

МИНЕЕВ Николай Александрович

**Анизотропия критического тока пленочных
высокотемпературных сверхпроводящих композитов с
искусственными центрами пиннинга**

01.04.07 —Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-
математических наук

Автор:



Москва 2018 г.

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном
университете «МИФИ»

Научный руководитель: **Руднев Игорь Анатольевич**
доктор физико-математических наук, доцент,
профессор кафедры физики твердого тела и
наносистем Национального исследовательского
ядерного университета «МИФИ».

Официальные оппоненты: **Романовский Владимир Рэманович**
доктор физико-математических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник Курчатовского
комплекса НБИКС-технологий
НИЦ «Курчатовский институт».

Михайлова Галина Николаевна
доктор физико-математических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник отдела колебаний
Института общей физики им. А.М. Прохорова
РАН.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Московский государственный
университет имени М.В.Ломоносова»

Защита диссертации состоится 26 сентября 2018 г. в 15 часов 00 минут на
заседании диссертационного совета Д 212.130.06 в Национальном
исследовательском ядерном университете «МИФИ» по адресу 115409, г. Москва,
Каширское шоссе, 31, тел. (499) 324-84-98.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте
<http://ods.mephi.ru>.

Автореферат разослан « » _____ 2018 г.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью, просьба
направить по адресу: 115409, Москва, Каширское шоссе, 31, диссертационные
советы НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Руднев И.А.

Общая характеристика работы

Актуальность темы. Купратные высокотемпературные сверхпроводники являются перспективными материалами для применения в электротехнических устройствах за счет возможности проводить сверхток при температуре кипения жидкого азота, а также в магнитных полях в десятки Тесла при пониженных температурах. Сверхпроводники с общей формулой $REBa_2Cu_3O_{7-x}$ (REBCO), где RE – это редкоземельный ион (Y, Nd, Sm, Gd, Dy, Ho и др.) имеют критическую температуру ~ 90 К, и подходят для масштабного промышленного производства сверхпроводящих проводов в виде пленочных композитов (лент). Отличительной структурной особенностью указанных соединений является наличие в элементарной ячейке материала плоскостей Cu-O, вдоль которых сверхпроводящие свойства материала лучше, чем в перпендикулярном направлении. Слоистая структура материала обуславливает фундаментальную анизотропию физических свойств REBCO в том числе ключевых параметров – критического тока и n -параметра (показатель степени роста напряжения на вольтамперной характеристике $V=V_c(I/I_c)^n$), что важно для применения сверхпроводящих лент в электротехнических устройствах. Критический ток может снижаться в несколько раз в магнитном поле, направленном перпендикулярно сверхпроводящим плоскостям Cu-O, по сравнению с параллельной им ориентацией. В каждом из устройств, таких как магниты, токоограничители, моторы, накопители энергии, силовые кабели и др., формируется магнитное поле сложной конфигурации, и отдельные участки ВТСП лент находятся в магнитном поле разной величины и направления. Соответственно, важно как понимание влияния микроструктурных факторов, обуславливающих анизотропный пиннинг магнитных вихрей, так и определение свойств проводника для его последующего применения.

Кроме структуры элементарной ячейки материала на анизотропию критического тока в магнитном поле сверхпроводников влияют кристаллические дефекты, которые могут играть роль центров пиннинга, областей закрепления

магнитных вихрей. Их срыв, в конечном итоге, приводит к переходу сверхпроводника в нормальное состояние. Центрами пиннинга выступают: вакансии, междоузлия, дислокации разных видов, дефекты упаковки, границы зерен, их плоскостная разориентация, полости и поры, а также включения несверхпроводящих фаз и других соединений [1]. Одним из активно развивающихся направлений увеличения критического тока в магнитном поле, а также уменьшения его анизотропии является внедрение в наноразмерных включений перовскитных материалов типа $BaMO_3$ (далее ВМО, где М может быть Zr, Sn, Hf, Ti, Ir и др) на стадии роста пленки [2]. Сонаправленные коррелированные нанокolonны указанных соединений играют роль линейных (одномерных) центров пиннинга и увеличивают критический ток при ориентации магнитного поля близкой к их направлению роста. Наночастицы включений работают как изотропные (трехмерные) центры пиннинга, и, соответственно, увеличивают критический ток почти для всех ориентаций магнитного поля.

В фокусе данной работы находится определение характеристик пиннинга ВТСП композитов по угловым зависимостям критического тока в магнитном поле. Такие кривые чаще используются для иллюстрации или сравнительного анализа влияния различных центров пиннинга на критический ток. Однако, проводя измерения в различных магнитных полях, можно проследить изменение доминирующего типа пиннинга, а также, используя модель «вихревого пути» [3–5], количественно определить вклад различных групп центров пиннинга. Кроме того, основываясь на данных измеренной критической поверхности $I_c(B, \theta, 77K)$ (θ – угол между направлением внешнего магнитного поля и перпендикуляром к плоскости ВТСП ленты), можно определить параметры анизотропии силы пиннинга и поля необратимости. Этому посвящена первая часть диссертации.

Вторым направлением работы является определение влияния наноразмерных включений станата бария $BaSnO_3$ (BSO) на анизотропию сверхпроводящих свойств пленочных композитов, полученных методом высокочастотного импульсного лазерного осаждения, что обеспечивает

высокую скорость роста сверхпроводящего слоя. В литературе описываются свойства ВТСП пленок с внедренными наноколоннами BSO, однако скорости осаждения, как правило, не превосходят нескольких десятков нанометров в минуту, в то время как, в данной работе изучались образцы, полученные с промышленной скоростью роста пленки: 750, 560 и 375 нм/мин.

Целью настоящей работы является установление физических закономерностей, определяющих магнитополевою анизотропию критического тока пленочных ВТСП композитов с различными типами центров пиннинга.

Для выполнения поставленной цели решены следующие **задачи**:

1. Разработана усовершенствованная методика измерений угловых зависимостей критического тока в магнитном поле при температуре 77 К и в полевом диапазоне от 0 до 8 Тл.
2. Получены экспериментально критические поверхности $I_c(B, \theta, 77K)$ для трех длинномерных ВТСП композитов, изготовленных методами совместного реактивного осаждения с последующей рекристаллизацией (RCE-DR), импульсного лазерного осаждения (PLD) и методом химического осаждения из газовой фазы (MOCVD) соответственно;
3. На основании модели «вихревого пути» выделены вклады основных типов центров пиннинга в критический ток для изучаемых образцов, описана динамика их изменения с увеличением магнитного поля;
4. Проведен анализ силы пиннинга изучаемых образцов в зависимости от ориентации образца в магнитном поле, в рамках которого были получены угловые зависимости поля необратимости. В рамках модели де-Хьюза выделены параметры масштабирования силы пиннинга, установлена динамика изменения доминирующего типа пиннинга при повороте образца в магнитном поле;
5. Определены закономерности поведения n -параметра в магнитном поле различной величины и направления, а также степенной тип зависимости n -параметра от критического тока;
6. Получены зависимости критического тока от величины и направления

магнитного поля длинномерных ВТСП композитов $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$, допированных перовскитной добавкой $BaSnO_3$ с концентрациями от 0 до 18 % мол., изготовленных при промышленных параметрах импульсного лазерного осаждения;

7. Определены угловые зависимости температуры необратимости измеряемых образцов в магнитном поле до 9 Тл. Используя эти данные, определен коэффициент анизотропии электронной массы сверхпроводника.

