times 3 \div 4 \times 30$  мм<sup>3</sup> при отношении ВТСП к серебру  $\sim 20:80$ .

Критический ток измерялся стандартным четырехконтактным методом по критерию  $1 \mu V/cm$ .  $I_c$  при нулевом магнитном поле и  $T=77$  К для разных образцов был в интервале от 12 до 19 А (см. Таблицу 6.2.1). Так же в таблице представлены значения удельных потерь на цикл при  $I=I_c$  и удельных потерь, нормированных на квадрат критического тока. Техника измерения потерь на переменном токе подробно описана в разделе 2.5.

## 6.2.3. Экспериментальные результаты

### 6.2.3.1. Транспортные потери в собственном поле тока

На рисунке 6.2.1 представлен пример зависимости мощности удельных потерь  $W$  (потерь на единицу длины композита) от  $\beta=I/I_c$  - амплитуды транспортного тока, нормированного на величину критического тока при нулевой частоте (т.е. критический ток на постоянном токе) для композита с различным числом жил  $N=37$ .

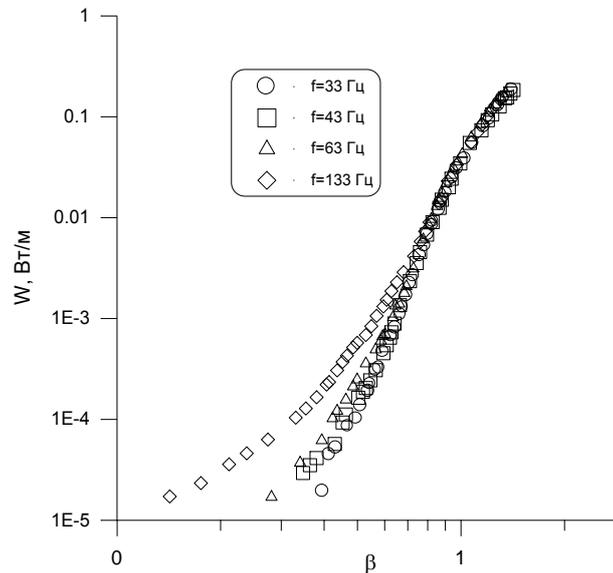


Рисунок 6.2.1 – Мощность удельных транспортных потерь в зависимости от нормированной амплитуды транспортного тока  $\beta=I/I_c$  различной частоты для композита с  $N=37$

При токах меньше критического, т.е. при  $\beta < 1$  наблюдаются различия в зависимостях для разных частот, в то время как при  $\beta \geq 1$  зависимости  $W(\beta)$  сходятся. Действительно при  $I > I_c$  образцы находятся в нормальном состоянии, когда мощность потерь не зависит от частоты. Однако, зависимости  $W(\beta)$  сходятся не точно при  $\beta=1$ . Это может быть связано с сильно размытым переходом по току из сверхпроводящего состояния в нормальное (вольт-амперной характеристике), что приводит к известной условности в практическом определении критического тока по фиксированному порогу напряжения. Кроме того, несовпадение зависимостей  $W(\beta)$  при  $\beta=1$  возможно из-за различий межгранульного и внутригранульного критических токов. Из графиков видно, что частотная зависимость пропадает примерно при амплитуде тока в два раза превышающей значение критического тока. Для амплитуды тока, превышающего критический ток, все данные асимптотически приближаются к общей кривой  $W \sim \beta^2$ , характеризующей нормальное омическое поведение проводника. Пример зависимости удельных потерь энергии на цикл  $Q$  от  $\beta$  при разных частотах представлен на рисунке 6.2.2 для 127-жильного образца. Все образцы показали практически одинаковое поведение  $Q(\beta)$ , описываемое степенной функцией  $Q \sim \beta^n$ , где  $n=3 \div 4$  при малых  $\beta$ .

Как было рассчитано Норрисом [250] зависимость  $Q(\beta)$  при  $\beta < 1$  для случаев эллиптического и прямоугольного сечений проводника описывается соответственно следующими уравнениями 6.2.1 и 6.2.2:

$$Q = \frac{\mu_0 I_c^2}{\pi} \left[ (1 + \beta) \ln \frac{1 + \beta}{1 - \beta} + \frac{\mu_0 I_c^2}{\pi} \left[ (2\beta) \ln \left( \frac{\beta}{1 - \beta} \right) + (1 - \beta) \right] \ln(1 - \beta) \right] \quad (6.2.2) \quad (6.2.1)$$

Для малых  $\beta$  уравнения сводятся соответственно к

$$Q \approx \frac{\mu_0 I^3}{6\pi I_c} \quad (6.2.3)$$

$$Q \approx \frac{\mu_0 I^4}{6\pi I_c^2} \quad (6.2.4)$$

А при  $\beta=1$  приближаются к:

$$Q = 0.16\mu_0 I_c^2 \quad (6.2.5)$$

$$Q = 0.12\mu_0 I_c^2 \quad (6.2.6)$$

Наши эксперименты показали зависимости как (6.2.1), так и (6.2.2) для разных композитов. Возможно, это связано с тем, что поперечное сечение лент не является в точности ни прямоугольным, ни эллипсоидным.

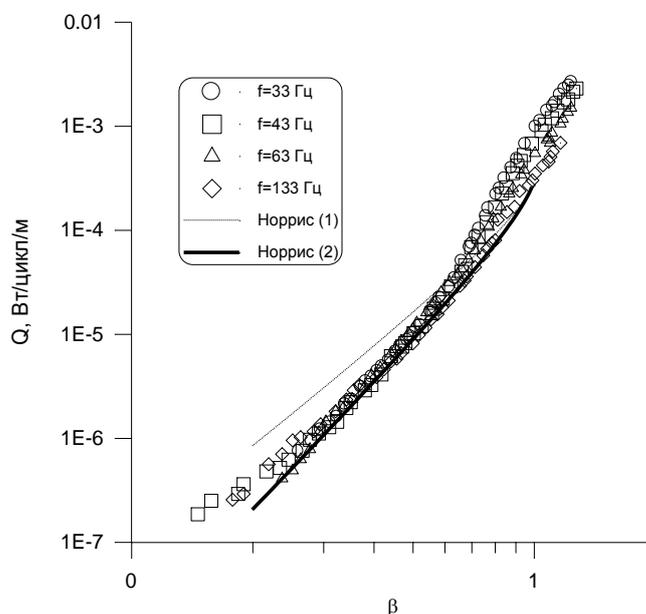


Рисунок 6.2.2 – Зависимость удельных транспортных потерь, нормированных на цикл от  $\beta=I/I_c$

Выбрав постоянное значение  $\beta \neq 1$ , можно построить частотные зависимости потерь. При этом целесообразно использовать значение полных потерь, так как их зависимость от частоты имеет разный функциональный характер для различных источников. Как уже отмечалось, омические потери от частоты не зависят. Они реализуются в случаях, когда либо образец находится в нормальном состоянии, либо ток протекает по серебряной матрице. Гистерезисные потери, имеющие место в сверхпроводящем материале линейно растут с увеличением частоты и, наконец, потери на вихревые токи в серебряной матрице зависят как квадрат частоты.

Для всех образцов мы наблюдали линейную зависимость, что указывает на гистерезисный характер потерь. На рисунке 6.2.3 представлена зависимость удельных транспортных потерь от частоты для композита с  $N=7$ .

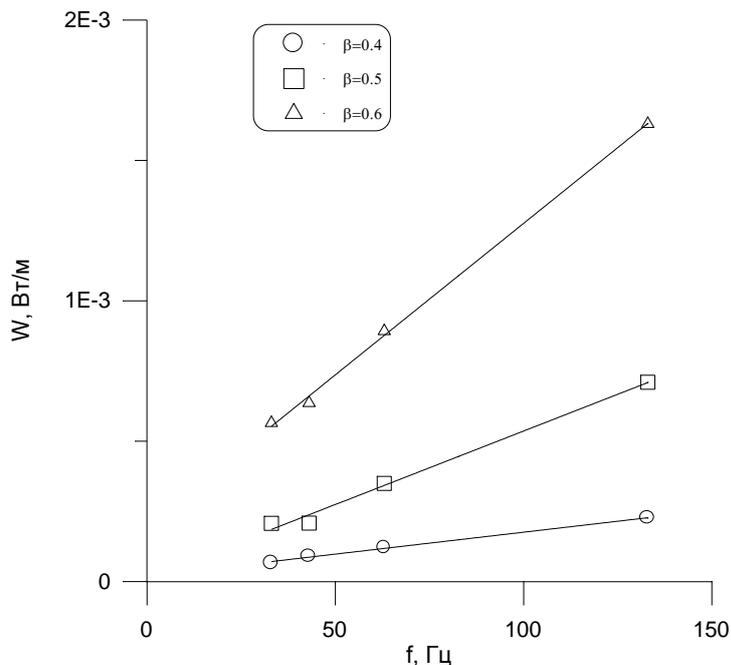


Рисунок 6.2.3 – Зависимость удельных транспортных потерь от частоты для композита с  $N=7$  при различных значениях  $\beta$

### 6.2.3.2. Влияние внешнего магнитного поля

На рисунке 6.2.4 показана угловая зависимость критического тока  $I_c$  (приведенного к  $I_{c0}$  при  $B=0$ ) при различных значениях внешнего магнитного поля для композита с  $N=61$ . Угол  $\alpha=90$  град. соответствует перпендикулярной конфигурации (поле перпендикулярно плоскости ленты). Зависимости  $I_c/I_{c0}$  от внешнего магнитного поля при  $\alpha=0, 40, 60, 90$  град. представлены на рисунке 6.2.5. Для поля приложенного перпендикулярно плоскости ленты критический ток падает значительно быстрее, чем при параллельной конфигурации.

Влияние внешнего магнитного поля на величину потерь представлено на рисунке 6.2.6, где для композита с  $N=61$  удельные транспортные потери построены как функция амплитуды тока при разных магнитных полях перпендикулярной и параллельной конфигурации. Магнитное поле значительно увеличивает величину потерь. Угловая зависимость транспортных потерь приведена на рисунке 6.2.7.

Так как величина и направление магнитного поля одновременно меняют и значение критического тока, и величину потерь, интересно построить зависимость величины потерь от  $I_c$ . Пример такой зависимости представлен на рисунке 6.2.8 (критический ток нормирован на  $I_{c0}$  при  $B=0$ ). Видно что, экспериментальные данные легли на общую зависимость, причем с уменьшением критического тока потери растут.

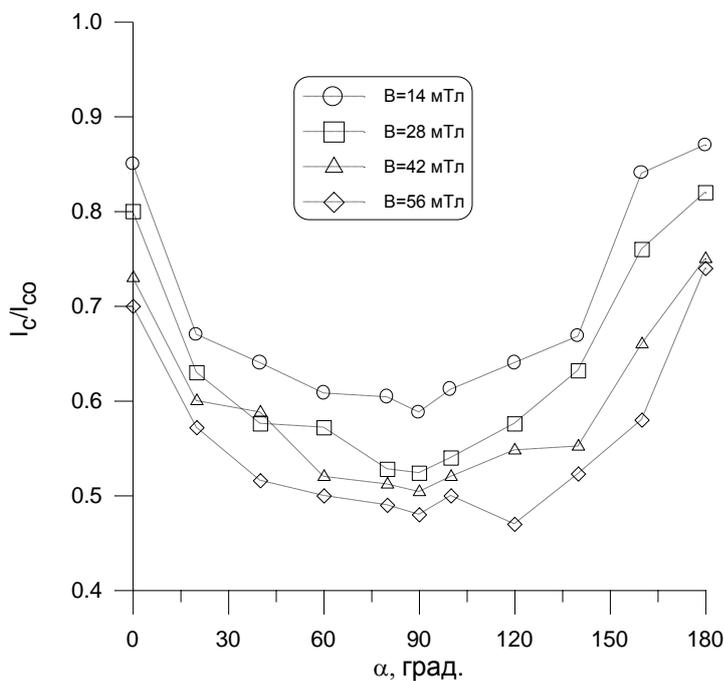


Рисунок 6.2.4 – Угловая зависимость нормированного критического тока при различных значениях внешнего магнитного поля для композита с  $N=61$

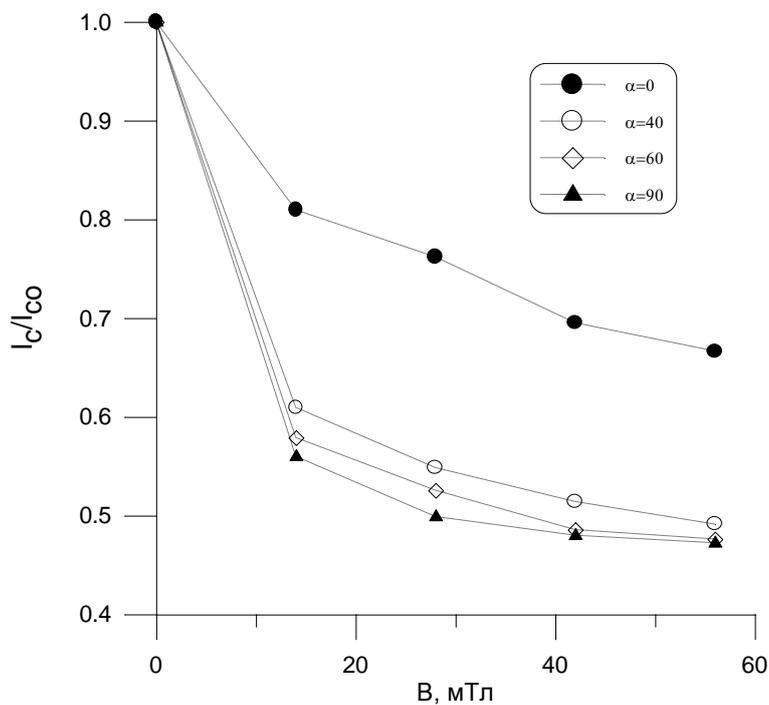


Рисунок 6.2.5 – Зависимость нормированного критического тока от магнитного поля различной ориентации

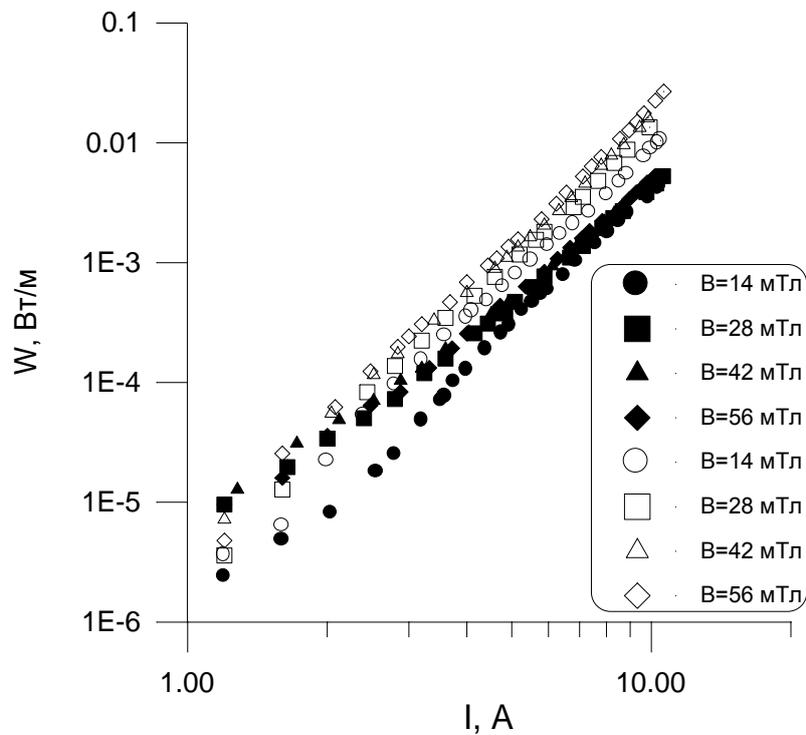


Рисунок 6.2.6 – Удельные транспортные потери как функция амплитуды тока при разных значениях магнитного поля. Открытые и закрытые символы – поле соответственно перпендикулярно и параллельно плоскости ленты

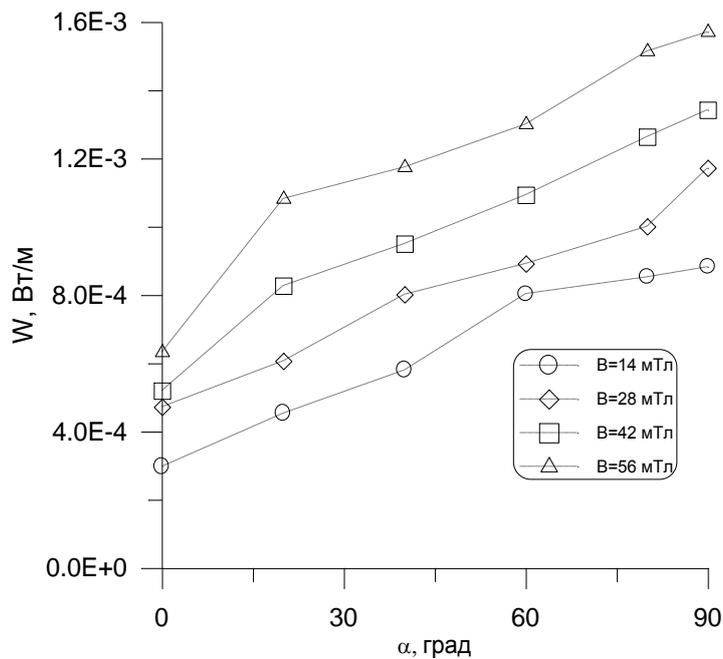


Рисунок 6.2.7 – Угловая зависимость транспортных потерь при различных значениях внешнего магнитного поля для композита с  $N=61$

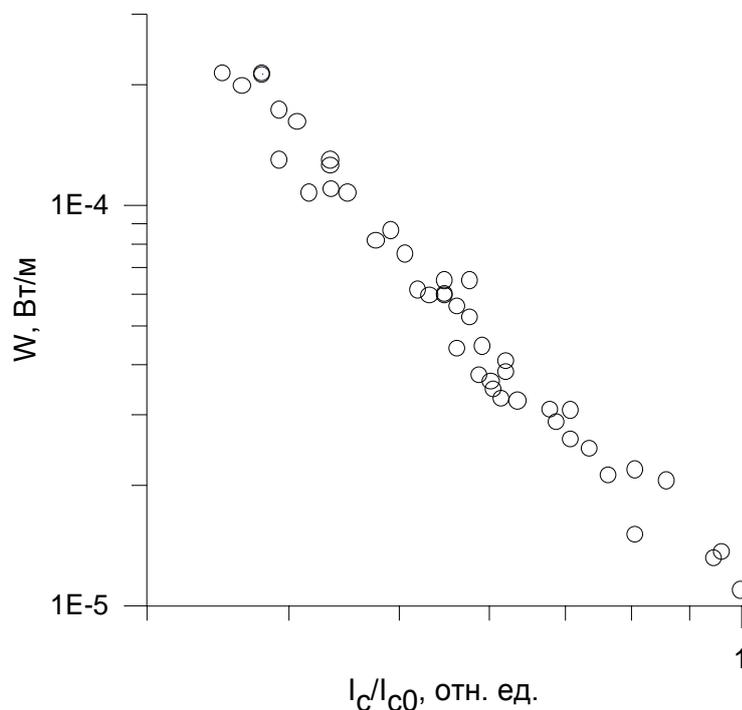


Рисунок 6.2.8 – Зависимость транспортных потерь от величины нормированного критического тока для композита с  $N=19$

#### 6.2.3.4. Влияние температуры на транспортные потери

Для проведения температурных исследований была создана установка, позволяющая изменять температуру композитов от 77 К до 95 К с шагом в 1.5К и поддерживать ее требуемое время с точностью до 0.5 К (см. раздел 2.5). При каждой температуре измерялись вольтамперные характеристики на постоянном и переменном токе. Все исследованные образцы показали качественно одинаковые результаты, поэтому, мы приводим характерные кривые, полученные для композита с числом жил  $N=61$  при частоте транспортного тока  $f=330$  Гц. На рисунке 6.2.9 представлены зависимости удельных потерь (нормированных на длину образца) за цикл от амплитуды транспортного тока  $Q(I)$  при разных температурах. Видно, что увеличение температуры приводит к росту потерь. С точки зрения практического использования композитов важно проследить изменение потерь при фиксированной амплитуде тока, так как именно такая ситуация будет наблюдаться, например, при аварийном повышении температуры. Из рисунка 6.2.9 следует, что чем выше рабочая амплитуда тока, тем сильнее относительное увеличение потерь.

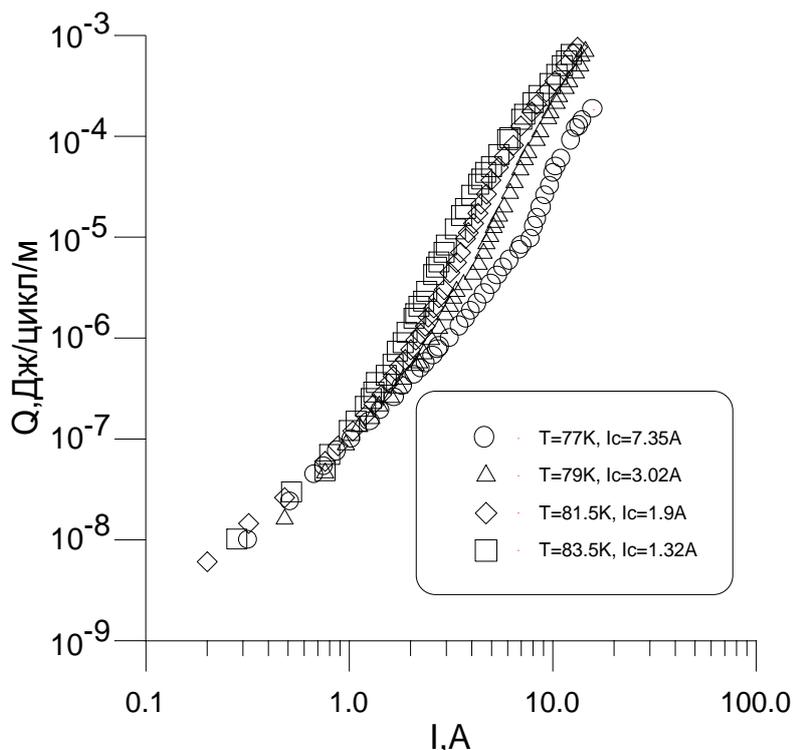


Рисунок 6.2.9 – Зависимость удельных транспортных потерь при разных температурах от амплитуды транспортного тока для  $N=61$

#### 6.2.4. Обсуждение экспериментальных результатов

Попробуем ответить на вопрос, какой тип потерь имеет место в исследуемых композитах и как оценить возможные значения потерь? Для этого обобщим экспериментальные результаты: - зависимость транспортных потерь на цикл от тока  $Q \sim I^n$ , где  $n=3 \div 4$ ; - зависимость потерь от частоты – линейная; - при увеличении критического тока транспортные потери падают; - с увеличением магнитного поля потери растут; - с увеличением температуры потери также растут.

Из этих результатов следует, что, как и в случае традиционных низкотемпературных сверхпроводников, транспортные потери в ВТСП композитах являются потерями в «насыщенной зоне» (см., например, [235]). Чем же характерны потери в «насыщенной зоне» и чем они отличаются от гистерезисных потерь? Известно [235], что ток в сверхпроводящем композите течет вблизи поверхности проводника, занимая все большую область по мере увеличения значения транспортного тока. В этой области, называемой «насыщенной зоной» («насыщенным слоем», «насыщенной областью») плотность тока равна критическому значению. Именно в «насыщенной зоне», а не во всем объеме сверхпроводника происходит выделение мощности на переменном токе. В насыщенной области потери имеют гистерезисный характер. Однако, объем насыщенного слоя при фиксированной амплитуде тока зависит от

значения критического тока. Чем выше  $I_c$ , тем меньше объем насыщенной области и соответственно меньше общее значение потерь. Для «чистых» гистерезисных потерь характерно другое поведение. При увеличении критического тока гистерезисные потери растут, так как определяются петлей намагниченности сверхпроводника, а мощность выделяется во всем объеме сверхпроводника..

Потери в насыщенном слое хорошо описываются уравнениями Норриса (6.2.1), (6.2.2). В частности, из них следует, что  $Q/I_c^2$  - значение потерь, нормированное на  $I_c^2$  является общей функцией для данной геометрии. На рисунке 6.2.10 показана экспериментальная зависимость  $Q/I_c^2(\beta)$ , где и потери, и критический ток изменяются под действием магнитного поля. Такая же зависимость построена на рисунке 6.2.11 для случая изменения температуры. Видно, что как и предсказывалось, все данные легли на общую кривую. Очень похожее поведение потерь в одножильной ленте Ag/Bi-2223 было отмечено в [252]. Более того, нормировка потерь при  $I=I_c$  (т.е. когда весь проводник находится в насыщенном состоянии) на квадрат критического тока дает близкие величины для всех исследованных лент (см. Таблицу 6.2.1). Из формул Норриса (6.2.5) и (6.2.6) при  $\beta=1$  можно оценить верхний предел транспортных потерь. Как уже отмечалось, расчетные значения транспортных потерь могут отличаться от реальных в силу неоднозначности определения критического тока по размытой вольт-амперной характеристике.

В заключение отметим, что данные более поздних работ других исследователей, обобщенные, например в [8] подтвердили полученные нами экспериментальные данные.

Таблица 6.2.1. Значения критических токов и нормированных потерь

$N$ , Число жил	$I_c$ , А $T=77$ К, $B=0$	$Q$ , $10^{-6}$ Вт/цикл/м ( $I=I_c$ )	$Q/I_c^2$ ( $I=I_c$ )
7	14.8	12.4	0.05
19	13.3	13.1	0.07
37	12.1	11.6	0.08
61	14.1	11.6	0.06
91	13.7	9.8	0.05
127	13.6	9.8	0.05
169	19.0	8.3	0.02
703	18.6	20.0	0.05

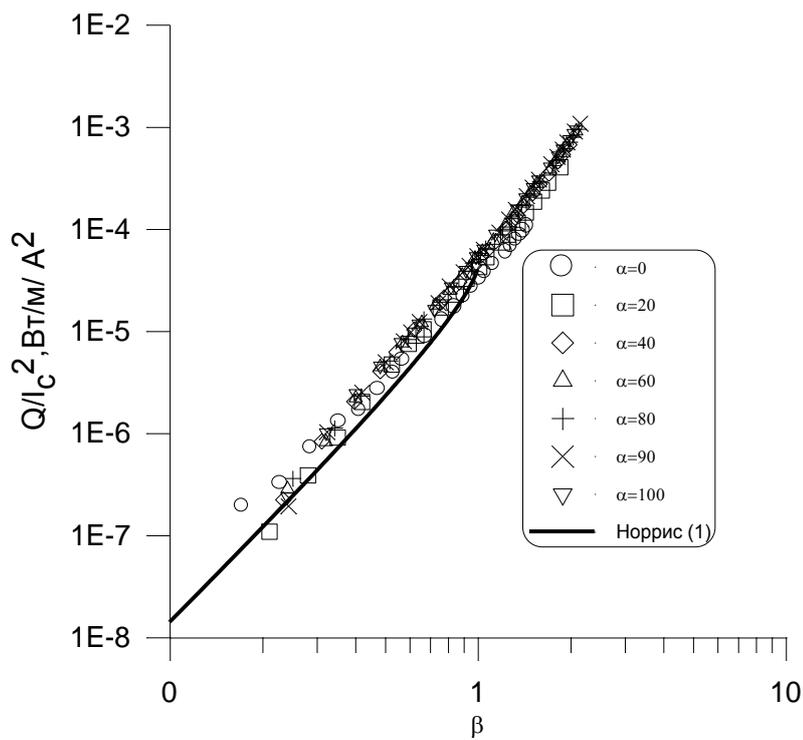


Рисунок 6.2.10 – Зависимость  $Q/I_c^2(\beta)$  для композита с  $N=61$

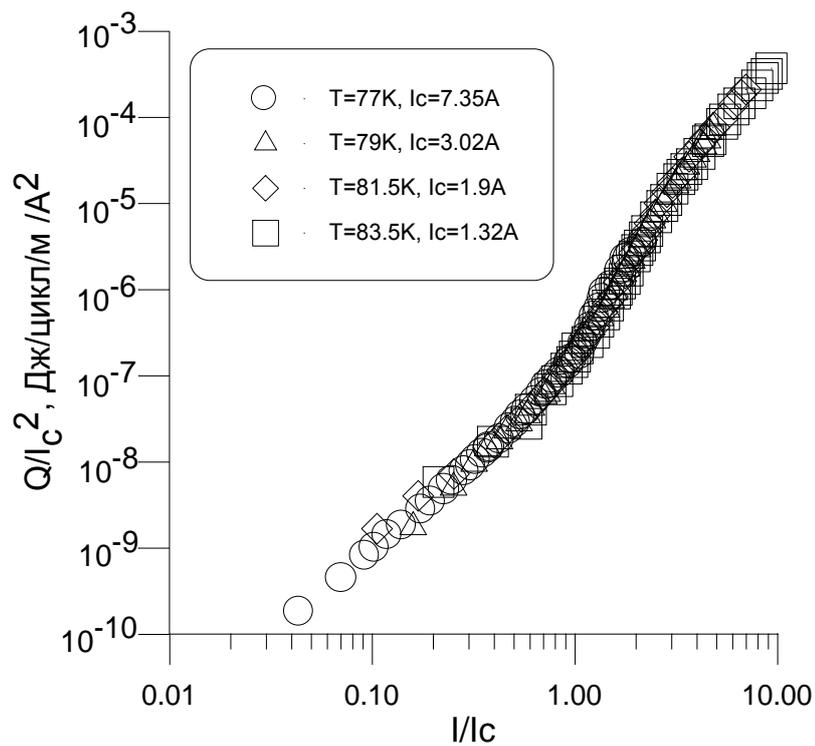


Рисунок 6.2.11 – Зависимость  $Q/I_c^2$  от  $\beta$  для композита с  $N=61$

### 6.3 Характеристики ВТСП лент второго поколения на магнитных и немагнитных металлических подложках

В последнее время значительное внимание уделяется разработке токонесущих лент второго поколения на основе высокотемпературного сверхпроводника  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . Ленты представляют собой тонкие (менее 1 мкм) слои ВТСП, нанесенные различными способами на металлические подложки из сплава Хастеллой ( $Ni+W$ ). В зависимости от концентрации вольфрама, которая варьируется в диапазоне от 0 до 5 %, эти подложки обладают различными магнитными свойствами, которые могут оказывать влияние на интегральную намагниченность ВТСП ленты. Так как подложки являются либо парамагнетиками, либо ферромагнетиками, а ВТСП – диамагнетик, суммарная намагниченность ленты будет зависеть от относительного вклада подложки и ВТСП. При этом в разных магнитных полях и при разных температурах вклад различных магнитных компонент ленты может быть различен. В настоящем разделе мы представим результаты исследования намагниченности и критического тока ВТСП лент с различными магнитными характеристиками металлических подложек.

Для исследований были выбраны ленты производства фирм AMSC и Super Power. Измерения намагниченности проводились с помощью шагового магнитометра (см. раздел 2.2.2) на образцах размером  $4 \times 4 \times 0,1$  мм. Температура варьировалась в диапазоне 4,2-100 К, магнитное поле изменялось от 0 до 14 Тл, ориентация поля - перпендикулярно плоскости ленты.

Определение намагниченности подложек проводилось двумя способами. Первый – намагниченность образцов измерялась при  $T=95$  К, т.е. когда сверхпроводник находился в нормальном состоянии. Однако при этом оставалась не известна температурная зависимость магнитной восприимчивости подложки и не ясно, насколько значения намагниченности и восприимчивости, полученные при  $T=95$  К соответствуют величинам при более низких температурах. Поэтому для образца AMSC применялась другая процедура. После проведения всех измерений интегральной намагниченности, образец расщеплялся по слою ВТСП на две части, тонкий слой ВТСП тщательно счищался, и обе половинки склеивались. В результате получался новый объект, который имел геометрические размеры и массу практически такую же, как исходный, но только без сверхпроводящего слоя. Таким образом измерялась намагниченность подложки при различных температурах в диапазоне от 4,2 до 95 К.

На рисунке 6.3.1 представлены кривые  $M(H)$  для образцов AMSC и SP при  $T=95$  К. Так как критическая температура ВТСП слоев  $T_c=92$  К, то при  $T=95$  К магнитные свойства определяются только подложкой. Намагниченность подложки SP меньше подложки AMSC более чем на 2 порядка. Измерения намагниченности подложек при различных температурах

показали, что в диапазоне от 95 К до 4,2 К намагниченность металлической подложки AMSC меняется незначительно, не более, чем на 3%.

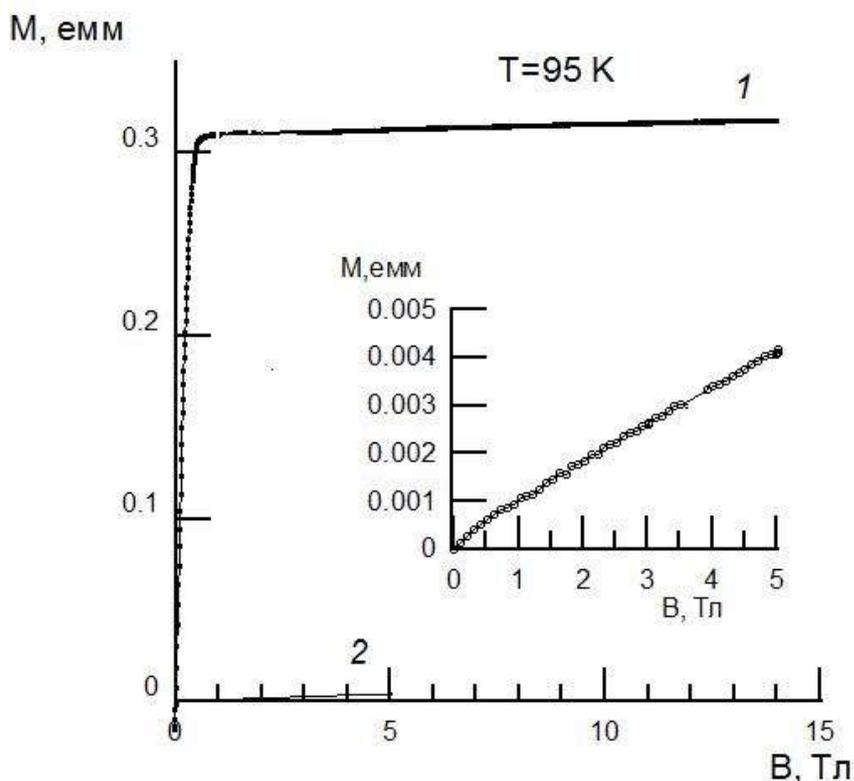


Рисунок 6.3.1 – Намагниченность образцов AMSC (1) и SP ((2) и на вставке) при  $T=95$  К. Так как критическая температура ВТСП слоев  $T_c=92$  К, магнитные свойства определяются только подложкой. Намагниченность подложки SP меньше подложки AMSC примерно на 2 порядка

На рисунке 6.3.2 показаны кривые  $M(H)$  лент AMSC и SP при  $T=77$  К. Видна существенная разница в форме кривых, обусловленная влиянием магнитных свойств подложек. Причем влияние ферромагнетизма подложки ленты AMSC настолько сильно, что кривая  $M(H)$  абсолютно не похожа на классическую кривую  $M(H)$  для сверхпроводников второго рода, как, например, для ленты SP. Фактически диамагнетизм ВТСП слоя полностью завуалирован влиянием подложки. Однако, если из суммарной намагниченности ленты AMSC вычесть намагниченность подложки, измеренной при той же температуре, получается намагниченность ВТСП слоя (рисунок 6.3.3), аналогичная намагниченности SP. Очевидно, что остаются небольшие различия, обусловленные различием свойств ВТСП материалов.

