

Федеральное государственное бюджетное учреждение Национальный
исследовательский центр «Курчатовский институт»

На правах рукописи

Черных Игорь Анатольевич

**Многослойные эпитаксиальные структуры сверхпроводник-интерслои для
увеличения токонесущей способности сверхпроводящих лент второго
поколения**

Специальность:

01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Курчатовский комплекс НБИКС-технологий, г. Москва.

Научный руководитель:

Занавескин Максим Леонидович, кандидат физико - математических наук, начальник лаборатории твердотельных структур Курчатовского комплекса НБИКС-технологий НИЦ «Курчатовский институт».

Официальные оппоненты:

Кауль Андрей Рафаилович, доктор химических наук, профессор кафедры неорганической химии Московского Государственного Университета им. Ломоносова.

Менушенков Алексей Павлович, доктор физико-математических наук, профессор, и.о. заведующего кафедрой физики твердого тела и наносистем НИЯУ «МИФИ».

Ведущая организация: «Всероссийский научно-исследовательский, проектно-конструкторский и технологический институт кабельной промышленности»

Защита состоится «___» _____ 2016 г. в _____ часов на заседании диссертационного совета Д 002.114.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук по адресу: 119333, г. Москва, Ленинский пр-т, д.59, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИК РАН, а также на сайте ИК РАН <http://crys.ras.ru/>

Автореферат разослан

«___» _____ 2016 года

Ученый секретарь диссертационного совета

к.ф.-м.н.

К.В. Фролов

Общая характеристика работы

Актуальность темы и степень ее разработанности

ВТСП ленты второго поколения представляют высокий интерес для электротехники, электроэнергетики, медицины, физики высоких энергий, т.к. являются эффективными для создания ряда устройств и элементов: линий электропередач, моторов и генераторов, токоограничителей и токовводов, высокополевых магнитов и другого оборудования.

Основными характеристиками ВТСП ленты второго поколения являются токонесущая способность на единицу ширины ленты и ее длина. Длина ленты ограничена, как правило, способом производства ленты-подложки, а также подходом к формированию буферных и сверхпроводящих слоев. Для достижения высоких значений токонесущей способности ВТСП пленки должны обладать острой биаксиальной кристаллической текстурой. Одним из подходов к формированию текстурированного ВТСП слоя является использование текстурированных металлических подложек Ni-W. В данном случае задача сводится к передаче текстуры от подложки в ВТСП пленку через буферные слои.

Состав, толщина и параметры нанесения буферных слоев играют ключевую роль для получения высоких критических характеристик ВТСП пленок. В данный момент предложено и осуществлено большое количество буферных архитектур для текстурированных подложек Ni-W, однако отсутствует комплексное исследование особенностей роста оксидных материалов на металлических подложках, особенностей наследования текстуры затравочными слоями, передачи рельефа и текстуры в вышележащие буферные слои и влияния этих факторов на критические свойства ВТСП покрытий.

Еще одним препятствием на пути получения ВТСП лент с высокой токонесущей способностью является проблема падения критической плотности тока при увеличении толщины сверхпроводящих пленок. В различных работах выявлен ряд факторов, ответственных за падение критической плотности тока, однако роль каждого из факторов не выяснена и данные часто противоречат друг другу.

Существуют также модельные представления, описывающие падение плотности критического тока (j_k) с помощью различных механизмов пиннинга вихрей, данные модели дают как различные абсолютные значения j_k , так и различное поведение значения j_k при увеличении толщины пленок.

Выявление факторов, приводящих к падению плотности критического тока с увеличением толщины ВТСП пленок, сопоставление модельных представлений с экспериментальными результатами, а также поиск и разработка подходов к решению проблемы деградации плотности критического тока являются актуальными задачами.

Цель работы

Целью работы являлось выявление факторов, приводящих к уменьшению плотности критического тока в эпитаксиальных пленках $YBa_2Cu_3O_x$ и поиск путей увеличения токонесущей способности пленок сверхпроводника в лентах второго поколения, получаемых с использованием метода импульсного лазерного осаждения.

Для достижения поставленной были решены следующие задачи

1. Изучение эпитаксиальных буферных оксидных слоев, сформированных на металлических подложках Ni-W: влияние условий роста на текстурные и морфологические свойства пленок.
2. Изучение явления падения плотности критического тока с ростом толщины эпитаксиальной ВТСП пленки: анализ существующих теоретических моделей и выявление структурных и морфологических факторов, определяющих деградацию плотности критического тока с толщиной.
3. Поиск путей уменьшения эффекта падения плотности критического тока с ростом толщины ВТСП покрытий для увеличения интегральной токонесущей способности ВТСП лент второго поколения. Изучение возможности применения метода мультипликации ВТСП слоев, разделенных эпитаксиальными интерслоями более простых оксидных материалов.

Для решения поставленных задач были применены следующие методы исследований

Рост эпитаксиальных пленок буферных и сверхпроводящих слоев осуществлялся при помощи метода импульсного лазерного осаждения с применением эксимерного лазера на длине волны 248 нм для распыления мишеней. Для всестороннего анализа структуры и текстуры эпитаксиальных пленок применялись различные режимы рентгеновской дифракции – $\theta/2\theta$, φ -, ω -сканирования. Качественный *in-situ* анализ текстуры и морфологии эпитаксиальных слоев производился с помощью дифракции быстрых электронов на отражение (RHEED) методики. Локальный анализ текстуры в приповерхностном слое осуществлялся с помощью метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Анализ поверхности осуществлялся с применением методов атомно-силовой и растровой электронной микроскопии. Детальный анализ поперечных срезов образцов и границ раздела эпитаксиальных слоев осуществлялся с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии. Критическая температура пленок YBCO определялась с помощью бесконтактного метода измерения дифференциальной магнитной восприимчивости и 4-х контактного метода измерения температурной зависимости сопротивления. Критический ток определялся с помощью 4-х контактного метода путем снятия ВАХ при температуре 77 К, для определения значения критического тока являлось применялся стандартный критерий – напряжение на потенциальных контактах 1 мкВ/см.

Для описания зависимости критической плотности тока от толщины ВТСП пленки использовались теоретические модели, соответствующие различным механизмам пиннинга вихрей в пленке: модель поверхностного пиннинга, модель 2D слабого коллективного пиннинга, модель 3D пиннинга.

Научная новизна диссертационной работы

1. Впервые наблюдалось образование террасно-ступенчатых структур на поверхности текстурированных подложек Ni-W при температурах, характерных для роста буферных слоев. Установлена корреляция морфологии подложки с текстурными характеристиками затравочного слоя Y_2O_3 . Показано, что рост затравочного слоя Y_2O_3 при высоких температурах на подложках со сформировавшейся террас-

ной структурой является предпочтительным, так как позволяет получить пленки затравочного слоя с полным наследованием текстуры подложки.

2. Впервые показано, что изменение кислородного индекса x распыляемой мишени $YBa_2Cu_3O_x$ (YBCO) в диапазоне от 6,85 до 6,12 не влияет на кислородную стехиометрию эпитаксиальных пленок YBCO. В YBCO пленках кислородная стехиометрия определяется давлением кислорода во время роста пленки, а также параметрами постростового отжига.

3. Впервые показано, что в многослойных структурах сверхпроводник-интерслои возможно кратное увеличение токонесущей способности.

4. Впервые на многослойной структуре YBCO с интерслоями $SrTiO_3$ и CeO_2 обнаружен эффект перетекания тока через интерслои толщиной до 50 нм.