Научная новизна работы:

1. Впервые подход Де-Хьюза для анализа силы пиннинга и определения его типа был применен к угловым зависимостям силы пиннинга в магнитном поле. Количественно прослежена динамика изменения доминирующего типа пиннинга с измерением ориентации образца в магнитном поле.
2. Впервые представлены угловые зависимости критического тока, температуры и энергии активации магнитных вихрей в магнитном поле и на образцах пленочных ВТСП композитов допированных от 0 до 18% мол. $BaSnO_3$, полученных при скоростях роста 750, 560 и 375 нм/мин.
3. Впервые продемонстрировано, что при допировании ВТСП пленок наноразмерными включениями BSO зануляется вклад второго типа центров пиннинга в энергию активации магнитных вихрей.
4. Представлена усовершенствованная методика измерения угловых зависимостей критического тока в магнитном поле.

Научная и практическая ценность. В рамках приведенных в диссертационной работе исследований представлены уникальные данные критических поверхностей $I_c(B, \theta, 77K)$ для ВТСП композитов, полученных различными технологиями осаждения сверхпроводящих пленок и с различным набором центров пиннинга соответственно. Также представлены угловые зависимости поля необратимости таких композитов. Полученные зависимости имеют практическую ценность для конструкторов сверхпроводящих устройств, так как изученные образцы коммерчески доступны в виде длинномерных ВТСП

лент. Фундаментальное значение имеют полученные в рамках модели де-Хьюза угловые зависимости параметров силы пиннинга, демонстрирующие изменения типа пиннинга при повороте ВТСП композита в магнитном поле. Результаты изучения анизотропии сверхпроводящих характеристик пленочных ВТСП композитов с различными концентрациями нановключений BSO имеют практическую ценность в силу использования промышленных режимов роста ВТСП слоя.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Усовершенствованная методика измерения угловых зависимостей критического тока пленочных ВТСП композитов в магнитном поле до 8 Тл.
2. Экспериментальные результаты измерений критических поверхностей ток-угол-магнитная индукция для трех типов пленочных ВТСП композитов, изготовленных по технологиям: 1) совместного реактивного осаждения с последующей рекристаллизацией (RCE-DR), 2) импульсного лазерного осаждения (PLD) и 3) химического осаждения из газовой фазы с наноклоннами BaZrO_3 (MOCVD).
3. Впервые предложенная и апробированная универсальная функциональная зависимость для описания угловых зависимостей пленочных ВТСП композитов в диапазоне полей от 0 до 8 Тл при 77 К как с искусственными центрами пиннинга, так и без них.
4. Результаты применения подхода де-Хьюза к анализу силы пиннинга и определения типа пиннинга касательно угловых зависимостей критического тока и количественный анализ динамики изменения доминирующего типа пиннинга с измерением ориентации образца в магнитном поле.
5. Экспериментальные результаты измерений угловых магнитополевых зависимостей критического тока образцов пленочных ВТСП композитов $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ с нановключениями BaSnO_3 с концентрациями от 0 до 18 % мол.

6. Установление наличия дополнительного типа пиннинга вблизи температуры необратимости на образце без нановключений BaSnO_3 , что связывается с подавлением роста а-ориентированной фазы $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ при допировании BSO.

Достоверность научных результатов и выводов. Достоверность научных результатов определяется использованием хорошо апробированной технологии прямых транспортных измерений критического тока для определения анизотропии сверхпроводящих характеристик пленочных ВТСП композитов в магнитном поле. Точность измерения угловой зависимости согласно усовершенствованной методике измерений была проверена и подтверждена измерениями тестовых образцов, результаты на которых согласуются данными в литературе. Достоверность основных выводов работы подтверждается согласием с существующими теоретическими представлениями, а также соответствием между собой результатов, полученных различными методами.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: 11 Курчатовская молодежная научная школа (2013, Москва), Научная сессия НИЯУ МИФИ (2014-2015 гг., Москва), I и II Международная конференция «Лазерные, плазменные исследования и технологии – ЛаПлаз-2015» (2015-2016 гг., Москва), International Workshop on Coated Conductors for Applications (2014, Республика Корея), 12 European Conference on Applied Superconductivity (2015, Франция), Applied Superconductivity Conference (2016, США), II и III Национальная Конференция по Прикладной Сверхпроводимости (2013, 2015, Москва), Первый Российский Кристаллографический Конгресс (2016, Москва).

Личный вклад соискателя. Все результаты, представленные в работе, получены соискателем лично, либо в соавторстве при его непосредственном участии.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 24 печатных работы в период с 2014 по 2017 гг., в том числе 12 – в рецензируемых научных изданиях

(Scopus и/или Web of Science), 12 – в журналах и сборниках трудов конференций, в том числе на английском языке.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и библиографии. Работа изложена на 130 страницах, содержит 62 (с приложениями) рисунков, 7 таблиц и список цитируемой литературы из 107 наименований.

Основное содержание работы

Во **введении** обосновывается актуальность исследований, проводимых в рамках данной диссертационной работы, обозначена цель, ставятся задачи работы, сформулированы научная новизна и практическая значимость представляемой работы.

Первая глава представляет собой литературный обзор по теме диссертации. Рассматриваются архитектура и общие принципы производства пленочных ВТСП композитов. Отмечается необходимость изучения анизотропии критического тока магнитном поле с точки зрения применения ВТСП лент в электротехнических устройствах.

Приведены основные типы дефектов структуры сверхпроводника, играющие роль центров пиннинга. Именно определенная их комбинация и морфология обуславливает форму угловой зависимости критического тока, а также динамику ее измерения в различных магнитных полях. Подробно описываются методы модификации структуры пиннинга пленочных ВТСП композитов за счет: облучения высокоэнергетичными ионами, «декорирования» подложки наночастицами благородных металлов или оксидов, внедрения наноразмерных колонок или частиц перовскитных материалов ВМО.

Приводится обзор методик количественного анализа угловых зависимостей критического тока в магнитном поле: подход анизотропии эффективной электронной массы для описания слабого коллективного пиннинга [6], математическая модель описания комбинации пиков на угловой кривой, а также модель вихревого пути. Последняя модель подходит для описания

угловых зависимостей критического тока широкого набора образцов с различными комбинациями центров пиннинга, в том числе и искусственно введенных. С ее помощью можно количественно определить вклады отдельных типов пиннинга за счет аппроксимации экспериментальной кривой набором угловых распределений Гаусса и Лоренца.

Вторая глава посвящена разработке усовершенствованной методики измерения угловых зависимостей критического тока в магнитном поле. Описана схема установки, и принцип поворота образца в магнитном поле за счет шагового двигателя, вынесенного наверх измерительной вставки, и оси, связывающей его с площадкой крепления образца через коническую передачу (рисунок 1).