Существенное различие кривых намагниченности ВТСП слоев на магнитных и немагнитных подложках проявляется во всем диапазоне температур от 4,2 до 77 К (рисунок 6.3.4).

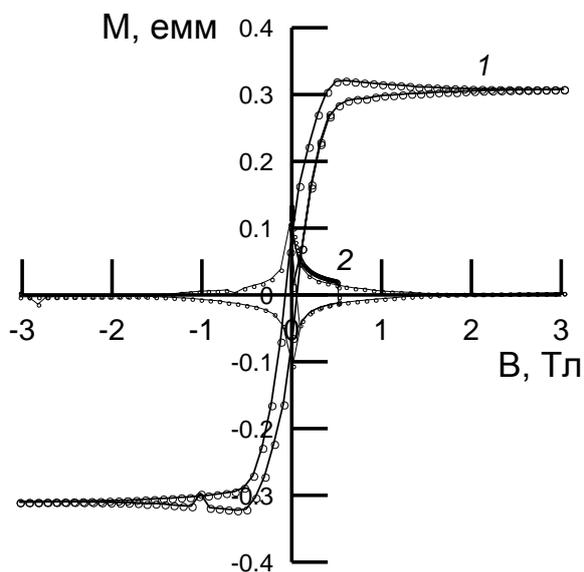


Рисунок 6.3.2 – Кривые  $M(H)$  композитных лент AMSC (1) и ленты SP (2) при  $T=77$  К

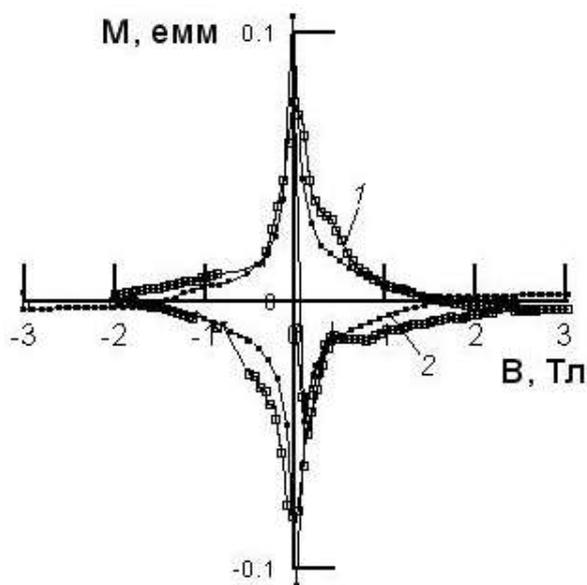


Рисунок 6.3.3 – Кривые  $M(H)$  ВТСП слоя AMSC (1) и ленты SP (2) при  $T=77$  К (без учета влияния подложки)

Таким образом, экспериментально показано, что ферромагнетизм металлической подложки существенно искажает форму кривых намагниченности ВТСП лент. Однако, после учета магнитной восприимчивости подложки, магнитные характеристики слоев ВТСП оказываются схожи. Так как зависимость  $M(H)$  подложки безгистерезисная, можно ожидать, что магнетизм подложки не скажется на величине энергетических потерь в переменных электромагнитных полях и детальный анализ полученных кривых  $M(H)$  дает информацию о гистерезисных потерях в 2G ВТСП лентах AMSC и SP в широком диапазоне температур от 4,2 до 77 К и в магнитных полях до 14 Тл.

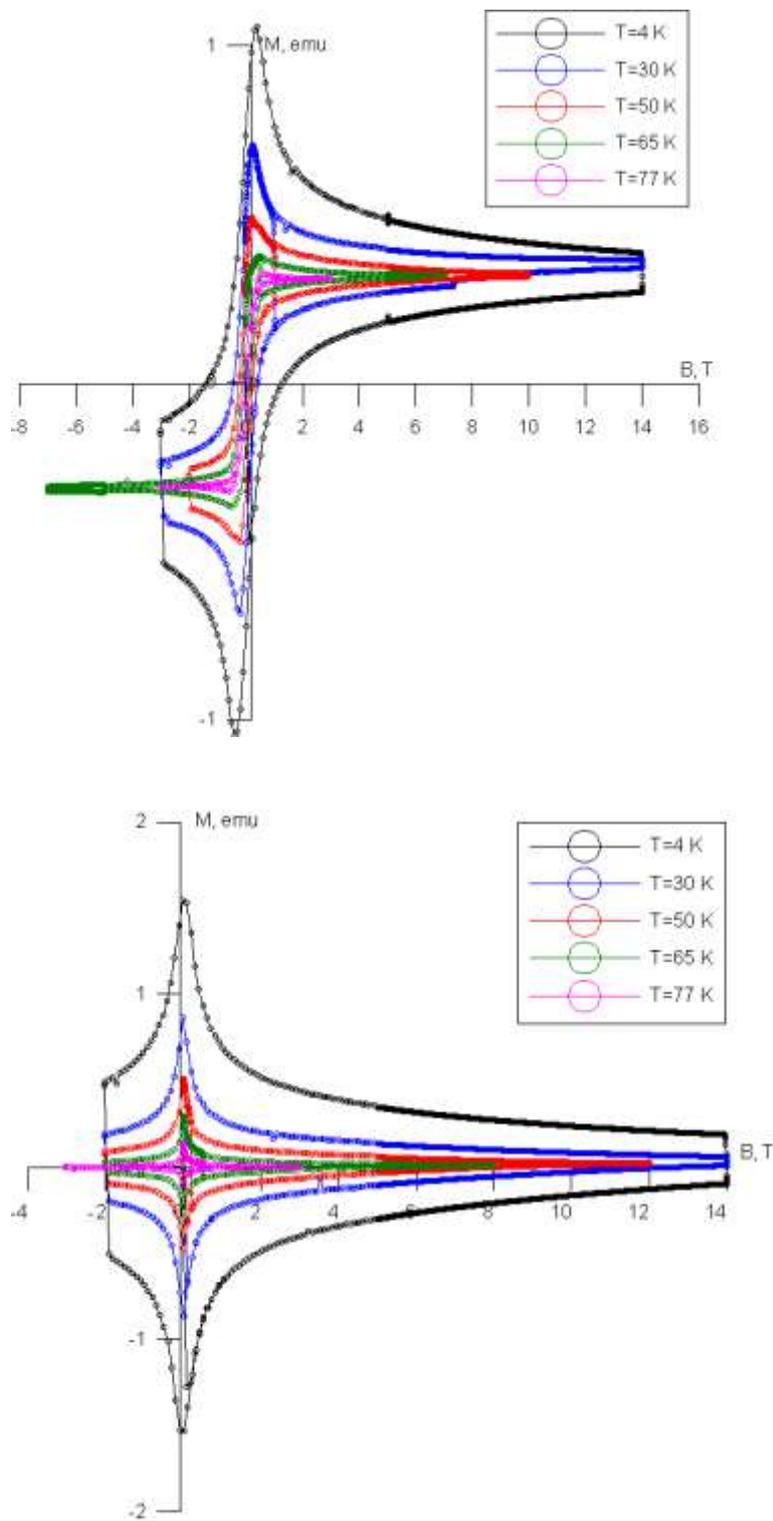


Рисунок 6.3.4 – Кривые  $M(H)$  композитных лент AMSC (вверху) и ленты SP (внизу) в диапазоне температур от 4 К до 77 К

Высокие значения бездиссипативного протекания транспортного тока в современных высокотемпературных лентах второго поколения приводят к методическим трудностям при измерении критического тока, которые связаны с перегревом токоподводящих проводов и

электрических контактов. Особенно это проблема существенна при понижении температуры вплоть до гелиевой, когда транспортные токи могут достигать значений до 1 кА. Известно, что альтернативой транспортным измерениям являются различные бесконтактные методики, в частности, измерение намагниченности, из которой, исходя из модели критического состояния, можно определить значения критического тока. К несомненным достоинствам измерения намагниченности следует отнести возможность проведения измерений в широком диапазоне температур и возможность использования относительно небольших образцов сверхпроводящих лент. Серьезным недостатком измерения критического тока из намагниченности является трудность учета геометрии сверхпроводника, находящегося в виде тонкого слоя, перпендикулярного магнитному полю. Эта геометрия требует тщательного учета размагничивающего фактора. Вместе с тем стоит принимать во внимание, что значение размагничивающего фактора является чисто геометрическим параметром, и по намагниченности можно определить нормированные зависимости критического тока от температуры  $I_c(T)$  и магнитного поля  $I_c(H)$ . Зависимость  $I_c(H)$  можно относительно легко проверить по прямым транспортным измерениям при температуре кипения жидкого азота и определить диапазон магнитных полей, в котором применим бесконтактный метод измерений критического тока.

Далее мы приводим результаты сравнения прямых транспортных измерений двух типов ВТСП лент на магнитной и немагнитной подложках с данными, полученными из измерений намагниченности.

В качестве образцов также использовались ленты фирмы AMSC (магнитная подложка) и SuperPower (немагнитная подложка). Для определения зависимости транспортного критического тока от магнитного поля измерялся набор вольтамперных характеристик при различных значениях магнитного поля в диапазоне от 0 до 6 Тл. Поле всегда было перпендикулярно плоскости ленты,  $T=77$  К. На рисунке 6.3.5 (а,б) представлены семейства ВАХ при различных магнитных полях. Из ВАХ по критерию 1 мкВ/см вычислялись значения критического тока и зависимости  $I_c(H)$ .

После проведения транспортных измерений из образцов аккуратно вырезалась центральная часть между потенциальными контактами, на которой проводились измерения кривых намагниченности при  $T=77$ . Намагниченность измерялась с помощью чувствительного шагового магнитометра. Из кривых намагниченности строились нормированные зависимости ширины петли гистерезиса, которые, согласно модели критического состояния, пропорциональны плотности критического тока. Нормировка зависимости на значение при нулевом поле снимает влияние геометрического фактора.

Результаты сравнения нормированных зависимостей критического тока, полученные контактным и бесконтактным методом, показаны на рисунках 6.3.6 (а,б). Для обоих образцов наблюдается совпадение кривых при малых полях и сильное расхождение при  $H > 1$  Тл. При этом для образца ленты SP поле, при котором данные, полученные различными методами, примерно совпадают ограничено значение 0,6 Тл. Для ленты AMSC это поле еще меньше – 0,4 Тл. Между тем, следует отметить, что этот диапазон полей является практически важным, так как падение критического тока ниже уровня  $0,1 I_{c0}$  делает бесперспективным возможность создания реальных устройств.

Сильное расхождение результатов транспортных и магнитных измерений критического тока в полях выше 1 Тл по-видимому указывает на неприменимость модели Бина для расчета критического тока ВТСП лент в сильных магнитных полях.

Представляет интерес сравнение поведения магнитолевых зависимостей критического тока для различных ВТСП композитов, как первого, так и второго поколений, а также получение зависимости критического тока от температуры. Такие данные были получены нами из кривых намагниченности, снятых для различных температур для ВТСП лент на магнитной, немагнитной подложек, а также для ВТСП ленты первого поколения.

Видно, что при  $T=4,2$  К зависимости критического тока от магнитного поля принципиально не отличаются, в то время как увеличение температур до 30 К и выше резко уменьшает токонесущую способность лент первого поколения (рисунок 6.3.7). Рисунок 6.3.8 наглядно демонстрируют такое изменение критического тока при увеличении температуры.

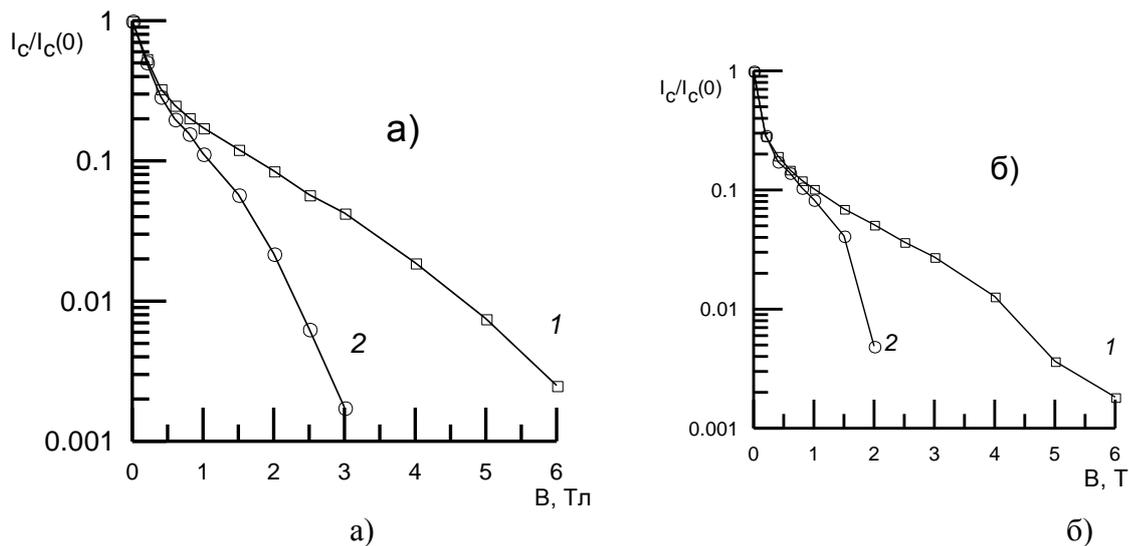


Рисунок 6.3.6 – Сравнение зависимости нормированного критического тока от магнитного поля для образца AMSC (а) и SP (б): 1- прямые транспортные измерения; 2- расчет из намагниченности.  $T=77$  К. Магнитное поле ориентировано перпендикулярно плоскости ленты

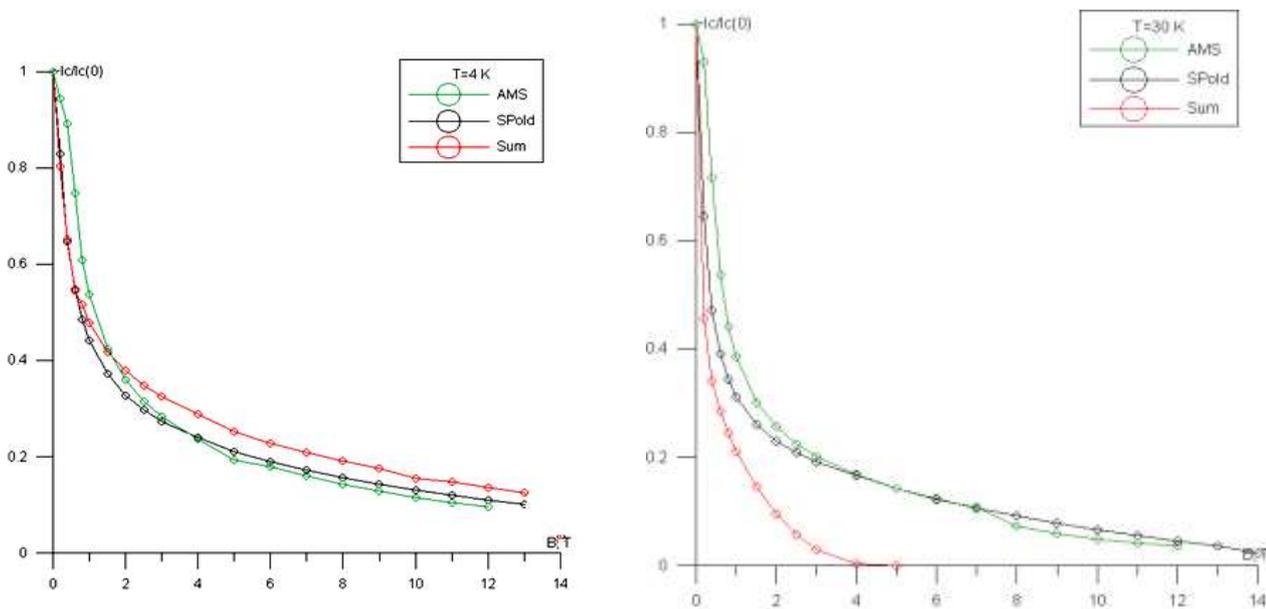


Рисунок 6.3.7 – Зависимости нормированного критического тока от внешнего магнитного поля для ВТСП лент на магнитной и немагнитной подложке, а также для ВТСП ленты первого поколения: слева для  $T=4$  К, справа – для  $T=30$  К

## **6.4 Локальные магнитные свойства ВТСП лент: сканирующая холловская магнитометрия и магнитооптическая визуализации**

### **6.4.1 Особенности локальных исследования магнитных свойств ВТСП лент второго поколения методами сканирующей холловской магнитометрии и магнитооптической визуализации**

Как уже было обсуждено в Главе 1, ВТСП ленты второго поколения представляют собой достаточно сложный объект для проведения локальных исследований сверхпроводящих и структурных свойств. Прежде всего, это обусловлено тем, что токонесущий сверхпроводящий слой закрыт защитным медным покрытием, что делает невозможным прямое наблюдение возможных дефектов и неоднородностей сверхпроводящего слоя методами оптической, электронной и зондовой микроскопии. Вместе с тем, наличие дефектов, степень однородности сверхпроводящего слоя, а также уровень токонесущих свойств ВТСП слоя можно определить, используя методики визуализации проникновения и распределения магнитного поля, основанные на технике сканирующей холловской магнитометрии (СХМ) и магнитооптической визуализации (МОВ). Суть этих методик была описана в Главе 2 диссертации. В обеих методиках измеряется пространственное распределение магнитной индукции над поверхностью изучаемого объекта (в нашем случае – СП ленты), охлажденного ниже температуры сверхпроводящего перехода. Метод сканирующей холловской магнитометрии при применении промышленных преобразователей Холла позволяет проводить исследования с пространственным разрешением до 100-200 мкм на длине СП лент в несколько десятков сантиметров, что является безусловным преимуществом СХМ. А использование линейки ПХ позволяет создать устройства для анализа лент длиной до 100 м с перемоткой с бобины на бобину. Методики холловской сканирующей магнитометрии, а также система непрерывного контроля критического тока длинномерных лент SuperScan, были успешно разработаны и апробированы. С помощью разработанных экспериментальных стендов и методики восстановления токовых путей на основе решения уравнений Био-Савара –Лапласа проведен ряд исследований по изучению однородности критического тока в различных ВТСП лентах и идентификации типа дефектов токопротекания [253-255]. На рисунках 6.4.1-6.4.2 представлены примеры 2D топологии критического тока ВТСП лент, подвергнутых деформациям изгиба и идентификации дефектов токопротекания в ВТСП ленте.

Кроме НИЯУ МИФИ, разработанные стенды СХМ установлены во ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, РНЦ «Курчатовский институт», производственной компании СуперОкс.

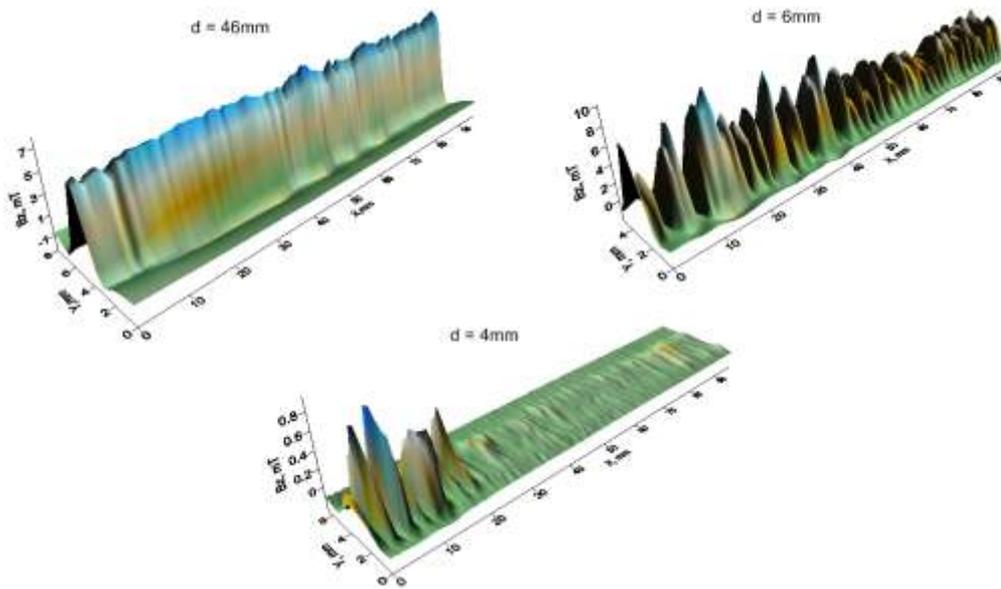


Рисунок 6.4.1 – Поверхности захваченного магнитного поля при различных диаметрах изгиба ВТСП ленты.  $T=77$  К. При  $d=6$  мм видно появление трещин в СП слое

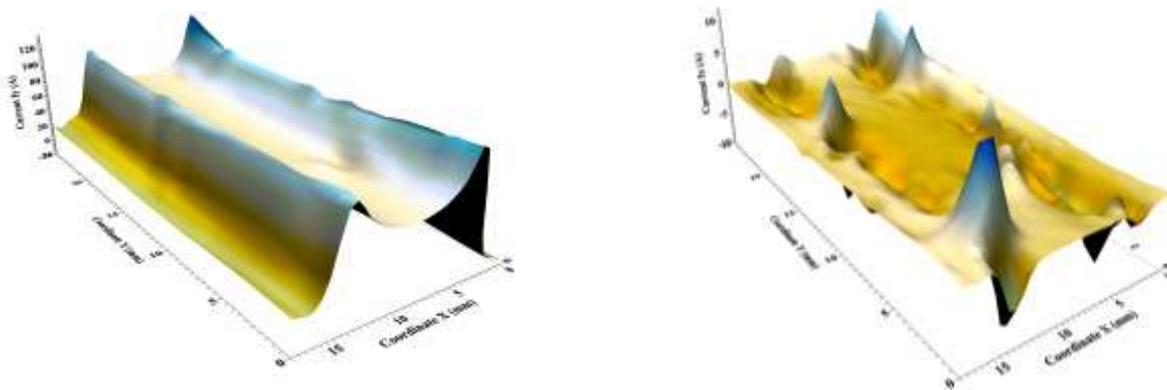


Рисунок 6.4.2а – Распределение транспортного тока по ВТСП ленте при  $I=110$  А. Слева – продольная компонента тока. Справа – поперечная компонента тока

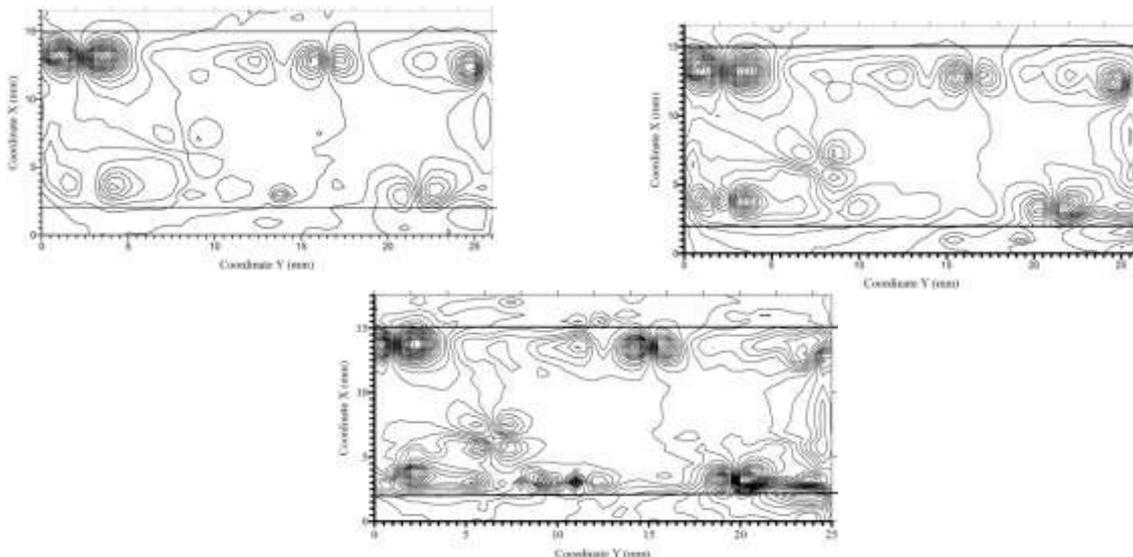


Рисунок 6.4.2б – Линии уровня тока при  $I=60, 90, 110$  А (слева- направо-вниз)

Вместе с тем, методика СХМ, несмотря на свою простоту и эффективность имеет некоторые недостатки. Первый: температура измерений равна температуре кипения жидкого азота. Этот недостаток не является принципиально неустранимым. Однако сложность и дороговизна реального оборудования возрастет многократно. Второй недостаток - относительно большое пространственное разрешение. Этот недостаток также возможно устранить при переходе от промышленных преобразователей Холла к ПХ, изготовленным на заказ. Также требуется использовать систему механического перемещения повышенной точности. Все это также приведет к многократному росту стоимости конечного стенда. А главное, и это третий, принципиально неустранимый недостаток методики СХМ – большое время проведения эксперимента из-за необходимости проведения пространственного механического сканирования. Последнее обстоятельство также делает фактически невозможным исследование динамических процессов проникновения и перераспределения магнитного поля в сверхпроводниках.

Практически все перечисленные недостатки снимает методика магнитооптической визуализации, уже обсужденная в Главе 5 при исследовании магнитных неустойчивостей дендритного типа в СП пленках  $Nb_3Sn$  и  $NbN$ . К достоинствам магнитооптической методики следует отнести: возможность динамических исследований, возможность проведения измерений вплоть до гелиевых температур. Недостатки – относительно небольшие пространственные области исследований  $\sim 1 \text{ см}^2$ , ограничения по значениям магнитного поля  $\sim 50\text{-}100 \text{ мТл}$ . Отметим, что МОВ имеет широкое применение для исследования магнитных структур в различных сверхпроводящих и ферромагнитных материалах (см., например, [211, 256], а также обзор [257] и список литературы к нему).

На данный момент имеется большое количество материалов по магнитооптическим исследованиям СС лент. МО позволяет исследовать распределение плотности тока в ВТСП слое при пропускании через ленту постоянного транспортного тока [258]. Высокая временная разрешающая способность методики позволяет исследовать динамику изменения намагниченности материала. Эта возможность была использована в исследованиях динамики распределения плотности тока в ВТСП слое в зависимости от фазы переменного транспортного тока [259]. Также проводились исследования распространения нормальной зоны при возникновении тепловой флуктуации [260]. Возможность исследовать изменение структуры на микроскопическом уровне, не нарушая при этом внешний защитный слой, имеет множество применений. МО может быть применена для контроля качества полученных лент в зависимости от различных параметров технологического процесса создания образцов. Например, проводилось исследование влияния буферного слоя цирконата лантана на структуру слоя YBCO [261], где ВТСП лента помещается в магнитное поле, которое проникает в

сверхпроводник через область между гранул, что дает информацию о структуре гранул сверхпроводящего слоя. Магнитный поток проникает в ВТСП в виде вихрей Абрикосова, и картина проникновения поля может нести информацию о распределении центров пиннинга. Например, в лентах с RPC пиннингом, в случае если эти центры расположены под углом поверхности, отличным от прямого, наблюдается несимметричность распространения проникающего магнитного потока [262].

Даже небольшие дефекты дают хорошо различимое искажение фронта проникающего магнитного потока, что делает МО хорошим методом безразрушительного контроля качества готовых СС лент. Быстродействие методики позволяет создавать установки для контроля качества СС длинномерных лент [263]. Также, помимо контроля качества самих СС лент, МО используется для исследования поведения более сложных устройств и структур на основе ВТСП-лент. Наблюдение картины поля позволяет восстановить токовые пути, выявить слабые места и потери при перетекании токов между различными лентами. Такое применение МО можно найти в работах по исследованию готовых кабелей на основе СС лент [264], где МО использовалась для нахождения мест деградации лент и исследования перетеканию токов между лентами в местах их соединения. Другим примером является исследования по созданию специальных токонесущих спаев из СС лент, созданных с целью уменьшения потерь на переменном токе [265]. Здесь МО используется для доказательства отсутствия деградации и слабого сопротивления спая. МО может служить одним из методов исследования влияния внешних различных воздействий на свойства СС лент. Проводились исследования как влияния аксиального растяжения на проникновение магнитного потока [258], так и последствия перпендикулярного давления [266].

Ниже мы представим результаты МО исследований ВТСП лент 2-го поколения на металлической подложке на примере ленты производства Super Power.

#### **6.4.2 Результаты локальных исследования магнитных свойств ВТСП лент методом магнитооптической визуализации**

Типичное магнитооптическое изображение проникновения магнитного потока В ВТСП ленту показано на рисунке 6.4.3. Более светлые области соответствуют более высокому значению поля. По известной градуировочной кривой интенсивность (яркость изображения) переведена в значение магнитной индукции. В результате построена зависимость нормальной составляющей магнитной индукции от расстояния в поперечном сечении ленты. Вид зависимости при малых амплитудах магнитной индукции качественно совпадает с моделью критического состояния.

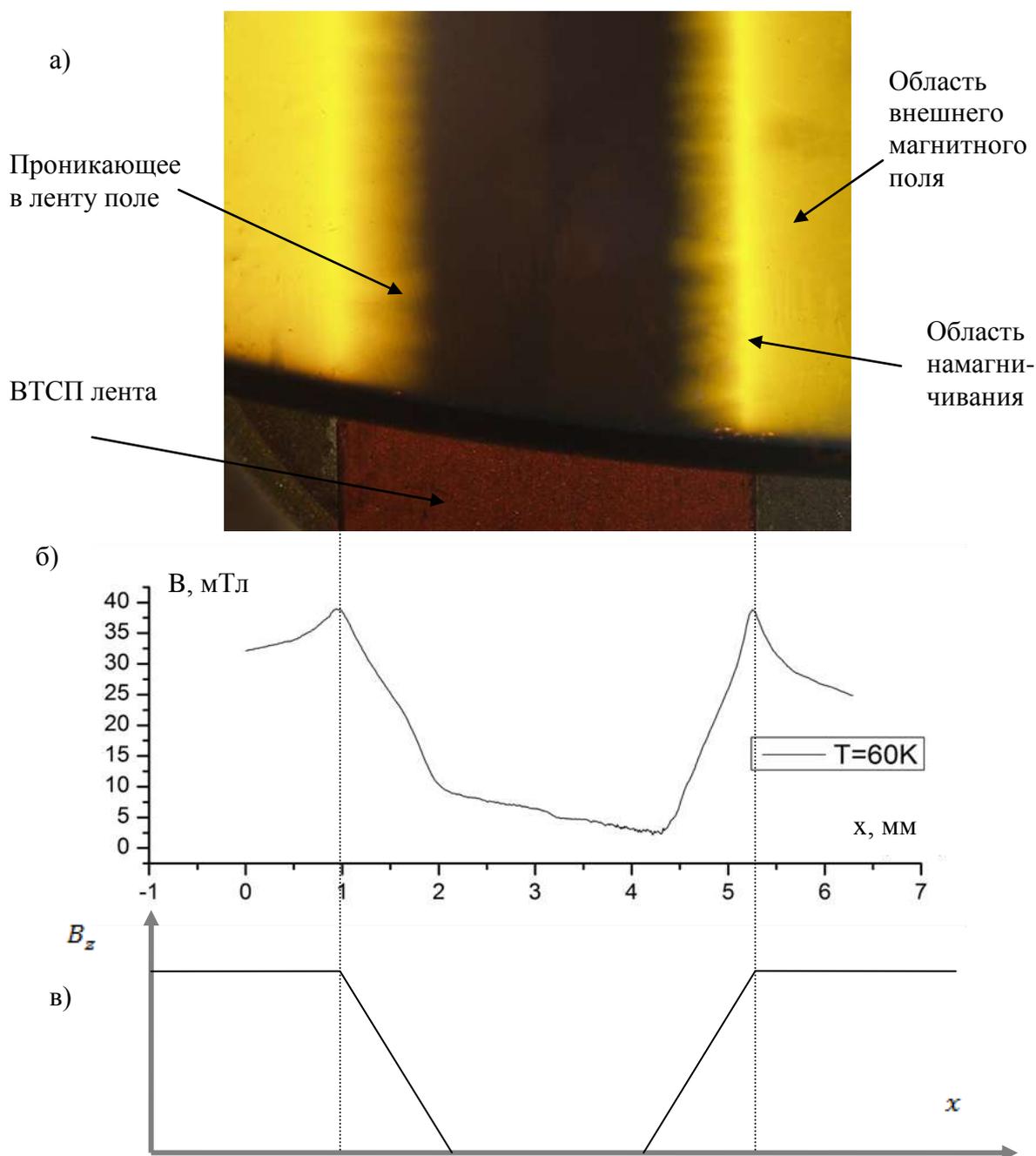


Рисунок 6.4.3 - а) Магнитооптическое изображение ВТСП ленты, находящейся во внешнем поперечном магнитном поле 28 мТл. Температура 60 К. б) Поперечный профиль магнитного поля, полученный из МО изображения. в) поперечный профиль в модели Бина

Рассмотрим процесс повышения внешнего магнитного поля. В области проникновения магнитного поля имеется критический градиент плотности вихрей Абрикосова, определяемый значением плотности критического тока. При повышении величины внешнего поля, фронт проникновения магнитного потока продвигается вглубь образца (рисунок 6.4.4) . При этом градиент плотности остается критическим, или наклон прямой, отвечающей плотности вихрей

не меняется. А, учитывая, что поле в сверхпроводнике пропорционально плотности вихрей, сохраняется и наклон прямой в распределении поля в модели Бина (см. рисунок 6.4.5).