Практическая значимость диссертационной работы

1. Разработанная в ходе настоящей работы методика формирования эпитаксиальных буферных и YBCO слоев методом импульсного лазерного осаждения на текстурированных подложках Ni-W может быть использована при разработке отечественной технологии формирования длинномерных ВТСП лент второго поколения.

2. Реализация многослойных структур сверхпроводник-интерслои с кратным увеличением токонесущей способности может стать основой принципиально нового подхода в технологии создания ВТСП лент второго поколения.

Значимость работы подтверждается наличием у соискателя 7 ноу-хау непосредственно по теме работы.

Значимость научных работ соискателя также определяется их финансовой поддержкой грантами РФФИ, Минобрнауки и ГК «Росатом» в рамках проектов, исполнителем которых он являлся.

На защиту выносятся следующие положения

1. Влияние эффекта перестройки поверхности подложки Ni-W на текстуру затравочного слоя оксида иттрия. Показано, что при нагреве подложки до 760°C на поверхности подложки происходит образование террасных структур за счет механизма поверхностной диффузии. Наличие террасных структур позволяет добиться

полного наследования кристаллической текстуры подложки затравочным слоем Y_2O_3 .

2. Основными факторами, сопровождающими падение плотности критического тока с толщиной ВТСП слоя, являются существенное развитие рельефа поверхности пленки и появление а-ориентированных кристаллитов.

3. Изменение кислородного коэффициента мишени в пределах 6,85-6,12 не оказывает влияния на кислородный индекс пленки $YBCO$ и её токонесущую способность. Критические характеристики пленки определяются условиями ростовой среды и параметрами постростового отжига.

4. Формирование многослойных структур сверхпроводник-интерслои позволяет сохранить в каждом слое высокое значение плотности критического тока, характерное для тонких ВТСП слоев. Таким образом, разработанный подход позволил принципиально решить проблему деградации плотности критического тока при увеличении толщины $YBCO$ пленок.

Личный вклад автора заключается в самостоятельной постановке экспериментов по осуществлению роста оксидных буферных и сверхпроводящих слоев методом импульсного лазерного осаждения. Автор внес определяющий вклад в эксперименты по *in-situ* анализу поверхности плёнок и подложек с помощью метода дифракции быстрых отраженных электронов, эксперименты по локальному анализу текстуры с помощью дифракции обратно рассеянных электронов, эксперименты по анализу поверхности формируемых пленок с помощью метода растровой электронной микроскопии. Автор активно участвовал в постановке экспериментов по снятию полюсных фигур с помощью метода рентгеновской дифракции, а также в исследовании поперечных срезов образцов с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии. Анализ и обработка экспериментальных данных рентгеновской дифракции, результатов измерений критических характеристик сверхпроводящих пленок были выполнены автором самостоятельно. Автором работы был реализован подход, заключающийся во введении интерслоев более простых оксидных соединений в пленки сверхпроводника, что

позволило принципиально решить проблему деградации критической плотности тока с увеличением толщины пленки YBCO.

Степень достоверности и апробация работы

Достоверность работы подтверждается применением комплекса взаимодополняющих методик. По материалам диссертации опубликовано 6 статей в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ. Все результаты работы докладывались на национальных и международных конференциях: Восьмая Национальная конференция «Рентгеновское, Синхротронное излучения, Нейтроны и Электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-Био-Инфо-Когнитивные технологии» (РСНЭ-НБИК 2011), Москва. 1-ая и 2-ая национальные конференции по прикладной сверхпроводимости НКПС-2011, 2013, Москва. III Всероссийская молодёжная конференция с элементами научной школы «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», 2012 г, Москва. 11-ая европейская конференция по прикладной сверхпроводимости, Генуя, Италия, 2013.

Структура и объём

Диссертация состоит из введения, трёх глав, выводов, заключения и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 136 страницах машинописного текста, включая 78 рисунков, 6 таблиц и 105 ссылок на литературные источники.

Основное содержание диссертации

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и задачи, определены научная новизна и практическая значимость результатов работы.

Первая глава диссертационной работы является обзором литературных источников. В разделе 1.1 проведен обзор основных способов создания биаксиальной текстуры в ВТСП пленках. Проанализированы особенности каждого из существующих подходов. Обоснован выбор текстурированных металлических лент в качестве подложек для ВТСП лент второго поколения

Раздел 1.2 посвящен рассмотрению и анализу основных методов роста эпитаксиальных ВТСП слоев, используемых для формирования длинномерных ВТСП

лент второго поколения. Рассмотрены физические особенности каждого из методов, их производительность, специфические подходы для роста ВТСП пленок на длинномерных металлических лентах. Выполнено обоснование выбора метода импульсного лазерного осаждения для формирования пленок $YBa_2Cu_3O_x$.

В разделе 1.3 изучены особенности формирования оксидных буферных слоев на текстурированных металлических подложках Ni-W, рассмотрены основные буферные архитектуры для текстурированных подложек. Затравочный слой Y_2O_3 в такой структуре наследует ориентацию подложки. Слой YSZ выступает в качестве барьера для диффузии никеля из подложки в сверхпроводник. Завершающий слой CeO_2 обеспечивает наилучшее соотношение параметров решеток с материалом YBCO. Таким образом, трехслойная буферная архитектура, состоящая из слоев Y_2O_3 -YSZ- CeO_2 обеспечивает наиболее высокие и воспроизводимые результаты токонесущей способности ВТСП пленок.

В разделе 1.4 приведены результаты исследований факторов, с которыми авторы работ связывают падение плотности критического тока с ростом толщины пленки ВТСП: Приводятся такие факторы как острота кристаллической текстуры ВТСП слоя в плоскости подложки, изменение кислородного коэффициента x в поверхностных слоях сверхпроводника, появление несверхпроводящих фазовых включений в пленке, возникновение ориентации $(100)_{\text{пленки}} || (001)_{\text{подложки}}$ и существенное развитие морфологии. В различных работах приводятся различные факторы, что требует комплексного анализа и определения роли каждого из этих факторов.

В разделе 1.5 приведены и проанализированы теоретические модели, описывающие поведение критической плотности тока с толщиной пленки сверхпроводника в поле собственного тока при температуре жидкого азота и соответствующие различным механизмам пиннинга вихрей в пленке:

- Модель поверхностного пиннинга: закрепление вихрей на двух поверхностях пленки, плотность тока испытывает монотонное падение при увеличении толщины пленки сверхпроводника [1-2].

- Модель 2D слабого коллективного пиннинга: пиннинг вихрей происходит на точечных дефектах, которые равномерно распределены по объему пленки сверхпроводника, плотность тока монотонно уменьшается при увеличении толщины пленки [3].
- Модель 3D пиннинга: закрепление вихрей на дефектах нанометрового масштаба, которые разбивают вихрь на «независимые» сегменты, при этом расстояние между дефектами много меньше толщины пленки, плотность тока выходит на постоянное значение при толщине пленки много больше расстояния между дефектами [4].

Было показано, что все рассмотренные модельные представления демонстрируют снижение значение плотности критического тока при увеличении толщины пленки сверхпроводника. Данный результат качественно совпадает с экспериментальными данными литературного обзора. Для определения возможного механизма пиннинга вихрей в пленке необходимо количественное сопоставление с результатами эксперимента.

В заключительном разделе литературного обзора рассмотрены работы, результаты которых демонстрируют принципиальную возможность эпитаксиального роста структур типа ВТСП-интерслоя-ВТСП. Многослойные структуры такого типа могут стать отправной точкой для решения проблемы падения плотности критического тока.