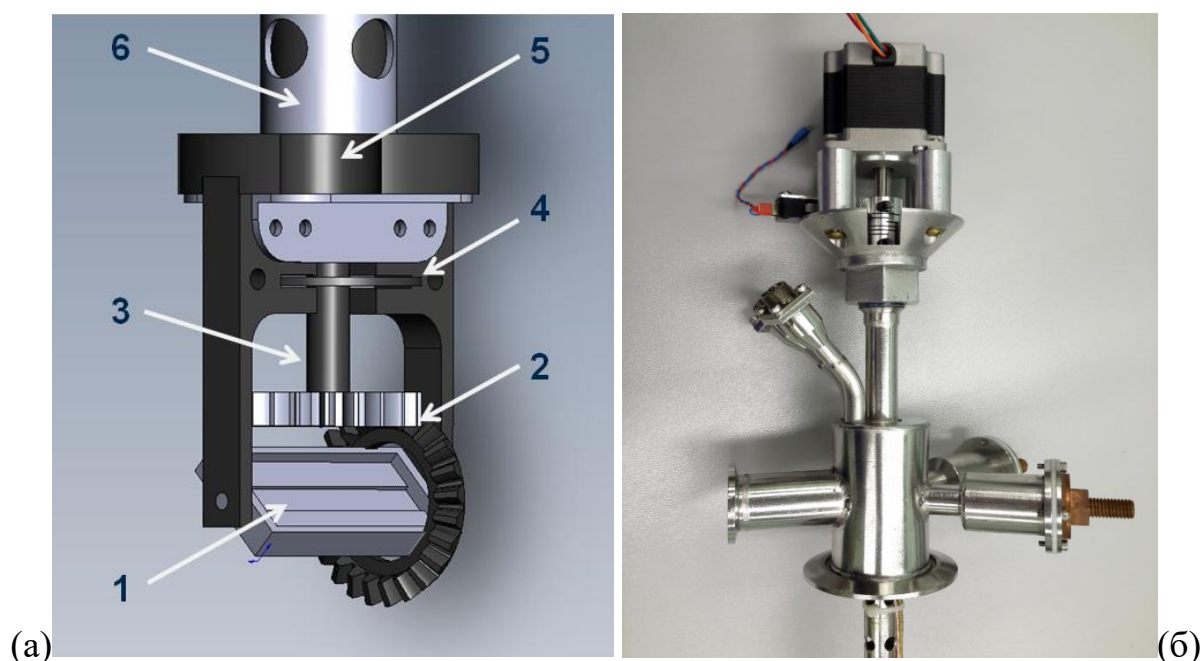


Рисунок 1. (а) – схема держателя образца с вращательным механизмом: 1) площадка крепления образца (латунь), 2) механизм вращения, 3) ось, 4) центрирующая шайба, 5) отверстие прохода хладагента, 6) несущая трубка вставки; (б) – фото верхней части вставки с установленным шаговым двигателем.

Вращение образца вокруг реализовано вокруг горизонтальной оси для сохранения «силовой» конфигурации образца в магнитном поле (протекающий ток перпендикулярен внешнему магнитному полю) с учетом использования сверхпроводящего магнита CRYOGENIC на 8 Тл и с вертикальным магнитным

полем. Усовершенствование методики кроме поворотного механизма состояло в разработке специализированного программного обеспечения для управления и обработки экспериментальных данных. Первая программа позволяет измерять угловую зависимость при фиксированном значении магнитного поля без участия оператора по заранее им заданной угловой программе. С помощью дополнительной программы осуществлялся анализ измеренных вольтамперных характеристик. Обработывается сразу вся угловая зависимость, а на выходе оператор получает таблицу значений критического тока, n -параметра и погрешности для каждого направления поля путем двухэтапной аппроксимации экспериментальной вольтамперной характеристики степенной функцией:

$$V = V_c \left(\frac{J}{J_c} \right)^n \quad (1)$$

Разработанная измерительная система способна измерять и обрабатывать результаты измерений угловых зависимостей критического тока при температуре 77 К в поле в диапазоне от 0 до 8 Тл, в угловом диапазоне от 0 до 210° с шагом 1.8°.

Во второй главе подробно описывается модель «вихревого пути». В рамках данного подхода угловое поведение критического тока $I_c(\theta)$ пропорционально силе пиннинга и вероятности такой конфигурации закрепления угла $g_\theta(\theta)$ при ориентации центров пиннинга по направлению θ . В силу того, что функции распределения симметричны относительно θ , авторами выбраны распределения Гаусса и Лоренца в качестве $g_\theta(\theta)$. Таким образом пропорциональный этой вероятности ток может описываться угловым гауссианом $I_c^G(\theta)$ или угловым лоренцианом $I_c^L(\theta)$:

$$I_c^G(\theta) = \frac{I_c}{\sqrt{2\pi} \sin^2 \theta} * \exp\left(-\frac{\cot^2 \theta}{2 * g^2}\right) \quad (2)$$

$$I_c^L(\theta) = \frac{I_c}{\pi} \frac{\gamma}{\sin^2 \theta + \gamma^2 \cos^2 \theta} \quad (3)$$

где I_c – амплитуды, а γ и g – параметры анизотропии соответствующих распределений.

Форму распределения Лоренца можно получить сложением нескольких распределений Гаусса с одинаковым центром и различными дисперсиями. Таким образом, распределение Лоренца в том числе можно рассматривать как совокупный вклад набора нескольких сонаправленных типов пиннинга. При увеличении магнитного поля часть распределений, а, соответственно, и часть групп центров пиннинга, может перестать давать вклад в суммарный лоренциан. Форма пика, при этом, становится все ближе к гауссовой.

Статистическая природа подхода позволяет использовать для описания угловой зависимости критического тока алгебраическую сумму таких распределений. А принцип максимизации энтропии позволяет использовать то количество распределений, сколько нужно для подробного описания кривой.

Использование этой модели позволяет описывать угловые зависимости ВТСП лент с большим набором центров пиннинга различных типов.

В третьей главе представлен анализ основных закономерностей поведения угловых зависимостей критического тока в магнитных полях на примере образцов трех типов коммерческих ВТСП лент, произведенных методами совместного реактивного осаждения (RCE-DR, образец 1), импульсного лазерного осаждения (PLD, образец 2) и методом химического осаждения из газообразной фазы (MOCVD, образец 3) соответственно. Каждый из типов образцов содержит специфический набор типов пиннинга, определяемый режимами осаждения, а последний образец также содержит и нанокolonны $BaZrO_3$ в качестве искусственных центров пиннинга.

В рамках разработанной методики измерения угловых зависимостей критического тока были получены критические поверхности $I_c(B, \theta, 77K)$, представленные на рисунке 2. Для анализа каждой из угловых зависимостей, формирующих критическую поверхность, была выбрана единая аппроксимационная функция (4), исходя из модели вихревого пути. Выражение состоит из алгебраической суммы трех лоренцианов (обозначим их L_{ab} , L_c и L_{ab2} соответственно) и одного гауссиана (Γ).

$$I_c(\theta) = I_c^L(\theta) + I_c^L(\theta - 90 - \varphi) + I_c^L(\theta - \psi) + I_c^G(\theta - \psi) \quad (4)$$