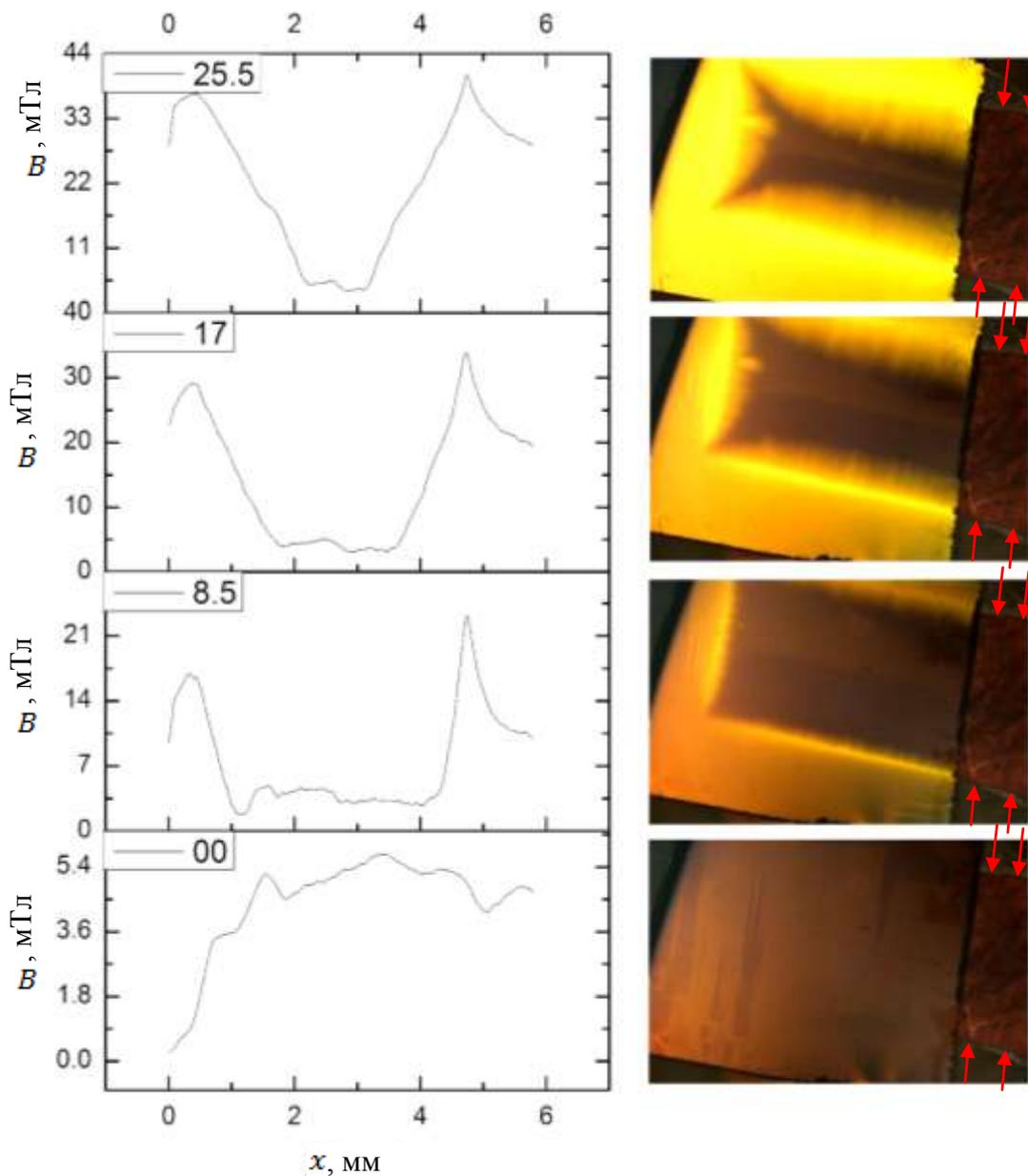


Рисунок 6.4.4 - Магнитооптические изображения проникновения магнитного потока (справа) и соответствующие профили магнитного поля (слева) при увеличении внешнего магнитного поля (снизу вверх, значение внешнего поля указано в левом верхнем углу каждого графика в мТл). На правых изображениях темный фон индикаторной пленки соответствует отсутствию поля. Слева от индикаторной пленки отчетливо виден край ВТСП ленты в медной оболочке.  $T=77$  К

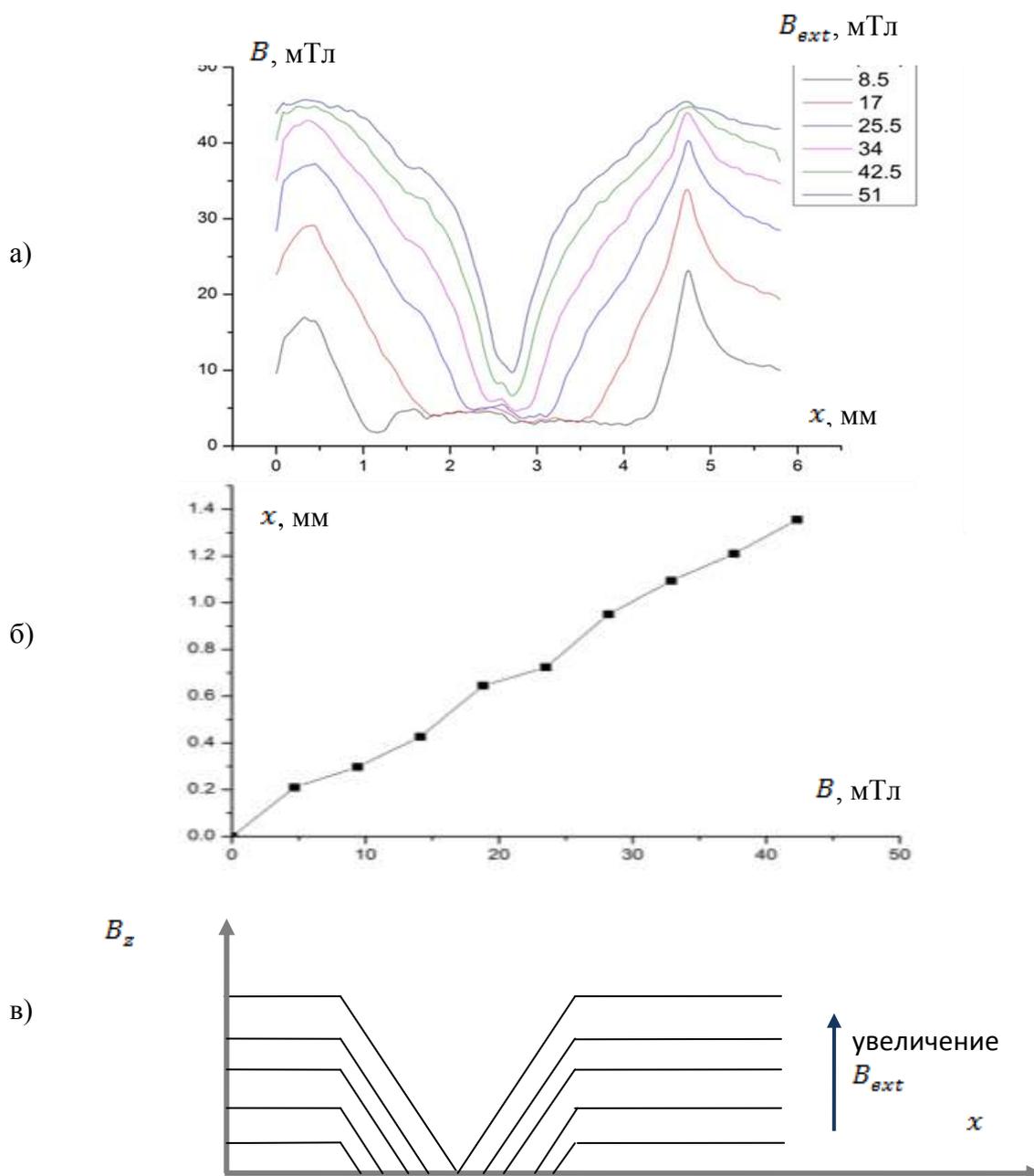


Рисунок 6.4.5 - Распределение перпендикулярной составляющей магнитного поля над СП лентой при повышении внешнего магнитного поля. а) экспериментальные данные при температуре 78К. б) график зависимости глубины фронта проникновения магнитного поля от значения внешнего магнитного поля; в) качественное распределение магнитной индукции в рамках модели Бина

Магнитооптические изображения отчетливо демонстрируют влияние температуры на глубину проникновения фронта магнитного потока. Графики зависимости глубины проникновения фронта для разных температур приведены на рисунке 6.4.6. Для температур  $T=40$  и  $60$  К проникновение идет линейно по полю, отклонение от линейного распространения

при температуре 80 К объясняется тем, что при увеличении внешнего поля фронты распространения быстро доходят до центра ленты и начинается взаимное влияние фронтов друг на друга.

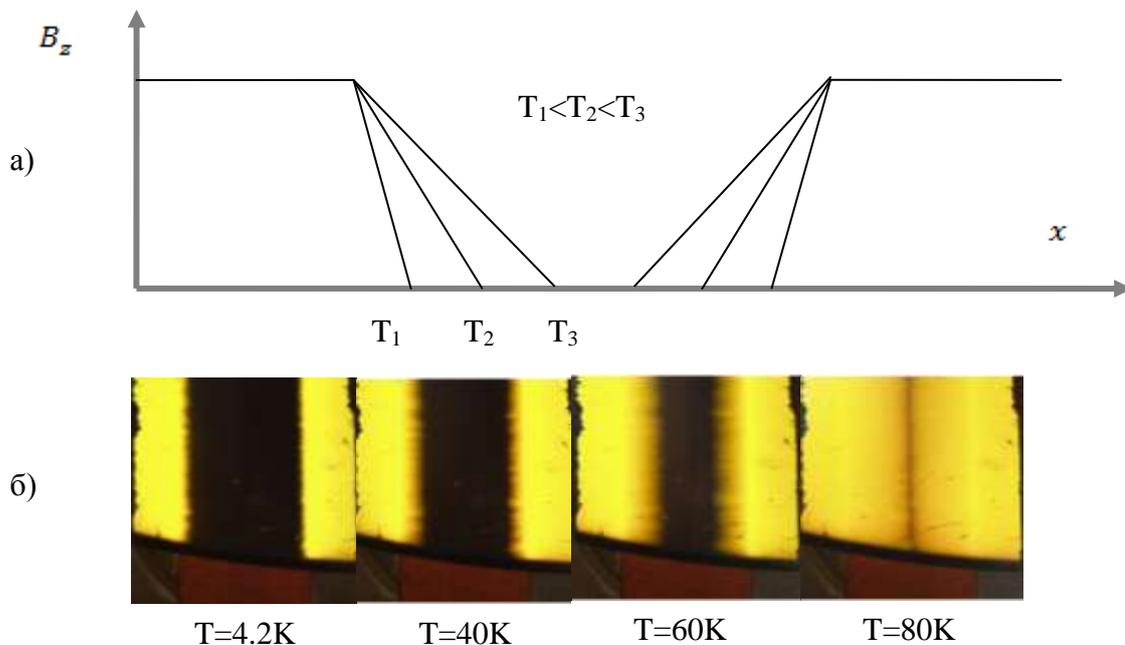


Рисунок 6.4.6 - Распределение перпендикулярной составляющей магнитного поля над СП лентой при различных температурах. а) модель Бина. б) МО-изображения при  $T= 4,2, 40, 60, 80$  К

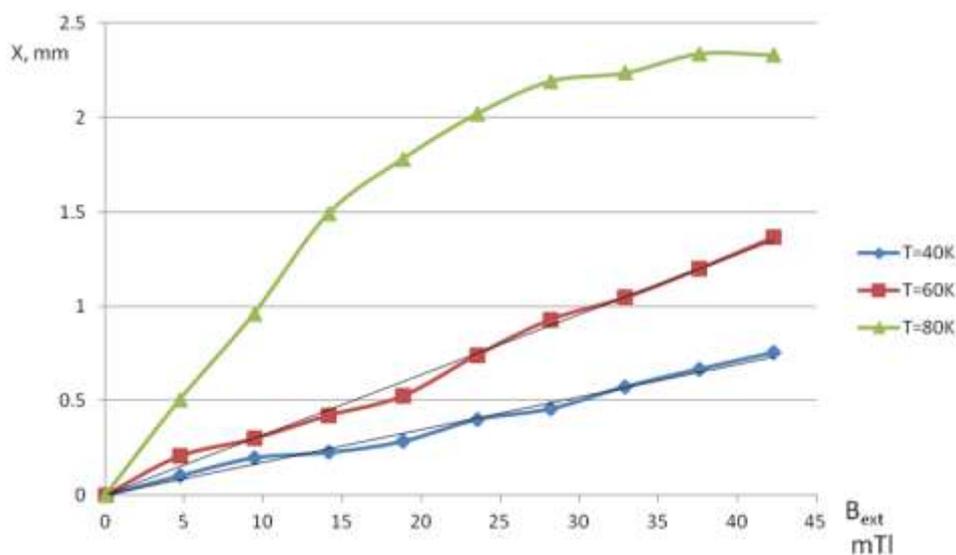


Рисунок 6.4.7 – Зависимость глубины проникновения фронта магнитной индукции от величины внешнего поля при различных температурах

После снятия внешнего поля в сверхпроводники остается захваченный магнитный поток, положение и величина которого, согласно модели Бина [4] и численным расчетам, представленным в Главе 7, зависят от значения локального критического тока. Этот захваченный магнитный поток (при нулевом внешнем поле) формируется за счет закрепления

вихрей Абрикосова на центрах пиннинга (природных и технологических дефектах, неоднородностях, вторых фазах и т.п.). При изменении знака внешнего поля в пленку с краев начинают проникать вихри обратного знака (антивихри), что приводит к движению фронта магнитной индукции противоположного знака. Антивихри и запиннигованные вихри аннигилируют, что приводит к появлению отчетливой области с  $B=0$ , названной нами волной аннигиляции магнитного потока (рисунок 6.4.8).

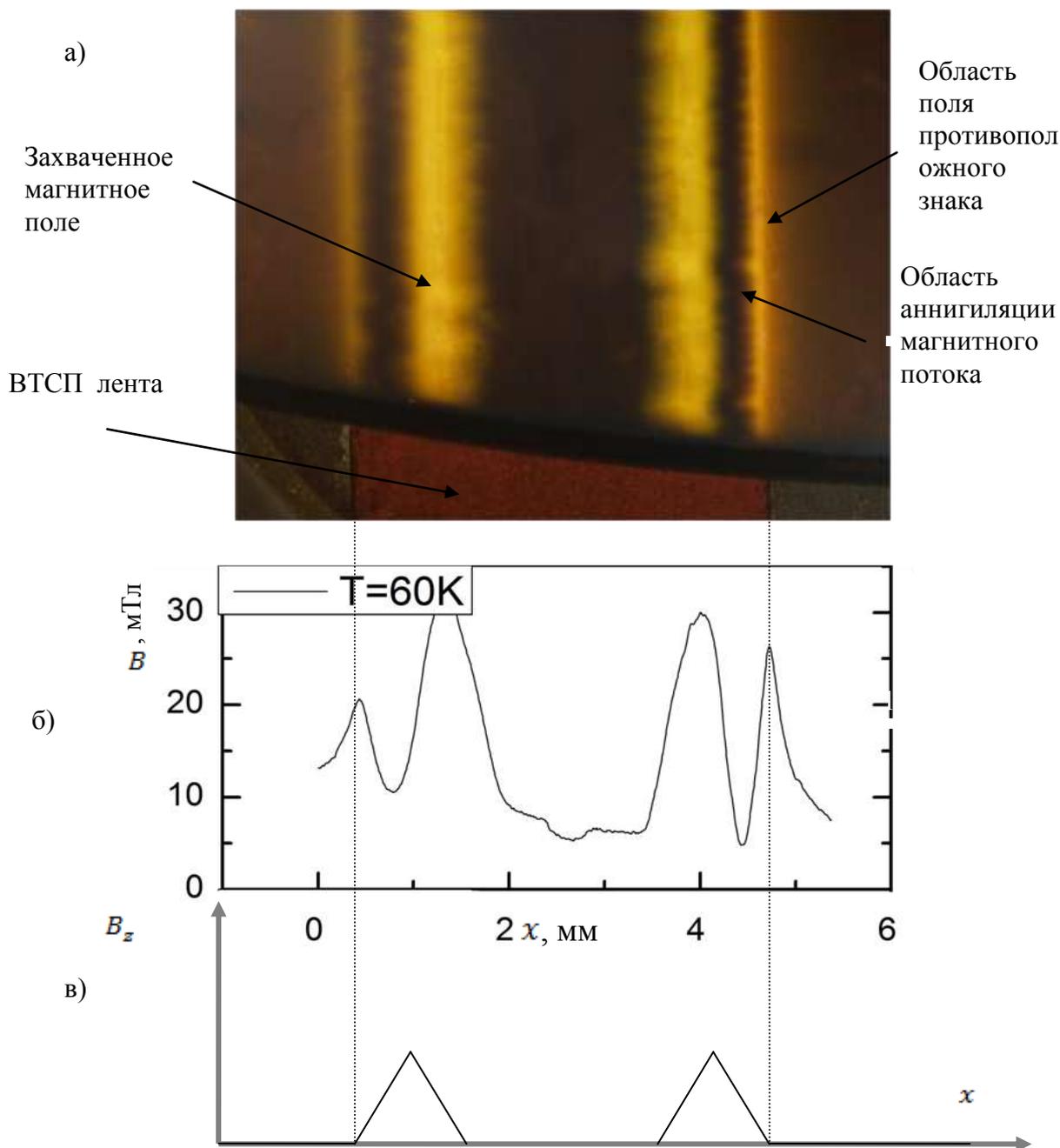


Рисунок 6.4.8. а) МО изображение захваченного магнитного поля, после приложения и снятия внешнего поля 42.3 мТл. Температура 60 К. б) Поперечный профиль магнитного поля, полученный из МО изображения. в) поперечный профиль в модели Бина

Иик

захваченного магнитного поля при этом будет также понижаться и сдвигаться. Это объясняется

необходимостью сохранения критического градиента плотности вихрей, а значит и магнитного поля. То есть, часть вихрей из области захвата поля будет срывать с дефектов и двигаться к фронту аннигиляции. Движение фронта аннигиляции будет также линейно по внешнему магнитному полю.

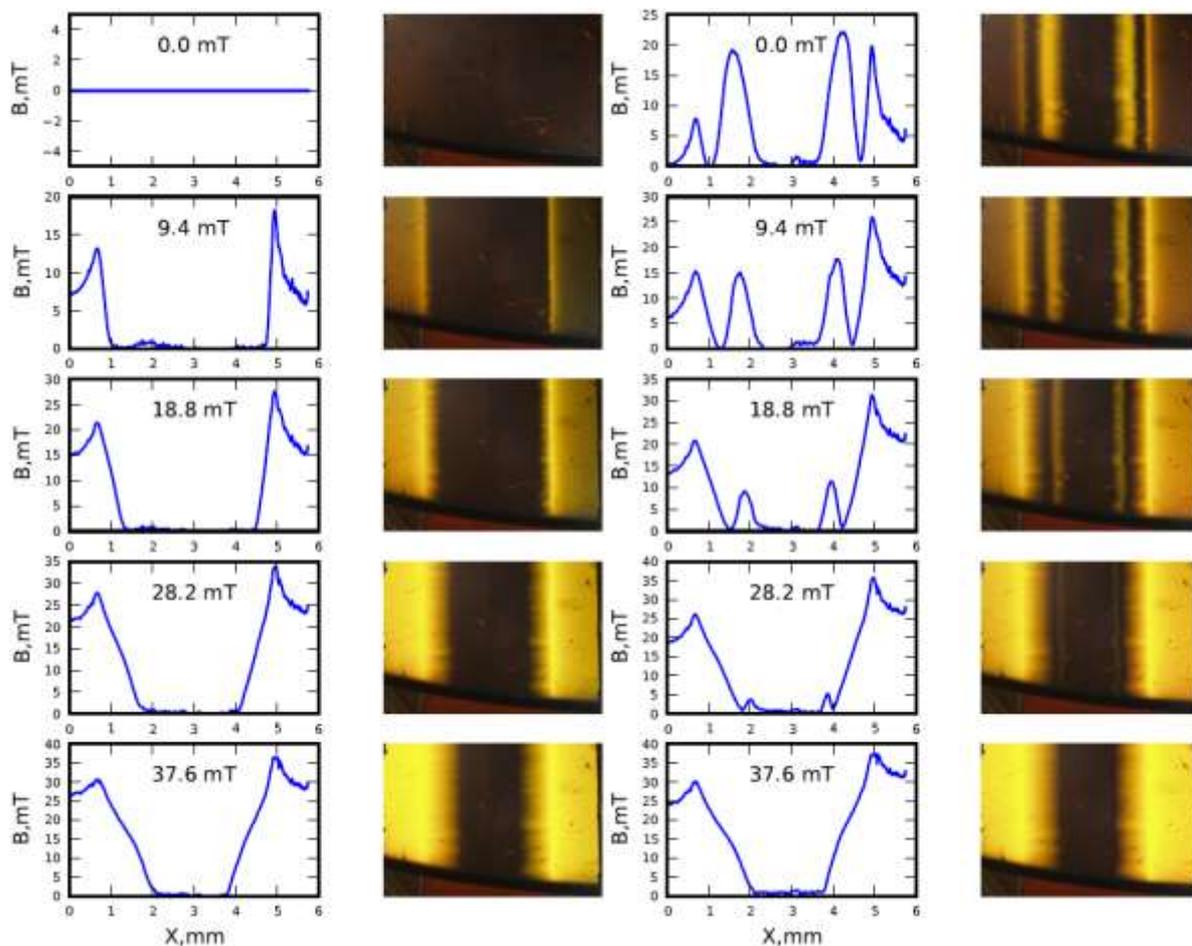


Рисунок 6.4.9 – Динамика намагничивания (левые колонки) и перемагничивания (правые колонки) ВТСП ленты при  $T=60$  К . Видна динамика движения области с нулевой индукцией

Процесс движения фронта аннигиляции в модели Бина хорошо подтверждается экспериментально при различных температурах (рисунок 6.4.10). Видно, что фронт аннигиляции движется к центральной части образца, также как и пики захваченного магнитного поля. Экспериментальные графики, отражающие зависимость глубины проникновения фронта аннигиляции от приложенного внешнего магнитного поля приведены на рисунке 6.4.11.

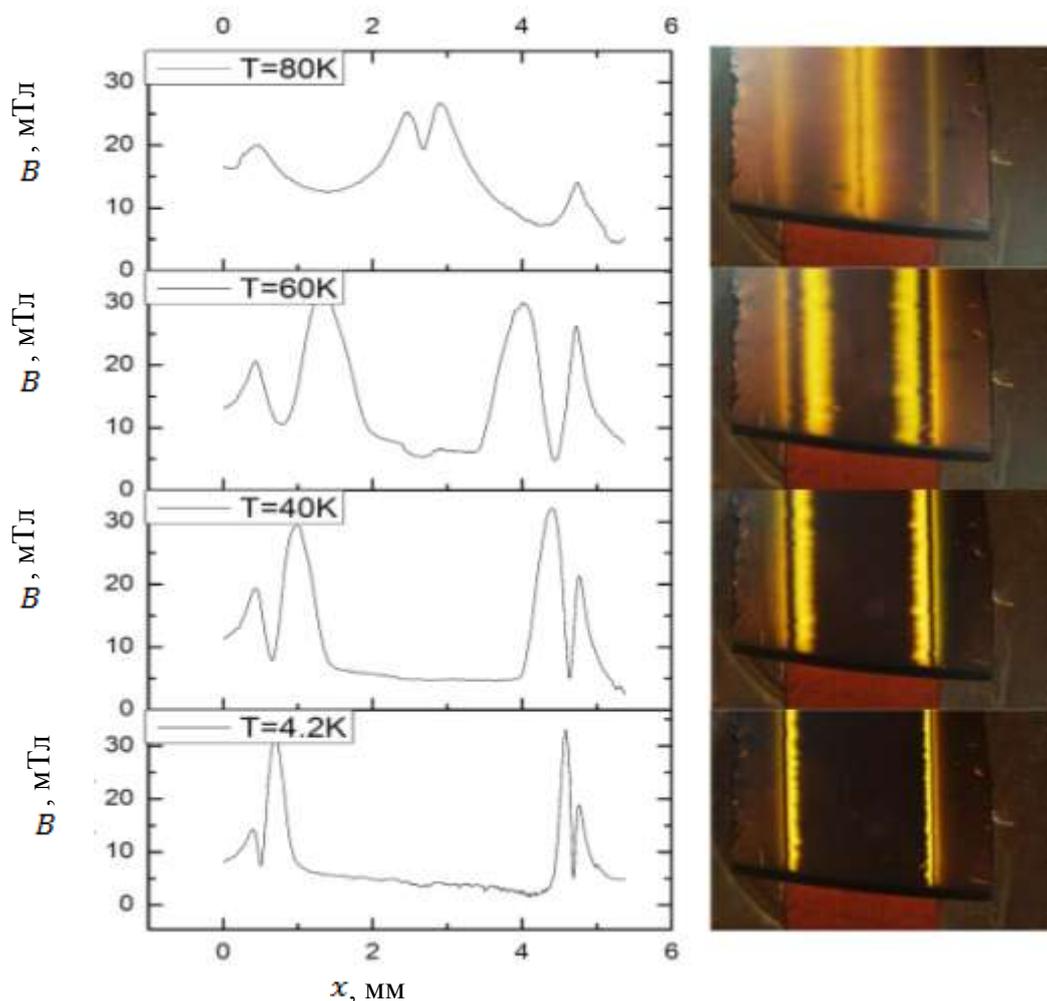


Рисунок 6.4.10 - Распределения остаточной намагниченности СП-ленты после снятия поля при различных температурах и неизменном значении максимального поля. Слева – профили распределения поля. Справа – соответствующие им МО изображения Максимальное внешнее поле  $B_{ext}=42.3$  мТл

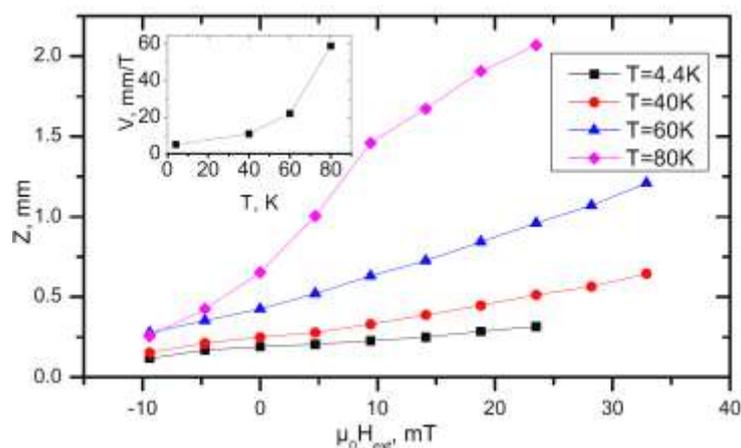


Рисунок 6.4.11 – Зависимость глубины проникновения фронта аннигиляции от приложенного внешнего магнитного поля при различных внешних температурах. На вставке – зависимость скорости движения фронта аннигиляции от температуры

Как видно из графиков, при температурах сверхпроводника, далеких от критической, фронт аннигиляции распространяется с постоянной скоростью, что полностью соответствует модели Бина. Отклонение зависимости от линейной опять же, как и в случае с движением фронта проникновения магнитного поля, связано с тем, что фронты магнитного поля, заходящие с разных сторон дошли до центральной части образца, оказывая влияние друг на друга. График зависимости скорости распространения фронта от температуры показан на вставке рисунке 6.4.12. Как видно их графика, форма зависимости близка к квадратичной.

Охлаждение ВТСП ленты в нулевом магнитном поле не позволяет провести анализ дефектности центральной части ленты, так как, особенно при низких температурах, амплитуды внешнего поля не хватает для проникновения фронта магнитного потока до центральной линии ленты. Для устранения этого недостатка мы использовали метод охлаждения ленты в присутствии внешнего поля. После охлаждения и снятия внешнего поля, в ВТСП слое остается захваченный магнитный поток, обусловленный пиннингом вихрей Абрикосова, причем максимальная амплитуда захваченного поля приходится на центральную часть ленты (рисунок 6.4.12). На рисунке видно, что есть две области наличия поля. Это внутренняя область, которая и есть захваченный магнитный поток. Внешняя область – это область с противоположным знаком поля. Её наличие, как уже было сказано выше, объясняется замкнутостью линий магнитного поля. Эта внешняя область частично проникает в СП ленту у края в виде антивихрей. Максимум поля противоположного знака достигает на краю ленты. Поэтому, в модель Бина можно внести корректировку, считая, что лента находится в некотором внешнем магнитном поле.

Рассмотрим теперь процесс нагрева ленты. При повышении температуры снижается критическая плотность тока, а одновременно с этим, и максимальный градиент магнитного поля в СП. Профиль магнитного поля как бы расплывается, и вихри у его края аннигилируют с антивихрями у границы ленты. В область без вихрей продвигаются новые антивихри с края ленты. Положение фронта аннигиляции зависит от двух факторов. Первый фактор – это градиент поля. Чем ниже температур, тем ниже градиент поля и тем глубже должен проникнуть фронт. Но более глубокое проникновение фронта снижает захваченный поток, а одновременно с этим падает внешнее поле противоположного знака. Падение внешнего поля является вторым фактором, влияющим на положение фронта аннигиляции. При понижении внешнего поля глубина проникновения будет снижаться. Соперничество двух противоположных факторов затрудняет анализ поведения фронта аннигиляции. Однако если провести вычисления в предположении о том, что внешнее поле линейно зависит от максимума поля в центре, то ширина области захвата магнитного поля не должна меняться вообще. Экспериментальные

результаты нагрева ленты после охлаждения в поле приведены на рисунке 6.4.13. Видно, что с понижением температуры область захваченного поля уменьшается, а область противоположного поля наоборот увеличивается все больше, заходя в сверхпроводник в виде антивихрей. Зависимость ширины области захваченного потока от температуры приведена на рисунке 6.4.15. Помимо этого, сама форма захваченного поля сглажена и напоминает скорее купол, нежели треугольник, как в модели Бина. Все это говорит о больших отличиях от модели Бина для случая охлаждения в поле.