На основании проведенного анализа литературных источников сформулированы цель и задачи научного исследования.

Вторая глава посвящена экспериментальным методикам. Приведено описание исходных материалов, метода роста буферных и ВТСП слоев – импульсного лазерного осаждения, а также комплекса аналитических методик, использованных для анализа полученных эпитаксиальных пленок буферных и сверхпроводящих слоев.

В третьей главе представлены экспериментальные данные, полученные в рамках диссертационной работы, выполнено сопоставление теоретических зави-

симостей с экспериментальными данными, а также приводится обсуждение полученных результатов.

В разделе 3.1 выполнено изучение эпитаксиальных буферных оксидных слоев, сформированных на текстурированных подложках Ni-W. В частности, было изучено влияние условий роста на текстурные и морфологические свойства пленок.

Основное внимание было уделено формированию затравочного слоя, т.к. необходимо создать условия для эпитаксиального роста оксидного материала на металлической подложке. С помощью *in-situ* анализа поверхности подложки с помощью RHEED методики было обнаружено изменение электронограммы от поверхности)

– вытянутые рефлексы превращались в точечные, что обусловлено изменением рельефа полированной подложки в результате ее нагрева (рис. 1). С помощью АСМ-исследований был выполнен количественный анализ изменения средне-квадратичного отклонения высоты (RMS).

Поверхность отдельных кристаллических зерен приобретает террасную структуру. RMS исходной подложки составляет 2 нм на области сканирования 10*10 мкм. После нагрева подложки до температуры 760°C параметр RMS становится равным 9 нм, (рис.2-а).

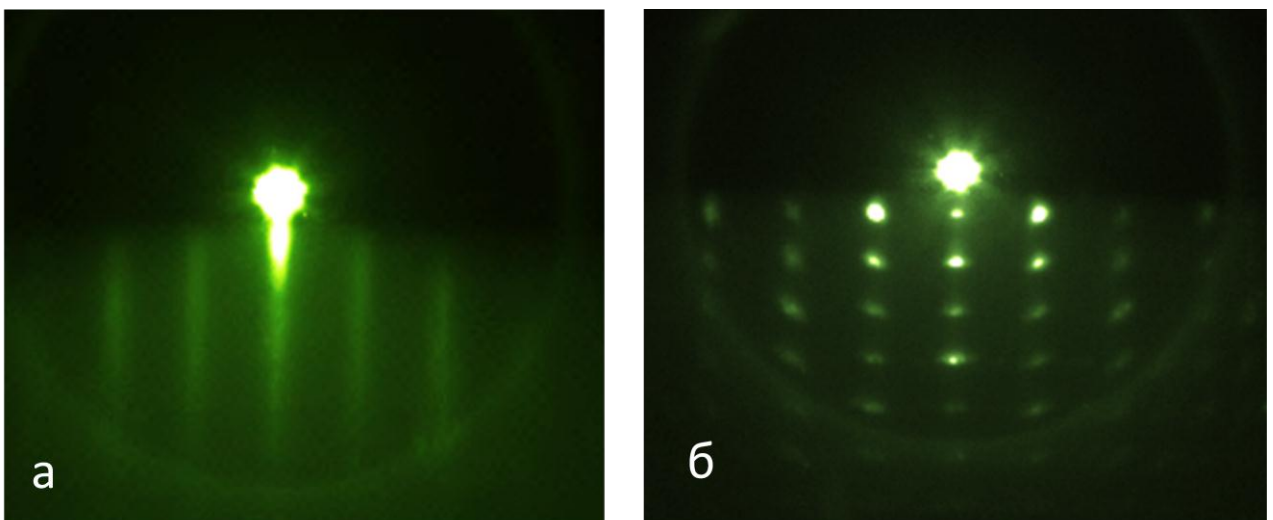


Рис. 1 Электронограммы поверхности подложки в процессе нагрева а – 600°C, б – 760°C. Азимут съемки [100].

По данным АСМ профилей поверхности были определены средняя ширина террас

и высота ступенек, они составили 100-150 нм и 10 нм соответственно (рис. 2-б). Похожий эффект наблюдался ранее на монокристаллических подложках сапфира [5]. Наиболее вероятным механизмом образования террасных структур на поверхности является поверхностная диффузия атомов. Образование террасных структур при высоких температурах компенсирует угол закоса монокристаллических зерен подложки к поверхности и приводит к образованию вицинальных поверхностей, угол наклона которых соответствует атомарным плоскостям (001). Используя соотношение между высотой террас - h , их шириной - d и углом закоса пластины - α

$$h = d * tg\alpha \quad (1),$$

а также найденные величины высоты и ширины террас АСМ исследований, получим $\alpha \approx 6^\circ$. Данное значение соответствует среднему значению отклонения направления [001] зерен подложки от нормали. Следовательно, для подложек Ni-W выполняется условие соответствия поверхности террас атомным плоскостям кристаллических зерен подложки.

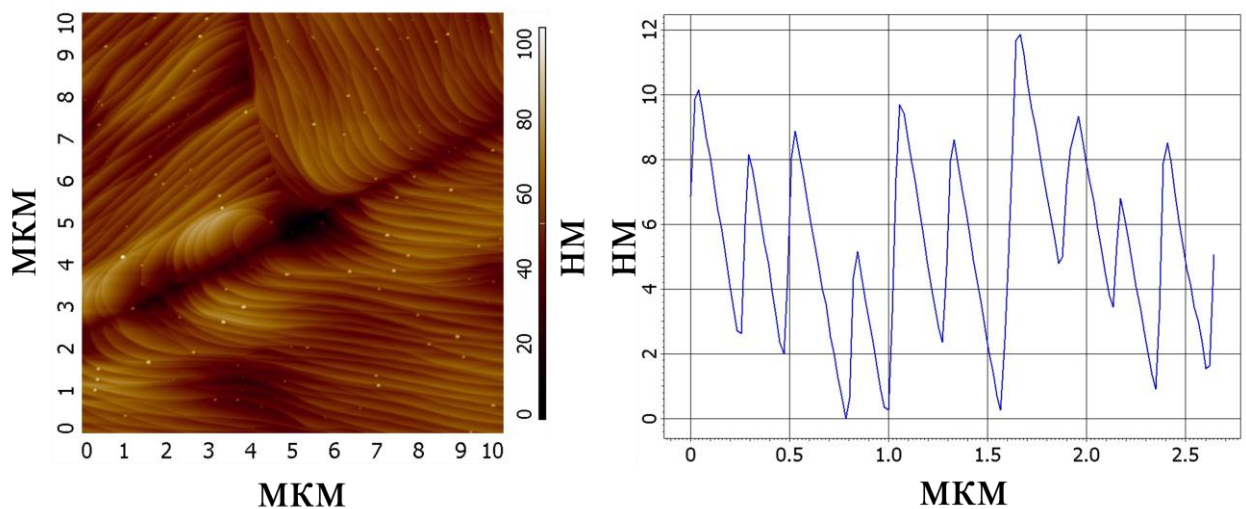


Рис. 2 АСМ-изображения: а – 2D АСМ-изображение области подложки размером 10*10 мкм, б – профиль поверхности подложки

Таким образом, высокотемпературный отжиг подложки приводит к существенному изменению рельефа поверхности, что может сказываться на особенностях эпитаксиального роста затравочного слоя [6]. Механизм поверхностной диффузии атомов подложки, реализующийся при температуре 760°C,

может приводить к устранению ряда поверхностных дефектов, присущих полированным поверхностям.