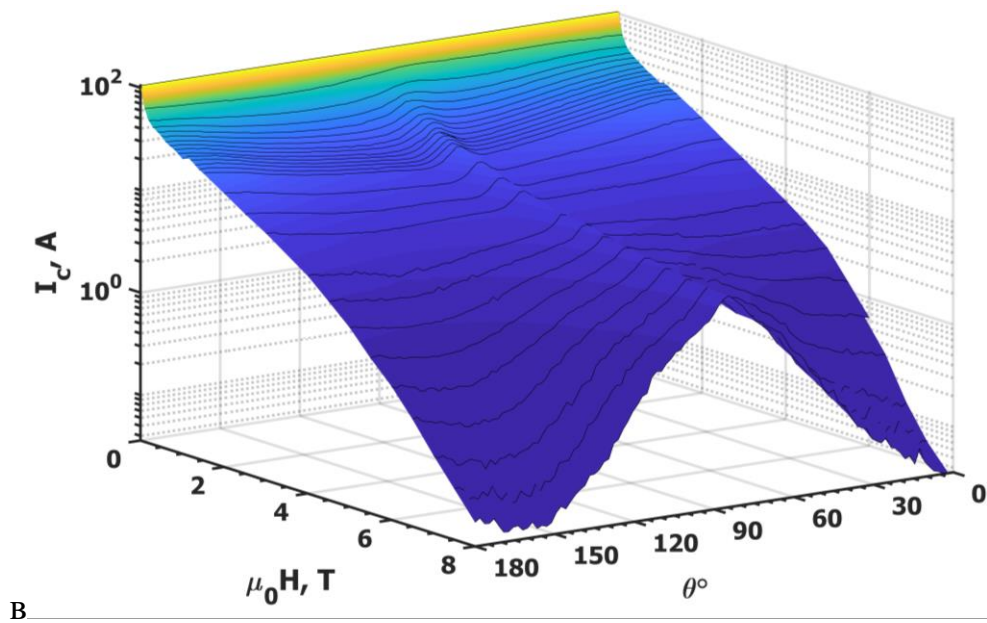
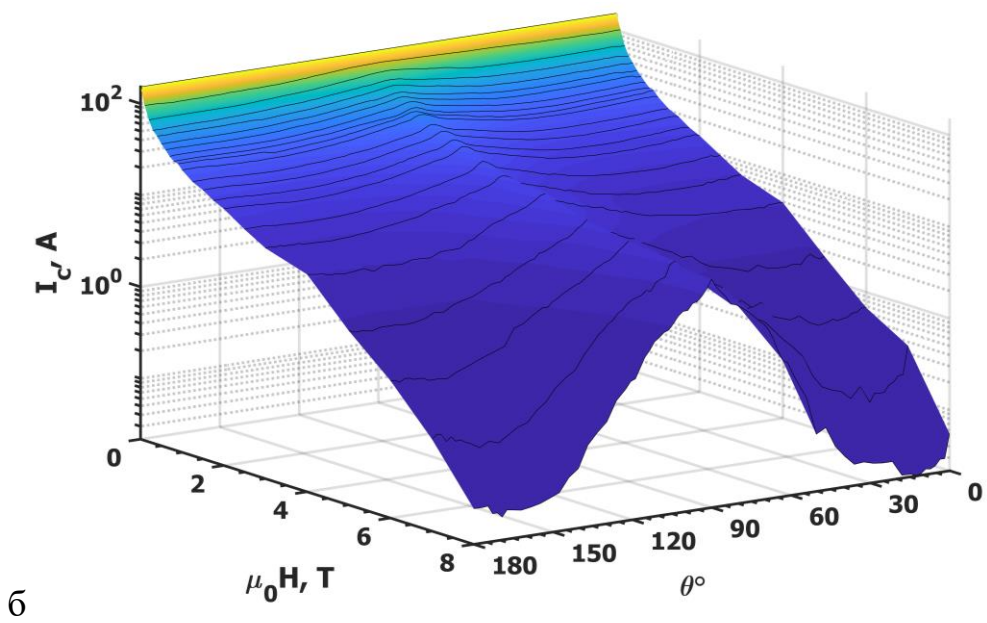
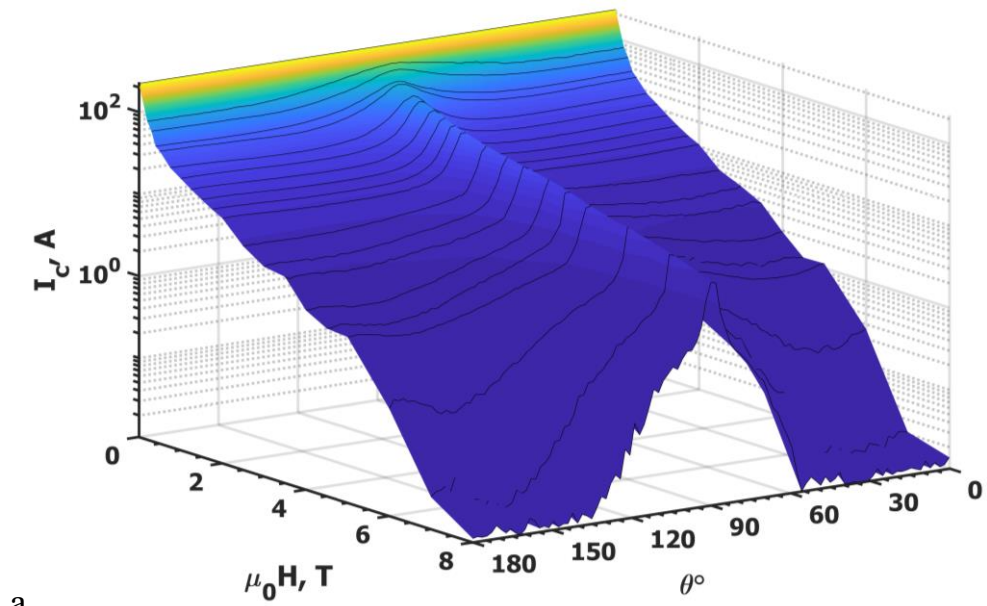


Рисунок 2- Критическая поверхность $I_c(B, \theta)$ образцов №1-3 (сверху вниз).

На этапе аппроксимации кривых формула выбиралась исходя из принципа максимизации информационной энтропии, который применительно к данной задаче выражен в следующем: следует использовать столько угловых распределений и того типа, чтобы максимально точно описать конкретную угловую зависимость критического тока. Дополнительным критерием правильности выбора формулы является ее неизменность при увеличении магнитного поля. Точность описания критических поверхностей $I_c(B, \theta, 77K)$ трех рассмотренных образцов аппроксимационной функцией составило 2.1 %, 0.5 % и 1.5 % соответственно.

Дальнейшее исследование силы пиннинга (будет описано ниже) позволило идентифицировать типы центров пиннинга, обуславливающие каждый из пиков. Первый лоренциан L_{ab} описывает узкий центральный пик в направлении $H||ab$ (90°), обусловленный влиянием внутренних коррелированных центров пиннинга – межплоскостных пространств между слоями Cu-O [7]. Второй лоренциан L_c введен для описания пика в направлении $H||c$ (0 и 180°), природа которого определяется границами зерен, направленных перпендикулярно плоскости сверхпроводящей ленты для первых двух образцов.

Третий лоренциан L_{ab2} описывает широкий центральный пик в направлении $H||ab$ (90°) для первых двух образцов определяет угловое поведение критического тока в промежуточных углах, в которых доминирующим является, так называемый, случайный пиннинг на слабых центрах пиннинга (таких, как кислородные вакансии). Для третьего образца в магнитном поле менее 3 Тл распределение L_{ab2} описывает влияние внедренных наноколонн ВЗО, направленных под углом $\sim 13^\circ$ к оси c . При увеличении магнитного поля положение пика смещается в область 90° , и его физическая природа становится той же, что и для первых двух образцов (рисунок 3). Гауссиан в направлении $H||ab$ выделяется из распределения L_{ab2} в магнитных полях более 4 Тл в силу насыщения отдельных групп центров пиннинга.

В магнитном поле до 1-1.5 Тл наблюдались сдвиги положения аппроксимированных пиков (рисунок 3), что вызвано конкурирующими

эффектами, анизотропии сверхпроводника и геометрического фактора пленки [7].

Используя полученные угловые зависимости критического тока в магнитном поле, методом Крамера [8,9] была определена угловая зависимость поля необратимости с угловым разрешением в 2° , а также масштабированные кривые силы пиннинга, которые были аппроксимированы выражением (5) в рамках подхода де-Хьюза [9,10] масштабирования силы пиннинга:

$$f_p(h) \sim h^p(1 - h)^q \quad (5)$$

где f_p – нормированная на максимальное значение сила пиннинга, и h – нормированное на поле необратимости магнитное поле.

Угловые зависимости параметров силы пиннинга p и q представлены на рисунке 4, из которых было определено:

- Тип пиннинга в направлении $H//ab$ у всех трех лент одинаковый и определяется коррелированными центрами пиннинга межплоскостными пространствами между слоями Cu-O, что подтверждается значениями $p \sim 0.5$ и $q \sim 2$ для планарного пиннинга;
- Образец 2 демонстрирует планарный тип пиннинга во всем угловом диапазоне, с некоторым спадом значений p и q в промежуточных углах, из чего следует, что во всем угловом диапазоне, доминирующим типом пиннинга является пиннинг на межзеренных границах;
- Образец 1 в ортогональных направлениях также демонстрирует доминирующий тип пиннинга – планарный. В промежуточных углах ключевым типом пиннинга является слабый случайный пиннинг;
- При постепенном отклонении от направления $H//ab$ параметр p третьего образца стремится к единице, что соответствует точечному пиннингу. В данном случае роль точечных дефектов выполняют нанокolonны BZO.

