

Статья

Влияние отжига на критический ток ВТСП лент, облучённых ионами Fe

Д. А. Абин¹*, И. А. Руднев^{1,2}, М. А. Осипов¹, Р. Г. Батулин²

1 Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, Москва, Россия

2 Институт физики, Казанский (Приволжский) федеральный университет, 420008, Казань, Россия

* e-mail: Dima_abin@mail.ru

Современные высокотемпературные сверхпроводящие (ВТСП) ленты востребованы для изготовления мощных электромагнитов токамаков. В силу конструкционных особенностей ВТСП материал будет находится в радиационном поле продуктов распада термоядерной реакции, а конкретно будет подвержен влиянию нейтронов с энергией около 14 МэВ, что приводит к накоплению дефектов и деградации критических характеристик. В данной статье рассматривается отжиг облучённой ионами ленты (имитационное облучение) с открытым ВТСП слоем как способ восстановления характеристик за счёт частичной рекомбинации накопленных дефектов. Показано, что облучение ионами Fe^{2+} приводит к уменьшению величины критического тока в 2–3,5 раза, а последующий отжиг при температуре 180–210 °С, позволяет поднять критический ток на 30–40% относительно тока облучённой ленты.

Ключевые слова: ВТСП, критический ток, отжиг, термическая обработка, ионное облучение, петли намагничивания.

1. Введение

В настоящее время в мире наметилась тенденция создания мегасайенс установок нового поколения (токамаки, синхротроны, ускорители). Среди токамаков можно выделить компактный термоядерный peaktop ARC («affordable, robust, compact»), разрабатывающийся в Maccaчусетском технологическом институте (MIT) и токамак с реакторными технологиями (TPT), разрабатывающийся в России. Одним из ключевых факторов, во многом влияющих на эффективность удержания плазмы в таких установках, является величина магнитного поля. В то время как первые токамаки использовали медный электромагнит, более современные устройства, такие как международный экспериментальный термоядерный реактор (ИТЭР), используют в обмотках электромагнитов кабели на основе низкотемпературных сверхпроводящих материалов Nb₂Sn. С момента создания ИТЭР технология производства сверхпроводящих проводов и кабелей шагнула далеко вперёд. Современные сверхпроводящие ленты 2-го поколения, изготовленные из высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), таких как редкоземельные купраты бария (REBa₂Cu₂O_{7,2}), позволяют разрабатывать электромагниты со значительно большей напряжённостью поля, которые могут работать при более высоких температурах. Повышенная напряжённость поля и сниженные требования к охлаждению позволяют создавать более компактные токамаки [1-3]. Проект токамака ТРТ предполагает удержание плазмы магнитным полем величиной до 8 Тл, которое возможно создать в заданной геометрии установки только с использованием сверхпроводящих электромагнитов на ВТСП композитах. В силу конструкционных особенностей токамаков, отсутствует возможность разместить полностью надёжную радиационную защиту между плазмой и обмотками электромагнита. Таким образом ВТСП композит находится в радиационном поле продуктов термоядерной реакции, в том числе нейтронов с энергией около 14 МэВ, что приводит к образованию дополнительных дефектов в сверхпроводящем слое ВТСП композита. Транспортные токовые и магнитные свойства ВТСП композитов, входящих в состав обмоток электромагнита, сильно чувствительны к типу и концентрации дефектов в сверхпроводящем слое.

Необходимо понять, как нейтронное облучение изменит атомную структуру ленты REBa₂Cu₃O_{7-х} и изменит сверхпроводящие свойства магнитов во время работы. Нейтроны передают энергию посредством упругих столкновений с атомами, из которых состоит материал. Если энергия, передаваемая атому, больше, чем зависящая от материала пороговая энергия смещения, то атом смещается. Предыдущие оценки пороговой энергии вытеснения кислорода в YBa₂Cu₃O_{7-х} находятся в диапазоне 4,2–18,8 эВ [4]. Затем этот атом может вытес-

нять другие атомы, что приводит к каскаду столкновений. После этой начальной, баллистической фазы наступает фаза рекомбинации, когда смещенные атомы могут вернуться в эквивалентное место, тем самым устраняя часть возникших повреждений. Рекомбинация дефектов сильно зависит от подвижности составляющих их частиц. Ожидается, что в YBa₂Cu₃O_{7-х} ионы кислорода будут очень подвижными [5], а катионы Ва и Y обладают высокими энергиями активации. В любом случае можно ожидать, что фаза рекомбинации вряд ли будет эффективной при рабочих температурах термоядерных магнитов, где температуры достигают порядка 25 К.