Следующим этапом на пути решения первой задачи был поиск материала затравочного слоя и оптимизация ростовых параметров для полного наследования текстуры подложки. По данным литературного обзора в качестве материала затравочного слоя были выбраны CeO_2 и Y_2O_3 . Однако при формировании слоя CeO_2 , были обнаружены трещины, которые впоследствии привели к разрушению всей буферной архитектуры из-за окисления подложки через трещины в затравочном слое. Для пленки Y_2O_3 трещин не наблюдалось. С помощью метода рентгеновской дифрактометрии было показано, что при росте в условиях высокого вакуума при понижении температуры роста от 760 до 560°C происходит переход от ориентации $(001)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$ к $(111)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$. Данный эффект может быть связан с окислением подложки на этапе нуклеации пленки.

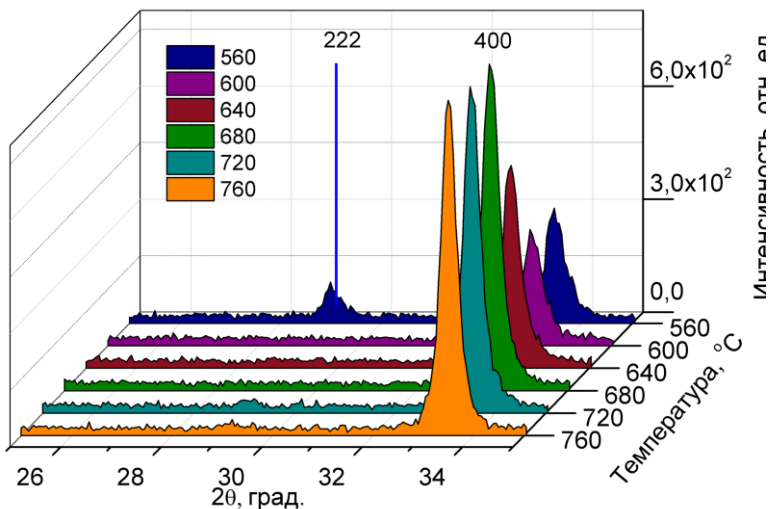


Рис. 3 Серия дифрактограмм пленки Y_2O_3 , осажденной в смеси $\text{Ar}+4\%\text{H}_2$ для различных температур роста.

При формировании пленки в условиях высокого вакуума понижение температуры подложки приводило к падению интенсивности рентгеновских отражений даже в диапазоне 760 - 680°C , где еще не наблюдался переход к ориентации

При росте пленок Y_2O_3 в восстановляющей среде при давлении 10 мТорр (смесь аргона с добавлением 4% водорода) удалось понизить температуру перехода (рис. 3), однако при температуре подложки 560°C наблюдаются отражения, соответствующие (111)

ориентированному росту пленки. Также было показано, что интенсивность отражений, соответствующих ориентации $(001)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$, остается постоянной в диапазоне температур 760 - 680°C .

При формировании пленки в условиях высокого вакуума понижение температуры подложки приводило к падению интенсивности рентгеновских отражений даже в диапазоне 760 - 680°C , где еще не наблюдался переход к ориентации

$(111)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$. Таким образом, использование восстанавливающей среды позволяет расширить температурный диапазон роста затравочного слоя с ориентацией $(001)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$ и высоким кристаллическим совершенством. Локальный анализ кристаллической ориентации пленок с помощью EBSD методики (рис. 4) показал, что при низких температурах роста (560°C) переход к (111) ориентированному росту пленки оксида иттрия происходит преимущественно на отдельных зернах подложки. В центре рисунка 4-а приведено зерно пленки с ориентацией $(111)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$, остальная область имеет ориентацию $(001)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$. Детальный анализ EBSD карт разориентации (рис. 4-б) показал, что существуют области, в которых на отдельных зернах подложки присутствуют обе ориентации пленки с плоскостями $(001)_{\text{пленки}}$ и $(111)_{\text{пленки}}$ параллельными поверхности подложки. Это позволило определить отклонение направления $[001]$ от нормали к поверхности подложки. Было обнаружено, что направление $[001]_{\text{пленки}}$ на данных участках сильно отклонено от нормали к поверхности подложки, причем отклонение идет одновременно в двух направлениях $[100]$ и $[010]$.

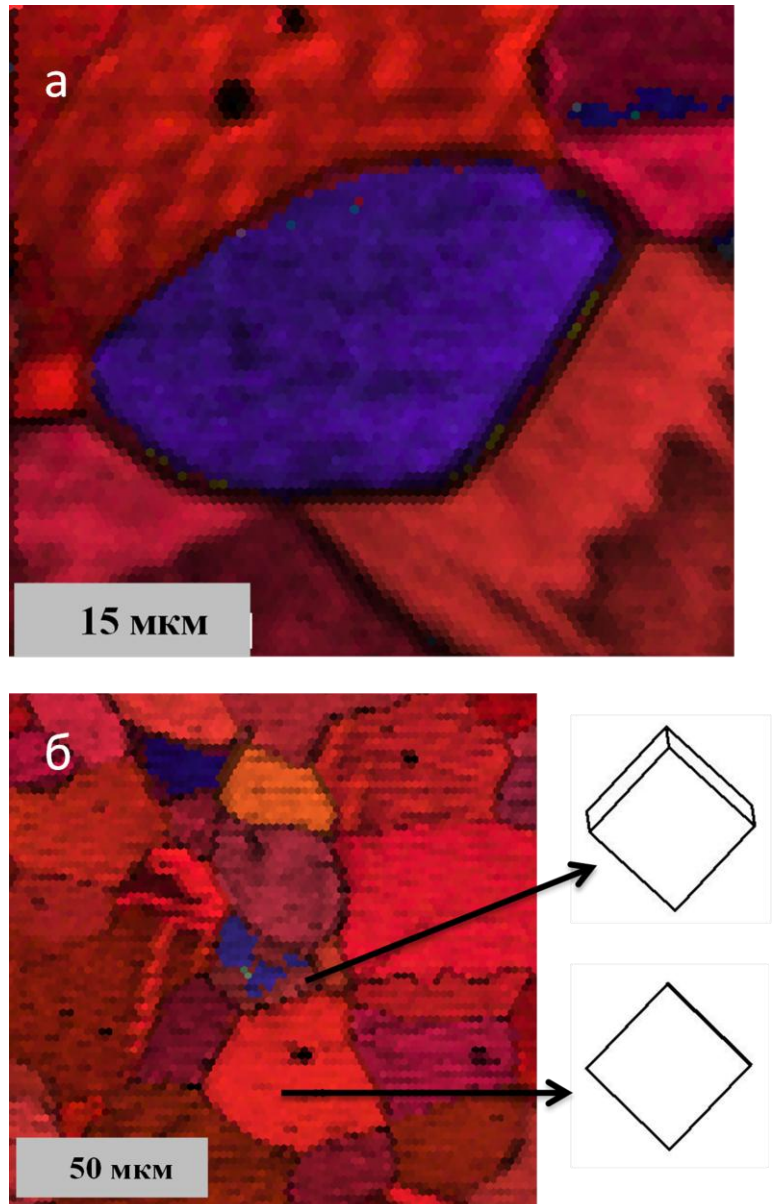


Рис. 4 EBSD карты разориентации отдельных зерен пленки оксида иттрия, сформированной при температуре роста 560°C .