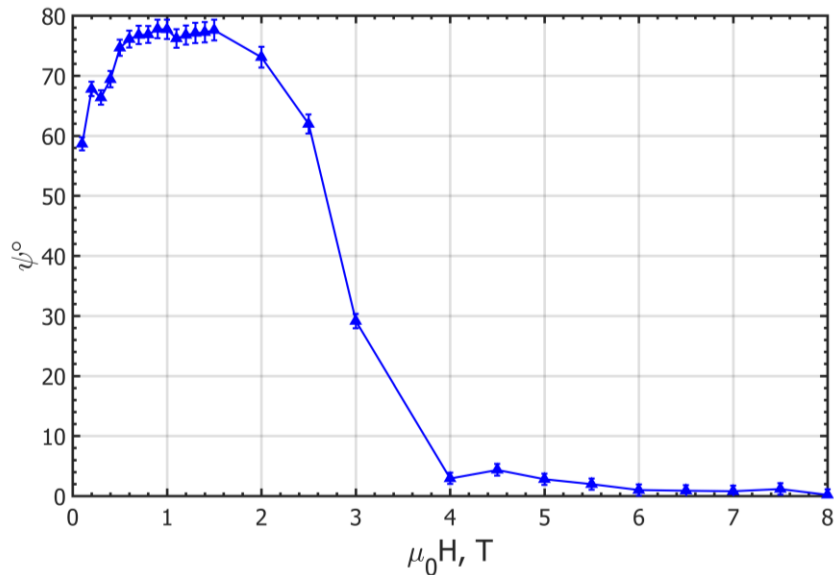


Рисунок 3 – Смещение пика L_{ab2} от направления $H||ab$ для образца 3

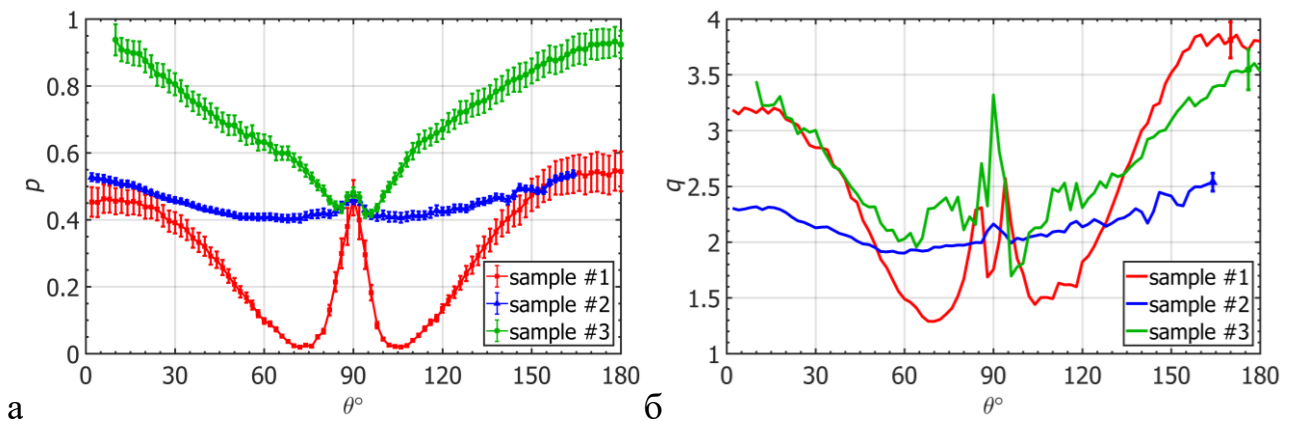


Рисунок 4 Угловая зависимость параметров силы пиннинга p (а) и q (б) (погрешность указана на правом краю кривой) образцов №1-3.

В третьей главе был проведен комплексный анализ влияния величины и направления магнитного поля на n -параметр исследуемых образцов. По характеру корреляции n -параметра с критическим током была подтверждена правильность используемого подхода вихревого пути и предложенной в формулы описания угловых зависимостей критического тока в магнитном поле, так как изменения корреляции параметров ВАХ (I_c и n) совпадали с перераспределением амплитуд угловых распределений.

Было показано степенной тип зависимости n -параметра от критического тока для полного набора измеренных ВАХ без учета направления и величины магнитного поля.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния нанодобавок BaSnO_3 на свойства пленочных ВТСП композитов со сверхпроводником $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, напыленным методом импульсного лазерного осаждения с промышленными скоростями осаждения. Сверхпроводящие образцы для измерения представляли из себя ВТСП ленты второго поколения, произведенные на промышленном оборудовании компании ЗАО «СуперОкс» с добавлением включений BaSnO_3 в виде наноклонн с концентрациями от 0 до 18 % мол. Первоначально были сделаны 4 образца с концентрациями BSO 0, 6, 12 и 18% мол со скоростью осаждения 750 нм/мин, а затем еще 2 образца с 6 % мол. BSO, выращенных с пониженной скоростью – 560 и 375 нм/мин. Сводные параметры образцов, использованных в главе 4, описаны в Таблице 1.

Таблица 1 – Сводные данные по допированным образцам

Номер образца	Массовая доля BSO в мишени, %	Мольная доля BSO в ленте, % мол.	Частота имп. лазера, Гц	Скорость роста, нм/мин
1 (чистый)	0	0	200	750
2	3	6	200	750
3	5	12	200	750
4	7	18	200	750
5	3	6	150	560
6	3	6	100	375

Номер образца	Концентрация наноклонн, $1/\mu\text{м}^2$	Поле соответствия $B\phi$, Тл	T_c , К	Критический ток в собственном поле, А
1 (чистый)	0	0	93,0	383,1
2	500 ± 100	1.0 ± 0.2	91,5	150,1
3	700 ± 200	1.5 ± 0.4	90,5	306,9
4	1100 ± 300	2.3 ± 0.6	89,6	53,2
5	550 ± 150	1.1 ± 0.3	91,4	197,1
6	550 ± 250	1.1 ± 0.5	91,1	245,8

С помощью рентгенофазного исследования был определен размер когерентных кластеров включений – 5 нм в поперечном направлении и 11 нм в продольном. Изображения, полученные на сканирующем электронном микроскопе подтвердили, что из когерентных кластеров формируется протяженные нанокolonны, а также с увеличением количества BSO в сверхпроводнике растет концентрация нанокolonн (рисунок 5). Также рентгенофазный анализ показал увеличение размера элементарной ячейки $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ при росте концентрации добавки. С уменьшением скорости роста упорядоченность кристаллической структуры сверхпроводника увеличивалась при постоянном значении параметров решетки.

Транспортными измерениями были получены магнитные зависимости критического тока для ориентаций образца в поле $H//ab$ и $H//c$ и угловые кривые критического тока в полях 1 и 3 Тл. Наблюдался монотонный спад критического тока при увеличении концентрации BSO для образцов 1-4. При снижении скорости роста до 375 нм/мин, удалось получить ленту с большим критическим током в направлении $H//c$ чем у образца без дополнительного пиннинга.

Пользуясь подходом де-Хьюза были масштабированы полевые зависимости силы пиннинга. Наблюдается смещение кривых в сторону больших магнитных полей при увеличении магнитного поля. Количественно, доминирующим типом пиннинга остался планарный пиннинг на границах зерен. При допировании величина p увеличивается, но не монотонно. Самыми большими значениями параметра p обладают образцы 3 и 5.

В силу значительного падения величины критического тока в собственном поле при допировании, сравнительный анализ угловых зависимостей абсолютных значений критического тока не имеет смысла. Информативным является сравнение угловых зависимостей лифт-факторов (отношение текущего критического тока к току ВТСП пленки в собственном поле при 77 К), представленное на рисунке 6.