Под действием ионизирующего излучения в сверхпроводнике образуются дефекты различного типа, которые могут являться центрами пиннинга магнитных вихрей [6]. На практике для изменения магнитных и транспортных свойств ВТСП используется облучение нейтронами [7], протонами [8], электронами [9], γ-квантами [10] и тяжелыми ионами [11]. Многочисленные исследования [12–17] показывают, что ионное облучение при малых флюенсах может приводить как к повышению, так и к понижению критического тока YBa₂Cu₃O_{7-х}, при этом повышение криттока связано с образованием новых центров пиннинга; понижение может быть связано со снижением критической температуры при росте концентрации дефектов и перекрытием их потенциальных ям [18]. При высоких флюенсах объёмный пиннинг вихрей Абрикосова определяется только радиационными дефектами [19].

Ионное облучение часто используется для имитации нейтронного облучения. В работе [20] данный метод использовался для изучения эволюции сверхпроводящих свойств GdBa₂Cu₃O_{7-х} при рабочих температурах. Это исследование показывает, что для большинства образцов наблюдается снижение плотности критического тока Ј и критической температуры Т схожее при рабочих и комнатных температурах. Авторы также отмечают значительное восстановление Ј и Т в образцах, облученных при рабочих температурах и оставленных для отжига при комнатной температуре. В дополнение к использованию в качестве заменителя нейтронного облучения, ионное облучение широко используется для манипулирования сверхпроводящими свойствами ВТСП [21-25]. Вносимые дефекты зависят от энергии входящей частицы, при этом легкие ионы с более низкой энергией приводят к образованию некоррелированных точечных дефектов и кластеров дефектов, в то время как тяжелые ионы приводят к образованию коррелированных ионных треков [26]. Столбчатые дефекты действуют как эффективные центры закрепления магнитного потока, однако закрепление сильно анизотропно [27]. Напротив, закрепление магнитного потока на точечных дефектах и кластерах менее эффективно, хотя эффект менее анизотропен. Исследование атомарной структуры ВТСП плёнок Y(Dy)BCO, отожжённых после облучения ионами Au с энергией 18 МэВ, показало некоторую рекомбинацию кислородных вакансий в плоскостях CuO₂, приводящую к частичному восстановлению Т_с и собственного магнитного поля [28].

В данной работе рассматривается отжиг облучённых ВТСП лент как метод восстановления их критических параметров. Предполагается, что повышение температуры будет приводить к более эффективной рекомбинации радиационных дефектов от имитационного ионного облучения.

2. Использованные материалы и/или методы

В данной работе использовались ВТСП ленты 2-го поколения производства фирмы ЗАО СуперОкс. Лента состоит из подложки Hastelloy C276 толщиной 40–60 мкм, на которую нанесены буферные слои суммарной толщиной несколько сотен нм, слоя сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ толщиной 1,5–2 мкм, слоя Ag толщиной 1,5–2 мкм и финишного медного покрытия толщиной 5 мкм. С ленты предварительно химическими методами стравливались защитные слои меди и серебра. Методом химического травления в растворе хлористого железа FeCl₃ локально смывалась медь из расчёта 1 минута на 1 микрометр толщины медного слоя (при комнатной температуре). Предварительно поверхность меди очищалась техническим спиртом, и на ней формировалась маска из металлического скотча. Для локального удаления серебра применялся раствор H₂O, H₂O,

и NH₄OH в долевом отношении 50:20:10. Время травления составляет 3–5 секунд на микрометр толщины слоя Ag. Данная химическая реакция экзотермическая, и критически важно не допускать перегрев сверхпроводящего слоя, так как это может привести к значительной деградации токонесущих характеристик. С этой целью образец попеременно помещался в травящий раствор и холодную воду. Подробнее подготовка образцов и технология облучения описаны в статьях [29, 30].

Облучение производилось непосредственно открытого ВТСП слоя ионами Fe²⁺ с энергией E = 5,6 MeB до флюенса $\Phi = 5 \times 10^{13}$ см⁻². Облучение проводилось в вакууме при комнатной температуре, и в процессе образцы не нагревались более чем на 1 °C. Моделирование процесса облучения было проведено в программном пакете SRIM/TRIM. Облучённые ленты подвергались отжигу при одной из следующих температур 110, 130, 180, 210, 250, 300 °C в атмосфере воздуха. Термическая обработка производилась при постоянной температуре на протяжении 3 часов с предварительным нагревом и последующим остыванием с постоянной скоростью. Схема отжига приведена на рис. 1. Измерение петель намагничивания с помощью установки PPMS-9 проводилось до и после термической обработки в диапазоне магнитных полей от -5 до +5 Тл, направленных перпендикулярно плоскости ВТСП слоя, при температурах 5, 10, 20, 30, 40, 50, 65, 77 К. Размах петли намагничивания при заданном внешнем магнитном поле пропорционален величине критического тока. Таким образом, изучая влияние различной температуры отжига на размах петли намагничивания, можно определить оптимальную температуру отжига для улучшения критического тока ВТСП лент.