По полюсным фигурам было определено отклонение направления $[001]_{\text{пленки}}$ от нормали к поверхности, оно составило 9° . Данный факт может свидетельствовать о том, что само зерно подложки также сильно разориентировано. В то время как зерна, где обнаружена ориентация (001) не отклоняются на угол более чем 5° . Таким образом, переход к ориентации $(111)_{\text{пленки}}$ происходит на сильно разориентированных зернах подложки. Однако при температуре 760°C , еще не происходит изменения кристаллической текстуры подложки, т.к. температура рекристаллизации сплава Ni+5%atW составляет $1000-1100^\circ\text{C}$. Здесь эффект образования террасных структур может иметь непосредственное влияние на кристаллическую ориентацию пленки, т.к. при высоких температурах образование vicinalных граней компенсирует угол закоса зерна относительно нормали к поверхности и, таким образом подавляется (111) ориентированный рост пленки Y_2O_3 .

Исследование текстуры затравочного слоя в плоскости показали, что при понижении температуры роста, как в условиях высокого вакуума, так и восстанавливающей среды происходит появление паразитной текстуры – зерна, разориентированные на 30° и 60° относительно направления прокатки подложки (Рис. 5), доля разориентированных зерен

достигает 15% при $T_{\text{роста}}=600^\circ\text{C}$. Анализ поперечных срезов с помощью просвечивающей электронной микроскопии помог обнаружить разориентированные в плоскости зерна, которым соответствуют «паразитные» отражения

на полюсной фигуре (рис. 6). На ПЭМ-изображении можно видеть зерно, которое

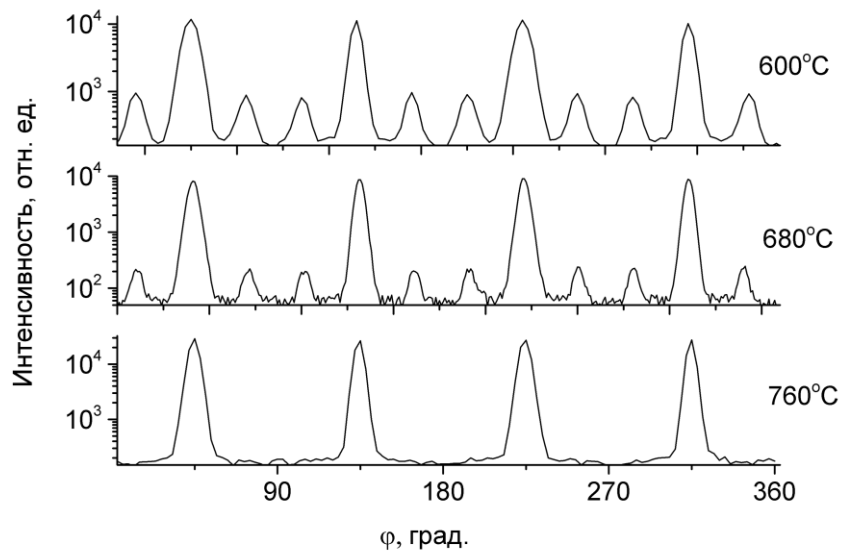


Рис. 5 профили полюсных фигур от плоскостей $(111) \text{Y}_2\text{O}_3$ при различных $T_{\text{роста}}$.

контрастируют с остальной областью пленки также. Эти зерна образованы на поверхностных дефектах подложки. Анализ ПЭМ-изображений в комплексе с

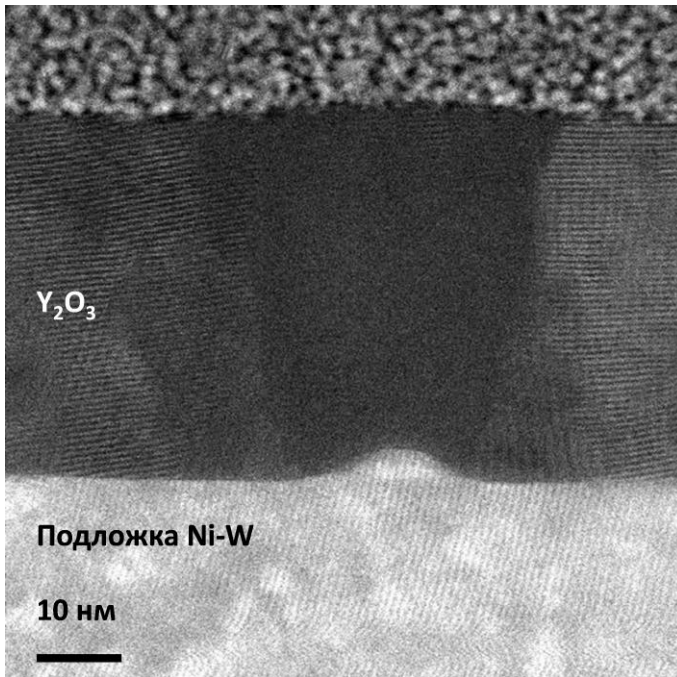


Рис. 6 Темнопольное ПЭМ-изображение поперечного среза затравочного слоя Y_2O_3 сформированного при температуре подложки $600^\circ C$

ющие разориентированным зернам (рис. 5).

Таким образом, эффекты ухудшения текстуры пленки оксида иттрия: появление ориентации $(111)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$, а также появление разориентированных областей в плоскости подложки могут быть эффективно устранены путем нагрева подложки до температуры $760^\circ C$ за счет активации механизма поверхностной диффузии с образованием террасно-ступенчатых структур.

В разделе 3.2 было выполнено исследование токонесущей способности эпитаксиальных пленок YBCO. На рисунке 7 приведены ВАХ пленок с различной толщиной. Можно видеть, что при увеличении толщины растет и токонесущая способность. Однако значение плотности критического тока испытывает монотонное падение при увеличении толщины (рис. 8, экспериментальные данные). Значение плотности критического тока для пленки толщиной 100 нм составляет 4 MA/cm^2 , при толщине пленки 2 мкм J_c падает до значения 1 MA/cm^2 .

элементным рентгеновским анализом показали, что состав и кристаллическая ориентация поверхностных дефектов не отличается от подложки, т.е. дефект является лишь морфологическим. Нами было показано, что при нагреве подложки до $760^\circ C$ проанализированные поверхностные дефекты исчезают.

По всей видимости, поверхностная диффузия, активирующаяся при высоких температурах приводит к их исчезновению, также на полюсных фигурах исчезают пики, соответствующие

Полученный результат соответствует литературным данным для эпитаксиальных пленок сверхпроводника [7-8].

В разделе 3.3 для определения возможного механизма пиннинга вихрей в пленке сверхпроводника было выполнено сопоставление экспериментальных данных с зависимостями из теоретических моделей. Было показано, что использование моделей поверхностного пиннинга и 3D пиннинга не описывает реального поведения плотности критического тока с толщиной. Сопоставление экспериментальных данных с зависимостью описываемой моделью 2D слабого коллективного пиннинга дало