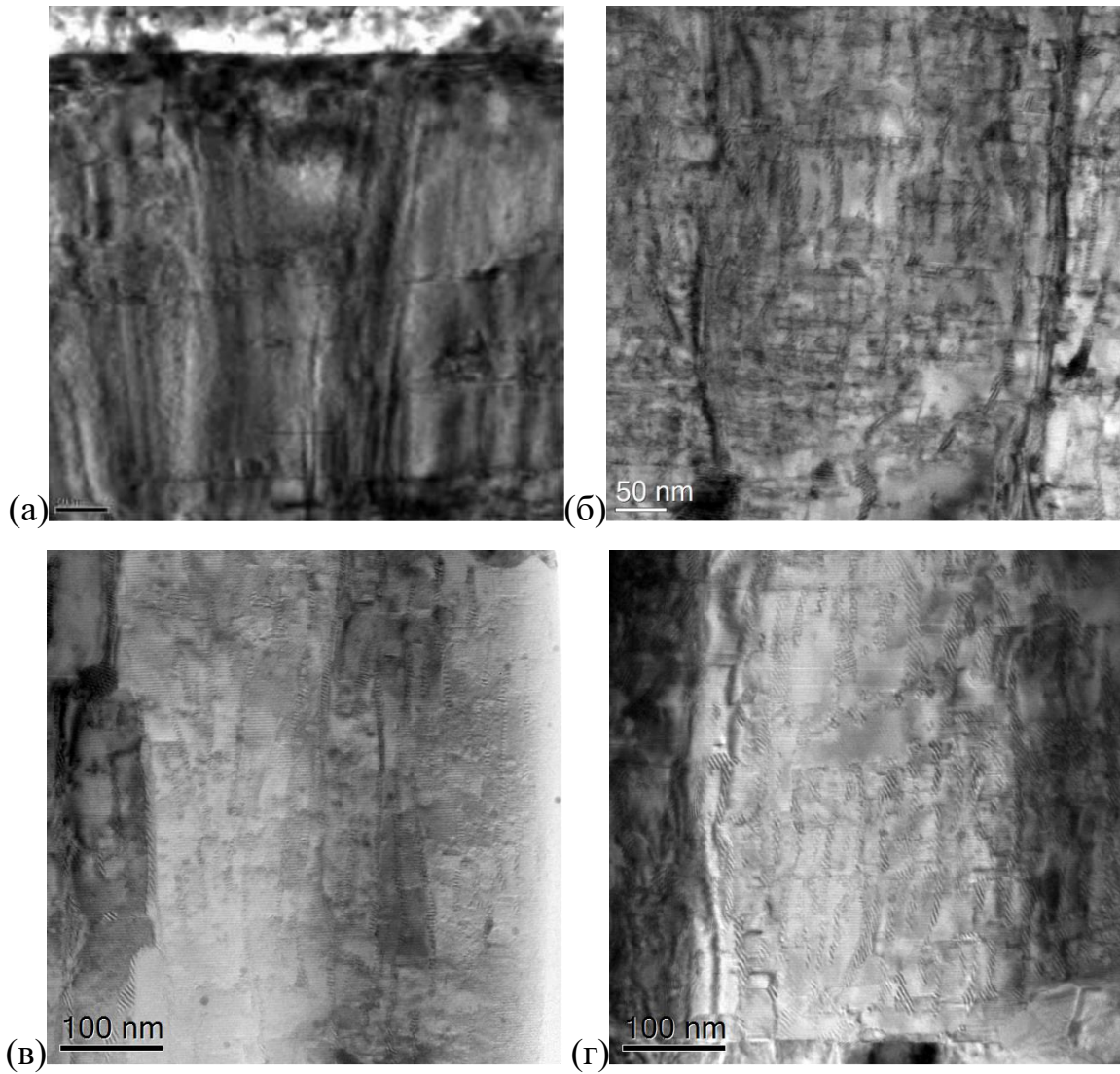


Рисунок 5 – Микроструктура образцов GdBCO: (а) без добавки BSO; (б) с 6 % мол. BSO; (в) с 12 % мол. BSO; (г) с 18 % мол. BSO.

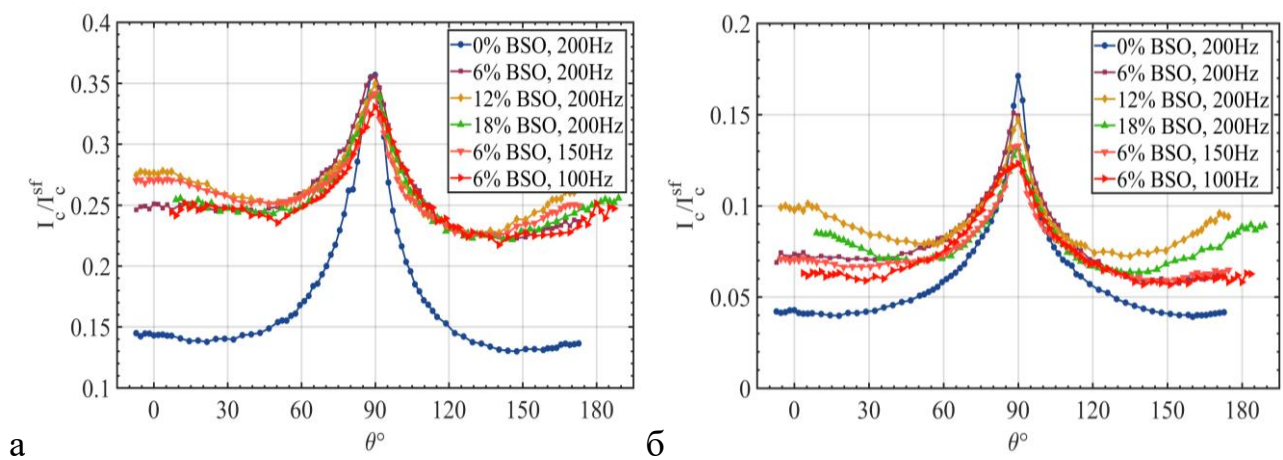


Рисунок 6 - Угловые зависимости лифт-факторов в поле 1 Тл (а), в поле 3 Тл (б).

Угловое поведение лифт-факторов в поле 1 Тл, в окрестности направления $H||ab$ совпадает у всех образцов. Плечи угловых распределений допированных лент поднимаются, причем образцы 3 и 5 даже образуют пик в направлении $H||c$. Эти 2 образца обладали максимальным из всех значений параметра p при рассмотрении силы пиннинга, что может свидетельствовать о том, что в этих образцах наноразмерные колонны более коррелированы (сонаправлены) между собой. В поле 3 Тл влияние добавок снижается, но образец 3 все также демонстрирует пик в направлении $H||c$.

Зависимости сопротивления от температуры для образцов 1-4 были измерены в магнитных полях 0.1, 0.3, 1, 3 и 9 Тл различного направления при измерительном токе 100 мА. По этим данным была вычислена температура необратимости $T_{irr}(B, \theta)$ для каждой кривой по середине сверхпроводящего перехода. Можно переформулировать полученные зависимости $T_{irr}(B, \theta)$ как $H_{irr}(T, \theta)$ в силу того, что описывается фактически одна поверхность необратимости. Была применена формула эффективного магнитного поля из модели анизотропии эффективной электронной массы:

$$H_{eff} = H * \sqrt{\gamma^2 \sin^2 \theta + \cos^2 \theta}. \quad (6)$$

Масштабирование таким образом магнитного поля на зависимости $H_{irr}(T)$ дало совпадение кривых для всех углов в одну при значении $1/\gamma = (4.5 \pm 0.3)$, которое совпадает с значениями в литературе [11] и почти попадает в указанный стандартный диапазон значений для ВТСП. Получив значение анизотропии электронной массы для чистого образца, то же масштабирование было применено и к допированным образцам. Угловые кривые совпали только в угловом диапазоне от 60° до 90° , и, с увеличением степени допирования, отклонение точек не попадающих в этот диапазон увеличивается (рисунок 7). Таким образом выбранный подход анизотропии эффективной электронной массы, соответствующий слабому коллективному пиннингу применим для допированных образцов только в указанном угловом диапазоне. В широкой окрестности направления $H||c$ ($\theta = 0^\circ$) наблюдается влияние колончатых

дефектов и влияние коррелированных межплоскостных расстояний в окрестности направления $H//ab$ ($\theta = 90^\circ$).