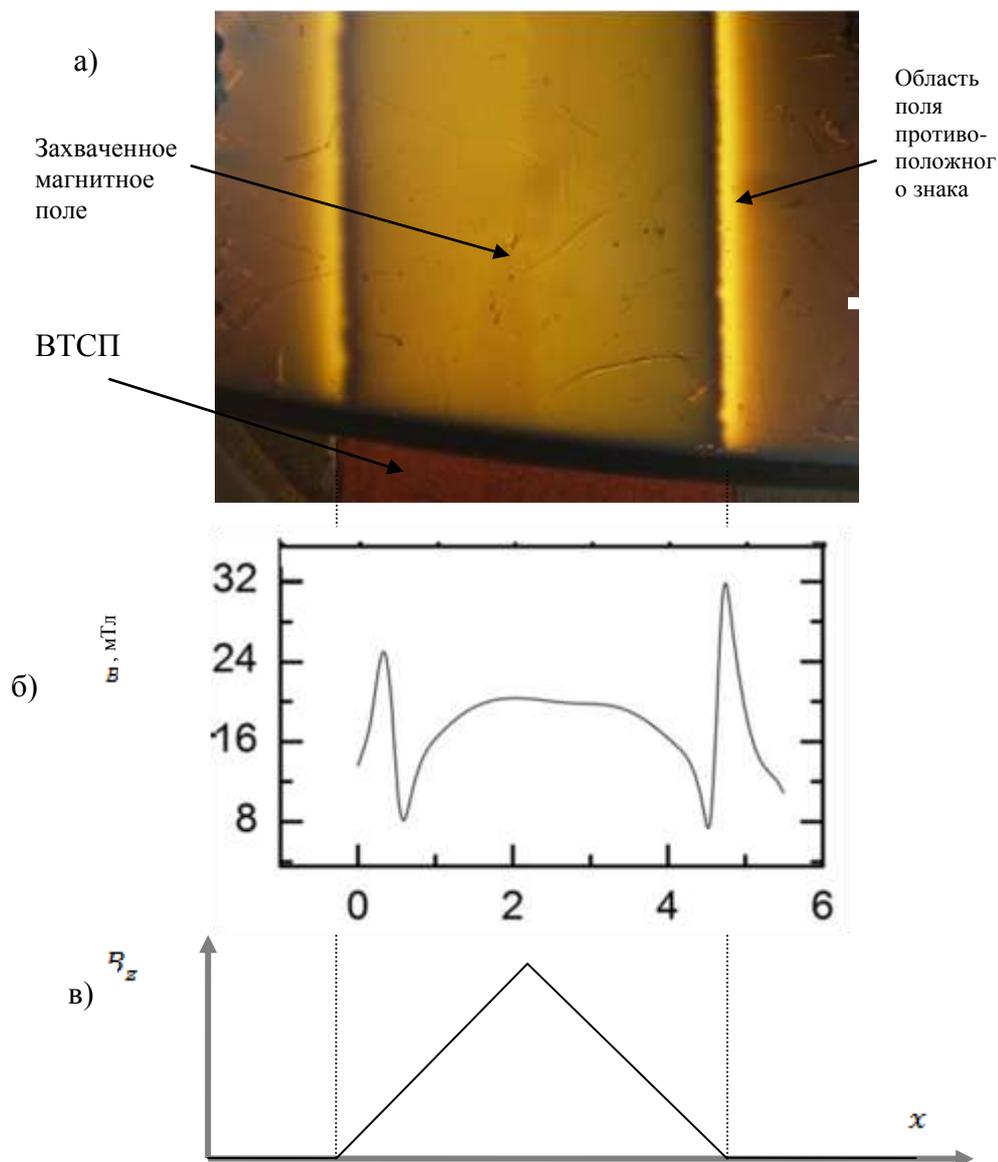


Рисунок 6.4.12 - а) Магнитооптическое изображение остаточной намагниченности ВТСП ленты после охлаждения в поле 23.5 мТл до температуры 4.3 К. б) Поперечный профиль магнитного поля, полученный из МО изображения. в) поперечный профиль в модели Бина

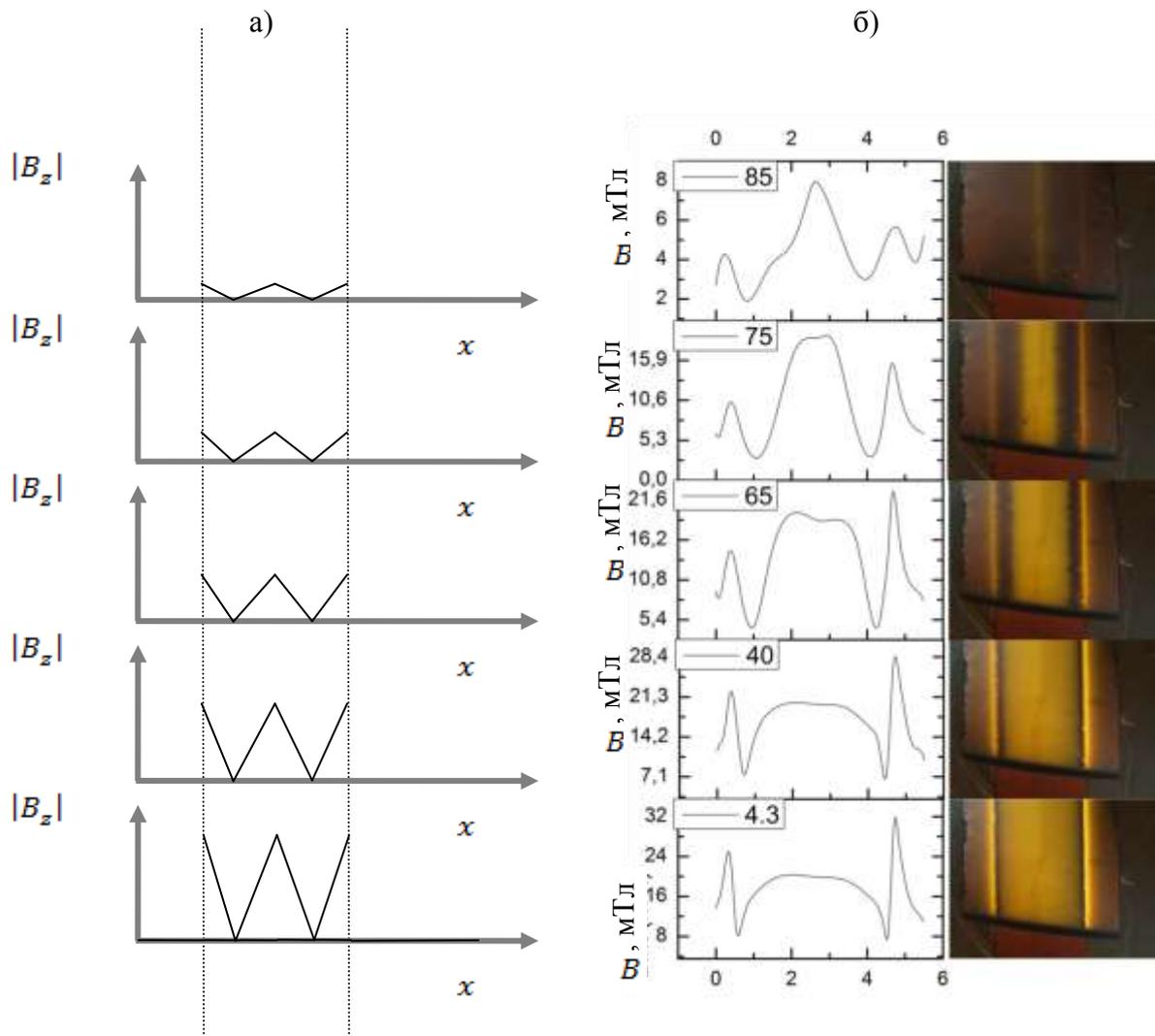


Рисунок 6.4.13 - Распределение перпендикулярной составляющей магнитного поля над СП лентой при нагреве после охлаждения в поле (повышение температуры снизу вверх). а) графики, построенные в модели Бина. б) экспериментальные данные (значение температуры в К указано в левом верхнем углу каждого графика)

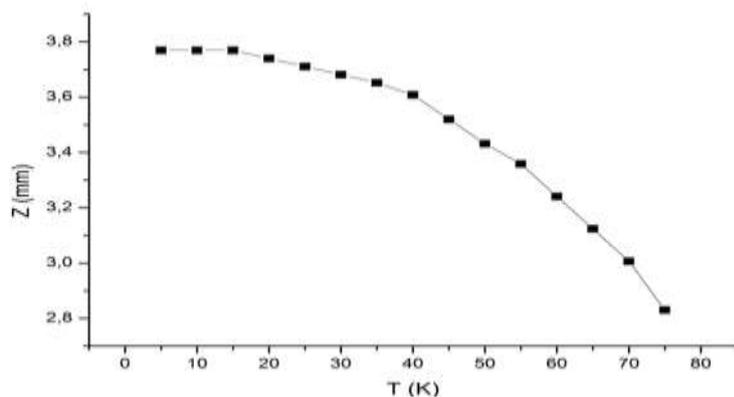
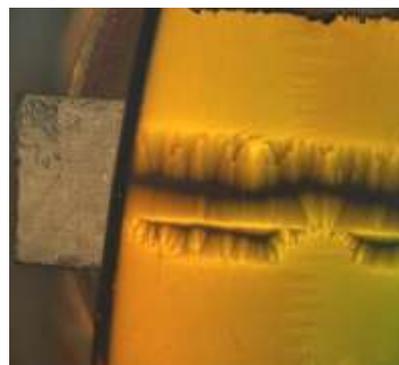
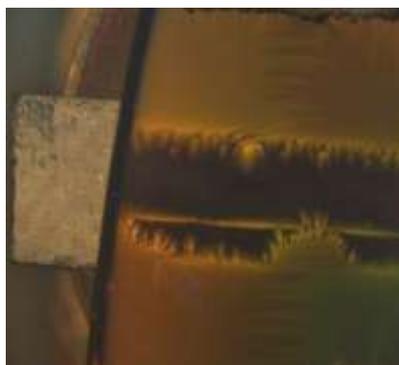


Рисунок 6.4.14 - Зависимость ширины области с захваченным магнитным потоком после охлаждения в поле от температуры

В заключение настоящего раздела продемонстрируем возможности МОВ для детектирования технологических и прочих дефектов ВТСП слоя в ленте. На рисунке 6.4.15 показан пример технологических дефектов, возникающих при резке ленты. Отчетливо видны неровности края ленты и области, в которых сверхпроводник отсутствует. Кроме того, видна полоска вдоль ленты, которая образовалась, по-видимому из-за касания валиков протяжки при процессе нанесения СП слоя. Рисунок 6.4.16 демонстрирует появление дефектов в ВТСП ленте после проведения облучения высокоэнергетичными ионами.



$B = 8.5 \text{ mT}$

$B = 21.5 \text{ mT}$

Рисунок 6.4.15 - Пример технологических дефектов, возникающих при резке ленты

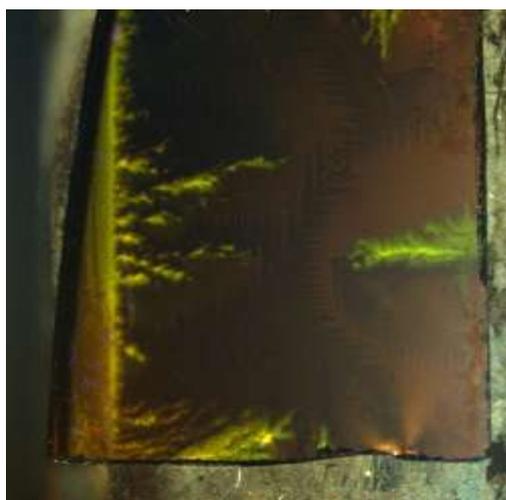


Рисунок 6.4.16 – МО изображение ВТСП ленты после проведения облучения высокоэнергетичными ионами Хе,  $E=167 \text{ MeV}$  (слева-направо – последовательное увеличение внешнего магнитного поля)

### 6.5 Повышение критического тока ВТСП композитов при импульсном плазменном кумулятивном воздействии

В предыдущих разделах диссертации отмечалось, что одним из существенных недостатков этих ВТСП материалов, обусловленных сильными термическими флуктуациями, является сильная зависимость критического тока от напряженности магнитного поля. Предпринимаются многочисленные попытки ослабить эту зависимость путем искусственного создания эффективных центров пиннинга. С этой целью ВТСП допируются ультрадисперсными частицами тугоплавких неорганических соединений, а также подвергаются облучению. В настоящем разделе в качестве одного из перспективных способов повышения критического тока ВТСП-материалов использовано воздействие на них нелинейных ударных волн, давление на фронте которых может достигать значений  $10^{11}$  Па и больше. Впервые влияние ударных волн на свойства сверхпроводников, в частности, на температуру сверхпроводящего перехода исследовано в работе [267, 268]. Было показано, что температура перехода в сверхпроводящее состояние проводников на основе соединений ниобий-олово может существенно повышаться обработкой ударными волнами, возникающими при импульсном лазерном воздействии. Одной из причин наблюдаемого эффекта, как было показано [269], является образование точечных дефектов — вакансий и междоузельных атомов на фронте ударной волны. Предполагается, что эти точечные дефекты стимулируют структурно-фазовые превращения [270] и вызывают образование центров пиннинга.

Воздействие импульсной высокотемпературной плазмы, получаемой на установках “Плазменный фокус”, на свойства ВТСП известны из работ [271]. Поскольку в экспериментах исключили влияние всех других факторов, таких как температура, имплантация, то обнаруженный эффект можно объяснить только действием ударных волн. Обнаруженный эффект повышения критического тока имеет большое значение для создания новой технологии получения ВТСП-лент с улучшенными функциональными свойствами.

Для проведения экспериментов использована малая установка термоядерного синтеза “Плазменный фокус”, установленная в Физическом институте им. П.Н.Лебедева. Ударные волны возникают при ударе пинча термоядерной плазмы о материал мишени. Энергия пинча достигает значений 4 кДж. Время воздействия его на мишень может достигать  $\sim 10^{-7}$  с. Плотность потока энергии на мишень может достигать  $10^8 - 10^{10}$  Вт/см<sup>2</sup> при скорости разлета пинча  $\sim 10^7$  см/с. В наших экспериментах в качестве рабочего газа использовали аргон при давлении 2 мбар. Энергия ионов разлетающейся плазмы изменяется в широких пределах от 100 кэВ до нескольких десятков эВ. Низкоэнергетическая часть пинча является базовой. От прямого термического воздействия плазменного импульса исследуемые образцы ВТСП-лент защищали пластиной молибдена толщиной 0,5 мм. Генерируемые при ударе плазмы нелинейные ударные

волны передаются на образцы ВТСП, проходя через 2,0 мм слой эпоксидной смолы, нанесенной на поверхность ВТСП-ленты. Такая система позволяет равномерно передать давление и защитить исследуемые образцы от температурного всплеска при ударе импульса плазмы. В данной работе отрезок ВТСП-ленты длиной 30 мм облучали только на длине 15 мм, остальную часть оставляли в качестве контрольного образца — свидетеля. Измерения ВАХ проводили попеременно, сначала на облученной части, где распространялись нелинейные ударные волны, затем на остальной части, не подвергнутой ударному воздействию. Применительно к ленте Bi-ВТСП (2223) участок воздействия ударных волн испытывал 10 ударов. Временной интервал между импульсами — 1,5 мин.

На рисунке 6.6.1 приведены примеры ВАХ в интервале магнитных полей от 0 до 6,0 Тл, генерируемых биттеровским магнитом для необлученной части образца. Сравнение ВАХ облученных и необлученных частей образца показывает, что критический ток в части образца, подвергнутого ударному воздействию, почти в 2 раза выше, чем в необработанной части. На рисунке 6.6.2 представлены полевые зависимости  $J_c(B)$  для многослойной Bi-2223 ленты в исходном состоянии и после воздействия ударных волн. При сравнении полученных кривых видно, что в результате ударного воздействия величина критического тока в нулевом магнитном поле возрастает в 2 раза, а в поле 0,5 Тл — в 3 раза, причем более высокая токонесущая способность облученной части ленты сохраняется в магнитных полях вплоть до 6,0 Тл. Необходимо также отметить, что характер ВАХ до и после облучения существенно отличается. Так кривые ВАХ образцов, подвергнутых ударному воздействию, вплоть до 6 Тл имеют плавный вид, в то же время на исходных образцах в полях выше 1,0 Тл на кривых ВАХ наблюдаются скачки, которые с повышением магнитного поля становятся более резкими. Полученные результаты свидетельствуют о более высокой структурной стабильности образцов ВТСП, подвергнутых ударному воздействию.

Для определения локального распределения критического тока и выявления области повышения критического тока, был применен описанный выше метод СХМ. Так, на рисунке 6.6.4 показано распределение захваченного магнитного потока, а на рисунке 6.6.5 -полученное в результате компьютерной обработки распределение критического тока исследуемой ленты. Хорошо видна область ленты после плазменного воздействия с локальным повышением критического тока.

Аналогичные данные были получены также для ВТСП лент на основе Y (рисунок 6.6.6). Улучшение токонесущей способности ВТСП лент YBCO(123) также подтверждено сканирующей холловской магнитометрией при 77 К. В частности в поле 8 Тл для  $H \perp c$  увеличение тока после воздействия ударных волн составляет примерно 60%. В случае Bi(2223) ленты критический ток в нулевом поле в части образца, подвергнутой ударно-волновому

воздействию, оказался почти в 2 раза выше, чем в необработанной части (100 А и 50 А, соответственно).

Повышение критического тока можно связать с целым рядом вероятных трансформаций структуры сверхпроводящего зерна. Прежде всего, возможно повышение плотности токонесущего зерна, приводящего к усилению слабых связей на границах зерен. При этом также может происходить формирование в объеме сверхпроводящей фазы наноразмерных дефектов, ответственных за усиление силы пиннинга. Следует также отметить, что после ударного плазменного воздействия не требуется проведения термообработки, сверхпроводимость сохраняется и при этом повышается критический ток.

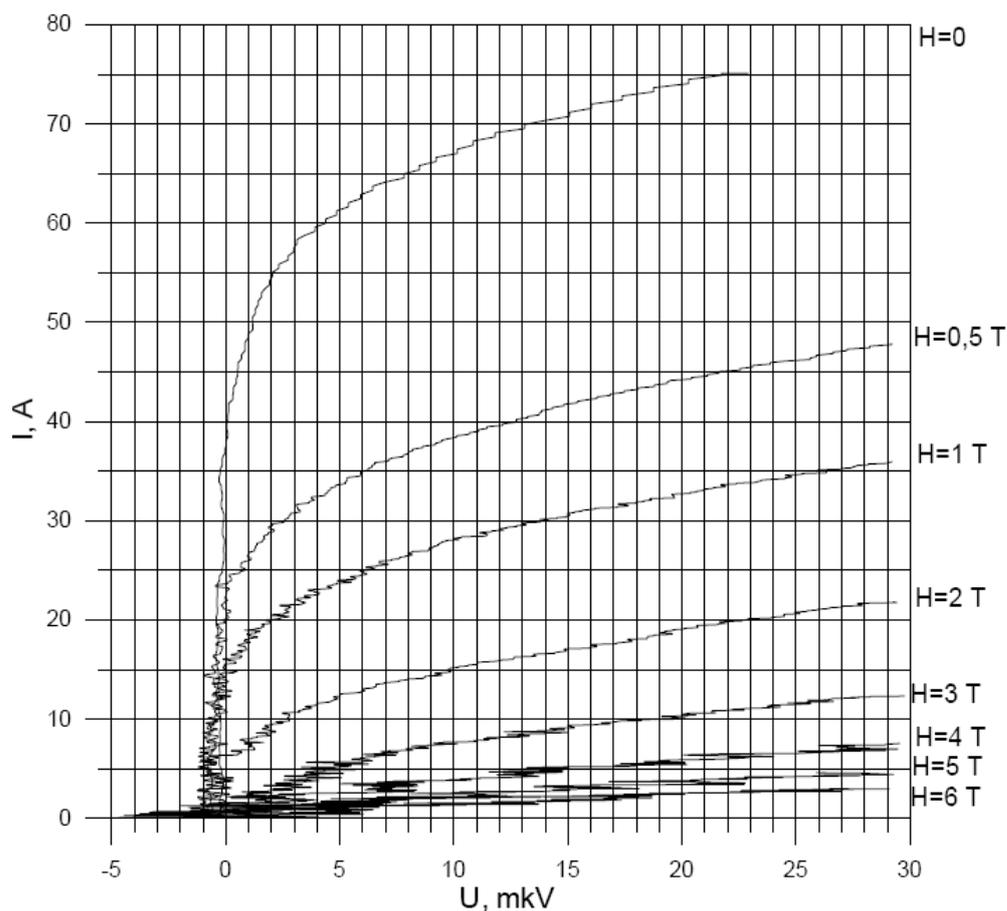


Рисунок 6.6.1 - Вольтамперные характеристики необлученной части ленты ВТСП при различных магнитных полях.  $T=77$  К. Ориентация поля – перпендикулярно плоскости ленты

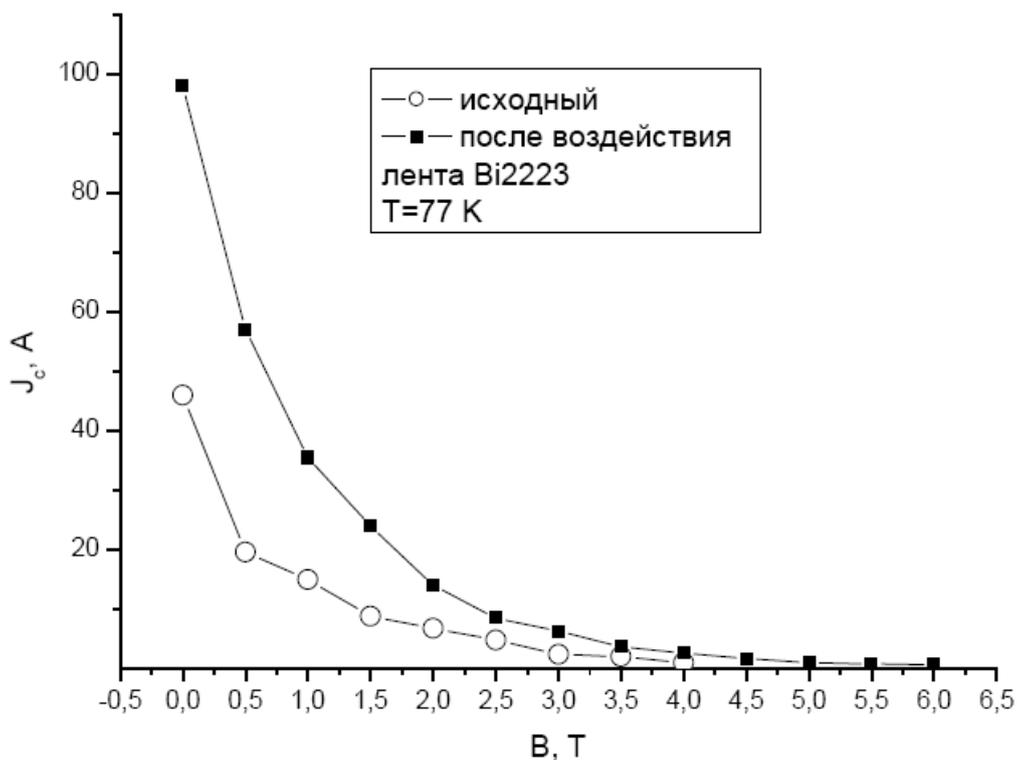


Рисунок 6.6.2 - Зависимости критического тока от внешнего магнитного поля для необлученной и облученной части ленты

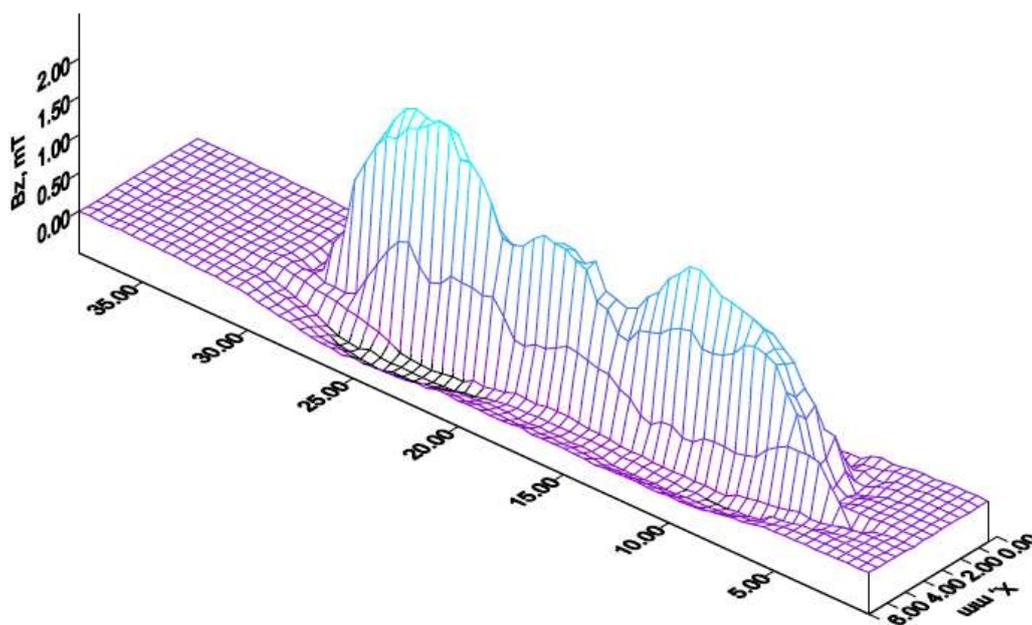


Рисунок 6.6.3 - Поверхность распределения захваченного магнитного потока  $B_z(x,y)$  ВТСП ленты, полученная методом ХСМ. Левая область была подвергнута кумулятивному плазменному воздействию

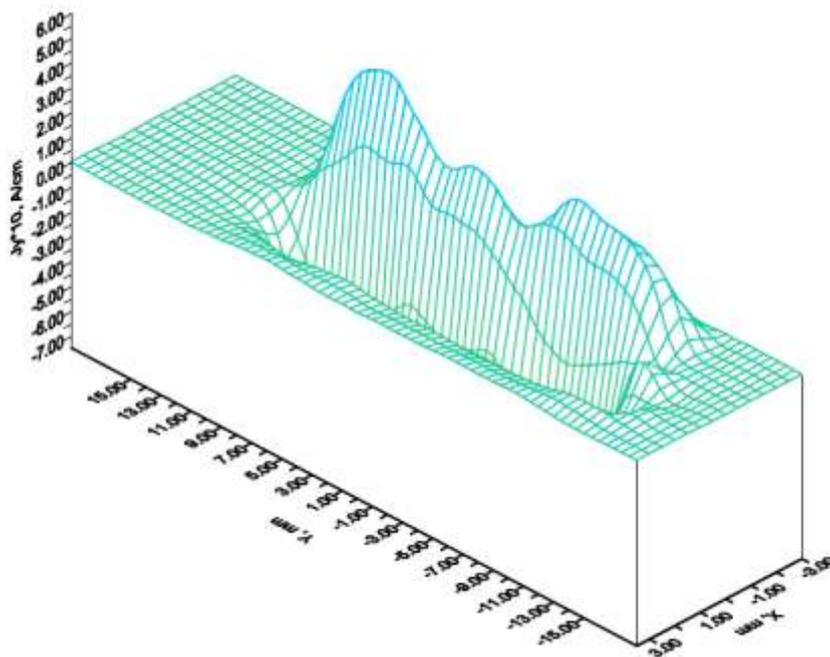


Рисунок 6.6.4 - Поверхность распределения компоненты тока  $J_y(x,y)$  вдоль ленты . По оси ординат отложена величина критического тока на 1 см ширины ленты. Левая область была подвергнута кумулятивному плазменному воздействию

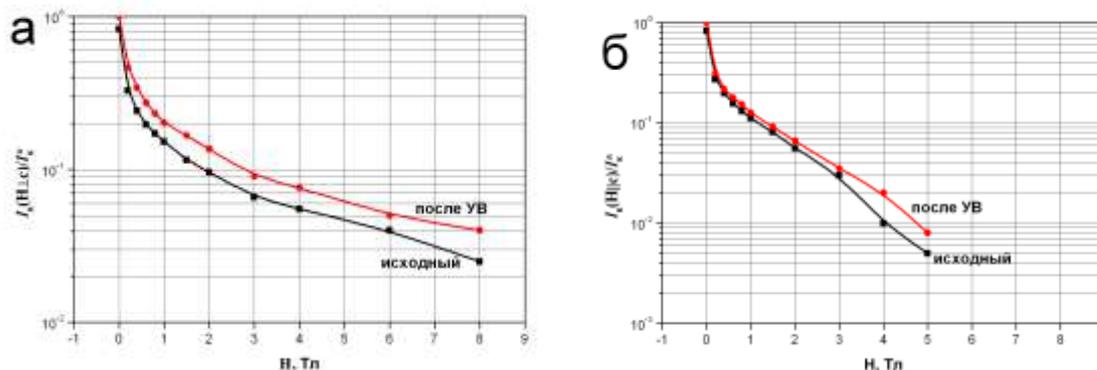


Рисунок 6.6.5 - Зависимости критического тока ( $I_c$ ) от внешнего магнитного поля  $H$  при  $T = 77$  К для исходного и экспериментального образцов YBCO(123).  $I_c^*$  - значение критического тока в нулевом поле. а)  $H \perp c$ . В поле  $H = 8$  Тл увеличение критического тока составляет примерно 60% . (Ось  $c$  образца перпендикулярна плоскости подложки).  
б) для геометрии  $H \parallel c$ .

## 6.6 Выводы по главе 6

В главе 6 представлены результаты исследований транспортных характеристик различных сверхпроводящих композитов.

Проведены измерения намагниченности и гистерезисных потерь в ниобий оловянных композитах. На основе анализа полученных данных впервые обнаружен универсальный масштабно-инвариантный характер зависимости гистерезисных потерь от приведенной амплитуды магнитного поля что свидетельствует об одинаковой функциональной зависимости  $J_c(B)$  во всех исследованных композитах. Данный результат имеет важный прикладной аспект, так как открывает возможность для оценки гистерезисных потерь в больших полях. Также представлена методика расчета гистерезисных потерь, результаты которой сравниваются с экспериментальными данными.

Значительная часть главы посвящена изучению диссипативных процессов в переменных электромагнитных полях с целью выяснения фундаментальной природы электрических потерь и выявления связи потерь с основными критическими характеристиками сверхпроводников на постоянном токе. Для этого исследовались транспортные характеристики на переменном токе ВТСП композитов и гистерезисные явления в медленно меняющемся магнитном поле для ниобий-оловянных композитов.

Результаты измерений потерь на переменном транспортном токе в многожильных  $\text{Bi-2223/Ag}$  сверхпроводящих лентах во внешнем магнитном поле показали фундаментальный результат: транспортные потери являются потерями в «насыщенной зоне», которые отличаются от «чистых» гистерезисных потерь. Потери в насыщенной зоне увеличиваются с уменьшением критического тока, что наблюдалось в эксперименте. Внешнее постоянное магнитное поле, также как и повышение температуры, вызывает увеличение потерь, коррелируя с уменьшением критического тока, исследованных образцов. Значения транспортных потерь, нормированных на квадрат критического тока  $Q/I_c^2$ , как функция нормированной амплитуды транспортного тока ложатся на одну кривую, в соответствии с уравнениями Норриса. Общность результатов, полученных на широком наборе образцов, отличающихся внутренним строением и числом жил более, чем в сто раз указывает на принципиальный вывод об определяющем влиянии величины критического тока на значение и характер транспортных потерь на переменном токе.

Изучена намагниченность и критический ток ВТСП лент второго поколения (сверхпроводящие пленки на магнитных и немагнитных подложках). Обнаружены особенности парамагнитного поведения композита  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  на металлической подложке из мягкого ферромагнетика в сильных магнитных полях

С целью детального анализа соответствия контактных и бесконтактных измерений критического тока, проведены измерения транспортного критического тока и намагниченности

ВТСП ленты второго поколения при  $T=77$  К в магнитных полях до 14 Тл. Показано, что в полях до 0,5 Тл полевая зависимость макроскопического транспортного тока совпадает с аналогичной кривой, рассчитанной из кривой намагниченности по модели Бина. В полях выше 0,5 магнитные измерения дают заниженное значение критического тока.

Проведены изучения локальных магнитных явлений в ВТСП композитах методом магнитооптической визуализации. Установлены основные особенности динамики проникновения магнитного потока в ВТСП композиты.

Установлена возможность повышения критического тока ВТСП композитов в широком диапазоне магнитных полях до 8 Тл путем воздействия на образец кумулятивного плазменного удара.

## Глава 7 Моделирование магнитных и транспортных характеристик слоистых ВТСП с центрами пиннинга

В основе всех магнитных и транспортных свойств сверхпроводящих материалов, обсуждаемых в предыдущих разделах, лежит физика сверхпроводников второго рода, а именно сложные процессы взаимодействия решетки Абрикосова с системой центров пиннинга в конкретном сверхпроводнике. В высокотемпературных сверхпроводниках, в силу их сильной анизотропии, ситуация еще более усложняется, так как отдельная вихревая линия в зависимости от внешних условий может распадаться на систему сильно- или слабо-взаимодействующих вихревых блинов. Взаимодействие вихревых блинов друг с другом, а также с трехмерной системой центров пиннинга, приводит к сложной и запутанной картине фазового состояния таких систем [189]. Вместе с тем, в приближении отсутствия межплоскостного взаимодействия вихревых блинов, а это для сильно анизотропных ВТСП типа  $\text{Bi2212}$  и  $\text{Bi2223}$ , справедливо в широком диапазоне температур, можно рассматривать вихревую структуру только одного сверхпроводящего слоя. В этом простом приближении можно изучать взаимодействие двумерной системы абрикосовских вихрей с системой плоскостных центров пиннинга, экранирующим и транспортным током, внешним магнитным полем.

Ниже мы представим результаты численного расчета намагниченности квази-двумерной ВТСП пластины с произвольным распределением центров пиннинга. Развита метод, основанный на алгоритме Монте-Карло для большого канонического ансамбля, обладающий рядом особенностей, отражающих поведение вихревых систем в слоистых ВТСП материалах. Данный метод позволяет получить равновесное распределение вихревой плотности при изменении внешнего магнитного поля  $H$  и вычислить зависимости намагниченности  $M$  от  $H$  при произвольном расположении центров пиннинга и различной температуре. Наш подход имеет ряд принципиальных отличий по сравнению с известными расчетами, а именно: максимально корректный учет влияния границы пластины, широкий диапазон рабочих температур  $0 < T < T_c$ , возможность учета любого распределения любых типов дефектов. На основе проведенных расчетов, мы получим не только кривые намагниченности, но и проанализируем процессы перемагничивания сверхпроводников, в частности, рассмотрим свойства волны аннигиляции магнитного потока в высокотемпературных сверхпроводниках.

Кроме того, будут рассмотрены примеры применения данного подхода для анализа энергетических потерь в ВТСП пластине и зависимости критического тока от концентрации дефектов.

Отметим, что результаты, полученные методом численного моделирования, в силу ограниченности рассматриваемой модели, имеют лишь качественное значение и не претендуют на количественное совпадение с экспериментальными данными, но, вместе с тем, помогают прояснить физику наблюдаемых на эксперименте явлений.

### 7.1 Моделирование процессов намагничивания и перемагничивания двумерной пластины с дефектами

Теоретическому описанию намагниченности бездефектных сверхпроводников посвящено достаточно большое число работ (см, например, обзор [272]). В малых полях намагниченность в рамках лондоновской модели хорошо описывается формулой Феттера [273]. Вблизи второго критического поля применимо выражение Абрикосова [274]. Поведение намагниченности во всем диапазоне полей от  $H_{c1}$  до  $H_{c2}$  описано в [275, 276] и, наконец, в [277] предложен вариационный метод, позволяющий самосогласованным образом найти зависимость намагниченности сверхпроводника второго рода от магнитного поля. Вместе с тем стоит отметить, что все предложенные методы рассматривают бездефектные сверхпроводники и не позволяют в едином подходе рассчитать замкнутую петлю намагниченности при циклическом изменении магнитного поля для сверхпроводников с дефектами.

Аналитическое решение задачи о поведении намагниченности высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) с произвольным заранее заданным расположением центров пиннинга чрезвычайно сложно и требует учета многих параметров, поэтому целесообразным является использование численных методов, в том числе метода Монте-Карло. Попытки провести численный расчет намагниченности двумерного сверхпроводящего слоя с дефектами при увеличении и уменьшении внешнего магнитного поля предприняты в [278] методом молекулярной динамики. Однако, в этих работах не учтено влияние границы на процессы проникновения магнитного потока и все расчеты проведены при нулевой температуре.

Мы представим результаты численного расчета намагниченности квази-двумерной ВТСП пластины с произвольным распределением центров пиннинга. Нами развит метод, основанный на алгоритме Монте-Карло для большого канонического ансамбля, обладающий рядом особенностей, отражающих поведение вихревых систем в слоистых ВТСП материалах. Данный метод позволяет получить равновесное распределение вихревой плотности при изменении внешнего магнитного поля  $H$  и вычислить зависимости намагниченности  $M$  от  $H$  при произвольном расположении центров пиннинга и различной температуре. Наш подход имеет ряд принципиальных отличий по сравнению с известными расчетами, а именно: максимально корректный учет влияния границы пластины, широкий диапазон рабочих температур  $0 < T < T_c$ , возможность учета любого распределения любых типов дефектов. На

основе проведенных расчетов, мы получим не только кривые намагниченности, но и проанализируем процессы перемагничивания сверхпроводников, в частности, рассмотрим свойства волны аннигиляции магнитного потока в высокотемпературных сверхпроводниках.

### 7.1.1. Модель и методика расчета

Рассмотрим трехмерный объемный образец слоистого в плоскости  $x$ - $y$  ВТСП. Образец имеет конечную толщину в направлении  $x$  и бесконечные размеры в направлении  $y$  и  $z$  (рисунок 7.1.1). Он помещен в магнитное поле, параллельное оси  $z$ , что исключает эффекты размагничивания. Предполагая слабое взаимодействие между слоями в ВТСП, для расчетов будем рассматривать только квази-двумерную  $x$ - $y$  пластину толщины  $d$ , которая будет моделировать сверхпроводящий слой, т.е. по оси  $z$  мы “вырезаем” слой толщиной  $d$ , который будем в дальнейшем рассматривать.

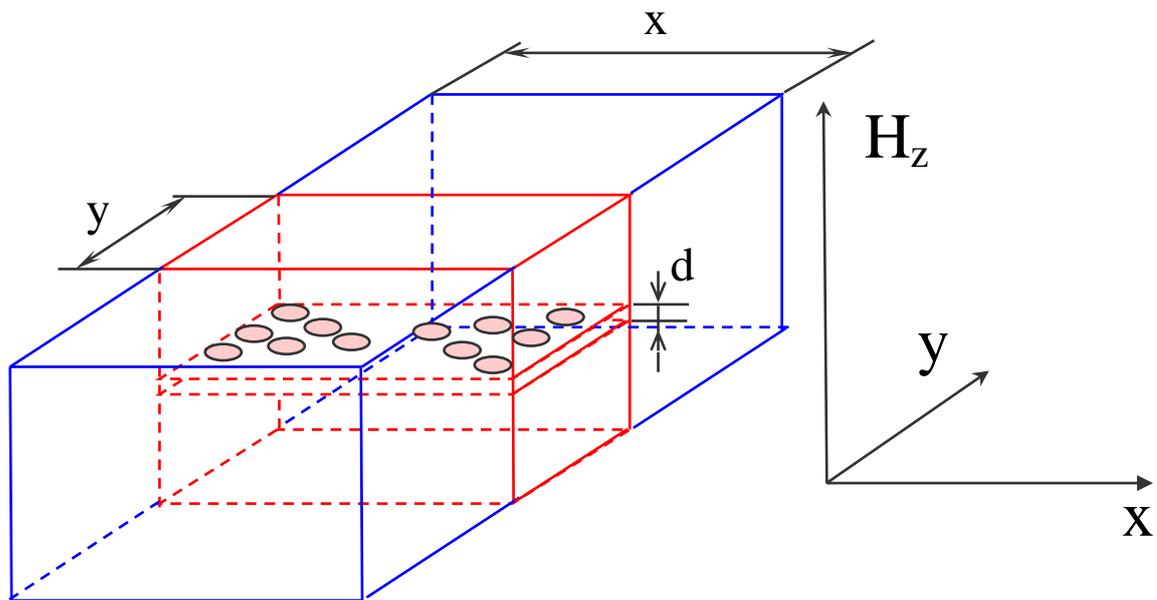


Рисунок 7.1.1 – Геометрия вычислений

Во внешнем магнитном поле  $H$  внутри пластины рассматривается двумерная система абрикосовских вихрей в виде модельных классических частиц с дальнедействующим потенциалом.