наилучшее соответствие

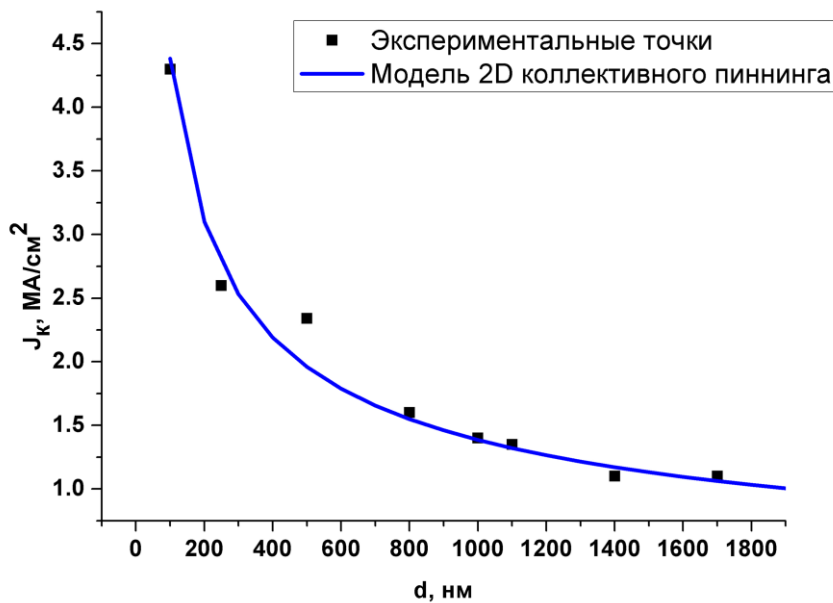


Рисунок 8 Сопоставление экспериментальных данных для плотности критического тока с зависимостью в модели 2D слабого коллективного пиннинга

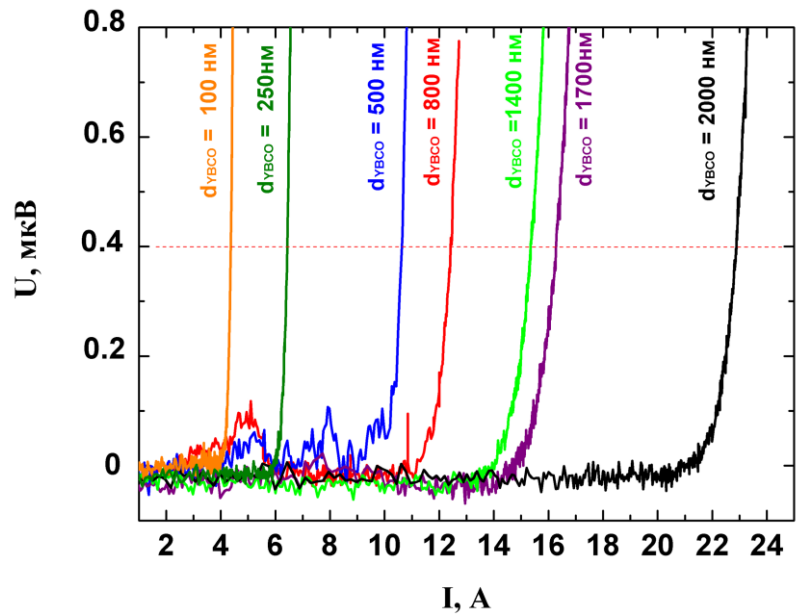


Рис. 7 ВАХ пленок YBCO с различной толщиной

наилучшее соответствие (рис.8). Наилучшая аппроксимация выполняется при значении расстояния между точечными дефектами 10 нм, что хорошо коррелирует с данными рассчитанными в работе [9]. Точечными дефектами в пленке сверхпроводника могут быть различные вакан-

сии, в частности, кислородные, т.к. дефектность пленок YBCO по кислороду является их особенностью. В рамках данной модели плотность тока описывается выражением:

$$j_k = \frac{\pi^{1/2} f_p r_p}{\phi_0 d^{3/2} t^{1/2}} \quad (2),$$

здесь f_p – сила пиннинга точечного дефекта, r_p – радиус действия точечного центра пиннинга, d – расстояние между точечными дефектами, t – толщина пленки.

Высокое значение j_k достижимо на малых толщинах (из-за характерной зависимости $\frac{1}{\sqrt{d}}$), т.е. если в слоях ВТСП пленки ток будет протекать независимо, то сохранится высокая плотность тока. Таким образом, создание структуры, состоящей из тонких ВТСП слоев, разделенных слоями другого материала может позволить снять корреляцию между отдельными ВТСП слоями, сохранить характерную зависимость ($\frac{1}{\sqrt{d}}$) с высоким значением j_k в каждом из слоев, и интегральная токонесущая способность многослойной структуры будет аддитивно увеличиваться.

В разделе 3.4 было выполнено исследование факторов, сопровождающих увеличение толщины ВТСП плёнки. В литературном обзоре было показано, что увеличение толщины пленок сверхпроводника сопровождается рядом структурных и морфологических изменений. В частности, отмечалось изменение таких параметров как острота текстуры, появление ориентации $(100)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$, так называемая a -ориентация, дефицит кислорода в приповерхностных слоях сверхпроводника, появление несверхпроводящих включений, а также существенное ухудшение морфологии пленки [10-14]. Анализ факторов, приводимых в литературе, показал, что изменения таких параметров как текстура в плоскости, кислородный коэффициент, не происходит, также не было обнаружено посторонних фазовых включений. Однако было выявлено существенное изменение рельефа поверхности ВТСП пленки, а также появление зерен с ориентацией $(100)_{\text{пленки}} \parallel (001)_{\text{подложки}}$ (рис. 9), которые отчетливо видны на РЭМ-изображении в виде вытянутых столбиков. Отметим, что образование a -ориентированных зерен

происходит, как правило, на отдельных крупных областях, которые соответствуют зернам подложки по своему размеру и наличию характерных межзеренных границ.

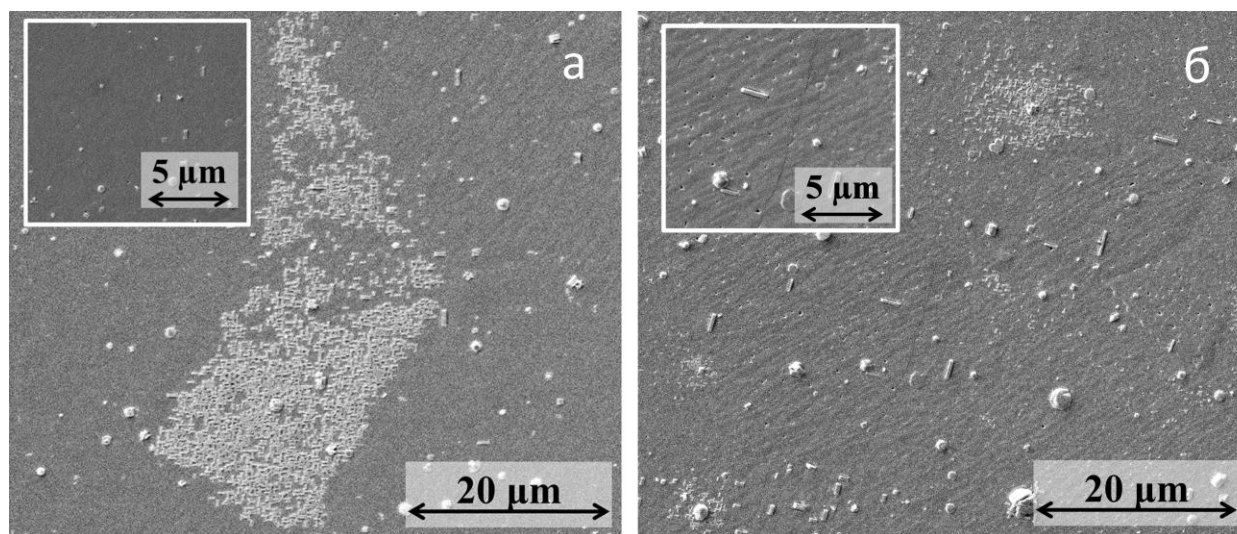


Рисунок 9 РЭМ-изображения поверхности YBCO пленок с различной толщиной, а – 1000 нм, б – 1400 нм.