Измеренные с большой точностью зависимости сопротивления от температуры позволили также определить энергию активации магнитных вихрей исходя из соотношения:

$$\rho = \rho_0 e^{-\frac{U_a}{kT}} \quad (7)$$

Перестроив зависимости в координатах $\ln(\rho/\rho_0)$ от $1/T$, наклон линейного участка даст энергию активации (рисунок 8). На измеренных зависимостях недопированного образца обнаружен перегиб, связанный с наличием дополнительного типа центров пиннинга. На допированных образцах такого перегиба нет, что связывается с подавлением роста a -ориентированных зерен в сверхпроводнике при добавлении BSO. В этом случае, дополнительный набор центров пиннинга – границы зерен a - и c -ориентированных зерен GdBCO.

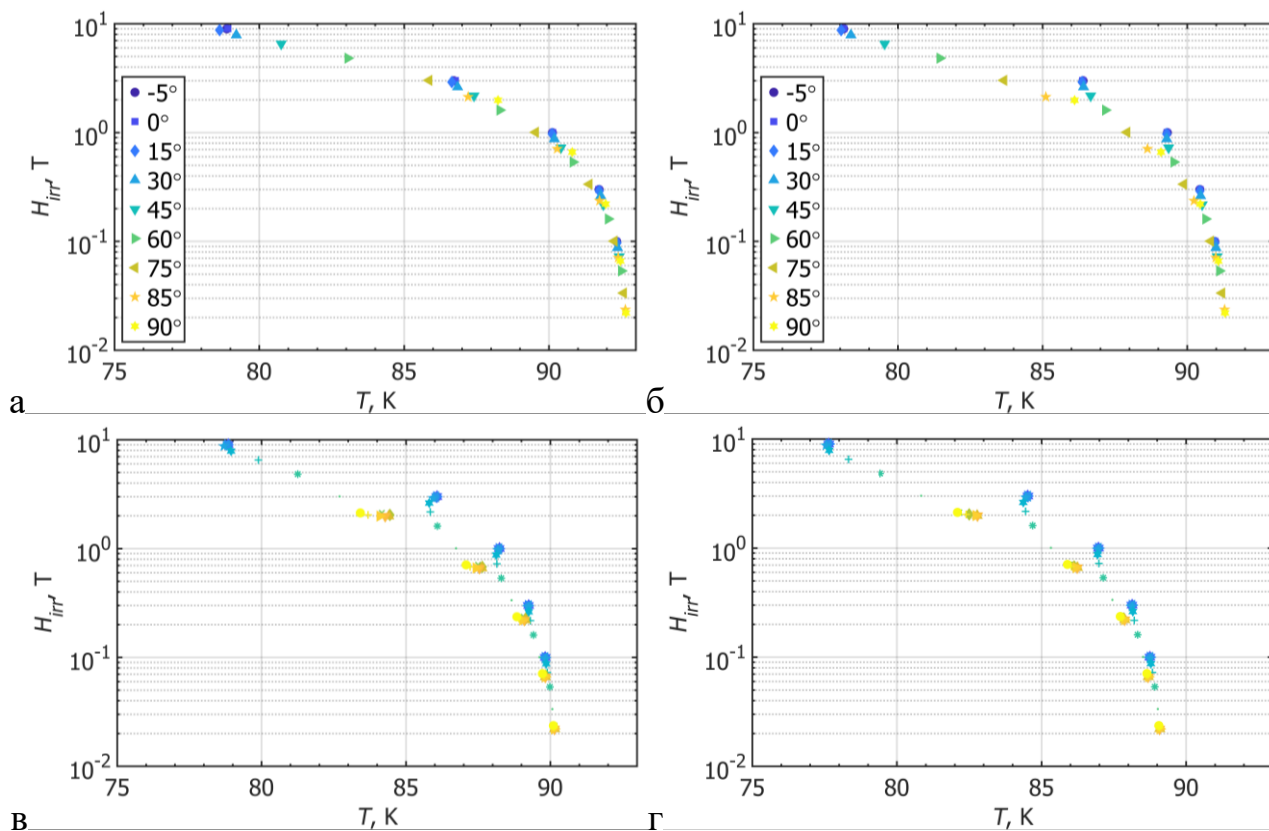


Рисунок 7– Кривая необратимости для образца 1 (а), 2 (б), 3 (в) и 4 (г) с учетом углового масштабирования магнитного поля (б).

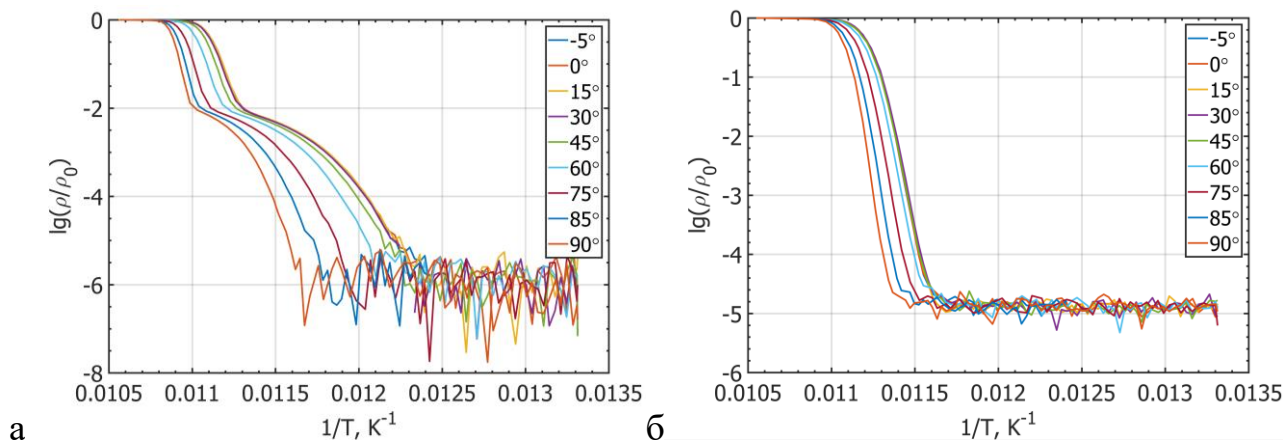


Рисунок 8 – Логарифмические зависимости сопротивления от обратной температуры в поле 1 Тл для (а) недопированного и (б) допированного образца.

Основные выводы:

1. Разработана усовершенствованная методика и изготовлена измерительная система, способная измерять угловые зависимости критического тока при 77 К в магнитных полях до 8 Тл в диапазоне углов от 0 до 210° и с разрешением 1.8°.
2. Получены экспериментальные результаты измерений критических поверхностей ток-угол-магнитная индукция для трех типов пленочных ВТСП композитов, изготовленных по технологиям: 1) совместного реактивного осаждения с последующей рекристаллизацией (RCE-DR), 2) импульсного лазерного осаждения (PLD) и 3) химического осаждения из газовой фазы с наноклоннами BaZrO₃ (MOCVD).
3. Впервые предложена и апробирована универсальная функциональная зависимость для описания угловых зависимостей пленочных ВТСП композитов в диапазоне полей от 0 до 8 Тл при 77 К как с искусственными центрами пиннинга, так и без них. Подтверждением правильности выбранной функции служит малая относительная погрешность до 5% в полях почти во всем полевом диапазоне, а также корреляции параметров аппроксимированных распределений с изменением формы угловых зависимостей n -параметра ВАХ.