Термодинамический потенциал Гиббса системы вихрей в такой пластине будет иметь вид:

$$G = Nd\varepsilon - Nd \frac{\Phi_0 H}{4\pi} + d \frac{\Phi_0 H}{4\pi} \sum_i \left( e^{-\frac{x_i}{\lambda}} + e^{-\frac{a-x_i}{\lambda}} \right) + \frac{1}{2} \sum_{i \neq j} U(r_{ij}) + \sum_i U_p(r_i) + U_{surf} \quad (7.1.1)$$

где собственная энергия вихря:

$$\varepsilon = \left( \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda} \right)^2 \left( \ln \frac{\lambda_0}{\xi_0} + 0.52 \right) \quad (7.1.2)$$

$$Nd \frac{\Phi_0 H}{4\pi} \quad (7.1.3)$$

- энергия взаимодействия с внешним полем  $H$ ;

$$U(r_{ij}) = U_0 K_0 \left( \frac{r_{ij}}{\lambda} \right) \quad U_0 = \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2 \lambda^2} d \quad (7.1.4)$$

энергия парного взаимодействия вихрей;

$$d \frac{\Phi_0 H}{4\pi} \left( e^{\frac{x_i}{\lambda}} + e^{-\frac{a-x_i}{\lambda}} \right) \quad (7.1.5)$$

- энергия взаимодействия  $i$ -го вихря с мейсснеровскими токами, текущими вдоль поверхности пластины в направлении  $y$ ;

$U_p(r_i)$  - энергия взаимодействия  $i$ -го вихря с центрами пиннинга;

$U_{surf}$  - энергия взаимодействия системы вихрей с поверхностью сверхпроводника ;

$\Phi_0 = \frac{hc}{2e}$  - квант магнитного потока;

$d$  - толщина сверхпроводящего слоя;  $\lambda$  - глубина проникновения магнитного поля в сверхпроводник;  $\xi_0$  - размер кора вихря при  $T=0$ ;  $N$ - число вихрей в системе.

Взаимодействие отдельного вихря с поверхностью сверхпроводника в пластине шириной  $a$  ( $-a/2 < x < a/2$ ) стандартно представляется как взаимодействие вихря с его зеркальным отображением (антивихрем):

$$U_{surf}(x) = \frac{U_0}{2} \left( 2 \sum_{j=1}^{\infty} K_0 \left( \frac{2ja}{\lambda} \right) - \sum_{j=0}^{\infty} \left( K_0 \left( \frac{2x+ja}{\lambda} \right) + K_0 \left( \frac{2(a-x)+ja}{\lambda} \right) \right) \right) \quad (7.1.6)$$

Для исследования поведения системы с дефектами введены центры пиннинга. При этом энергия взаимодействия с центром пиннинга выбиралась в модельном виде :

$$U_p(T, r) = -\alpha \frac{U_0(T)}{U_0(0)} \frac{1}{\left(\frac{r}{\xi} + 1\right)} \exp\left(-\frac{r}{2\xi}\right) \quad (7.1.7)$$

Такой выбор размеров и глубины пиннинга соответствует случаю, когда на центре пиннинга может закрепиться только один вихрь.  $\alpha$  - безразмерный параметр, характеризующий глубину потенциальной ямы дефекта.

Индукция магнитного поля в данной геометрии вычислялась по следующей формуле:

$$B = \frac{N\Phi}{S} + \frac{2\lambda H}{a} \left(1 - e^{-\frac{a}{\lambda}}\right) \quad (7.1.8)$$

В последнем выражении отражен вклад мейснеровских токов.

Учитывалось также, что поток, который несет на себе каждый вихрь, зависит от расстояния до края пластины, т.е.

Последнее выражение получено с учетом изображения вихря на границе и геометрии

$$\Phi(x) = \Phi_0 \left( 1 - \frac{2}{\pi} \int_{\frac{x}{\lambda}}^{\infty} K_0(y) y \arccos\left(\frac{x}{y\lambda}\right) dy \right) \quad (7.1.9)$$

системы. Строго говоря, формула выведена для полубесконечного сверхпроводника. Однако, если пластина достаточно широкая ( $a \gg \lambda$ ) влиянием второй границы можно пренебречь.

Одним из основных методов компьютерного моделирования, используемых при исследовании вихревых систем, является метод Монте-Карло.

Метод Монте-Карло дает решение задачи путем анализа выборки, сгенерированной с помощью последовательности случайных чисел [279]. Вначале система описывается с помощью модельного функционала, а затем выбирается подходящий для задачи ансамбль. Далее все характеристики системы вычисляются, используя связанные с этим ансамблем функцию распределения и статистическую сумму. Основная идея состоит в том, чтобы отобразить основные вклады в оценку наблюдаемой переменной.

В отличие от метода молекулярной динамики, метод Монте-Карло позволяет получить информацию о конфигурационных характеристиках системы. Одним из преимуществ метода Монте-Карло является возможность выбора ансамбля, канонического (фиксировано число частиц, объем, температура) либо большого канонического (фиксирован объем и температура, число частиц может изменяться). В то время как метод молекулярной динамики позволяет работать только при заданном числе частиц.

Выбор ансамбля диктуется конкретной задачей. Например, в рамках канонического ансамбля можно моделировать фазовый переход вихревая решетка – вихревая жидкость, исследовать конфигурации, возникающие в вихревой системе. В тоже время, для расчета намагниченности и изучения процесса перемагничивания необходимо работать в рамках большого канонического ансамбля, т.е. допустить рождение – уничтожение вихрей.

В настоящей работе использовался как канонический, так и большой канонический ансамбли.

Для расчета был разработан алгоритм, существенно отличающийся от стандартного метода Монте-Карло для канонического ансамбля. В настоящем подходе мы отказались от использования пространственной сетки, и фазовое пространство непрерывно. Элементарное изменение положения вихря не ограничивается шагом сетки, а выбирается случайным образом из допустимой области, например, площади пластины. Отбор конфигураций производится в соответствии с гиббсовским весом. Для увеличения эффективности счета все взаимодействия вихрей в системе табулируются в зависимости от расстояния с точностью не хуже 1 ангстрем, что исключает погрешности, характерные для алгоритмов с пространственной сеткой.

Для расчета намагниченности необходимо работать в большом каноническом ансамбле, т.е. допустить рождение и уничтожение вихревых нитей. Процессы рождения и уничтожения (аннигиляции) вихрей были разрешены в приграничной полоске ширины  $\lambda$  вдоль оси  $y$ . Таким образом, моделируется проникновение магнитного потока в пластину. Конкуренция отталкивания со стороны мейсснеровских токов и притяжения к границе приводит к возникновению поверхностного барьера (типа Бина-Ливингстона), который учитывается в данном подходе естественным образом.

Кроме того, для плавного описания процессов перемагничивания в рассмотрение формально введены вихри с противоположным направлением токов (анти-вихри). При этом для выполнения принципа детального равновесия помимо стандартного процесса уничтожения в схему добавлен процесс уничтожения пары, состоящей из вихря и анти-вихря (аннигиляция), в случае если они находятся на расстоянии порядка нескольких  $\xi$ . Таким образом, при изменении знака внешнего магнитного поля  $H$  автоматически происходит замена вихрей анти-вихрями, т.е. моделируется процесс перемагничивания пластины. Особенно это важно при корректном рассмотрении процессов замораживания магнитного потока на дефектах и неоднородностях.

В итоге в представленной схеме Монте-Карло рассматривается четыре типа процессов: движение вихря, рождение одиночного вихря (или антивихря), уничтожение одиночного вихря (антивихря), уничтожение пары вихрь-антивихрь. Уничтожение одиночного вихря разрешается также только в приграничной полосе  $\lambda$ , что соответствует в реальной ситуации выходу магнитного потока только через границу сверхпроводника.

Для соблюдения принципа детального равновесия все прямые и обратные подпроцессы попарно взвешены. Так, вероятности рождения  $P_c$  и уничтожения  $P_a$  домножаются на  $1/(N+1)$  и на  $N$ , соответственно для учета изменения числа вихрей  $N$  до и после процесса, так что конечные вероятности имеют вид:

$$P_c = \begin{cases} R_c / W_c; & R_c < W_c; \\ 1; & R_c > W_c; \end{cases} \quad P_a = \begin{cases} W_a / R_a; & R_a > W_a \\ 1; & R_a < W_a \end{cases}$$

$$R_c = a * L_y / (N+1), R_a = a * L_y / N; W_c = \exp(\beta * \Delta E_1), W_a = \exp(-\beta \Delta E_2);$$

$$\Delta E_1 = E_{N+1} - E_N; \Delta E_2 = E_{N-1} - E_N.$$

Здесь  $W$  – обычные гиббсовские веса, а  $R$  – отношение вероятности обращения к соответствующему вихрю ( $\sim 1/N$ ) и к точке пространства для рождения вихря ( $1/aL_y$ ). Индексы  $c$  и  $a$  относятся соответственно к процессам рождения (creation) и уничтожения (annihilation). Такая схема детального баланса позволяет произвол в выборе  $R$  – эту величину можно домножить на любой постоянный множитель (одинаковый для  $R_a$  и  $R_c$ ), что не нарушит баланс, но позволит оптимизировать обновление конфигураций.

При расчетах в каноническом ансамбле фиксировалось число вихрей и принимались периодические граничные условия как по направлению  $x$ , так и по направлению  $y$ .

Для моделирования взяты параметры реального слоистого сверхпроводника  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ :  $d=0,27$  нм,  $\lambda_o=180$  нм,  $\xi_o=2$  нм,  $T_c=84$  K [280]. Расчеты проводились для пластин размера, как правило,  $5$  мкм  $\times$   $3$  мкм. Однако, особенно в случаях рассмотрения канонического ансамбля, использовалась другая геометрия расчетов. Размер рассматриваемой области выбран таким образом, чтобы, с одной стороны, можно было ограничиться только первыми слагаемыми во взаимодействии вихрей с поверхностью и, с другой стороны, чтобы применение периодических граничных условий не привело к существенным ошибкам в вычислении взаимодействия вихрей. Максимальный диапазон изменения внешнего поля  $H$  ограничен только мощностью вычислительной машины и, соответственно, временем счета. В представленных в работе расчетах диапазон изменений внешнего поля составил  $-0.12 \leq H \leq +0.12 T$ .

### 7.1.2 Кривые намагниченности $M(H)$ модельного сверхпроводника

Рассмотрим результаты расчета петель намагниченности при различных температурах и концентрациях дефектов. На рисунке 7.1.2 воспроизведена типичная петля намагниченности при  $T=5K$  и числе дефектов  $N_d=100$ , полученная при увеличении и уменьшении внешнего магнитного поля. При первоначальном увеличении внешнего магнитного поля вихри не рождаются и не проникают в пластину. На графике эта область соответствует прямой линии (до

точки (1)). После достижения поля перегрева мейсснеровского состояния вихри начинают входить в пластину, при этом намагниченность уменьшается (участок 1-3). После  $H=0.1$  Тл внешнее поле уменьшается, однако, поверхностный барьер не дает вихрям выйти из пластины. Таким образом, возникает необратимость в поведении намагниченности. При уменьшении внешнего магнитного поля до нулевого значения исчезает поверхностный барьер, некоторое число вихрей выходит из пластины (участок 3-4). Но существует остаточная намагниченность, обусловленная наличием вихрей, закрепленных на центрах пиннинга. При увеличении внешнего магнитного поля противоположного значения вихри остаются закрепленными на центрах пиннинга, а поверхностный барьер мешает войти в образец анти-вихрям (участок 4-5). При дальнейшем увеличении внешнего магнитного поля анти-вихри проникают в пластину и уничтожают вихри, закрепленные на центрах пиннинга, т.е. происходит перемагничивание пластины (участок 5-6). При обратном изменении внешнего магнитного поля картина повторяется, и кривая намагниченности замыкается. Следует отметить, что наблюдается замкнутость не только полной кривой намагниченности, но и малых петель, получающихся при изменении направления магнитного поля (см. рисунок 7.1.2). Таким образом, разработанный метод позволяет корректно воспроизвести реальный процесс перемагничивания сверхпроводника в едином расчете.

Изменение температуры приводит к изменению петли намагниченности. Для примера на рисунке 7.1.3 показаны две петли намагниченности  $M(H)$ , рассчитанные при  $T=1$  К и  $T=20$  К. При увеличении температуры наблюдается: уменьшение площади петли; уменьшение поля, соответствующего началу вхождения вихрей в пластину (перегрев мейсснеровского состояния); появление поля обратимости петли намагниченности.

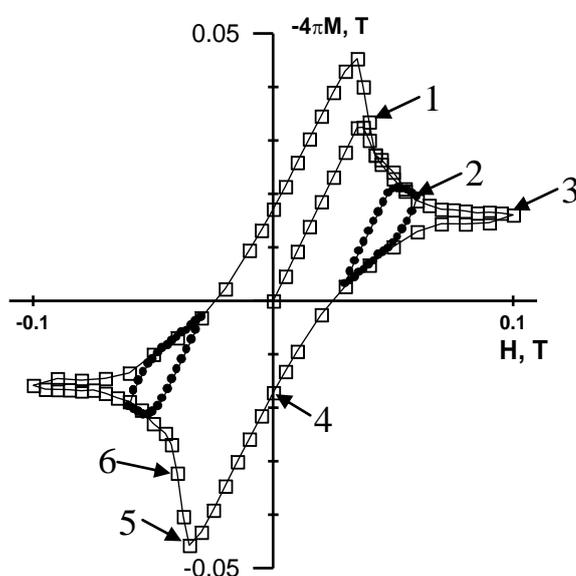


Рисунок 7.1.2 – Петля намагниченности для  $N_d=100$ ,  $T=5$  К. Сплошные кружки – малые петли намагниченности при изменении направления внешнего магнитного поля

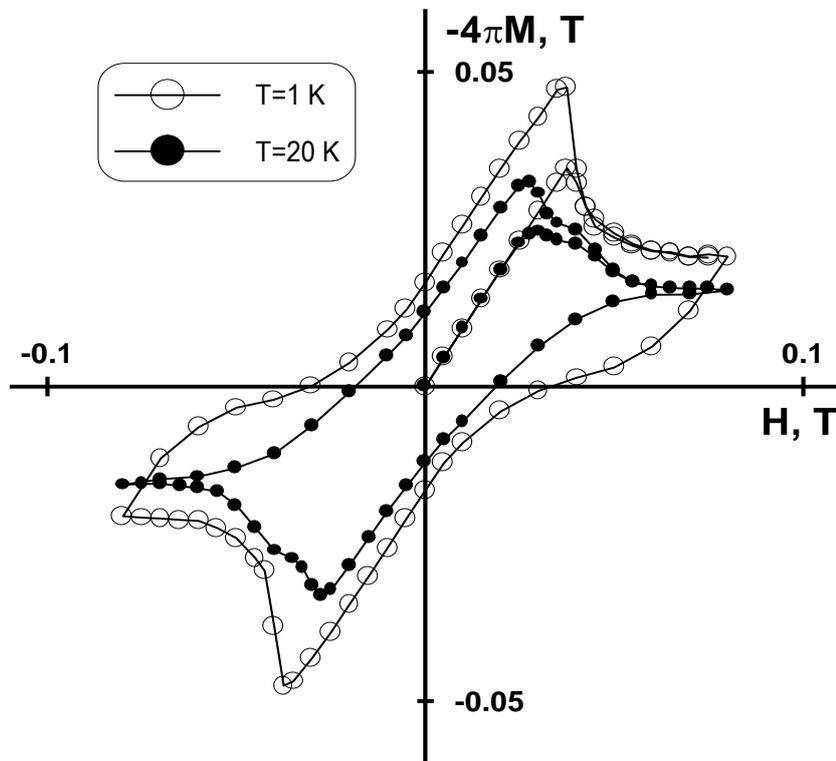


Рисунок 7.1.3 – Петли намагниченности при  $T=1$  К и  $T=20$  К.  $N_d=100$

Проследим изменение петель намагниченности при увеличении числа центров пиннинга. С этой целью рассчитывались кривые намагниченности при фиксированной температуре  $T=5$  К и различном числе центров пиннинга. Глубина дефектов выбиралась таким образом, чтобы исключить процесс теплового депиннинга, и составляла 0.1 эВ. Центры пиннинга располагались случайным образом. При увеличении числа дефектов возрастает их влияние на поведение намагниченности, фактически происходит изменение механизма необратимости. Как видно из рисунка 7.1.4 при увеличении числа центров пиннинга увеличивается остаточная намагниченность и увеличивается площадь петли. При большом числе дефектов ширина петли фактически определяется остаточной намагниченностью, которая в свою очередь зависит от числа центров пиннинга. Таким образом, можно заключить, что в случае “грязного” образца необратимость намагниченности в большей степени определяется числом дефектов нежели поверхностным барьером. Необратимость петли намагниченности за счет поверхностного барьера существенна только при малых концентрациях дефектов или при полном их отсутствии ( см. вставку на рисунке 7.1.4).

Увеличение жесткости пиннинга, а именно увеличение числа центров пиннинга приводит к существенному изменению формы петли намагниченности. На рисунке 7.1.5 показана намагниченность для случаев  $N_d=100, 250, 500, 1000$ . При увеличении числа дефектов  $N_d=100$  до 250 наблюдается уширение петли намагниченности, в то время как при очень

большом числе дефектов  $N_d=500$  и  $1000$  петля намагниченности наоборот, сжимается. Физически такое поведение кривых  $M(H)$  связано с тем, что при усилении пиннинга область, в которую проникает фронт потока уменьшается, что приводит к уменьшению как величины намагниченности, так и площади петли намагниченности. Сравнить петли намагниченности можно только в условиях, когда максимальное поле превышает поле проникновения для всех типов рассматриваемого пиннинга. Как обычно, под полем полного проникновения мы понимаем значение внешнего приложенного поля, при котором магнитный поток полностью заполняет сверхпроводник. Очевидно, что значения поля полного проникновения зависит от дефектности сверхпроводника. Интересно отметить, что наклон ветви кривой намагниченности, соответствующей полям, немного превышающим  $H_{c1}$ , также зависит от концентрации дефектов (см. вставку на рисунке 7.1.5). Обратим внимание на то, что при  $H=H_{c1}$  для малого числа дефектов  $N_d=100$  наклон кривой намагниченности меняет знак, а для сильного пиннинга  $N_d=250$  и  $500$  наклон только уменьшается по сравнению с начальной диамагнитной частью кривой. Знак наклона меняется при более высоком значении поля  $H^*$ . Для  $N_d=1000$  знак  $dM(H)/dH$  в расчетном диапазоне полей вообще не меняется. Этот результат является следствием сильного отталкивающего взаимодействия приповерхностных запиннингованных вихрей с новыми входящими вихрями.

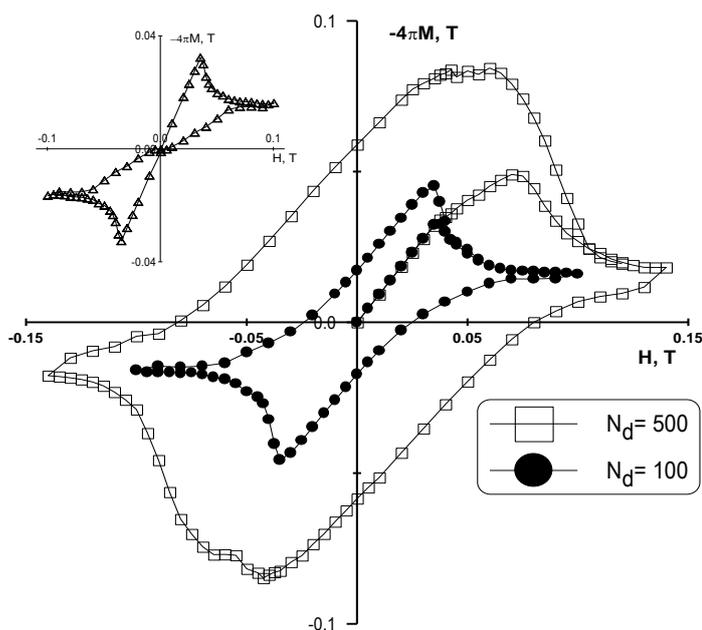


Рисунок 7.1.4 – Петли намагниченности при различном числе дефектов.  $T=5\text{K}$ . На вставке – петля намагниченности при  $N_d=0$

Рассчитывая равновесную конфигурацию вихрей, мы можем проанализировать рамки применимости модели Бина, которая постулирует, что плотность тока в жестких ( т.е. с

сильным пиннингом) сверхпроводниках может принимать только три значения:  $-J_c$ ,  $0$ ,  $+J_c$ , где  $J_c$  – не зависящая от магнитной индукции плотность критического тока. Такой постулат приводит к ряду следствий. В частности, из модели Бина следует линейный спад магнитной индукции внутри жесткого сверхпроводника. Используя наш метод, мы можем прямым образом рассчитать профили магнитной индукции в сверхпроводнике.

Представим расчетные профили магнитного потока для различных случаев. На рисунках 7.1.6а,б показаны профили магнитного потока для пластин с  $N_d=100$  и 500. Видно, что в целом профили потока соответствуют концепции критического состояния в объеме сверхпроводника согласно модели Бина (линейный ход зависимости  $B(x)$ ), за исключением мейснеровских областей вблизи поверхности. Также линейность отсутствует в случае малых концентраций дефектов. При увеличении магнитного поля меняется наклон в зависимостях  $B(x)$ , т.е. наблюдается уменьшение плотности критического тока. Зависимость наклона профиля магнитной индукции  $dB(x)/dx$  от величины внешнего магнитного поля хорошо коррелирует с зависимостью от  $H$  ширины петли намагниченности (рисунок 7.1.7), что указывает на возможность определения плотности критического тока из ширины петли намагниченности жесткого сверхпроводника. Однако заметим, что для сверхпроводника со слабым пиннингом эта процедура некорректна. Действительно, петля намагниченности представленная на вставке к рисунку 7.1.5 имеет обратимый характер и конечную ширину. Вместе с тем обратимость в данном случае обусловлена не объемным, а поверхностным пиннингом, и модель Бина не применима.

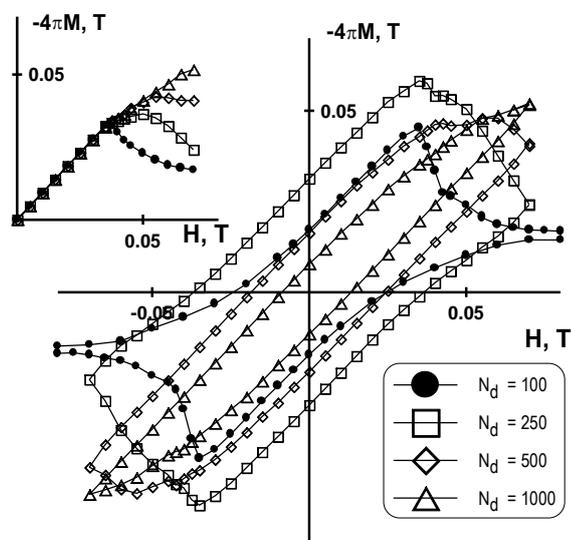


Рисунок 7.1.5 – Петли намагниченности при различном числе дефектов.  $N_d=100$ ,  $N_d=250$  – случай полного проникновения магнитного поля.  $N_d=500$ ,  $N_d=1000$  – случаи частичного проникновения магнитного поля

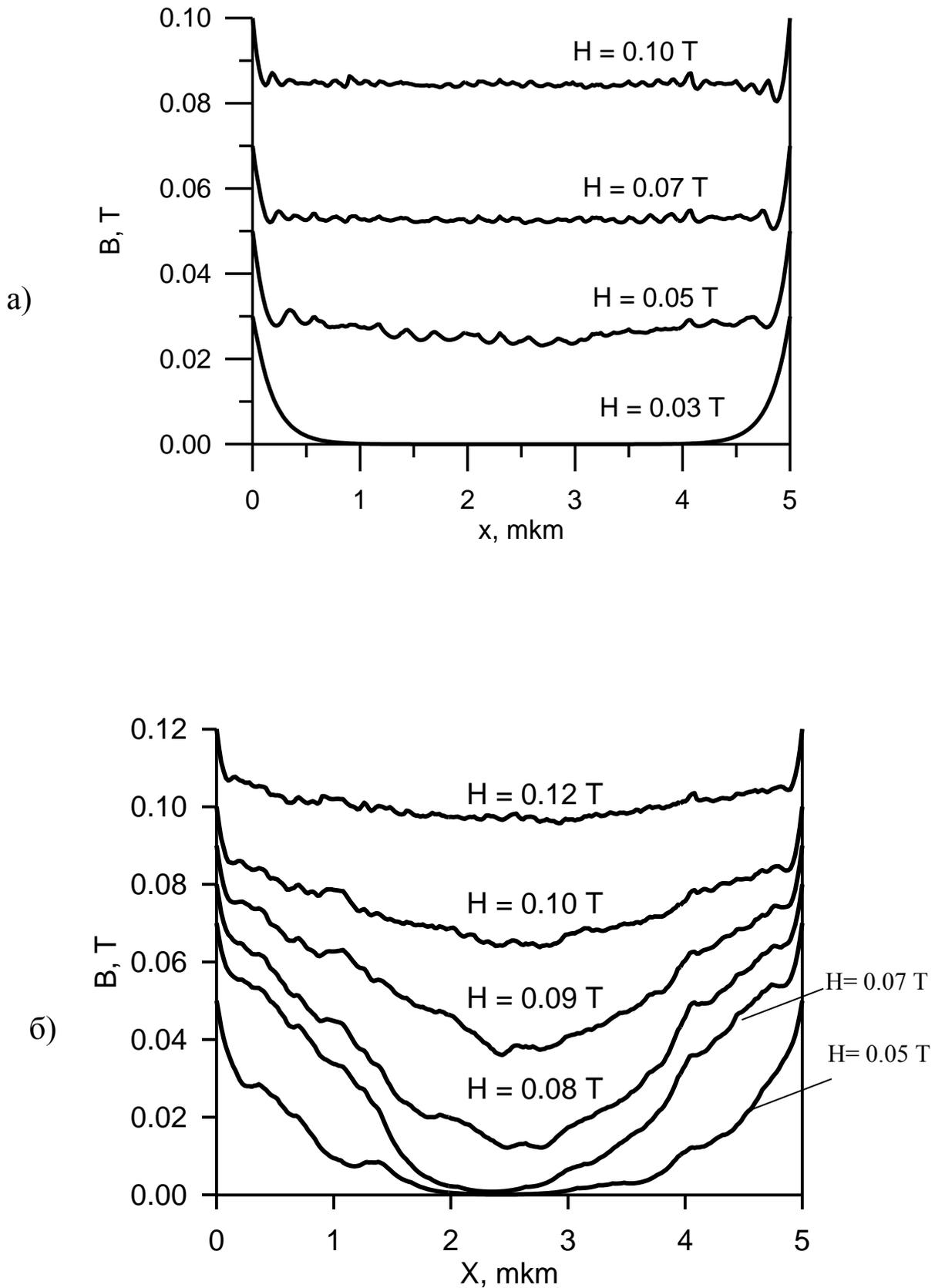


Рисунок 7.1.6 – Профили магнитной индукции при различном числе центров пиннинга: а)

 $N_d=100$ , б)  $N_d=500$

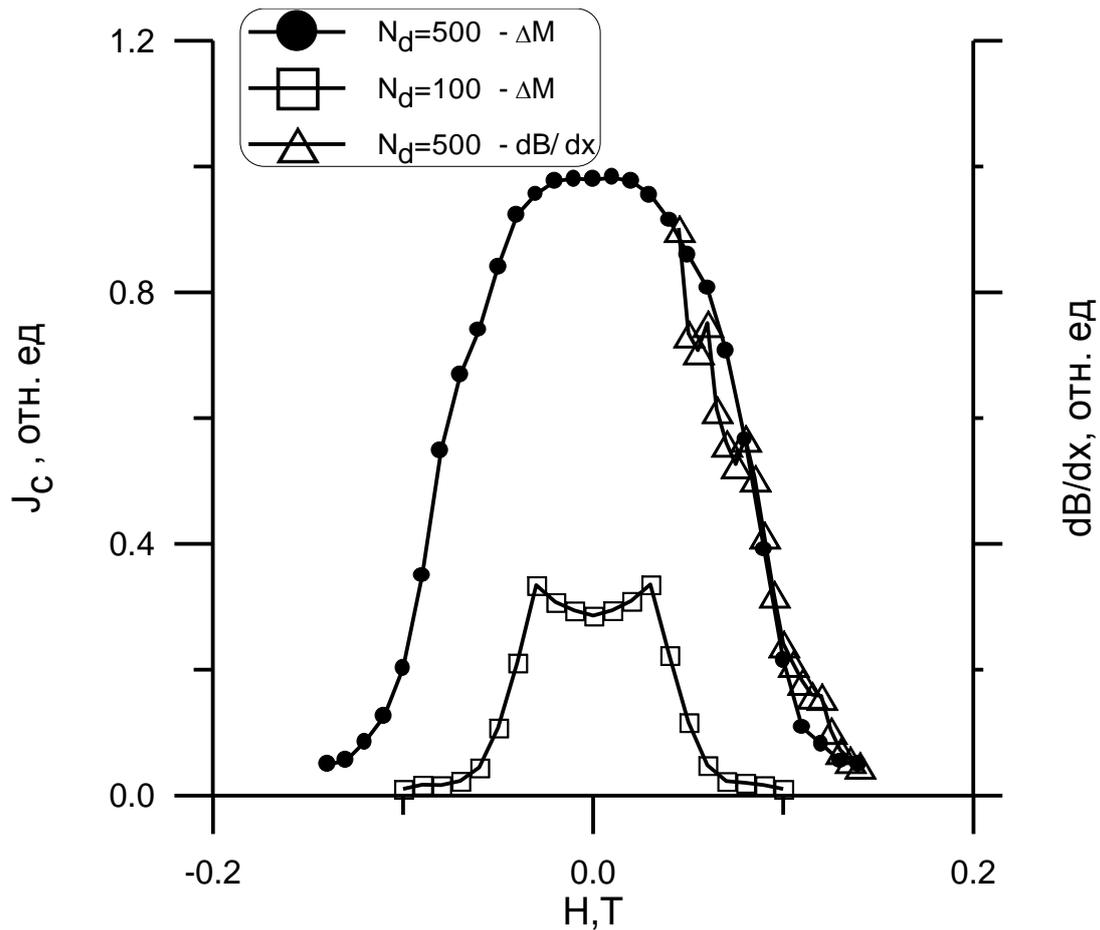


Рисунок 7.1.7 – Зависимости ширины петли намагниченности и наклона профилей магнитной индукции от напряженности внешнего магнитного поля

## 7.2 Проникновение и распределение магнитного потока

Одним из методов экспериментального исследования наноструктурированных сверхпроводников является техника магнитооптической визуализации, с помощью которой можно изучать процессы проникновения магнитного поля в сверхпроводники. Ниже мы опишем такие процессы теоретически, исходя из уже представленной модели двумерного ВТСП.

Базовым результатом всех проведенных расчетов является равновесная конфигурация плотности вероятности нахождения вихрей в рассматриваемой пластине при заданной температуре, внешнем приложенном поле и выбранной конфигурации дефектов. Складывая магнитные поля от каждого вихря, мы можем получить визуальную картину распределения магнитного потока в сверхпроводнике в любой точке его кривой намагниченности. Например, проследим за распределением потока в точках 1-6 кривой намагниченности, представленной на рисунке 7.1.2. Распределение магнитного потока показано на рисунке 7.2.1. Темный фон

соответствует отсутствию магнитного потока, белые точки – магнитные поля от вихрей (аналогично картинам магнитооптики).

Точка 1 соответствует первому критическому полю данной системы (с учетом перегрева мейснеровского состояния). При  $H < H_{c1}$  поле не проникает в сверхпроводник за исключением полосок шириной  $\lambda$  у краев пластины. При превышении  $H_{c1}$  наблюдается вход вихрей в пластину и постепенное продвижение фронта магнитного потока вглубь сверхпроводника. При поле полного проникновения, магнитный поток занимает всю пластину (точка 2). Распределение магнитной индукции соответствует модели Бина. Дальнейшее увеличение внешнего магнитного поля приводит к росту магнитной индукции в пластине. При этом вихри имеют тенденцию к образованию треугольной вихревой решетки (точка 3). Точка 4 соответствует остаточной намагниченности. После изменения знака внешнего магнитного поля в пластину начинают входить вихри противоположного знака - антивихри (точка 5). В результате аннигиляции вихрей и антивихрей на фронте входящего потока образуется четкая область с нулевой магнитной индукцией, которая движется вглубь сверхпроводника по мере увеличения амплитуды внешнего магнитного поля (точка 6). Эффект движения зоны с нулевой магнитной индукцией от края сверхпроводящей пластины к ее центру назван нами «волной аннигиляции». Волна аннигиляции возникает каждый раз при изменении знака внешнего магнитного поля.

Для того чтобы проследить динамику проникновения магнитного потока в сверхпроводники с различным дефектным состоянием, мы рассмотрели три случая: 250 дефектов с  $U_{pin} = 100$  мэВ, 250 дефектов с  $U_{pin} = 10$  мэВ, 10 дефектов с  $U_{pin} = 100$  мэВ. Назовем эти случаи соответственно как сильный, средний и слабый пиннинг.

Рассмотрим распределение магнитной индукции при увеличении магнитного поля.

Сначала, для  $0 < H < H_{c1}$  магнитный поток не проникает в пластины за исключением краевых полосок шириной  $\lambda$ . Дальнейшие картины распределения потока показаны на рисунках 7.2.2a-f.

Рисунок 7.2.2a. Внешнее магнитное поле  $H=0.0375$  Тл превысило  $H_{c1}$ . Вихри начинают входить в сверхпроводник. В случаях сильного и среднего пиннинга фронт магнитного потока постепенно движется от краев в центр пластины. Линия магнитного потока изогнута, что отражает локальную неоднородность в распределении центров пиннинга. В случае слабого пиннинга магнитный поток заполняет сверхпроводник практически сразу.