Также было выполнено исследование прежде неизученного фактора – влияние кислородного коэффициента x распыляемой мишени состава $YBa_2Cu_3O_x$ на критические характеристики формируемых пленок. Было показано, что изменение параметра x может происходить в диапазоне 6,12-6,85 за счёт радиационного нагрева мишени во время длительных ростовых процессов. Однако изменение значения x в указанном диапазоне не оказывает влияния на кислородный коэффициент ВТСП пленок. Таким образом, необходимая кислородная стехиометрия в ВТСП пленках достигается за счёт давления кислорода в процессе роста, а также параметров постростового отжига.

В разделе 3.5 на основе анализа теоретических моделей и выявления экспериментально наблюдаемых факторов, определяющих падение критической плотности тока с толщиной пленки сверхпроводника, была изучена возможность увеличения токонесущей способности ВТСП пленок за счет формирования многослойных эпитаксиальных структур сверхпроводник-интерслои для увеличения токонесущей способности ВТСП пленок. В качестве интерслоев использовались

материалы CeO_2 и SrTiO_3 как наиболее подходящие по параметру решетки к YBCO .

Однако при использовании CeO_2 в качестве интерслоя с помощью XRD исследований было обнаружено образование фазы BaCeO_3 на границе раздела, что приводило к ухудшению критических характеристик ВТСП пленок. Таким образом, в качестве интерслоя был выбран SrTiO_3 . На двухслойных структурах ВТСП (500 нм) - интерслой (50 нм) - ВТСП (500 нм) значительного увеличения токонесящей способности по сравнению с однослойной пленкой YBCO толщиной 1 мкм добиться не удалось (рис.

10), хотя в рамках модели 2D слабого коллективного пиннинга ожидалось двукратное увеличение тока по сравнению с однослойной пленкой толщиной 500 нм, что составило бы 20 А. Значение токонесящей способности двухслойной структуры составило 15 А, что всего на 20% превышает значе-

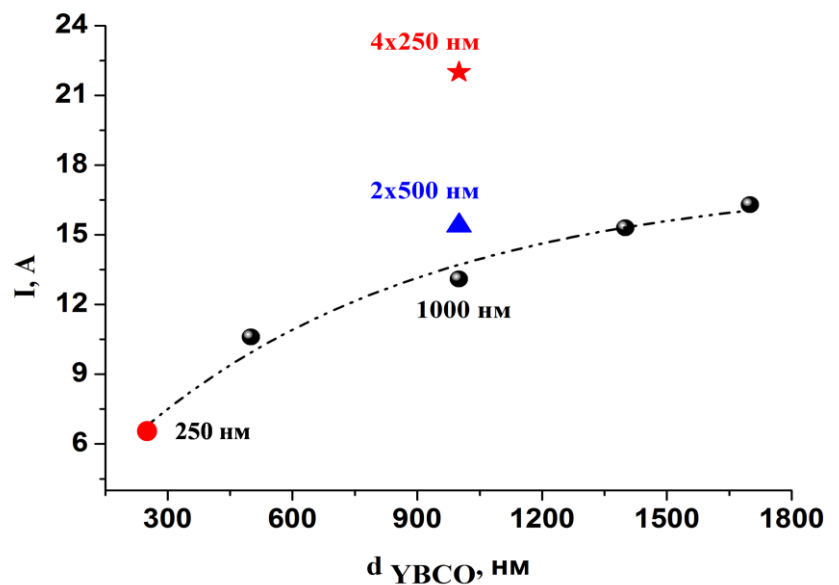


Рисунок 10 Сравнительные данные критического тока для однослойных (штриховая линия) и многослойных пленок YBCO . Измерения проведены на мостике шириной 1 мм.

ние I_k для однослойной пленки толщиной 1 мкм. Однако такой результат говорит о перетекании тока через диэлектрические слои. Перетекание тока между интерслоями снимает необходимость заведения тока в каждый слой сверхпроводника по отдельности. При уменьшении толщины слоя YBCO до 250 нм в структуре с четырьмя ВТСП слоями удалось достичь значения тока 22 А/мм (рис. 10), что существенно больше значения для однослойной пленки YBCO толщиной 1 мкм. Критический ток пленки YBCO толщиной 250 нм равен 6 А/мм, таким образом с применением четырехслойной структуры ВТСП-интерслой-ВТСП интегральный ток кратен количеству слоев YBCO . В 4-хслойной структуре удалось существенно

улучшить морфологию поверхности, также по данным РЭМ исследований уменьшилась доля а-ориентированных зерен. Устранение данных факторов в многослойной структуре с тонкими ВТСП слоями позволяет поддерживать высокое значение j_k в каждом отдельном слое сверхпроводника.

Детальный анализ поперечных срезов образцов подложки позволил объяснить механизм перетекания тока через интерслои (рис. 11).

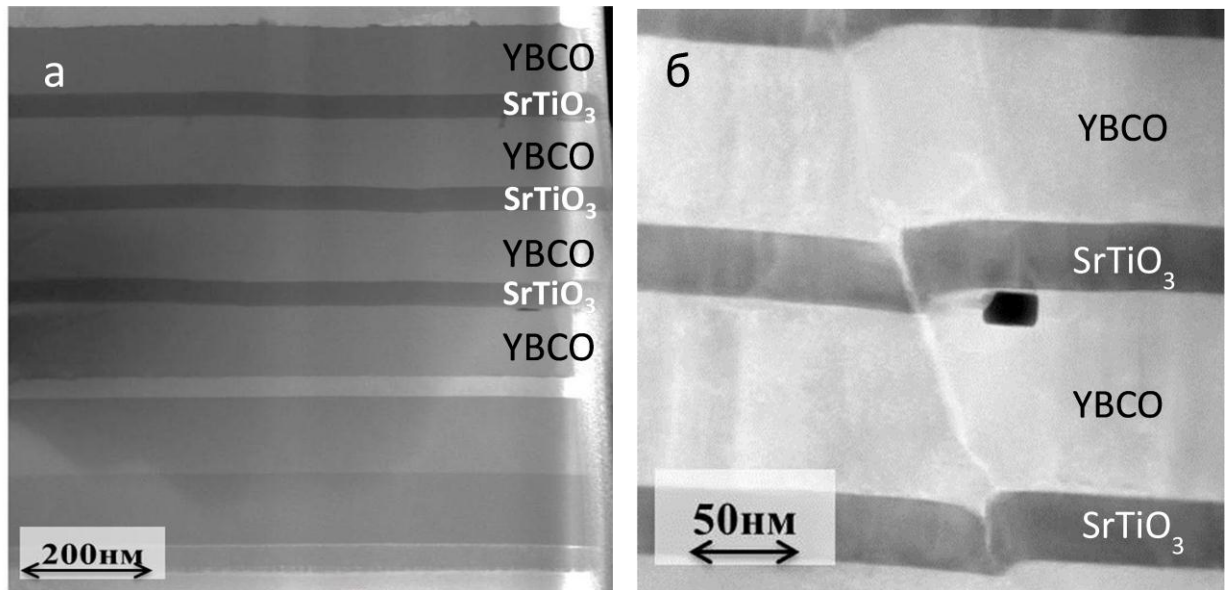


Рисунок 11 ПЭМ-изображения многослойной структуры YBCO-интерслои-YBCO. Области перетекания тока сосредоточены на границах кристаллических зерен подложки, где интерслои могут претерпевать разрывы (рис. 11-б). При этом интерслои в пределах одного зерна являются сплошными (рис. 11-а).