Рис. 1. Зависимость температуры в камере от времени в процессе отжига образцов с указанием скоростей нагрева и охлаждения

3. Результаты

Моделирование процесса облучения в программном пакете SRIM/TRIM показало, что Fe²⁺ с энергией E=5,6 MeB не могут преодолеть слой Cu толщиной 5 мкм, а в случае открытого Ag слоя толщиной 1,5 мкм происходит имплантация ионов в ВТСП слой. Поскольку нам интересен режим создания радиационных дефектов без имплантации ионов в ВТСП слой было принято решении о химическом травлении защитных слоёв ленты.

Моделирование облучения открытого ВТСП слоя демонстрирует образование первично выбитых атомов и разветвлённого каскада смещений внутри ВТСП слоя. При этом подавляющее большинство ионов проходят сквозь ВТСП слой и имплантируются в подложке [29, 31]. Таким образом дефектообразование в ВТСП слое мы связываем в основном с образованием точечных дефектов пар Френкеля.

На рис. 2–5 приведены петли намагничивания необлучённого образца, облучённого образца и образцов облучённых после отжига при температуре 210 и 300 °C. Так как размах петли намагничивания при заданном внешнем магнитном поле пропорционален величине критического тока, из рис. 3 можно видеть, что облучение с флюенсом $\Phi=5\times10^{13}$ см⁻² привело к деградации величины критического тока в 2–3,5 раза. Отжиг облучённой ВТСП ленты с открытым ВТСП слоем в атмосфере воздуха при температуре 210 °C позволил частично компенсировать деградацию I_e, вызванную облучением и поднять величину I_e на 30–40% относительно показателей облучённого образца без термической обработки. Это связано с частичной рекомбинацией радиационных дефектов при повышении температуры. На рис. 5 видно полное отсутствие диамагнитного вклад в зависимости намагниченности от поля. На основании этого можно сделать вывод, что отжиг при температуре 300 °C приводит не только к рекомбинации радиационных дефектов, но к изменениям в изначально созданной кристаллической структуре ВТСП слоя, что приводит к полной потере сверхпроводящих свойств.

На рис. 6–8 показаны зависимости размаха петель намагничивания от величины внешнего магнитного поля, приведены измерения при температурах 77, 40, 5 К. На основе этих данных можно выделить ряд закономерностей характерных для всего температурного диапазона 5–77 К. Отжиг при температурах 110–210 °C приводит к увеличению I_c. Как показано на рис. 9 максимальный положительный эффект от термической обработки достигается в диапазоне температур 180–210 °C. Значительная деградация I_c наблюдается при отжиге с температурой 250 °C.



Рис. 2. Зависимость намагниченности необлучённого образца ВТСП ленты от внешнего магнитного поля при различной температуре



Рис. 3. Зависимость намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe²⁺ до флюенса Φ=5×10¹³ см⁻², от внешнего магнитного поля при различной температуре



Рис. 4. Зависимость намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe^{2+} до флюенса $\Phi=5\times10^{13}$ см⁻², от внешнего магнитного поля при различной температуре, после термической обработки при температуре 210 °C



Рис. 5. Зависимость намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe^{2+} до флюенса $\Phi=5\times10^{13}$ см⁻², от внешнего магнитного поля при различной температуре, после термической обработки при температуре 300 °С



Рис. 6. Зависимость размаха петли намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe²⁺ до флюенса Φ=5×10¹³ см⁻², от внешнего магнитного поля при температуре 77 K, после термической обработки при различной температуре



Рис. 7. Зависимость размаха петли намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe²⁺ до флюенса Φ=5×10¹³ см⁻², от внешнего магнитного поля при температуре 40 K, после термической обработки при различной температуре



Рис. 8. Зависимость размаха петли намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe²⁺ до флюенса Φ=5×10¹³ см⁻², от внешнего магнитного поля при температуре 5 K, после термической обработки при различной температуре



Рис. 9. Зависимость размаха петли намагниченности образца ВТСП ленты, облучённого ионами Fe²⁺ до флюенса Φ=5×1013 см⁻², от температуры отжига, в нулевом магнитном поле

4. Выводы

В данной работе рассмотрено влияние термической обработки предварительно облучённой открытой ВТСП ленты на величину критического тока. Облучение ионами Fe²⁺ с энергией E=5,6 MeB до флюенса Φ =5×10¹³ см⁻² привело к уменьшению I_c в 2–3,5 раза. Последующая термическая обработка в кислородной атмосфере позволила поднять величину I_c облучённой ленты на 30–40%, что мы связываем с рекомбинацией накопленных радиационных дефектов. Наилучший эффект наблюдался в диапазоне температур отжига 180–210 °C. При температуре отжига 250 °C проявилась значительная деградация I_c, а при 300 °C произошла полная потеря сверхпроводящих свойств.