Рисунок 7.2.2b.  $H=0.05$  Тл. Поле  $H=0.05$  Тл является полем полного проникновения для среднего пиннинга. При сильном пиннинге центральная часть пластины все еще свободна от магнитного потока. Для слабого пиннинга наблюдается увеличение плотности вихрей с тенденцией образования треугольной решетки.

Рисунок 7.2.2с.  $H=0.075$  Тл. Магнитный поток достигает центра пластины также в случае сильного пиннинга.

Рисунок 7.2.2д.  $H=0$ . После увеличения магнитного поля до  $H=0.08$  Тл и уменьшения его до нуля наблюдается захват магнитного потока во всех трех случаях. Важно отметить, что остаточная намагниченность для сильного и среднего пиннинга формируется как запиннингованными, так и свободными вихрями за счет коллективного взаимодействия. В то время как при слабом пиннинге остаточная намагниченность определяется только запиннингованными вихрями.

Рисунок 7.2.2е.  $H=-0.04$  Тл. После изменения направления внешнего магнитного поля вихри с противоположным знаком начинают входить в пластины. На переднем фронте четко видны области аннигиляции вихрей и антивихрей – волны аннигиляции (отмеченные белыми стрелками). Скорость движения волны аннигиляции тем больше, чем слабее пиннинг. В случае слабого пиннинга аннигиляция почти мгновенна. Движение волны аннигиляции исчезает, когда внешнее магнитное поле превысит поле полного проникновения (рисунок 3.4.9f). Следующая волна аннигиляции появляется после очередного изменения знака внешнего магнитного поля. Скорость движения волны аннигиляции также зависит от температуры. При повышении температуры скорость движения фронта аннигиляции выше. На рисунке 3.4.10 показаны распределения магнитного потока для трех температур  $T=5$  К,  $T=50$  К и  $T=60$  К.

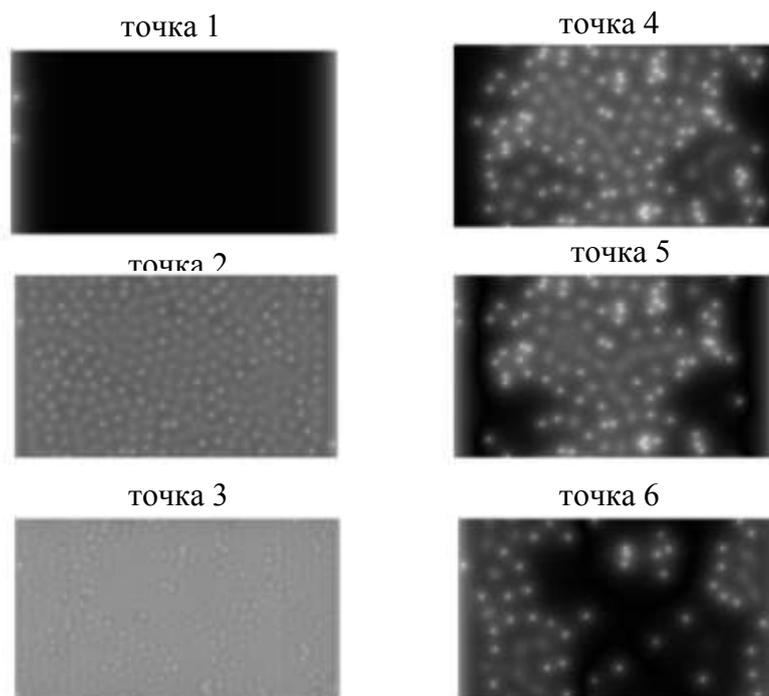


Рисунок 7.2.1 – Распределение магнитного потока при различных внешних полях.

Точки 1-6 соответствуют рисунку 7.1.2. Темный фон соответствует отсутствию магнитного поля, белый цвет соответствует магнитному полю вихрей

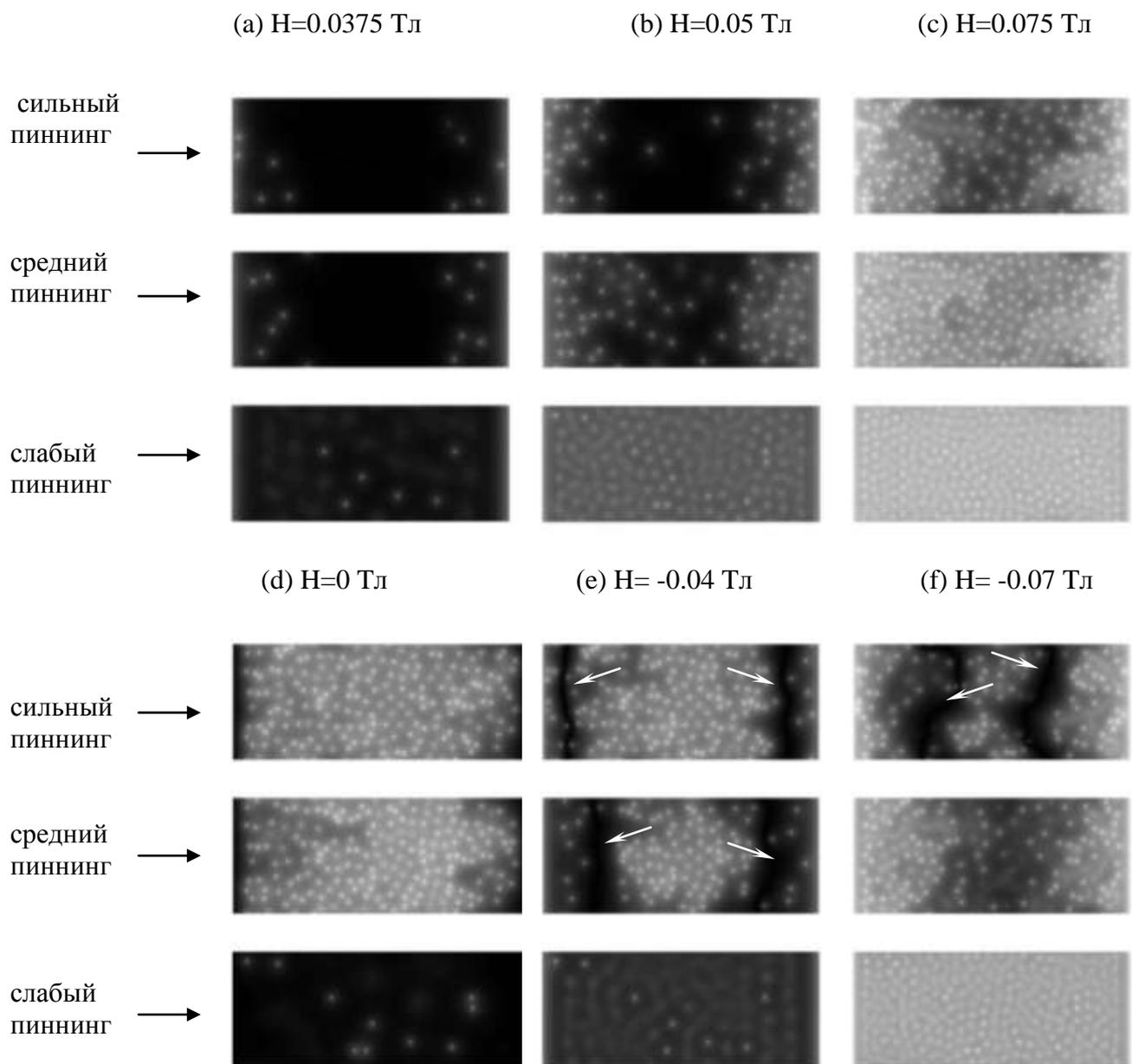


Рисунок 7.2.2 – Распределение магнитного потока при различном внешнем магнитном поле для случаев сильно, среднего и слабого пиннинга. Белыми стрелками обозначены волны аннигиляции

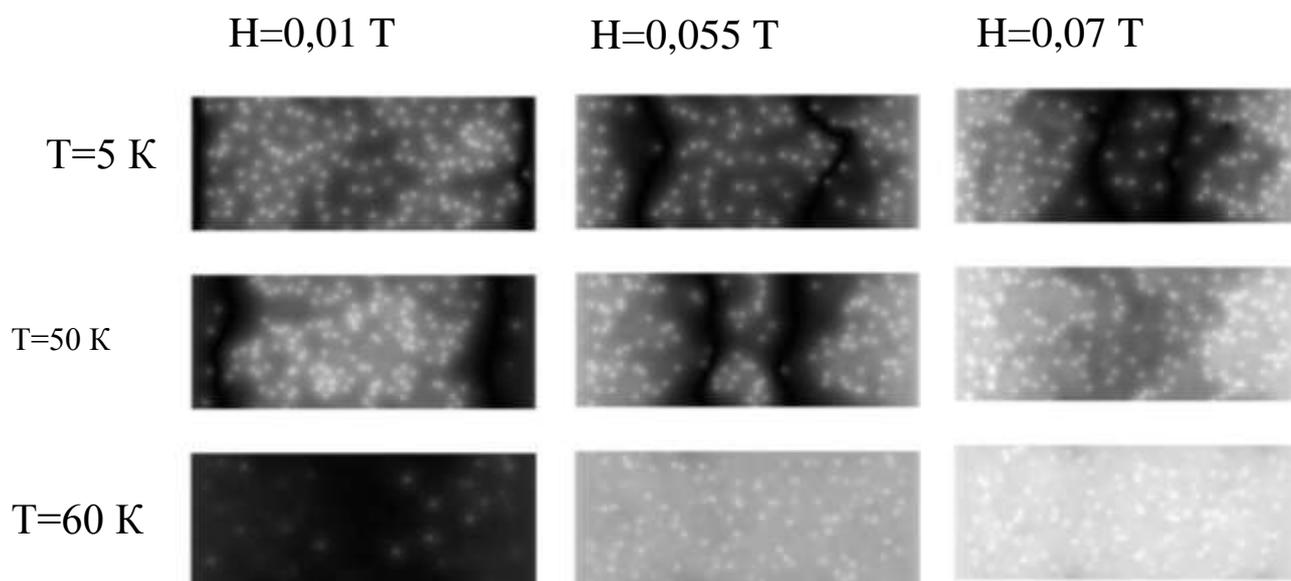


Рисунок 7.2.3 – Распределение магнитного потока при различном внешнем магнитном поле для трех температур  $T=5$  К,  $T=50$  К,  $T=60$  К.  $N_d=250$

### 7.3 Моделирование транспортных характеристик на постоянном и переменном токе

#### 7.3.1 Моделирование транспортных потерь

Расчеты проводились на основе двумерной модели высокотемпературного сверхпроводника в предположении слабой связи между ВТСП-слоями с использованием метода Монте-Карло. Вихревая решетка представляется в виде системы классических частиц с дальнедействующим потенциалом, имеющим следующий вид:

$$U(r_{ij}) = U_0 K_0\left(\frac{r_{ij}}{\lambda}\right), U_0 = s \frac{\Phi_0^2}{8\pi^2 \lambda^2}, \lambda(T) = \lambda(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^{3,3}\right]^{-1/2},$$

где  $\lambda$  – глубина проникновения магнитного поля,  $\Phi_0 = hc/2e$  – квант магнитного потока,  $K_0(x)$  – функция Макдональда.

В расчете значение критического тока определялось как ток, при котором вся пластина заполнялась вихрями от магнитного поля собственного тока. Поскольку при критическом токе сверхпроводник переходит в резистивное состояние, в котором устанавливается вязкое течение вихревых нитей, возникает необходимость расчета вольт-амперных характеристик  $E(j)$  для определения динамической компоненты потерь как выделяемой в единице объема мощности  $W=Ej$ . В этом режиме вязкого течения движение вихрей сопровождается выделением энергии [196], что вызывает появление напряжения на образце. При заполнении всей пластины система будет в динамическом равновесии, так что образующиеся на разных краях пластины вихри

разного знака проникают вглубь пластины под действием силы Лоренца и аннигилируют. Поскольку аннигиляция пары вихрь-антивихрь сопровождается одновременным рождением вихрей на краях образца, то в результате аннигиляции одной пары вихрей изменение энергии системы равно удвоенному значению работы по перемещению вихря от края вглубь пластины [281]:

$$\Delta\Omega_I = \frac{1}{4\pi} \int_{-\frac{d}{2}}^{\frac{d}{2}} \mathbf{j}\Phi_0 dx = \frac{\Phi_0}{4\pi} \left[ \mathbf{H}_0 \left( 1 - \frac{ch\left(\frac{x}{\lambda}\right)}{ch\left(\frac{d}{2\lambda}\right)} \right) + \mathbf{H}_I \left( \frac{sh\left(\frac{x}{\lambda}\right)}{sh\left(\frac{d}{2\lambda}\right)} \mp 1 \right) \right].$$

Здесь  $H_I = 2\pi I/c$  - поле, создаваемое транспортным током на поверхности пластины;  $I$  – полный ток через поперечное сечение пластины.

Рассчитываемые вольт-амперные характеристики требуют переопределения масштаба шкалы напряжений, поскольку реальному времени в методе Монте-Карло соответствует время расчета, измеряемое количеством элементарных Монте-Карловских шагов. Эта проблема решается путем сопоставления и нормировки рассчитанных ВАХ на значения, полученные в эксперименте.

Для расчета равновесного распределения вихрей численно минимизировался термодинамический потенциал Гиббса системы с переменным числом вихрей, имеющий с учетом всех взаимодействий следующий вид:

$$G = sN\varepsilon + \frac{1}{2} \sum_{i \neq j} U(r_{ij}) + \sum_{i,j} U_p(r_{ij}) + \sum_{i,j} U_{surf}(r_i, r_j) - s \sum_i \Delta\Omega_I,$$

где  $\varepsilon$ - собственная энергия вихря;  $N$  – число вихрей в системе; второй член описывает парное взаимодействие вихрей, третий – взаимодействие вихрей с центрами пиннинга, четвертый – взаимодействие вихрей с поверхностью; пятый – токовый член (подробное описание взаимодействий см. в модели, описанной выше).

Выбранные параметры моделирования соответствовали характеристикам высокотемпературного сверхпроводника  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ . Расчеты проводились в диапазоне внешних полей  $H_0 = 0 \div 300$  Э при температуре  $T = 5$  К.

На рисунке 7.3.1 показаны зависимости гистерезисных потерь от амплитуды поля собственного переменного тока при разных значениях числа дефектов и величине внешнего приложенного магнитного поля. Значения гистерезисных потерь определялись как площадь полной петли намагничивания пластины в поле собственного тока. Видно, что с увеличением числа дефектов значение потерь при одной и той же амплитуде тока уменьшается. Кроме того, гистерезисные потери выходят на насыщение при значениях тока, больших критического значения. Во внешнем поле величина потерь при фиксированной концентрации дефектов

меньше, т.к. перемагничивается меньший объем образца, однако насыщение с ростом тока достигается раньше, чем в отсутствие поля.

Выше критического тока величина потерь определяется вольтамперными характеристиками, результат расчета которых, при различном числе дефектов и разном значении внешнего поля, представлен на рисунке 7.3.2. Сравнение расчетных и экспериментальных ВАХ позволяет провести корректное масштабирование как вольт-амперных характеристик, так и динамических потерь, рассчитанных из ВАХ. На рисунке 7.3.3 отображена сумма гистерезисной и динамической компонент энергетических потерь во всем диапазоне значений тока. Из рисунка видно, что при значениях тока ниже значения критического тока, величина потерь за цикл не зависит от частоты, что отражает гистерезисный характер потерь. В тоже время при превышении критического тока появляется частотная зависимость потерь, что иллюстрирует смену механизма потерь с гистерезисного на динамический.

Таким образом, в результате проведенных расчетов показано, что в сверхпроводнике, несущем переменный транспортный ток имеется две компоненты транспортных потерь. А именно, гистерезисная компонента потерь, связанная с перемагничиванием сверхпроводника полем собственного тока, и динамическая компонента, связанная с установившимся течением вихрей-антивихрей и их аннигиляцией в образце. Гистерезисная компонента реализуется при токах  $I < I_c$ , динамическая добавляется при  $I > I_c$ , где  $I_c$  - значение критического тока сверхпроводящей жилы.

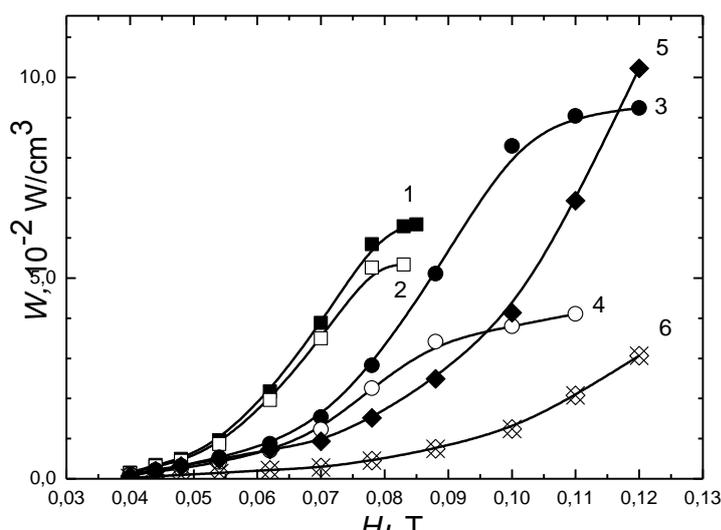


Рисунок 7.3.1 - Гистерезисные потери как функция поля тока  $H_I=2\pi I/c$  при разном числе дефектов  $N_d$  и значениях внешнего магнитного поля  $H_0$ : 1 -  $N_d=555, H_0=0$ ; 2 -  $N_d=555, H_0=100$  Э; 3 -  $N_d=810, H_0=0$ ; 4 -  $N_d=810, H_0=100$  Э; 5 -  $N_d=1334, H_0=0$ ; 6 -  $N_d=1334, H_0=300$  Э

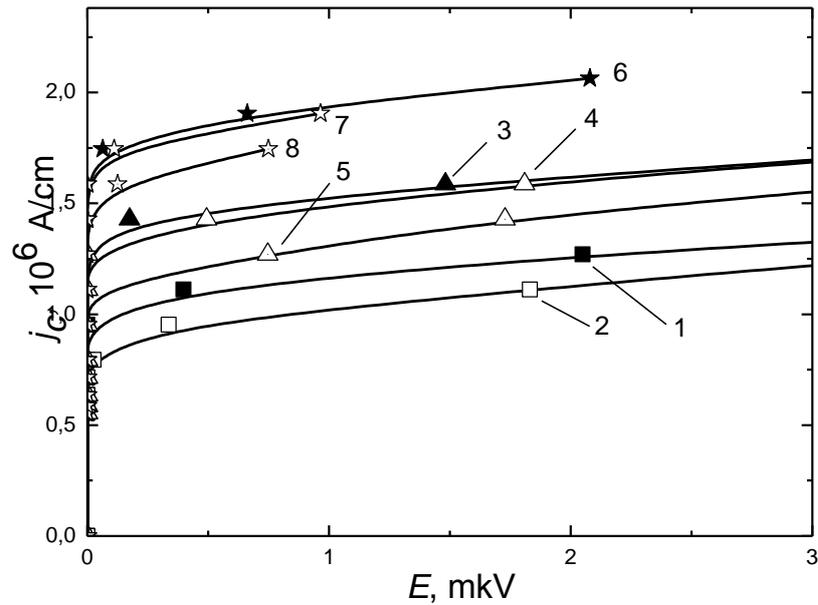


Рисунок 7.3.2 - Рассчитанные ВАХ при различных значениях числа дефектов  $N_d$  и величины внешнего поля  $H_0$ : 1 -  $N_d=555$ ,  $H_0=0$ ; 2 -  $N_d=555$ ,  $H_0=100$  Э; 3 -  $N_d=810$ ,  $H_0=0$ ; 4 -  $N_d=810$ ,  $H_0=100$  Э; 5 -  $N_d=810$ ,  $H_0=300$  Э; 6 -  $N_d=1092$ ,  $H_0=0$ ; 7 -  $N_d=1092$ ,  $H_0=100$  Э; 8 -  $N_d=1092$ ,  $H_0=300$  Э

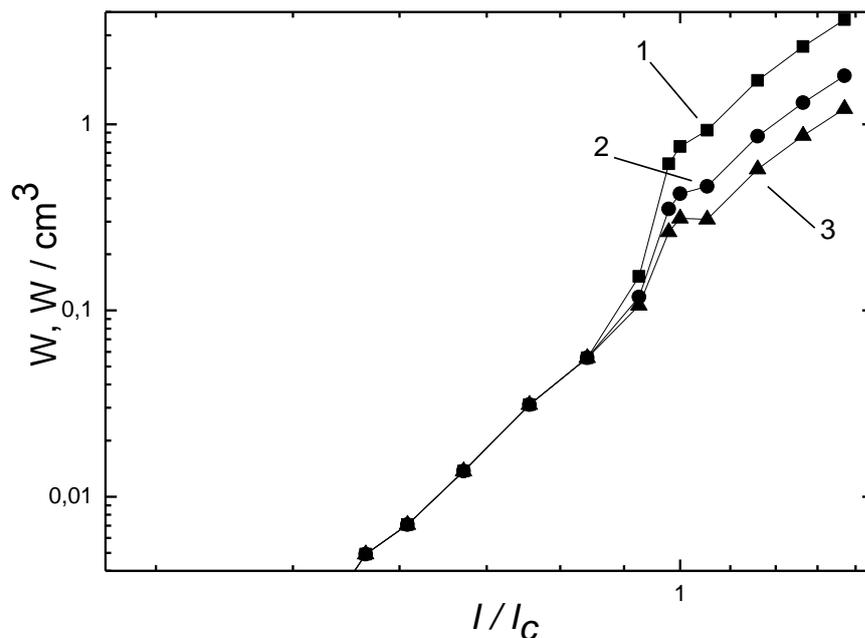


Рисунок 7.3.3 - Рассчитанные потери за цикл при разных значениях частоты транспортного тока: 1 - 50 Гц; 2 - 100 Гц; 3 - 150 Гц

### 7.3.2 Механизм подавления критического тока высокотемпературных сверхпроводников при увеличении концентрации дефектов

Как было показано в Главах 3 и 4, введение дефектов в ВТСП материал, в частности в системы на основе  $Bi$ , может приводить к повышению плотности критического тока  $j_c$ . Роль дополнительных структурных дефектов могут играть как химические примеси, так и радиационные дефекты, возникающие при облучении ВТСП различными типами частиц. Особенно сильно эффект повышения  $j_c$  проявляется при облучении изначально малодефектных образцов, например, монокристаллов. В сверхпроводящих пленках повышение  $j_c$  при начальных флюенсах облучения (малых концентрациях радиационных дефектов) либо мало, либо совсем отсутствует. Это объясняется высоким исходным значением критического тока пленок. Очевидно, что наблюдаемый в ряде экспериментов максимум на зависимости критического тока от концентрации дефектов связан с наличием двух конкурирующих процессов: повышения критического тока за счет введения новых центров пиннинга и падения  $j_c$  в результате изменения сверхпроводящих свойств системы. Падение критического тока при больших флюенсах и последующее его обращение в нуль является хорошо установленным фактом. Вместе с уменьшением критического тока, при облучении также наблюдается падение критической температуры  $T_c$  и можно было бы предположить, что падение критического тока связано с уменьшением критической температуры. Однако экспериментально было показано, что скорость падения  $j_c$  при радиационных воздействиях заметно превосходит скорость падения критической температуры. Это может означать, что падение критического тока не связано напрямую с деградацией критической температуры. Аналогичная картина наблюдалась также при введении в ВТСП примесных дефектов. А именно, начальный рост и последующее падение критического тока также не сопровождается заметным изменением  $T_c$ . Таким образом, представляется важным прояснить физическую причину немонотонности зависимости критического тока ВТСП от концентрации дефектов, в том числе, выявить причину уменьшения критического тока при увеличении концентрации дефектов.

В настоящем разделе с помощью моделирования методом Монте-Карло транспортных характеристик ВТСП рассмотрены механизмы падения критического тока, связанные как с деградацией  $T_c$ , так и с ослаблением эффективного потенциала пиннинга при увеличении концентрации дефектов  $n_d$ .

Как и ранее, при моделировании рассматривался трехмерный объемный образец сверхпроводника второго рода, слоистый в плоскости  $x$ - $y$ . Далее представим один сверхпроводящий слой в виде пластины с толщиной  $s$ , бесконечным размер по  $y$  и шириной  $d=10$  мкм в направлении  $x$ . Положительный транспортный ток течет вдоль пластины в

направлении оси  $y$ , создавая положительное магнитное поле  $H_I$  на левой (ось  $x$ ) стороне пластины.

Для расчета выбирались периодические граничные условия по  $y$  с периодом 4 мкм, что больше характерных расстояний, на которых происходят взаимодействия между вихрями. Численно минимизировался термодинамический потенциал Гиббса системы вихрей, указанный в разделе 7.3.1 Моделирование проводилось с использованием метода Монте-Карло для большого канонического ансамбля в рамках алгоритма Метрополиса при температуре  $T=20$  К и отсутствии внешнего поля. Результатом расчета являлись равновесные конфигурация вихревой системы и, соответственно, магнитной индукции в образце в токовом состоянии. Как и ранее, критическое значение тока выбиралось значение транспортного тока, при котором образец полностью заполняется вихрями.

На основе известных экспериментальных данных (глава 4) в модель введена линейная зависимость критической температуры от концентрации дефектов  $T_c=T_c(n_d)$ . Изменение критической температуры  $T_c$  оказывает влияние на параметры  $\lambda$  и  $\xi$ , что в свою очередь изменяет величину взаимодействия между вихрями и жесткость вихревой решетки.

Результат расчета зависимости критического тока от концентрации дефектов при различных температурах для двух значений параметра  $\alpha$ , характеризующего эффективность пиннинга, показан на рисунке 7.3.4. Как видно, при малых значениях концентраций дефектов наблюдается рост величины критического тока, вызванный увеличением числа центров пиннинга. При некоторой оптимальной концентрации дефектов  $n_{opt}$  критический ток максимален, после чего происходит падение  $j_c$ . Отметим, что кривые  $j_c(n_d)$  на рисунке 7.3.4 практически не меняются от учета в расчетах изменения критической температуры с ростом концентрации дефектов. Это связано с тем, что реалистичное изменение  $T_c$  не оказывает существенного влияния на сверхпроводящие параметры модели, которые могли бы соответствующим образом изменить значение критического тока.

По-видимому, выход на максимум и последующее падение критического тока связано с изменением характера взаимодействия вихревой системы и центров пиннинга. Расчет показывает, что увеличение концентрации дефектов приводит к частичному перекрытию потенциальных ям от дефектов. Последнее вызывает эффективное уменьшение потенциальной энергии центров пиннинга. Наблюдается кроссовер от индивидуального пиннинга вихрей на дефектах к коллективному взаимодействию двумерной вихревой системы с полем дефектов. Коллективное взаимодействие вихревой системы с полем дефектов является хорошо известным фактом, обсуждаемым в ряде работ (см., например, классический обзор [189]). Однако такое обсуждение относится к понятию так называемого *коллективного пиннинга*, введенного в работах [282,283]. Суть этого явления заключается в пиннинге упругой индивидуальной

трехмерной вихревой нити на флуктуациях поля слабых точечных дефектов. В нашем случае такой механизм пиннинга принципиально невозможен, так как мы рассматриваем двумерную систему и понятие корреляционной длины, т.е. размера части вихря, закрепленного на флуктуациях поля дефектов, не имеет смысла. Таким образом, наш расчет демонстрирует взаимодействие вихревой системы и поля дефектов, приводящее к *коллективному депиннингу*.

Так как проведенный нами расчет был выполнен исходя из реальных значений параметров ВТСП  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ , представляет интерес сравнение расчетных и экспериментальных данных. В работе [284], представлены экспериментальные результаты зависимости критического тока от концентрации радиационных дефектов при облучении монокристалла  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  высокоэнергетичными ионами ( $E=200$  МэВ) Au и Ag. Такое облучение создает в материале колончатые дефекты, которые являются центрами хорошими пиннинга, идеально подходящими для нашей двумерной ситуации. Экспериментальные данные демонстрируют немонотонную зависимость  $j_c(n_d)$ , причем максимум  $j_c$  наблюдался при концентрации  $n_d \approx 10^{11} \text{ см}^{-2}$ , что находится в очень хорошем согласии с нашими расчетными данными.

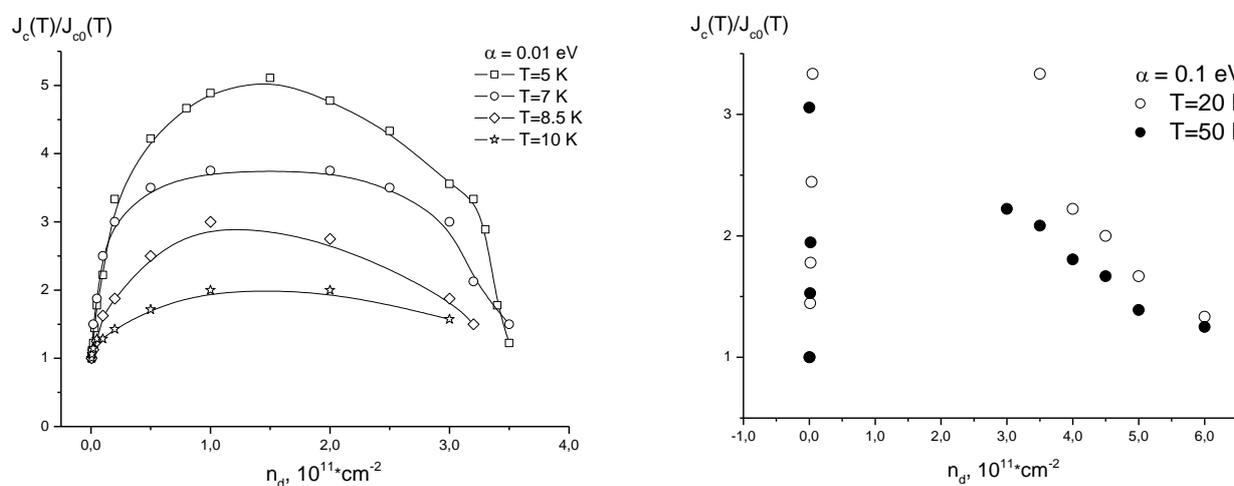


Рисунок 7.3.4 - Зависимость критического тока, нормированного на исходное значение, от концентрации дефектов при разных температурах. Вверху - а) случай слабого пиннинга (значение параметра  $\alpha=0,01$ ); внизу - б) случай сильного пиннинга ( $\alpha=0,1$ )

#### 7.4 Выводы по Главе 7

В главе представлены результаты моделирования методом Монте-Карло сверхпроводящей слоя ВТСП с дефектами. Исследовано влияние концентрации дефектов и внешнего магнитного поля на величину намагниченности, гистерезисных и транспортных энергетических потерь. Рассчитаны процессы намагничивания и

перемагничивания сверхпроводника. Показано, что перемагничивание сверхпроводника сопровождается движением волны аннигиляции магнитного потока – зоны с нулевой магнитной индукцией. Найдено, что в сверхпроводнике, несущем переменный транспортный ток имеются две компоненты потерь: гистерезисная компонента, связанная с перемагничиванием сверхпроводника полем собственного тока, и динамическая компонента, связанная с установившимся течением и аннигиляцией вихрей-антивихрей в сверхпроводнике.

Впервые рассчитана зависимость плотности критического тока  $j_c$  от концентрации дефектов в системе, моделирующей ВТСП слой. Показано, что зависимость  $j_c(n_d)$  является немонотонной и имеет максимум при оптимальной концентрации дефектов  $n_{opt}$ , что согласуется с известными экспериментальными данными. Сделан вывод о том, что основным механизмом насыщения и последующего падения  $j_c$  при увеличении концентрации дефектов является коллективный депиннинг - ослабление эффективного потенциала пиннинга, вызванное ростом концентрации дефектов.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Сформулируем основные результаты работы.

1. При исследовании влияния типа, концентрации и дисперсности нанодобавок на критический ток поликристаллических ВТСП  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_x$  ( $n = 2, 3$ ) установлено, что введение наноразмерных добавок NbC, TaC, ZrN,  $\text{NbO}_x$ , BN в диапазоне концентраций 0,05–0,27 мас. % и дисперсности 20–60 нм приводит к увеличению плотности критического тока от 2 до 5 раз в широких интервалах температур и магнитных полей, а также сдвигу точки необратимости петли гистерезиса в область больших полей. Максимальное увеличение критического тока обнаружено при промежуточных температурах 30–60 К. Найдено, что зависимость плотности критического тока от объемной концентрации нанодобавок близких по химическим свойствам (NbC, TaC, NbN) имеет универсальный вид.

2. Получены экспериментальные данные, характеризующие влияние ионного облучения на критический ток и температуру, электросопротивление, константу Холла тонких пленок  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Показано, что при воздействии ионного облучения наблюдается падение критического тока  $I_c$  сверхпроводника со структурой A-15  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ , которое опережает соответствующее падение критической температуры  $T_c$ . Установлено, что условия ионного облучения пленок  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  не вносят существенного вклада в характер радиационно-стимулированного падения критического тока. Полученный результат указывает на то, что расчеты ресурса работы сверхпроводящих систем в условиях радиационных полей необходимо проводить по критическому току.

3. Найдена корреляция зависимостей критического тока пленок  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  от числа смещений на атом  $C_d$  для различных типов ионного облучения, что указывает на универсальный механизм радиационно-стимулированного падения  $I_c$ , связанного с изменением критической температуры. Показано, что характер изменения плотности критического тока пленок  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  от флюенса в начальной стадии ионного облучения, где возможно как увеличение, так и уменьшение  $I_c$ , зависит от исходного состояния пленок.

4. В исследованиях влияния ионного облучения на электрофизические характеристики пленок ВТСП установлено наличие критического флюенса  $F_c$ , приводящего к фазовому переходу из сверхпроводящего в нормальное состояние по концентрации дефектов. При достижении критического флюенса  $J_c$  и  $T_c$  обращаются в ноль, электросопротивление экспоненциально возрастает, температурная зависимость  $\rho(T)$  для  $F > F_c$  становится характерной для локализованных состояний, константа Холла меняется незначительно. Значение критического флюенса, а следовательно и скорость радиационно-стимулированного изменения  $J_c$ ,  $T_c$  и  $\rho$ , зависит от исходных значений этих характеристик. А именно – образцы с

высокими значениями  $J_c$ ,  $T_c$ , и малыми  $\Delta T_c$  и  $\rho$  имеют большую величину критического флюенса  $F_c$ .

5. Обнаружено, что, также критический ток ВТСП пленок, как и для пленок  $Nb_3Sn$ , более чувствителен к ионному облучению, чем критическая температура. Флюенсы, необходимые для снижения  $J_c$  и  $T_c$  в два раза, различаются в 5–9 раз. Обнаруженный рост критического тока пленок ВТСП при малых флюенсах ионного облучения вызван увеличением энергии пиннинга за счет введения дополнительных дефектов.