Таким образом, анализ поперечных срезов многослойных структур показал, что перетекание тока в нижележащие слои может происходить по дефектам, которые передаются через всю многослойную структуру от межзеренных границ подложки.

Основные результаты и выводы

1. В ходе изучения особенностей эпитаксиального роста затравочных оксидных слоев были обнаружены эффекты ухудшения текстуры Y_2O_3 : в плоскости возникает паразитная текстура, отличная от текстуры подложки, и возникает рост кристаллитов ориентации (111). В первом случае зародышами разориентирован-

ных зерен служат неровности подложки, во втором случае переход к (111) ориентированному росту происходит на сильно разориентированных зернах подложки. Впервые был обнаружен эффект образования террасных структур на поверхности текстурированных подложек Ni-W, исследовано изменение рельефа поверхности подложки от температуры нагрева. Показано, что для достижения полного наследования кристаллической ориентации подложки, рост затравочного слоя оксида иттрия необходимо проводить при температуре подложки не менее 760 °С, когда на поверхности формируются террасные структуры, образование которых приводит к устранению неровностей - зародышей разориентированного роста и компенсирует разориентацию отдельных зерен подложки за счет образования vicinalных поверхностей.

2. Показано падение значения J_c при увеличении толщины пленки YBCO от 100 до 2000 нм с 4.3 MA/cm² до 1 MA/cm². Проведено сопоставление экспериментальных результатов с модельными представлениями, показано, что модель слабого коллективного пиннинга достаточно точно описывает поведение экспериментальных данных плотности критического тока, что, в свою очередь, указывает на механизм пиннинга на точечных дефектах в пленке сверхпроводника. Выявлены факторы сопровождающие рост толстых пленок, не учтенные в модели слабого коллективного пиннинга: появление а-ориентированных кристаллитов на поверхности пленки сверхпроводника, а также существенное развитие морфологии пленки с увеличением ее толщины. Доказано существенное влияние этих факторов на падение плотности критического тока.

3. Был реализован подход для увеличения токонесущей способности ВТСП слоев, основанный на введении интерслоев CeO₂ и SrTiO₃ в слои YBCO с целью увеличения плотности критического тока в отдельных слоях сверхпроводника за счет остановки развития рельефа поверхности пленки и подавления образования а-ориентированных зерен. Токонесущая способность в многослойной структуре, состоящей из 4-х слоев YBCO толщиной 250 нм каждый, разделенный интереслоями SrTiO₃, кратна количеству слоев сверхпроводника и составляет 220 А на сантиметр ширины подложки. Таким образом, метод с введением интерслоев поз-

воляет принципиально решить проблему деградации j_k с увеличением толщины слоя YBCO.

4. Был обнаружен эффект перетекания тока через интерслои вплоть до толщин интерслоев 50 нм. Показано, что области перетекания тока через интерслои сосредоточены на границах зерен подложки, где сплошность интерслоев нарушена. Эффект перетекания тока существенно упрощает способ заведения тока в многослойные структуры сверхпроводник-интерслой.

Список цитируемых работ

1. Kim S. I. et al. // Appl. Phys. Lett. — 2007. — V. 90. — p. 252502 (3 pp.).
2. Brandt E. H. // Phys. Rev. Lett. — 1992. — V. 69. — N. 7. — pp. 1105-1108.
3. Larkin A. I., Ovchinnikov Yu. N. — 1979. — V. 34. — N. 3-4. pp. 409-428.
4. Gurevich A. // Supercond. Sci. Technol. — 2007. — V. 20. — pp. S128-S135.
5. Буташин А. В. и др. // Кристаллография. — 2012. — Т. 57. — №. 6. С. 927-933.
6. Михайлов В. И. и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. — 2011. — №. 6. — С. 97-102.
7. Civale L., Maiorov B., Serquis A. // J. of Low Temp. Physics. — 2004. — V. 135. — pp. 87-98.
8. Kang B. W., Goyal A., Lee D. F // J. Mater. Res. — 2002. — V. 17. — pp. 175-177.
9. Hylton T. L., Beasley M. R. // Phys. Rev. B. — 1990. — V. 41. — N. 16. pp. 11669 (4 pp.)
10. Park J. H., Lee S. Y. // Physica C. — 1999. — V. 314. — pp. 112-116.
11. Yijie L. et al. // IEEE Trans.: Appl. Supercon. — 2005. — V. 15. — pp. 2771-2774.
12. Zhang H. et al. // Physica C. — 2014. — V. 499. — pp. 54-56.
13. Ohki K., Develos-Bagarinao K., Yamasaki H. // J. of Physics: Conference Series. — 2008. — V. 97. — p. 012142 (5 pp.).
14. Leonard K. J., Goyal A., Kroeger D. M. // J. Mater. Res. — 2003. — V. 18. — pp. 1109-1122.

Публикации автора по теме диссертации

A1. И.А. Черных, А.М. Строев, Л.В.Клевалина, М.Ю. Пресняков, Е.А. Головкова, С.А. Тихомиров, М.Л. Занавескин, А.Н. Марченков, А.К. Шиков. «Затравочные слои на подложках RABiTS для ВТСП проводов второго поколения» // Письма в журнал технической физики – №38 – вып. 18 – 2012 – с.53-59.

A2. И.А.Черных, М.Л. Занавескин, А.М. Строев, Л.В.Клевалина, Т.С. Крылова, М.Я. Гараева, С.А. Тихомиров, Г.Л. Платонов, А.А. Никонов, С.В. Шавкин, А.К. Шиков. «Разработка технологии формирования высокотемпературных сверхпроводящих лент второго поколения» //ЭЛЕКТРО. Электротехника, электроэнергетика, электротехническая промышленность. — №2. — 2013. — с. 7-11.

A3. И. А. Черных, А. М. Строев, М. Я. Гараева, Т. С. Крылова, В. В. Гурьев, С. В. Шавкин, М. Л. Занавескин, А. К. Шиков. «Исследование влияния кислородного индекса мишени на критические характеристики эпитаксиальных слоев $YBa_2Cu_3O_x$, сформированных методом импульсного лазерного осаждения» // Письма в журнал технической физики - №40. – вып.1. – 2014. – с. 58 – 63.

A4. I. Chernykh, A. Stroeve, M. Garaeva, T. Krylova, L. Klevalina, J. Grishchenko, M. Presniakov, I. Karateev, S. Shavkin, M. Zanaveskin, A. Vasiliev, A. Shikov. «Crystal structure and critical properties of HTSC 2G prototypes formed by pulsed laser deposition technique on the RABiTS tapes» // Journal of Physics: Conference Series – 2014. – V. 507. – p. 022003 (4 pp.).

A5. S. V. Shavkin, A. K. Shikov, **I. A. Chernykh**, V. V. Guryev, E. S. Kovalenko, E. V. Yakovenko, M. L. Zanaveskin, D. N. Rakov, A. E. Vorobieva. «Diagnostics of target inhomogeneity and influence of YBCO target oxygen content on properties of HTSC 2G samples fabricated by PLD technique» // Journal of Physics: Conference Series – 2014. – V. 507. – p. 022030 (4 pp.).

A6. М.Я. Гараева, **И.А. Черных**, Т.С. Крылова, Р.И. Шайнуров, Е.П. Красноперов, М.Л. Занавескин «Разработка подхода формирования эпитаксиальных структур $YBa_2Cu_3O_x$ -интерслой- $YBa_2Cu_3O_x$ с высокой токонесущей способностью» // Письма в Журнал технической физики, № 40. – вып. 20. – 2014. – с. 47-53.