Благодарности

Работа поддержана Государственным научным заданием (проект FSWU-2020-0035) при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Литература

- [1] A. Sykes, et.al., IEEE Trans. Plasma Sci., 42, 482 (2014).
- [2] A. Costley, et al., Nucl. Fusion, 55, 033001 (2015).
- [3] A. Sykes, et al., Nucl. Fusion, 58, 016039, 2018.
- [4] F. Cui, et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, 91, 374 (1994).
- [5] G. Cannelli, et al., State Commun., 77, 429 (1991).

[6] A. A. Abrikosov, Sov. Phys. JETP **5**, 1174 (1957).[7] J. S. Umezawa, et al., Phys. Rev. B, **36**, 7151 (1987).

- [8] B. M. Vlcek, et al., Phys. Rev. B 40, 67 (1993).
- [9] J. Giapintzakis, et al., Phys. Rev. B 45, 10677 (1992).
- [10] M. K. Hasan, et al. Supercond. Sci. Technol., 12, 606 (1999).
- [11] L. Civale, et al., Phys. Rev. Lett. 67, 648 (1991).
- [12] K. J. Leonard, et al., Nucl. Mater. Energy 9, 251 (2016).
- [13] D.X. Fischer, et al., Supercond. Sci. Technol. 31, 4, 044006 (2018).
- [14] J. Emhofer, et al., Supercond. Sci. Technol. 26, 3, 035009 (2013).
- [15] I.A. Rudnev, et al., Phys. Lett. A 372, 21, 3934 (2008).
- [16] J. Trastoy, et al., Physica C 506, 15, 195 (2014).
- [17] А. И. Подливаев, И. А Руднев, ФТТ 63, 6, 712 (2021).
- [18] M. Jirsa, et al., Supercond. Sci. Technol., 30, 4, 045010 (2017).
- [19] R. Prokopec, et al., Supercond. Sci. Technol. 28, 1, 014005 (2014).
- [20] W. Iliffe, et al., Supercond. Sci. Technol., 34, 09LT01 (2021).
- [21] J. Pedarnig, et al., Phys. Proc. 36, 508 (2012).
- [22] D. Huang, et al., Supercond. Sci. Technol. 34, 045001 (2021).
- [23] B. Roas, et al., Appl. Phys. Lett. 54, 1051 (1989).
- [24] R. Kumar, et al., Solid State Commun. 106, 805 (1998).
- [25] H. Watanabe, et al., Physica C 179, 75 (1991).
- [26] J. Hua, et al., Phys. Rev. B 82, 024505 (2010).
- [27] J. L. MacManus-Driscoll, et al., Nat. Mater. 3, 439 (2004).
- [28] Y. Zhang, et al., Sci. Rep. 10, 14848 (2020).
- [29] I. A. Rudnev et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. 32, 4 (2022).
- [30] P. A. Fedin, Physics of Atomic Nuclei. 85, 50 (2022).
- [31] И. А. Руднев и др., ФТТ 65, 386 (2023).

Influence of annealing on the critical current of 2G HTS tapes irradiated Fe ions

D. A. Abin^{1*}, I. A. Rudnev^{1,2}, M. A. Osipov¹, R. G. Batulin²

1 National research nuclear university «MEPHI», 115409, Moscow, Russia

2 Kazan Federal University, 420008 Kazan, Russia

* e-mail: Dima_abin@mail.ru



Абин Дмитрий Александрович – инженер-исследователь, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (НИЯУ МИФИ).

Dmitrii Abin, Research engineer, National research nuclear university «MEPHI».



Руднев Игорь Анатольевич, доктор физико-математических наук, профессор, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (НИЯУ МИФИ).

Dr., Prof. Igor Rudnev, National research nuclear university «MEPHI».



Осипов Максим Андреевич – инженер-исследователь, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия. Maxim Osipov, Research engineer, National research nuclear university «MEPHI».



Батулин Руслан Германович – кандидат физ.-мат наук, Институт физики, Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия.

Dr. Ruslan Batulin, Kazan Federal University.