6. Открыто явление проникновения магнитного потока в сверхпроводящие пленки  $Nb_3Sn$ ,  $NbN$  в виде лавинного роста магнитных дендритов. Получены экспериментальные данные, характеризующие появление и подавление магнитных неустойчивостей в сверхпроводнике  $NbN$ . На основе измерений намагниченности установлено, что экранирование сверхпроводящей пленки нормальным металлом приводит к подавлению магнитных нестабильностей. Установлено, что магнитные дендриты исчезают либо при температурах, выше пороговой, либо выше приложенного магнитного поля  $H_p$ , причем значение  $H_p$  меньше в случае увеличения поля, чем в случае его уменьшения.

7. На основе анализа данных измерений намагниченности и гистерезисных потерь в ниобий оловянных композитах установлен универсальный масштабно-инвариантный характер зависимости гистерезисных потерь от приведенной амплитуды магнитного поля. Найдено, что диссипация энергии в композитных ВТСП материалах в условиях низкочастотного токового транспорта описывается универсальным гистерезисным механизмом, связанным с перемагничиванием сверхпроводника в насыщенном током слое.

8. Обнаружены особенности парамагнитного поведения композита  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  на металлической подложке из мягкого ферромагнетика в сильных магнитных полях. Найдено, что форма кривых намагниченности композитных ВТСП материалов на металлической подложке определяется магнитными свойствами подложки.

9. С помощью метода магнитооптической визуализации установлено возникновение и распространение в ВТСП композитах области с нулевой магнитной индукцией при изменении внешнего магнитного поля. Найдена зависимость глубины проникновения фронта аннигиляции магнитного потока от температуры.

10. Разработана физическая модель, описывающая магнитные свойства слоистых ВТСП с дефектами. При различных температурах и концентрациях дефектов методом Монте-Карло рассчитаны динамика перемагничивания и необратимые кривые намагниченности модельных ВТСП образцов. Показано, что процесс перемагничивания ВТСП, сопровождающийся движением области с нулевой магнитной индукцией, вызван аннигиляцией вихрей Абрикосова противоположного знака на фронте магнитного потока.

## Список цитируемой литературы

1. Гинзбург В.Л., Ландау Л.Д. К теории сверхпроводимости // ЖЭТФ. 1950. Т.20. С.1064-1081.
2. Putilin S.N., Antipov E.V., Chmaissem O., Marezio M. Superconductivity at 94 K in  $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$  // Nature. 1993. V.362. P.226-228.
3. Schilling A., Cantoni M., Guo J.D., Ott H.R. Superconductivity above 130 K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system // Nature. 1993. V.363. P.56-58.
4. Bednorz J.G., Muller K.A. Possible High- $T_c$  Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System // Z. Phys. B - Condensed Matter, 1986. V.64. P.189-193.
5. Wu M.K., Ashburn J.R., Torny G.J. et al. Superconductivity at 93K in a New Mixed Phase Y-Ba-Cu-O compound System at Ambient Pressure // Appl. Phys. Lett. 1987. V.58. P.908-909.
6. Maeda H, Tanaka Y, Fukutomi M and Asano T. A new high- $T_c$  oxide superconductor without a rare earth element // Japan. J. Appl. Phys. 1988. V.27. L209. Tallon J L, Buckley R G, Gilbert P W, Presland M R, Brown I W M, Bowden M E, Christian L A and Goguel R. High- $T_c$  superconducting phases in the series  $\text{Bi}_{2,1}(\text{Ca},\text{Sr})_{n+1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+d}$  // Nature.1988. V.333. P.153.
7. Sheng Z.Z., A.M. Hermann, Bulk superconductivity at 120 K in the Tl-Ca/Ba-Cu-O system // Nature. 1988. v. 332. 138.
8. Handbook of Superconducting Materials, ed. D.A. Cardwell, D.S. Ginley. IOP Publishing Ltd., 2003. 2126 p.
9. Токонесущие ленты второго поколения на основе высокотемпературных сверхпроводников, Под. Редакцией А. Гояла, М.: Издательство ЛКИ, 2009.-432 с.
10. S. R. Foltyn<sup>1</sup>, L. Civale<sup>1</sup>, J. L. MacManus-Driscoll<sup>1</sup>, Q. X. Jia<sup>1</sup>, B. Maiorov, H. Wang and M. Maley, Materials science challenges for high-temperature superconducting wire // Nature materials. V. 2007. V.6. P631-642.
11. 11<sup>th</sup> European Conference on Applied Superconductivity(EUCAS 2013). Abstract Book. Genova, 2013. 1110p.
12. А.А. Абрикосов, О магнитных свойствах сверхпроводников 2-ого рода, ЖЭТФ 32, 1442-1452 (1957).
13. M. Miura, B. Maiorov, S.A. Baily, N. Haberkorn, J.O. Willis, K. Marken, T. Izumi, Y. Shiohara, and L. Civale. Mixed pinning landscape in nanoparticle-introduced  $\text{YGdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  films grown by metal organic deposition // Physical Review B. 2011. 184519-1 .83. P.184519(1-8).
14. Kaname Matsumoto and Paolo Mele. Artificial pinning center technology to enhance vortex pinning in YBCO coated conductors // Supercond Sci. Technol. 2010. V.23. P.014001(1-12).
15. T Aytug, M Paranthaman, E D Specht, Y Zhang, K Kim, Y L Zuev, C Cantoni, A Goyal, D K Christen, V A Maroni, Y Chen and V Selvamanickam. Enhanced flux pinning in MOCVD-YBCO

films through Zr additions: systematic feasibility studies // *Supercond. Sci. Technol.* 2010. V.23. P.014005(1-7).

16. J.E. Villegas, E.M. Gonzalez, Z. Sefrioui, J. Santamaria, J.L. Vicent. Vortex phases in superconducting Nb thin films with periodic pinning // *Physical Review B.* 2005. V.72. P.174512(1-6).

17. H. Zhang, X.W. Zou, Z.H. Wang. Critical current characteristics of MTG – YBCO with Na substitution // *Physica C.* 2003. V.386. P.254-257.

18. A. Sidorenko, E. W. Scheidt, F. Haider, M. Klemm, S. Horn, L. Konopko, R. Tidecks, The effect of Cu/Mn substitution in 2223 Bi – based HTSC // *Physica B*, 321, 298-300, 2002.

19. S. Cavdar, E. Aksu, H. Koralay, H. Özkan, N. M. Gasanly, I. Ercan, Effect of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on the formation and properties of Tl-2212 and Tl-2223 superconductors // *Physical State Solid*, 199, No. 2, 272-276, 2003.

20. S. W. Sofie, F. Dogan, Effect of carbon on the microstructure and superconducting properties of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> melt-textured crystals // *Superconductor Science and Technology*, 15, 735-740, 2002.

21. M. H. Pu, Y. Feng, P. X. Zhang, L. Zhou, J. X. Wang, Y. P. Sun, J. J. Du, Enhanced the flux pinning in Bi-2223/Ag by induced Cr-ion defects // *Physica C*, 386, 41-46, 2003.

22. L. Shlyk, G. Krabbes, G. Fuchs, G. Stöver, S. Gruss, K. Nenkov, Pinning behavior and magnetic in melt – processed YBCO doped with Li, Ni, and Pd // *Physica C*, 377, 437-444, 2002.

23. K. Christova, A. Manov, J. Nyhus, U. Thisted, O. Herstad, S. E. Foss, K. N. Haugen, K. Fossheim, Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>x</sub> bulk superconductor with MgO particles embedded // *Journal of Alloys and Compounds*, 340, 1-5, 2002.

24. M. T. Gonzales, N. Hari-Babu, D. A. Cardwell, Enhancement of j<sub>c</sub> under magnetic field by Zn doping in melt-textured Y-Ba-Cu-O superconductors // *Superconductor Science and Technology*, 15, 1372-1376, 2002.

25. I. Karaca, S. Celebi, A. Varilci, A. I. Malik, Effect of Ag<sub>2</sub>O addition on the intergranular properties of the superconducting Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O system // *Superconductor Science and Technology*, 16, 100-104, 2003.

26. M. Matsui, N. Sakai, M. Murakami, Effect of Ag<sub>2</sub>O addition on trapped field and mechanical properties of Nd-Ba-Cu-O bulk superconductors // *Superconductor Science and Technology*, 15, 1092-1098, 2002.

27. V. Garnier, S. Marinel, G. Desgardin, Influence of the addition of SnO<sub>2</sub> nano-particles on Bi-2223 phase formation // *Journal of Materials Science*, 37, 1785-1788, 2002.

28. Barnes P.N., Haugan T.J., Baca F.J., Varanasi C.V., Wheeler R., Meisenkothen F., Sathiraju S., Induced self-assembly of Y<sub>2</sub>BaCuO<sub>5</sub> nanoparticles via Ca-doping for improved pinning in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7x</sub> // *Physica C.* 2009. V.469. P.2029-2032.

29. V. Mihalache, G. Aldica, C. Giusca, L. Miu, Influence of LiF Addition on the Superconducting Properties of  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{1.5}\text{Ca}_{2.5}\text{Cu}_{3.6}\text{O}_x$  High-Temperature Superconducting Oxide // *Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism*. 2001. V.14(5). P.575-579.
30. Zhijun Chen, Fumitake Kametani, Alex Gurevich, David Larbalestier, Pinning, thermally activated depinning and their importance for tuning the nanoprecipitate size and density in high  $J_c$   $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  films // *Physica C*, V. 469, 23/24, 2009 (2021-2028).
31. S. H. Han, C. H. Cheng, Y. Dai, Y. Zhang, H. Zhang, Y. Zhao, Enhancement of point defect pinning effect in Mo-doped Bi-2212 single crystals of reduced anisotropy // *Superconductor Science and Technology*, 15, 1725-1727, 2002.
32. D. Sykorova, O. Smrčková, K. Rubešova, K. Knižek, Influens of B, Al, Ga, In on the composition of Bi(Pb)SrCaCuO system // *Physica B*, 321, 295-297, 2002.
33. P.J. Li, Z.H. Wang, H. Zhang, Y. Nie and others, Effective pinning energy in Li-doped MTG- $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  crystals // *Supercond. Sci. Technol.* 19 (2006) 392–396.
34. M M Awang Kechik, P Mikheenko, A Sarkar, V S Dang, N Hari Babu, D A Cardwell, J S Abell and A Crisan, Artificial pinning centres in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  thin films by  $\text{Gd}_2\text{Ba}_4\text{CuWO}_y$  nanophase inclusions // *Supercond. Sci. Technol.* 22 (2009) 034020(5pp).
35. V. Selvamanickam, Y. Chen, J. Xie, Y. Zhang, A. Guevara, I. Kesgin, G. Majkic, M. Martchevsky, Influence of Zr and Ce Doping on Electromagnetic Properties of (Gd,Y)-Ba-Cu-O Superconducting Tapes Fabricated by Metal Organic Chemical Vapor Deposition // *Physica C*. 2009. V469. P.2037.
36. Igor E. Agranovski, Alexander Y. Plyushechkin and others, Methods of introduction of MgO nanoparticles into Bi-2212/Ag tapes // *Physica C*, 434, p. 115-120, 2006.
37. А.Г. Колмаков, Б.П. Михайлов, П.Е. Казин, И.В. Апалькина, Оптимизация микроколичеств карбида ниобия в сверхпроводящей керамике  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$  с использованием подхода мультифрактального формализма // *Неорганические материалы*. 2003. Т.39(4). С.495-504.
38. Б.П. Михайлов, Г.С. Бурханов, П.Е. Казин, В.В. Ленников, С.В. Шавкин, Г.В. Ласкова, А.А. Титов, Микроструктура и сверхпроводящие свойства керамики Bi-2223, легированной карбидом тантала // *Неорганические материалы*. 2001. Т.37(11). С.1402-1408.
39. M.Zouaoui, A.Ghattas, M.Annabi et al., Magneto-resistance analysis of nanometer  $\text{Al}_2\text{O}_3$  added Bi-2223 polycrystalline superconductors // *Journal of Physics Conference Series*, 150, 052292, (2009).
40. H.Abbasi, J.Taghipour, H.Sedghi, The effect of  $\text{MgCO}_3$  addition on the superconducting properties of Bi2223 superconductors // *Journal of Alloys and Compaunds*, 482, 552-555, (2009).
41. S.Jin, T.H.Tiefel, S.Nakahara et al. Enhanced flux pinning by phase decomposition in Y-Ba-Cu-O // *Appl.Phys. Lett.* 1990, v.56, N13, P.1287-1284.

42. Ememura T., Egawa K., Kinouchi S., Utsunoiniya S., Nojiri M. Synthesis and superconducting properties of BSCCO including precipitates with high density // *Phase Transitions*. 1993. V.42. P.47-51.
43. P.E.Kazin, M.Jansen, Yu.D.Tretyakov, Formation of sub-micron  $\text{SrZrO}_3$  particle in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ // *Physica C*, 1994, v.235-240, P.493-494.
44. P.E.Kazin, Yu.D.Tretyakov, V.V.Lennikov and Martin Jansen, Formation of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  superconductor with  $\text{Mg}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$  inclusions the phases compatibility and the effect of the preparation route on the material microstructure and properties // *Journal of Mater. Chem*. 2001. V.11. P.168-172.
45. P.E.Kazin, V.V.Poltaets, M.S.Kuznetsov et al. Phase compatibility and preparation of  $\text{Bi-2212-Sr}_{1-x}\text{Ca}_x\text{In}_2\text{O}_4$  composite // *Supercond. Sci.Technol*. 1988. N11. P.880-886.
46. S.Pavard, C.Villard, R.Tournier, Effect of adding  $\text{MgO}$  to bulk  $\text{Bi-2212}$  melt textured in a high magnetic field // *Supercond. Sci. Technol*. 1998, 11, P.1359-1366.
47. А.О.Комаров, А.И.Сазонов, В.С.Круглов и др. Разработка технологических процессов получения легированных  $\text{Bi-2212}$  проводников с высокой токонесущей способностью // *Перспективные материалы*. 2001. №1. С.87-93.
48. A Crisan, M M Awang Kechik, P Mikheenko, V S Dang, A Sarkar, J S Abell, P Paturi and H Huhtinen Critical current density and pinning potential in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  thick films ablated from a  $\text{BaZrO}_3$ -doped nanocrystalline target // *Supercond. Sci. Technol*. 2009. V.22. P.045014 (1-5).
49. Obradors X., Puig T., Ricart S., Coll M., Gazquez J., Palau A., Granados X. Growth, nanostructure and vortex pinning in superconducting  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  thin films based on trifluoroacetate solutions // *Supercond. Sci. Technol*. 2012. V.25. P123001(1-32).
50. Chen-Fong Tsai; Li Chen; Aiping Chen; Khatkhatay F.; Wenrui Zhang; Haiyan Wang, Enhanced Flux Pinning Properties in Self-Assembled Magnetic  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  Nanoparticles Doped  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  Thin Films // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2013. V.23(3). Part.3.
51. Александров А.С., Архипов В.Е., Гощицкий Б.Н., Елесин В.Ф. – в кн. Влияние облучения на физические свойства перспективных упорядоченных сверхпроводников, М.: Энергоатомиздат, 1989.
52. Антоненко С.В., Евстигнеев В.В., Елесин В.Ф. и др. Влияние ионного облучения на свойства оксидных высокотемпературных сверхпроводников.-Труды рабочего совещания по проблемам высокотемпературной проводимости, Свердловск-Заречный, 7-10 июля 1987 г.
53. Антоненко С.В., Безотосный И.Ю., Григорьев А.И., Елесин В.Ф. и др. Влияние ионного облучения на свойства оксидных высокотемпературных сверхпроводников // *Письма в ЖЭТФ* 46(9), 362-364 (1987).
54. Clark G.J., Marwick A.D., Koch R.H., Laibowitz R.B. Effects of radiation damage in ion-implanted thin films of metal-oxide superconductors // *Appl. Phys. Lett*. 51(2), 139-141 (1987).

55. Давыдов С.А., Карькин А.Е., Мирмельштейн А.В. и др. Влияние нейтронного облучения на сверхпроводящие свойства соединения La-Sr-Cu-O // ФММ 64(2), 399-400(1987).
56. Umezawa A., Crabtree G.W., Lin J.Z. et al. Enhanced critical magnetization currents due to fast neutron irradiation in single crystal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .-Phys. Rev.B 36(13),7151-7154 (1987).
57. Kupfer H., Apfelstedt I., Schaner W. et al. Fast neutron irradiation of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . // Z.Phys.B.-Condensed Matt. 69, 167-171 (1987).
58. Cost J.R., Willis J.O., Thompson J.D., Peterson D.E. Fast-neutron irradiation of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  // Phys. Rev. B. 37(4), 1563-1568 (1988).
59. Wisniewski A., Baran M., Przyslupski P. et al. Magnetization studies of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . irradiated by fast neutrons // Solid State Comm.65(7), 577-580 (1988).
60. Sauerzoff F.M., Wiesinger H.P., Weber H.W. et al. Magnetization of neutron irradiated  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . single crystals // Physica C 162-164, 751-752 (1989).
61. Mc Henry M.E., Willis O.J., Maley M.P. et al. Critical currents and magnetic relaxation in neutron irradiated Y123 // Physica C, 162-164, 689-690 (1989).
62. Van Dover R.B., Gyorgy E.M., Schneemeyer L.F. et al. Critical currents near  $10^6 \text{ A cm}^{-2}$  at 77 K in neutron-irradiated single-crystal  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  // Nature 342, 55-56 (1989).
63. Hor P.H., Huang Z.J., Gao L. et al. High critical current density in neutron-irradiated bulk  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . // Modern Physics Letters B 4(11), 703-712 (1990).
64. Schindler W., Roas B., Saemann-Ischenko G. et al. Anisotropic enhancement of the critical current density of epitaxial  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .films by fast neutron irradiation // Physica C 169, 117-122 (1990).
65. M Eisterer, R Fuger, M Chudy, F Hengstberger and H WWeber. Neutron irradiation of coated conductors // Supercond. Sci. Technol. 2010. V.23. P.014009 (1-6).
66. J Emhofer, M Eisterer and H W Weber, Stress dependence of the critical currents in neutron irradiated (RE)BCO coated conductors // Supercond. Sci. Technol. 2013. V.26. P.035009(1-9).
67. 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.; Civale L. Doubling the critical current density of high temperature superconducting coated conductors through proton irradiation // Appl. Phys. Lett. 2013. V.103. P.122601.
68. Антоненко С.В., Головашкин А.И., Елесин В.Ф. и др. Воздействие ионного облучения на критический ток пленок  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  // Письма в ЖЭТФ 47(5), 260-263 (1988).
69. Антоненко С.В., Головашкин А.И., Елесин В.Ф. и др. Изменение критических характеристик пленок ВТСП под воздействием низкотемпературного ионного облучения // Письма в ЖТФ 14(20), 1828-1831 (1988).
70. Антоненко С.В., Головашкин А.И., Елесин В.Ф. и др. Низкотемпературное ионное облучение металлооксидного соединения  $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  // Письма в ЖТФ 15, 83-87 (1989).

71. White A.E., K.T. Short, R.C. Dynes et al. Controllable reduction of critical current in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  films // *Appl. Phys. Lett.* 53(11), 1010-1012 (1988).
72. White A.E., Short K.T., Gapno J.P., Valles J.M. et al. Implantation damage, and regrowth of high Tc superconductors. // *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B* 37/38, 929-929 (1989).
73. Roas B., Hensel B., Saemann- Ischenko G., Schultz L. Irradiation-induced enhancement of the critical current density of epitaxial  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  thin films // *Appl.Phys.Lett.* 1989. V.54(11). P.1051-1053.
74. Meyer O., Egner B., Geerk J. et al. Epitaxial growth of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  thin films and the influences of ion irradiation on the transport properties // *Nucl. Instr. and Meth. Phys. Res. B* 37/38, 917-922 (1989).
75. Bourgault D., Bouffard S., Toulemonde M. et al. 3,5-GeV xenon ion irradiation effects in the superconducting oxide  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  ( $x < 0,1$ ): a HREM investigation // *Nucl. Instr. and Meth. Phys. Res. B* 42, 61-68 (1989).
76. Willis J.O., Cooke D.W., Brown R.D., Cost J.R. et al. Proton radiation damage in superconducting  $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  and  $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  // *Appl.Phys.Lett.* 53(5), 417-419 (1988).
77. Shiraishi K., Kato T., Kuniya J. Enhancement of critical magnetization current by the electron irradiation in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  superconductor // *Jap. J. of Appl. Phys.* 28(5), L807-L809 (1989).
78. Kato T., Shiraishi K., Kuniya J. Enhanced critical magnetization currents due to electron irradiation in high-Tc oxide superconductors // *Jap. Journal of Appl. Phys.* 1989. V.28(5). L766-L768.
79. Kohiki S., Satoh T., Hatta S. et al. X-ray irradiation effects on  $\text{ErBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  superconducting thin films // *Materials Letters* 1990. V6(5,6). P.185-188.
80. Kohiki S., Hatta S., Kamada T. et al. X-ray irradiation enhanced critical current density and strong pinning sites created in  $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  thin films // *Appl. Phys. A.* 1990. V.50(5). P.509-514.
81. R. Biswal, D. Behera, D. Kanjilal, P.V. Satyam, N.C. Mishra, Evolution of superconducting and normal state properties of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$  thick films under 200 MeV Ag ion irradiation // *Physica C.* 2012. V.480 P.98–101.
82. Ю.В. Федотов, Б.А. Данильченко, И.С. Рогуцкий Радиационные эффекты в тонких пленках ВТСП  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , облученных малыми дозами электронов с энергией 1 МэВ // *Физика низких температур.* 2002. т. 28, №10, с. 1033–1040.
83. M. Konczykowskii, F. Rullier-Albenque, E. R. Yacoby, A. Shaulov, Y. Yeshurun, P. Lejay, Effect of 5.3-GeV Pb-ion irradiation on irreversible magnetization in Y-Ba-Cu-O crystals // *Phys. Rev.B*, V. 44, N. 13, 7167-7170.
84. L. Klein, E. R. Yacoby, Y. Wolfus, Y. Yeshurun, L. Burlachkov, B.Ya Shapiro, M. Konczykowskii, F. Holtzberg Flux Sop in Y-Ba-Cu-O crystals irradiated with 5.3-GeV Pb ions // *Phys. Rev.B*, V. 47, N. 18, 12349-12352.

85. L. M. Paulius, J. A. Fendrich, W.-K. Kwok, A. E. Koshelev, V. M. Vinokur, and G. W. Crabtree, B. G. Glagola, Effects of 1-GeV uranium ion irradiation on vortex pinning in single crystals of the high-temperature superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  // *Phys. Rev. B*, V. 56, N. 2, 913-924.
86. S.K. Tolpygo, J.Y. Lin, M. Gurvitch, S.Y. Hou, J.M. Phillips, Effect of oxygen defects on transport properties and  $T_c$  of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ : Displacement energy for plane and chain oxygen and implications for irradiation-induced resistivity and  $T_c$  suppression // *Phys. Rev. B* 53(18), 12462-12474 (1996).
87. Neumüller H.-W., Ries G., Schmidt W. et al. Magnetization on 2212-melt material before and after irradiation with 400 MeV oxygen ions // *Supercond. Sci. Technol.* 4(1S), S370-S372(1991).
88. H. -W. Neumüller, W. Gerhäuser, G. Ries, P. Kummeth, W. Schmidt, S. Klaumünzer and G. Saemann-Ischenko, Ion irradiation of layered BSCCO compounds: flux line pinning and evidence for 2-D behavior // *Cryogenics* 33, 14-20(1993).
89. Kummeth P., Struller C., Neumüller H.-W. et al. The influence of Columnar Defects on the Critical Current Density in  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{O}_{10+x}$  Ag-Tapes // *Applied Superconductivity* 1, 685-688 (1993).
91. Kumakura H., Ikoda S., Kitaguchi H. et al. Enhancement of Flux Pinning in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  by 180 MeV  $\text{Cu}^{11+}$  irradiation // *J. Appl. Phys.* 72, 800 –802 (1992).
92. Kumakura H., Kitaguchi H., Togano K. et al. Flux Pinning Characteristics in 180 MeV  $\text{Cu}^{11+}$  - Irradiated  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  // *Japn. J. Appl. Phys.* 31, Part 2, N. 10A, L1408-L1410 (1992).
93. Hardy V., Simon Ch., Provost J. and Groult D. Pinning forces in Bi-2212 single crystals irradiated by 6 GeV Pb ions // *Physica C* 206, 220-226(1993).
94. Thompson J.R., Sun Y.R., Kerchner H.R. et al. Enhanced current density  $J_c$  and extended irreversibility in single-crystal  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  via linear defects from heavy ion irradiation // *Appl. Phys. Lett.*, 60(18), 2306-2308 (1992).
95. Neumüller H.-W. and Kummeth P., Review of Swift Heavy Ion Irradiation Experiments on Bi compounds: Effects of Columnar Defects on Flux Pinning Properties, invited talk ETL Workshop on High Temperature Superconductors, Tsukuba, Japan December 6- 8, 1993.
96. P. Kummeth, C. Struller, H.-W. Neumüller, G. Ries, M. Kraus, M. Leghissa, G. Wirth, J. Wiesner, G. Saemann-Ischenko, The influence of columnar defects on the critical current density in  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  Ag Tapes // *Journal of Supercon.* 7(5), 783-786(1994).
97. Y. Fukumoto, Y.Zhu, Q. Li, H.J. Wiesmann, M. Suenaga, T. Kaneko, K. Sato, K. Shibusaki, T. Hase, S. Hayashi, Ch. Simon, Dimensionality and pinning of magnetic vortices in the c-axis  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  and  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}/\text{Ag}$  tapes irradiated by 5.8-GeV Pb ions // *Phys. Rev. B*. 54(14), 10210-10217(1996).
98. Q. Li, M. Suenaga, T. Kaneko, K. Sato, Ch. Simmon, Collapse of irreversible field of superconducting  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}/\text{Ag}$  tapes with columnar defects // *Appl. Phys. Lett.* 71(11), 1561-1563(1997).

99. K.Shiraishi, Y.Kazumata, T.Kato, Electron-Irradiation Enhancement of the Critical Magnetization Current in the  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  Superconductor // Jap. J. Appl. Phys. 30(4A), L578-L581 (1991).
100. K.Yasuda, M.Takeda, H.Masuda, I.Nakagawa, H.Matsui, and A.Yoshida // Phys. Stat. Solidi 125(1), 279-287 (1991).
101. T.Kato, K.Shiraishi, J.Kuniya, Enhanced Critical Magnetization Currents due to Electron Irradiation in High-Tc Oxide Superconductors // Jap. J. Appl. Phys. 28(5), L766-L768 (1989).
102. K.Shiraishi, H.Iton and T.Kato, Electron Irradiation Effects on Electrical Properties of a  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  superconductors // Jap. J. Appl. Phys., 30(5B), L894-L897 (1991).
103. K.Shiraishi, H.Iton and T.Kato, Electron Irradiation  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  superconductors // Jap. J. Appl. Phys. 29(3), L441-L444 (1990).
104. T.Ishibashi, N.Inuishi, O.Yoda, Effects of Electron Irradiation on the Structural Change in Oriented  $(\text{Bi}_{0.75}\text{Pb}_{0.25})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  Superconductors // Jap. J. Appl. Phys. 30(7B), L1250-L1252 (1991).
105. A.E.Bocquet, S.Ogawa, S.Suga, H.Eisaki, H.Takagi, and S.Uchida. The Effect of High Energy Electron Beam Bombardment on Single Crystal  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  // Jap. J. Appl. Phys. 29(3), L511L-514 (1990).
106. T.Terai, T.Masegi, K.Kusagaya, Y.Takahashi, K. Kishio, N.Motohira, K.Nakatani, Enhancement on  $J_c$  of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  by electron irradiation // Physica C 185-189, 2383-2384 (1991).
107. H. Kumakura, H. Kitaguchi, K. Togano, H. Maeda, J. Shimoyama, S. Okayasu, Y. Kazumata, Effect of high-energy ion irradiation and electron irradiation on textured  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  – 180-MeV  $\text{Cu}^{11+}$  and  $\text{Br}^{11+}$  irradiations and 3-MeV electron irradiation // J. Appl. Phys. 74, 451-457 (1993).
108. F. Rullier-Albenque, A. Legris, H. Berger, L. Forro, Effect of electron irradiation on  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  and  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_8$  superconductors // Physica C 254, 88-92 (1995).
109. J.K. Gregory, M. S. James, S.J. Bending, C.J. van der Beek, M. Konczykowski, Suppression of surface barriers for flux penetration  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  whiskers by electron and heavy ion irradiation // Phys. Rev. B, 64, 134517-134520 (2001). Civale L., Marwick A. D. and et al . Superconducting current density enhancement by heavy ion irradiation of Bi-2223 silver-clad tapes // Physica C. 1993. V.208. P.137-142.
110. S Hébert, G K Perkins, M Abd el-Salam and A D Caplin, Evidence for low temperature line-like behaviour of vortices in columnar defected  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  single crystals // Supercond. Sci. Technol. 2003. V.16. P.661-667.
111. M. Weigand, M. Eisterer, E. Giannini, H. W. Weber, Mixed state properties of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  single crystals before and after neutron irradiation // Physical Review B 81, 014516-7 (2010).

112. И.А. Руднев. Влияние ионного облучения на критический ток высокотемпературных сверхпроводников. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. М.: 1991.
113. Bean C.P. Magnetisation of hard superconductors // *Phys. Rev. Lett.* 6, 250-251 (1962).
114. Bean C.P. Magnetisation of high field superconductors // *Rev. Mod. Phys.* 36, 31-43 (1964).
115. Nizhankovskii V.I., Lugansky L.B. Vibrating sample magnetometer with a step motor // *Measurement Science & Technology*. 2007. V.18(5). P.1533-1537.
116. Fietz W.A. Electronic integration for Measuring Magnetization of Hysteretic Superconducting Materials // *Rev. Scientific Instruments* 36(11), 1621- 1626 (1965).
117. Уилсон М. Сверхпроводящие магниты. Мир. М.:1985.
118. Ghosh A.K., Robins K.E., Sampson W.B. Magnetization measurements on multifilamentary Nb<sub>3</sub>Sn and NbTi conductors // *IEEE Trans. Magn.* 21(2), 328-331 (1985).
119. T. Fukunaga, S. Yuhya, A. Oota, M. Matsui, M. Hiraoka, AC losses of Ag-sheathed (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> monofilamentary and multifilamentary tapes // *Physica C*. 1995. V.249. P.157-165; T. Fukunaga, T. Itou, A. Oota, J. Maeda, M. Hiraoka, AC transport losses of Ag-sheathed Bi-2223 multifilamentary twisted tapes // *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 1997. V.7(2). P.1666-1669.
120. C. M. Friend, S. A. Awan, L. L. Lay, S. Sali, T. P. Beales, Explaining the self-field AC loss behavior of silver-clad (Bi,Pb)-223 tapes for power engineering application // *Physica C* 279, 145-152 (1997).
121. M. Ciszek, A.M. Campbell, B.A. Glowacki, The effect of potential contact position on AC loss measurements in superconducting BSCCO tape // *Physica C* 233, 203-208 (1994).
122. M.K. Chattopadhyay, AC Losses in HTSC bulk and tapes: A Review // *Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism* 13(3), 429-439 (2000).
123. A. Ghattas, M. Annabi, M. Zouaoui, F. Ben Azzouz, M. Ben Salem, Flux pinning by Al-based nano particles embedded in polycrystalline (Bi,Pb)-2223 superconductors // *Physica C* 468 (2008) 31–38.
124. M Zouaoui, A Ghattas, M Annabi, F Ben Azzouz and M Ben Salem, Effect of nano-size ZrO<sub>2</sub> addition on the flux pinning properties of (Bi, Pb)-2223 superconductor // *Supercond. Sci. Technol.* 21 (2008) 125005 (1-7).
125. M. Annabi, A. M.Chirgui, F. Ben Azzouz, M. Zouaoui, M. Ben Salem, Addition of nanometer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> during the final processing of (Bi,Pb)-2223 superconductors // *Physica C* 405 (2004) 25–33.
126. M Zouaoui, L Bessais and M Ben Salem, Thermally activated dissipation and pinning mechanisms in a Bi2223 superconductor with the addition of nanosized ZrO<sub>2</sub> particles // *Supercond. Sci. Technol.* 23 (2010) 095013 (1-6).

127. A Ghattas, M Zouaoui, M Annabi, A Madani, F Ben Azzouz and M Ben Salem, Enhancement of superconductivity properties in nano ZrO<sub>2</sub> particles added Bi<sub>1.8</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> ceramics // Journal of Physics: Conference Series 97 (2008) 012179.
128. Антоненко С.В., Дежурко К.И., Колясников В.А., Лебединский Ю.Ю. Сверхпроводящие пленки интерметаллида ниобий-германий, полученные магнетронным распылением.- В кн. Изменение свойств сверхпроводящих соединений типа А-15 под воздействием излучений.- М.: Энергоатомиздат, 1986, С.54-59.
129. Костюнин Б.Н., Молчанов А.С., Криостат для исследования влияния радиационных дефектов на электрические свойства тонких сверхпроводящих пленок, В кн. Воздействие излучений на сверхпроводники, М.: Энергоатомиздат, 1983, С.77-83.
130. Есин И.А., Руднев И.А. Критический ток сверхпроводящих пленок из Nb<sub>3</sub>Sn и Nb<sub>3</sub>Ge в зависимости от облучения, температуры, магнитного поля. - В кн. Изменение свойств сверхпроводящих соединений типа А-15 под воздействием излучений. - М.: Энергоатомиздат, 1986, с. 49-54.
131. Григорьев А.И., Дегтяренко Н.Н., Мельников В.Л. Радиационная повреждаемость материалов при низкотемпературном нейтронном облучении. - В кн. Воздействие излучений на сверхпроводники. - М.: Энергоатомиздат, 1983, с. 48-61.
132. Пан В.М., Прохоров В.Г., Каминский Г.Г. Исследование критических полей и критических токов тонких пленок ниобия // ФНТ 6(8), 968-978 (1980); Huebener R.P., Kampwith R.T., Martin R.L et. al. Critical current density in superconducting niobium films // IEEE Trans. Magn. MAG-11 (2), 344-364 (1975).
133. Ishenko G, Muller P., Klaumunzer S. et. al. Superconductivity of Nb<sub>3</sub>Sn, Nb, V, Pb and Sn after low temperature irradiation with 25 MeV oxygen ions // J. Nucl. Materials. 72(1/2), 212-224 (1978).
134. Voronova I.V., Mihailov N.N., Sotnicov G.V., Zaikin V.J. The influence of radiation damages on the superconducting properties of Nb<sub>3</sub>Sn // J. Nucl. Mater. 72(1/2), 129-141 (1978).
135. Meier-Hirmer R., Kupfer H., Influence of neutron radiation induced defects on the superconducting properties of V<sub>3</sub>Si // J. Nucl. Mater. 108/109, 593-602 (1982).
136. Sekula S.T. Effect of irradiation on the critical current of alloy and compound superconductors // Journal of Nucl. Mater. 72(1/2), 91-113 (1978).
137. Kupfer H., Meier-Hirmer R., Reichert T. Field dependent change of critical current density in neutron irradiated A-15 superconductors with grain boundary pinning // J. Appl. Physics 51(2), 1121-1126 (1980).
138. S.L. Colucci, H. Weinstock, M.Suenaga, Critical current enhancement in Nb<sub>3</sub>Sn by low-temperature fast-neutron irradiation // J. Appl. Phys. 48(2), 837-841 (1977).