4. Впервые получены экспериментальные данные, описывающие угловую зависимость поля необратимости для образцов, синтезированных по различным технологиям. Установлено, что вне зависимости от метода осаждения сверхпроводника доминирующим типом пиннинга в направлении $H//ab$ является планарный пиннинг на внутренних коррелированных центрах пиннинга. Также планарный тип пиннинга является доминирующим во всем угловом диапазоне для образца 2. На образцах 1 и 3 были обнаружены направления с планарным, точечным и случайным пиннингом.
5. Впервые определенно влияние угловой ориентации в магнитном поле на зависимость n -параметра от критического тока и его эволюция с ростом магнитного поля. Представлено влияние типа пиннинга на зависимость n -параметра от критического тока.
6. Получены экспериментальные результаты измерений угловых магнитополевых зависимостей критического тока образцов пленочных ВТСП композитов $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ с нановключениями $BaSnO_3$ с концентрациями от 0 до 18 % мол. Обнаружено значительное уменьшение анизотропии критического тока при введении допирующих добавок, а также идентифицировано влияние микроструктурных факторов на сверхпроводящие свойства ВТСП лент
7. Определен коэффициент анизотропии эффективной электронной массы для данного сверхпроводника $1/\gamma = (4.5 \pm 0.3)$. Показано, что при допировании наноколоннами BSO угловая область применения данного подхода уменьшается.
8. На образце без нановключений $BaSnO_3$ обнаружен дополнительный центр пиннинга в виде дополнительного перегиба кривой сверхпроводящего перехода в логарифмическом масштабе. Предполагается, что это вызвано подавлением роста a -ориентированной фазы $GdBa_2Cu_3O_{7-x}$ при допировании BSO.

Публикации автора по теме диссертации:

1. V. Chepikov, N. Mineev, D. Abin, V. Petrykin, S. Pokrovskii, V. Amelichev, A. Molodyk, S. Lee, S. Samoilenkov, I. Rudnev, A. Kaul. Pinning Properties of PLD-Obtained GdBa₂Cu₃O_{7-x} Coated Conductors Doped with BaSnO₃ // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2017. V. 27, no. 4. pp. 1-5.
2. V. Chepikov, N. Mineev, P. Degtyarenko, S. Lee, V. Petrykin, A. Ovcharov, A. Vasiliev, A. Kaul, V. Amelichev, A. Kamenev, A. Molodyk and S. Samoilenkov. Introduction of BaSnO₃ and BaZrO₃ artificial pinning centers into 2G HTS wires based on PLD-GdBCO films. Phase I of the industrial R&D programm at SuperOx // Supercond. Sci. Technol. 2017. V. 30. P. 124001.
3. A.P. Menushenkov, V.G. Ivanov, V.N. Chepikov, R.R. Nygaard, A.V. Soldatenko, I.A. Rudnev, M.A. Osipov, N.A. Mineev, A.R. Kaul, O. Mathon and V. Monteseuro. Correlation of local structure peculiarities and critical current density of 2G MOCVD YBCO tapes with BaZrO₃ nanoinclusions // Supercond. Sci. Technol. 2017. V. 30. P. 045003.
4. N. Mineev and I. Rudnev. Measurements and Numerical Simulations of Trapped Field in a Stack of HTS Tapes // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2016. V. 26, no. 3. P. 1-4.
5. I.V. Anischenko, S.V. Pokrovskii and N.A. Mineev. Simulation of magnetization and levitation characteristics of HTS tape stacks // J. Phys.: Conf. Ser. 2017. V. 941. P. 012057.
6. M. Osipov, E. Splavnik, S. Pokrovskii, A. Andreev, N. Mineev, D. Abin and I. Rudnev. Investigation of the hysteresis losses in CC tapes after laser filamentation // J. Phys.: Conf. Ser. 2016. V. 747. P. 012044.
7. N.A. Mineev, A.O. Baskakov and I.A. Rudnev. Critical current anisotropy of Zr doped MOCVD coated conductor in magnetic fields up to 8T // Physics Procedia. 2015. V. 71. P. 406-411.
8. Nikolay A. Mineev and Igor A. Rudnev. Angular distributions of the critical current of ReBCO coated conductors in magnetic field up to 5T // Progress in

Superconductivity and Cryogenics. – 2015. - V. 17, no. 1. - P. 6-9.

9. Igor Rudnev, Dmitriy Abin, Maxim Osipov, Sergey Pokrovskiy, Yuriy Ermolaev and Nikolay Mineev. Magnetic Properties of the Stack of HTSC Tapes in a Wide Temperature Range // Physics Procedia. 2015. V. 65. P. 141-144.
10. M.A. Osipov, D.A. Abin, S.V. Pokrovskiy, N.A. Mineev, and I.A. Rudnev. Magnetization of the stack of HTS tapes // Progress in Superconductivity and Cryogenics. 2015. V. 17, no. 1. P. 21-24.
11. S Pokrovskiy, N Mineev, A Sotnikova, Y Ermolaev and I Rudnev. The study of relaxation characteristics of stack of HTS tapes for use in levitation systems and trapped flux magnets // J. Phys.: Conf. Ser. 2014. Vol. 507. P. 022025.
12. I Rudnev, A Mareeva, N Mineev, S Pokrovskiy and A Sotnikova/ Contactless measurements of local transport characteristics of coated conductors under the bending strain // J. Phys.: Conf. Ser. 2014. Vol. 507. P. 022029.

Список литературы

1. Foltyn S.R. et al. Materials science challenges for high-temperature superconducting wire // Nat. Mater. 2007. Vol. 6, № 9. P. 631–642.
2. Matsumoto K., Mele P. Artificial pinning center technology to enhance vortex pinning in YBCO coated conductors // Supercond. Sci. Technol. 2010. Vol. 23, № 1. P. 14001.
3. Long N.J., Strickland N.M., Talantsev E.F. Modeling of Vortex Paths in HTS // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2007. Vol. 17, № 2. P. 3684–3687.
4. LONG N.J. et al. Relating Critical Currents to Defect Populations in Superconductors // IEEE Trans. Appl. Supercond. Institute of Electrical and Electronics Engineers. Vol. 23, № 3.
5. Long N.J. A Statistical Mechanical Model of Critical Currents in Superconductors // J. Supercond. Nov. Magn. 2013. Vol. 26, № 4. P. 763–767.
6. Blatter G. et al. Vortices in high-temperature superconductors // Rev. Mod. Phys. 1994. Vol. 66, № 4. P. 1125–1388.
7. Civale L. et al. Identification of intrinsic ab-plane pinning in YBa₂Cu₃O₇ thin

- films and coated conductors // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2005. Vol. 15, no. 2 PART III. P. 2808–2811.
8. Kramer E.J. Scaling laws for flux pinning in hard superconductors // J. Appl. Phys. 1973. Vol. 44, № 3. P. 1360.
 9. Ekin J.W. Unified scaling law for flux pinning in practical superconductors : I . Separability postulate , raw scaling data and parameterization at moderate strains. Vol. 83001.
 10. Dew-Hughes D. Flux pinning mechanisms in type II superconductors // Philos. Mag. 1974. Vol. 30, № 2. P. 293–305.
 11. Miura M. et al. Upward shift of the vortex solid phase in high-temperature-superconducting wires through high density nanoparticle addition // Sci. Rep. Nature Publishing Group, 2016. Vol. 6, № February. P. 20436.