139. B.S. Brown, T.H. Blewitt, T.L. Scott, D.J. Wozniak, Critical current changes in neutron irradiated Nb<sub>3</sub>Sn as a function of irradiation temperature and initial metallurgy // J. Appl. Phys. 49(7), 4144-4149 (1978).
140. S.L. Colucci, H. Weinstock, Critical current enhancement in Nb<sub>3</sub>Sn by low-temperature, fast-neutron induced flux pinning centers // Journal of Nuclear Mat. 72, 142-146 (1978).
141. C.L. Snead, Changes in the upper critical fields and critical current of Nb<sub>3</sub>Sn and V<sub>3</sub>Ga owing to neutron radiation damage // Appl. Phys. Lett. 30(12), 662-665 (1977).
142. P.Maier, E.Seibt, Volume pinning force and upper critical field of irradiated Nb<sub>3</sub>Sn // Appl. Phys. Lett. 39(2), 175-178 (1981).
143. S. Scheurer, R. Meier-Hirmer, H.Kupfer, Radiation-induced changes in critical superconductivity of V<sub>3</sub>Si // Journal of Nuclear Mat. X 133&134, 823-825(1985).
144. Arko A.J., Muller F.A., Rocland L.W. et al De Haas-Van Alphen effect in high-T<sub>c</sub> A-15 superconductors Nb<sub>3</sub>Sn and V<sub>3</sub>Si // Phys. Rev. Letters 40(24), 1590-1593 (1978).
145. Александров А.С., Дегтяренко Н.Н., Елесин В.Ф. и др. Теория зависимости критической температуры сверхпроводников типа А-15 от флюенса ионного облучения // ФММ 52(3), 505-509 (1981).
146. Дегтяренко Н.Н., Дежурко К.И., Елесин В.Ф. и др. Радиационные дефекты и сверхпроводимость интерметаллида Nb<sub>3</sub>Sn // Препринт МИФИ. - М., 1985. - 12 с.
147. Crittenden E.C. Superconducting thin-film detector of nuclear particles // J. Appl. Phys. 42(8), 3182-3188 (1971).
148. Ника Ю.Р., Колпажиу М.К. Разрушение сверхпроводимости высокоэнергетичными частицами. - Теория сверхпроводящих сплавов при внешних воздействиях. Кишинев, 1980, с.58-61.
149. Губанков В.Н., Лисицкий М.П., Склокин Ф.Н. Детектирование α-излучения с помощью джозефсоновских туннельных переходов // Письма в ЖТФ 12(5), 301-304 (1986).
150. Елесин В.Ф., Кашурников В.А. Создание избыточных квазичастиц и неравновесный фазовый переход в сверхпроводниках под действием заряженных частиц // ЖЭТФ 94(6), 289-296 (1988).
151. Xiong G.C., Li H.C., Linker G., Meyer O. Transport properties, phase transition, and recovery near 200 K of proton-irradiated YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> thin films // Phys. Rev. B 38(1), 240-243 (1988).
152. Marwick A.D., Clark G.J., Tu K.N., et al. Annealing of ion implant damage in the high-temperature superconductor YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> // Nucl. Instr. and Methods in Phys Res. B40/41(1), 612-614 (1989).
153. McCallum J.C., White C.W., Boatner L.A. The annealing behavior of ion-implanted single crystals of the type YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> // Nucl. Instr. and Methods in Phys. Res. B40/41(1), 608-611 (1989).

154. Matsui S., Ochiai Y., Matsutera H., Fujit J. et al Annealing effects for implanted Y-Ba-Cu-O superconductors // J. Appl. Phys. 64(2), 936-937 (1988).
155. Goshshitskii B.N., Davydov S.A., Karkkin A.E., Mirmelstein A.V. Hall effect in disordered ceramic high-Tc  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  // Physica C 162-164, 997-998(1989).
156. Valles J.M., White A.E., Short K.T. et al. Ion - beam - induced transition in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ : A mobility edge // Phys. Rev. B. 39(16), 11599-11602 (1989).
157. Bernas H., Lesueur J., Nedellec P. et al. Ion beam irradiation studies of high temperature superconductors // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B46, 269-275(1990).
158. Wang Z.Z., Clayhold J., Ong N.P. Variation of superconductivity with carrier concentration in oxygen-doped  $YBa_2Cu_3O_7$  // Phys. Rev. B 36(13), 7222-7225(1987).
159. S.K. Tolpygo, J.Y. Lin, N. Gurvitch, S.Y. Hou, J.M. Phillips,  $T_c$  enhancement by low energy electron irradiation and influence of chain disorder on resistivity and Hall coefficient in  $YBa_2Cu_3O_7$  thin films // Physica C 269, 207-219 (1996).
160. M. Tinkham, Resistive Transition of High-Temperature Superconductors // Phys. Rev. Lett. 61, 1658-1661(1988).
161. M.Konozukowski, F.Rullier-Albenque, G.Collin, Radiation defects and pressure effects on the critical current in  $YBa_2Cu_3O_7$  single crystals // Physica C 162-164, 747-748 (1989).
162. P.H.Kes, J.Aarts, J. van den Berg, C.J. van der Beek and J.A.Mydosh, Thermally assisted flux flow at small driving forces // Supercon. Sci.Technol. 1, 242-248(1989).
163. T.T.M. Palstra, B. Batlogg, R.B. van Dover, L.F. Schneemeger, J.V. Waszczak. Dissipative flux motion in high-temperature superconductors // Phys. Rev. B. 41, 6621-6632(1990).
164. C.W.Hagen, R.Griessen, Distribution of activation energies for thermally activated flux motion in high- $T_c$  superconductors: An inversion scheme // Phys.Rev.Lett. 62, 2857-2860(1989).
165. M.Tinkham. Introduction to Superconductivity, Dover Publication, 2004, p.454.
166. Y.Yeshurum, A.P.Malozemoff, Giant Flux Creep and Irreversibility in an Y-Ba-Cu-O Crystal: An Alternative to the Superconducting-Glass Model // Phys.Rev.Lett., 60, 2202-2206(1988).
167. T.T.M.Palstra, B.Batlogg, L.F.Schneemeger, J.V.Waszczak, Role of anisotropy in the dissipative behavior of high-temperature superconductors // Phys.Rev.B. 43, 3756-3759(1991).
- 168.Th. Schuster, M.R. Koblisha, H. Kuhn, H. Kronmuller, M. Leghissa, W Gerhauser, G. Saemann-Ischenko, H.W. Neumuller, S. Klaumunzer, Observation of flux penetration in  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$  crystals with irradiation-induced columnar defects // Phys. Rev. B, 46 (13), 8496-8504(1992).
169. T.Hoshiya, S. Takamura, T. Aruga, M. Kobiyama, Annealing Effects on Transition Temperature of Superconducting Bi-Sr-Ca-Cu-O Films after Ion Irradiation // Jap. J. Appl. Phys. 28(8), L1352-L1354(1989).

170. H.W.Neumuller, G.Ries, W.Schmidt, W.Gerhauser, S.Klaununzer, Magnetization of 2212-Melt Material before and after Irradiation with 400 MeV Oxygen Ions // *Supercond. Sci. Technol.*, 1991, v.4, N1/2, S370-372.
171. A.Iwase, M. Watanabe, T. Iwata, T. Nihira, Effect of 120 MeV  $^{16}\text{O}$  Ion Irradiation at Liquid Nitrogen Temperature on Superconducting Properties of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O // *Jap. J. Appl. Phys.* 28(11), L1939-L1941(1989).
172. W.Gernauser, H.-W.Neumuller, W.Schmidt, O.Eibl, G.Saemann- Ischenko and S.Klaununzer, Correlation of flux line pinning and irradiation damage in Bi-2212 single crystals after 0.5GeV iodine irradiation // *Physica C*, 185-189, 2339-2340(1991).
173. J. Wiesner, C. Trahold, J.-G. Wen, H.-W. Zandbergen, G.Wirth, H. Fuess, High resolution electron microscopy of heavy-ion induced defects in superconducting Bi-2212 thin films in relation to their effect on  $J_c$  // *Physica C*, 1996, 268, pp.161-172.
174. N. Chikumoto, M. Kosugi, Y. Maysuda, M. Konczykowski, K. Kishio, Magnetic Studies on the field-driven transition from decoupled to coupled pancake vortex phase in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  with columnar defects // *Phys. Rev. B.* 57(22), 14507-14510(1998).
175. B. Khaykovich, M. Konczykowski, K. Teitelbaum, E.Zeldov, H. Shtrikman, M. Rappaport, Effect of columnar defects on the vortex-solid melting transition in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  // *Phys. Rev. B.* 57(22), 14088-14091(1998).
176. V. Hardy, S. Hebert, J. Provost, Ch. Simon, -Effects of crossed columnar defects on vortex pinning in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  // *Eur. Phys. J. B.* 2000. v.16. pp.107-111.
177. K.Shiraishi, Y.Kazumata, T.Kato, Electron-Irradiation Enhancement of the Critical Magnetization Current in the  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  Superconductor // *Jap. J. Appl. Phys.* 30(4A), L578-L581 (1991).
178. K.Yasuda, M.Takeda, H.Masuda, I.Nakagawa, H.Matsui, and A.Yoshida // *Phys. Stat. Solidi* 125(1), 279-287 (1991).
179. T.Kato, K.Shiraishi, J.Kuniya, Enhanced Critical Magnetization Currents due to Electron Irradiation in High-Tc Oxide Superconductors // *Jap. J. Appl. Phys.* 28(5), L766-L768 (1989).
180. K.Shiraishi, H.Iton and T.Kato, Electron Irradiation Effects on Electrical Properties of a  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  superconductors // *Jap. J. Appl. Phys.*, 30(5B), L894-L897 (1991).
181. K.Shiraishi, H.Iton and T.Kato, Electron Irradiation  $\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  superconductors // *Jap. J. Appl. Phys.* 29(3), L441-L444 (1990).
182. T.Ishibashi, N.Inuishi, O.Yoda, Effects of Electron Irradiation on the Structural Change in Oriented  $(\text{Bi}_{0.75}\text{Pb}_{0.25})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  Superconductors // *Jap. J. Appl. Phys.* 30(7B), L1250-L1252 (1991).

183. A.E.Bocquet, S.Ogawa, S.Suga, H.Eisaki, H.Takagi, and S.Uchida. The Effect of High Energy Electron Beam Bombardment on Single Crystal  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$  //Jap. J. Appl. Phys. 29(3), L511L-514 (1990).
184. T.Terai, T.Masegi, K.Kusagaya, Y.Takahashi, K. Kishio, N.Motohira, K.Nakatani, Enhancement on  $J_c$  of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  by electron irradiation // Physica C 185-189, 2383-2384 (1991).
185. F. Rullier-Albenque, A. Legris, H. Berger, L. Forro, Effect of electron irradiation on  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  and  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_8$  superconductors // Physica C 254, 88-92 (1995).
186. J.K. Gregory, M. S. James, S.J. Bending, C.J. van der Beek, M. Konczykowski, Suppression of surface barriers for flux penetration  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  whiskers by electron and heavy ion irradiation // Phys. Rev. B, 64, 134517-134520 (2001). Civale L., Marwick A. D. and et al . Superconducting current density enhancement by heavy ion irradiation of Bi-2223 silver-clad tapes // Physica C. 1993. V.208. P.137-142.
187. Giapintzakis J., Lee W.C., Rice J.P. et al. Production and identification of flux-pinning defects by electron irradiation in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  single crystals // Phys. Rev. B 45, 10677-10683(1992).
188. Giapintzakis J., Kirk M.A., Lee W.C. et al. Flux pinning defects induced by electron irradiation in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  single crystals // MRS Symp. Proc., 1992,v. 275, p.741.
189. G. Blatter, M.V. Feigel'man, V.B. Geshkenbein, A.I. Larkin, V.M. Vinokur, Vortices in high-temperature superconductors // Rev. mod. Phys. 66, 1125-1388 (1994).
190. Clem J.R. Two-dimensional vortices in a stack of thin superconducting films: A model for high-temperature superconducting multilayers // Phys. Rev.B 43, 7837-7846(1991).
191. Thompson J.R., Sun Y.R., Kerchner H.R. et al. Enhanced current density  $J_c$  and extended irreversibility in single-crystal  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  via linear defects from heavy ion irradiation // Appl. Phys. Lett., 60(18), 2306-2308 (1992).
192. Kiuchi M.; Isobe G.; Matsushita T.; Okayasu S.; Prusseit W. Flux Pinning Properties of Columnar Defects Nucleated by Heavy Ion Irradiation in DyBCO Coated Conductor // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2009. V.19(3). P.3475-3478.
193. Vlcek B.M., Viswanathan H.K., Frischherz M.C. et al. Role of point defects and their clusters for pinning as determined from irradiation and annealing experiments in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  single crystal // Phys. Rev. B 48, 4067-4073 (1993).
194. Иванченко Ю.М., Хирный В.Ф., Михеенко П.Н. Исследование мета-стабильных токовых состояний в сверхпроводящих плёнках // ЖЭТФ. 1979. Т.77. С.952-967.
195. Хирный В.Ф., Козловская А.А. Динамическое диссипативное смешанное состояние в неоднородных сверхпроводниках II рода // Успехи физическх наук. 2004. Т.174. С.285-301.
196. М. Тинкхам. Введение в сверхпроводимость. М.: Атомиздат, 1980.

197. В.Ф. Елесин, И.А. Есин, И.А. Руднев, Б.Л. Кривц, Е.П. Лимитовский. Изменение сверхпроводящих, нормальных и магнитных свойств эпитаксиальных пленок  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$  под воздействием радиационных дефектов, созданных ионным облучением. // СФХТ, 1993, т.6, №4, сс.807- 822.
198. В.Ф. Елесин О механизме влияния немагнитных примесей и дефектов на критическую температуру высокотемпературных сверхпроводников // СФХТ 4(4), 658-661 (1991).
199. Benjamin Sacéré, Thomas Dubouchet, Claude Chapelier, Marc Sanquer, Maoz Ovadia, Dan Shahar, Mikhail Feigelman and Lev Ioffe, Localization of preformed Cooper pairs in disordered superconductors // Nature Physics V.7 239-244 (2011).
200. Madhavi Chand, Garima Saraswat, Anand Kamlapure, Mintu Mondal, Sanjeev Kumar, John Jesudasan, Vivas Bagwe, Lara Benfatto, Vikram Tripathi, and Pratap Raychaudhuri, Phase diagram of the strongly disordered *s*-wave superconductor NbN close to the metal-insulator transition // Physical Review B. 2012. V.85. P.014508(1-9).
201. Елесин В.Ф., Кашурников В.А, Опенов Л.А., Подливаев А.И. Энергия связи электронов или дырок в кластерах Cu-O: точная диагонализация гамильтониана Эмери // ЖЭТФ 99, 237-249 (1991).
202. Елесин В.Ф., Кашурников В.А, Опенов Л.А., Подливаев А.И. Влияние анлерсоновского беспорядка на корреляционные функции и энергию связи избыточных носителей в кластере  $\text{Cu}_4\text{O}_8$  // ЖЭТФ 101(2), 682-692 (1992).
203. R.G. Mints, A.L. Rakhmanov, Critical state stability in type-II superconductors and superconducting-normal-metal composites // Rev. Mod. Phys. 53 551-592(1981).
204. А.Вл. Гуревич, Р.Г. Минц, А.Л. Рахманов, Физика композитных сверхпроводников, М.:Наука, 1984.
205. M.R. Wertheimer, J. le G. Gilchrist. Flux jumps in type II superconductors // J. Phys. Chem. Solids, 28, 2509-2524, (1967).
206. С.А. Dura'n, P.L. Gammel, R.E. Miller, D.J. Bishop. Observation of magnetic field penetration via dendritic growth in superconducting niobium films // Phys. Rev. B, 52, 75-78, (1995).
207. P. Leiderer, J. Boneberg, P. Brüll, V. Bujok, S. Herminghaus. Nucleation and growth of a flux instability in superconducting  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  films // Phys. Rev. Lett., 71, 2646-2649, (1993).
208. U. Bolz, J. Eisenmenger, J. Schiessling, B.-U Runge, P Leiderer, Magnetic instability in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  films // Physica B. 2000. V.284-288. P.757-758.
209. Т.Н. Johansen, М.Базилевич, D.V. Shantsev et al., Dendritic magnetic instability in superconducting MgB2 films Supercond. Sci. Technol. 14 726(2001).

210. D.V. Shantsev, P.E. Goa, F.L. Barkov, T.H. Johansen, W.N. Kang, S.I. Lee, Interplay of dendritic avalanches and gradual flux penetration in superconducting MgB<sub>2</sub> films // *Supercond. Sci. Technol.* 16, 566-570 (2003).
211. Ch. Jooss, J. Albrecht, H. Kuhn, S. Leonhardt and H. Kronmuller, Magneto-optical studies of current distributions in high-T<sub>c</sub> superconductors // *Rep. Prog. Phys.* V.65, pp.651–788 (2002)
212. E. Altshuler, T. H. Johansen, Y. Paltiel, Peng Jin, K. E. Bassler, O. Ramos, Q.Y. Chen, G.F. Reiter, E. Zeldov, C.W. Chu Vortex avalanches with robust statistics observed in superconducting niobium // *Phys. Rev B* 70, 140505(R) (2004).
213. A.V. Bobyl, D.V. Shantsev, T.H. Johansen, W.N. Kang, H. J. Kim, E.M. Choi, S.I. Lee Current-induced dendritic magnetic instability in superconducting MgB<sub>2</sub> films// *Appl. Phys. Lett.* 80, 4588-4590 (2002).
214. S.C. Wimbusha and B. Holzapfel, Ch. Jooss Observation of dendritic flux instabilities in YNi<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C thin films // *Journal of Appl. Phys.* 96, N6 3589-3591 (2004).
215. M.S. Welling, R.J. Westerwaal, W. Lohstroh, R.J. Wijngaarden. Huge compact flux avalanches in superconducting Nb thin films // *Physica C* 411 (2004) 11–17.
216. B. Biehler, B.-U. Runge, and P. Leiderer R.G. Mints, Ultrafast magnetic flux dendrite propagation into thin superconducting films // *Phys. Rev B* 72, 024532 (2005)
217. Z.X. Ye, Qiang Li, Y.F. Hu, A.V. Pogrebnyakov, Y. Cui, X.X. Xi , J.M. Redwing, Qi Li, Electron scattering dependence of dendritic magnetic instability in superconducting MgB<sub>2</sub> films // *Appl. Phys. Lett.* 85, 22 (2004) 5284-5286.
218. G.W. Crabtree, U. Welp, Z.L. Xiao, J.S. Jiang, V.K. Vlasko-Vlasov, S.D. Bader, J. Liang, H. Chik, J.M. Xu Vortices in dense self-assembled hole arrays // *Physica C* 387 (2003) 49–56.
219. Eun-Mi Choi, Hyun-Sook Lee, Hyun Jung Kim, and Byeongwon Kang A. A. F. Olsen and D. V. Shantsev T. H. Johansen Dendritic magnetic avalanches in carbon-free MgB<sub>2</sub> thin films with and without a deposited Au layer // *Appl. Phys. Lett.* 87, 152501 (2005).
220. M. Baziljevich, A.V. Bobyl, D.V. Shantsev, E. Altshuler, T.H. Johansena, S.I. Lee, Origin of dendritic flux patterns in MgB<sub>2</sub> films // *Physica C* 369 (2002) 93–96.
221. U. Bolz, B. Biehler, D. Schmidt, B.-U. Runge, and P. Leiderer, Dynamics of the dendritic flux instability in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> films // *Europhys. Lett.* 64, 517-523 (2003).
222. T. H. Johansen, M. Baziljevich, D. V. Shantsev, P. E. Goa, Y. M. Galperin, W. N. Kang, H. J. Kim, E. M. Choi, M.-S. Kim, and S. I. Lee, Dendritic magnetic instability in superconducting MgB<sub>2</sub> films // *Europhys. Lett.* 59, 599 (2002).
223. Z. Ye, Q. Li, G. D. Gu, J. J. Tu, W. N. Kang, E.-M. Choi, H.-J. Kim, and S.-I. Lee, Magneto-optical studies of the critical states in c-axis oriented MgB<sub>2</sub> thin film and bulk MgB<sub>2</sub>/Mg nanocomposites// *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 13, 3722-3725 (2003).

224. F. L. Barkov, D. V. Shantsev, T. H. Johansen, P. E. Goa, W. N. Kang, H. J. Kim, E. M. Choi, and S. I. Lee, Local threshold field for dendritic instability in superconducting MgB<sub>2</sub> films. *Phys. Rev. B* 67, 064513-5 (2003).
225. E. H. Brandt and M. Indenbom, Type-II-superconductor strip with current in a perpendicular magnetic field // *Phys. Rev. B* 48, 12893-12906 (1993).
226. E. Zeldov, J. R. Clem, M. McElfresh, and M. Darwin Magnetization and transport currents in thin superconducting films// *Phys. Rev. B* 49, 9802-9822 (1994).
227. M. R. Beasley, W. A. Fietz, R. W. Rollins, J. Silcox, and W. W. Webb, Annihilation instability in hard superconductors // *Phys. Rev.* 137, A1205-A1208 (1965).
228. Z. W. Zhao, S. L. Li, Y. M. Ni, H. P. Yang, Z. Y. Liu, H. H. Wen, W. N. Kang, H. J. Kim, E. M. Choi, and S. I. Lee, Suppression of superconducting critical current density by small flux jumps in MgB<sub>2</sub> thin films // *Phys. Rev. B* 2002. V.65. V.064512(1-5).
229. J. Feder, *Fractals* // Plenum, New York, (1988).
230. I. S. Aranson, A. Gurevich, M. S. Welling, R. J. Wijngaarden, V. K. Vlasko-Vlasov, V. M. Vinokur, and U. Welp, Dendritic Flux Avalanches and Noblocfl Electrodynamics in Thin Superconducting Folms // *Phys. Rev. Lett.* 2005. V.94. P.037002(1-5).
231. V.V. Yurchenko, D.V. Shantsev, T.H. Johansen, M.R. Nevala, I.J. Maasilta, K. Senapati, R.C. Budhani. Reentrant stability of superconducting flms and the vanishing of dendritic flux instability // *Phys. Rev. B*, 76, 092504-4, (2007).
232. D.V. Denisov, D.V. Shantsev, Y.M. Galperin, Eun-Mi Choi, Hyun-Sook Lee, Sung-Ik Lee, A.V. Bobyl, P.E. Goa, A.A.F. Olsen, T.H. Johansen. Onset of Dendritic Flux Avalanches in Superconducting Films // *Phys. Rev. Lett.*, 97, 077002-4, (2006).
233. D.V. Denisov, A.L. Rakhmanov, D.V. Shantsev, Y.M. Galperin, T.H. Johansen. Dendritic and uniform flux jumps in superconducting films // *Phys. Rev. B*, 73, 014512-7, (2006).
234. A.L. Rakhmanov, D.V. Shantsev, Y.M. Galperin, T.H. Johansen. Finger patterns produced by thermomagnetic instability in superconductors // *Phys. Rev. B*, 70, 224502-8, (2004).
235. Уилсон М. Сверхпроводящие магниты. Мир. М.:1985.
236. Ghosh A.K., Robins K.E., Sampson W.B. Magnetization measurements on multifilamentary Nb<sub>3</sub>Sn and NbTi conductors // *IEEE Trans. Magn.* 21(2), 328-331 (1985).
237. Yamafuji K, Iwakuma M, Tomita Y et al, Development of Nb<sub>3</sub>Sn superconducting wires for ac use // *IEEE Trans. Magn.* 23(2), 1355-1358 (1987).
238. Kubota Y., Ogasawara T., Development of a Nb<sub>3</sub>Sn composite conductor with very fine filaments and basic studies on its power frequency applications // *IEEE Trans. Magn.* 23(2), 1359-1362 (1987).
239. Ghosh A.K., Sampson W.B. Anomalous low field magnetization in fine filament NbTi conductors // *IEEE Trans. Magn.* 23(2), 1724-1727 (1985).

240. M.N. Pitsakis, T. Haugan, F.C.H. Wong, S. Patel, D.T. Shaw, Alternating current losses in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8/\text{Ag}$  tapes at power frequencies // *Appl. Phys. Lett.* **67**, 1772-1774 (1995).
241. S.P. Ashworth, Measurements of AC losses due to transport currents in bismuth superconductors // *Physica C* 229, 355-360 (1994).
242. Y. Yang, T. Hughes, C. Beduz, D.M. Spiller, R.G. Scurlock, W.T. Norris, The influence of geometry on self-field AC losses on Ag sheathed  $\text{PbBi2223}$  tapes // *Physica C* 256, 378-386 (1996).
243. M. Ciszek, B.A. Glowacki, S.P. Ashworth, A.M. Campbell, W.Y. Liang, R. Flukiger, and R. E. Gladyshevskii, AC loss and critical current  $\text{Ag}/(\text{Tl,Pb,Bi})\text{-1123}$  tapes // *Physica C* 260, 93-102 (1996).
244. S.A. Awan, S.Sali, C.M. Friend, T.P. Beales, Study of self-field AC losses in  $\text{Pb,Bi-2223}/\text{Ag}$  sheathed tapes // *IEEE Trans. on Appl. Supercon.* 7, 335-338 (1997).
245. Y. Fukumoto, H.J. Wiesmann, M. Garber, M. Suenaga, P. Haldar, Alternating current losses in mono and multicore silver sheathed  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_2\text{O}_y$  tapes at  $T=27$  K in direct current magnetic field // *J. Appl. Phys.* 78, 4584-4590 (1995).
246. K. Kwasnitza, St. Clerc, AC losses of superconducting high- $T_c$  multifilament  $\text{Bi-2223}/\text{Ag}$  sheathed tapes in perpendicular magnetic fields // *Physica C* 233, 423-435 (1994).
247. A. Oota, T. Fukunaga, M. Matsui, S. Yuhya, M. Hiraoka, AC losses of Ag-sheathed  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  monofilamentary and multifilamentary tapes *Physica C* 249, 157-165 (1995).
248. T. Fukunaga, T. Itou, A. Oota, J. Maeda, M. Hiraoka, AC transport losses of Ag-sheathed  $\text{Bi-2223}$  multifilamentary twisted tapes // *IEEE Trans. on Appl. Supercon.* 7, 1666-1669 (1997).
249. H. London, Alternating current losses in superconductors of the second kind // *Phys. Lett.* 6, 162-163 (1963).
250. W.T. Norris, Calculation of hysteresis losses in hard superconductors carrying AC: isolated conductors and edges of thin sheets // *J. Phys. D* 3, 489-507 (1970).
251. M. Ciszek, B.A. Glowacki, A.M. Campbell, S.P. Ashworth, W.Y. Liang, P. Haldar, V. Selvamanickam, Influence of external magnetic field and its orientation on transport AC losses in  $\text{Bi-2223}$  and  $\text{Tl-1223}$  silver sheathed tapes // *IEEE Trans. on Appl. Supercon.* 7, 314-317 (1997).
252. Y. Yang, T. Hughes, C. Beduz, D.M. Spiller, R.G. Scurlock, W.T. Norris, The influence of geometry on self-field AC losses of Ag sheathed  $\text{PbBi2223}$  tapes // *Physica C* 256, 378-386 (1996).
253. А.И. Подливаев, И.А. Руднев, С.В. Покровский, Восстановление распределения двумерного тока в сверхпроводящей ленте по ее магнитному полю, измеряемому с использованием преобразователей Холла // *Инженерная физика*, 2007, №5, с. 18-25.
254. S. Pokrovski, I. Rudnev, A. Podlivaev, A Two-Dimensional Current Mapping in Superconducting Tapes // *Journal of Physics: Conf. Ser.*, 2009. V150, p. 052211.

255. Igor A. Rudnev, Sergey V. Pokrovskiy, Aleksey I. Podlivaev, An application of magnetic measurements for study of local transport characteristics of modern superconducting materials // IEEE Transaction on Applied Superconductivity, V.22, 3, 9001304, 2012
256. Magneto-Optical Imaging Eds. T.H.Johansen and D.V.Shantsev NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry, v.142. ISBN 1-4020-1997-1, Kluwer Academic Publishers (Dordrecht, 2004). Proceedings of the first NATO Advanced Research Workshop on Magneto-Optical Imaging, Oystese, Norway, Aug. 28-30, 2003
257. Л.С. Успенская, А.Л. Рахманов. Динамические магнитные структуры в сверхпроводниках и ферромагнетиках // УФН 182, в.7, с.681-699 (2012).
258. A. Villaume, L. Porcar, D. Bourgault, A. Antonevici, T. Caroff, J.P. Leggeri, C. Villard, In situ strain and transport magneto-optical investigations in superconductors // Superconductor Science and Technology. 21, 034009 (2008).
259. A. Lucarelli, A. Frey, R. Yang, G. Lpke, T.J. Haugan, G.A. Levin, P.N. Barnes, Dynamic investigation of transport current in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  thin films // Superconductor Science and Technology. 21, 115003 (2008).
260. H. Song, M.W. Davidson, J. Schwartz, Dynamic magneto-optical imaging of transport current redistribution normal zone propagation in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  coated conductor // Superconductor Science and Technology. 22, 062001 (2009).
261. T. Caroff, L. Porcar, P. Chaudout, A. Abrutis, C. Jimnez, P. Odier, F. Weiss, Magneto-Optical Investigations of LZO Buffer Layer Thickness Effects on YBCO Microstructure in the Simple NiW/LZO/YBCO Structure // IEEE Transaction on Applied Superconductivity 19, 3184-3187 (2009).
262. Y. Jung, K. Kwak, W. Lee, J. Rhee, D. Youm, J. Yoo, Y.H. Han, B.J.Park, Effects of the vortex line shape on the critical current density in high  $T_c$  superconducting the film with nanorod pinning centers // Superconductor Science and Technology. 25, 065001 (2012).
263. T. Machi, N. Chikumoto, K. Nakao, Y. Aoki, Y. Kitoh, H. Fuji, T. Izumi, A. Ibi, Y.Yamada, Development of a magneto-optical imaging equipment for long length 2G- HTS tapes // Physica C: Superconductivity. 445-448, 673676 (2006)
264. Y. Kamiya, A. Ishiyama, M. Yagi, O. Maruyama, T. Ohkuma, Current Margin of 275 KV Class HTS Power Cable With Joint Against Fault Current // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 22, 5801004 (2012)
265. D. Abramov, A. Gurevich, A. Polyanskii, X.Y. Cai, A. Xu, S. Pamidi, D. Larbalestier, C.L.H. Thieme: Significant reduction of AC losses in YBCO patterned coated conductors with transposed filaments // Superconductor Science and Technology. 21, 082004 (2008).

266. T. Takao, S. Koizuka, K. Oi, A. Ishiyama, J. Kato, T. Machi, K. Nakao, Y. Shiohara, Characteristics of Compressive Strain and Superconducting Property in YBCO Coated Conductor. // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 17, 3517-3519 (2007)
267. Дехтяр И.Я., Иванов Л.И., Карлов Н.В., Кузьмин Г.Д., Нищенко М.М., Прохоров А.М., Рыкалин Н.Н., Янушкевич В.А. Влияние лазерного облучения сверхпроводящих материалов на основе ниобия на характер изменения критической температуры // Квантовая электроника, 1976, т. 3, № 4, с. 844 – 847.
268. Иванов Л.И., Никифоров Ю.Н., Янушкевич В.А. Эффект изменения электропроводности полупроводниковых кристаллов при прохождении ударной волны от импульса излучения ОКГ. //ЖЭТФ. 1974. т.67. №1. с. 147-149.
269. Иванов Л.И., Мезох З.И., Янушкевич В.А. Возврат электросопротивления никеля после воздействия мощного лазерного излучения //ФХОМ. 1977. №1. с.38-42.
270. Янушкевич В.А. Закономерности образования точечных дефектов в ударной волне малой амплитуды //ФХОМ. 1979. №2. с.47-51.
271. Aragwala P., Srivastava M.P., Dheer P.N., Padmanaban V.P.N., Gupta A.K. Enhancement in  $T_c$  of superconducting BPSCCO thick films due to irradiation of energetic argon ions of dense plasma focus // Physica C. 1999. v. 313, p. 87 – 92.
272. E.H. Brandt, The flux-line lattice in superconductors // Rep.Prog.Phys. 58, 1465-1594(1995)
273. A.L.Fetter, Energy of a Lattice of Quantized Flux Lines // Phys. Rev. 147, 153-155(1966).
274. Д.Сан-Жам, Г.Сарма, Е. Томас, Сверхпроводимость второго рода, М: Мир, 1970.
275. J.R.Clem, Simple model for the vortex in a type II superconductors // J. Low Temp. Phys. 1975. V.18. P.427-434.
276. Z.НАО, J.R. Clem, M.W. Elfresh, et al. Model for the reversible magnetization of high-kappa type-II superconductors: Application to high- $T_c$  superconductors // Phys.Rev. B 43, 2844-2852(1991).
277. В.В. Погосов, А.Л. Рахманов, К.И. Кугель, Намагниченность сверхпроводников второго рода в интервале полей  $H_{c1} < H < H_{c2}$ . Вариационный метод // ЖЭТФ 118, 676-686(2000).
278. C. Reichhardt, C.J. Olson, J.Groth, S. Field, F.Nori, Microscopic derivation of magnetic-flux-density profiles, magnetization hysteresis loops, and critical currents in strongly pinned superconductors // Phys. Rev. B 52 10441-10446(1995).
279. К. Биндер, Д.В. Хеерман, Моделирование методом Монте-Карло в статистической физике, Москва.: Наука 1995.
280. S. L. Lee, P. Zimmermann, H. Keller et al., Evidence for flux-lattice melting and a dimensional crossover in single-crystal  $\text{Bi}_{2.15}\text{Sr}_{1.85}\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  from muon spin rotation studies // Phys. Rev. Lett. 1993. V.71. P.3862-3865.

281. Genenko Y. Magnetic self-field entry into a current-carrying type-II superconductor // Phys. Rev. B, 1994. V. 49. P. 6950-6957.
282. Ларкин А.И., Овчинников Ю.Н. Электродинамика неоднородных сверхпроводников второго рода // ЖЭТФ, 1973. Т. 65. С.1704-1714.
283. Larkin A.I., Ovchinnikov Yu.N. Pinning in type II superconductors // Journal of Low Temp. Phys., 1979. V. 34. P.409-428.
284. Ogikubo K., Nakano M. , Shitamichi T., Terai T., Yamawaki M. , Okayasu S. , K. Hojou Change in critical current density of Bi-2212 single crystals due to high-energy heavy-ion irradiation followed by thermal annealing // Physica C, 2002. V. 378-381. P. 368-371.