06

# Остаточные напряжения на интерфейсе между несущей лентой и слоем YSZ при изготовлении ВТСП проводов второго поколения

© А.В. Иродова, Е.А. Головкова, О.А. Кондратьев, В.С. Круглов, В.Е. Крылов, С.А. Тихомиров, С.В. Шавкин

Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", 123182 Москва, Россия e-mail: Irodova AV@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 1 августа 2022 г. В окончательной редакции 1 августа 2022 г. Принято к публикации 23 августа 2022 г.

С помощью ренттеновской дифракции определены остаточные напряжения на поверхности несущей ленты из нержавеющей стали AISI 310S, используемой при изготовлении ВТСП проводов второго поколения в НИЦ "Курчатовский институт", от поставки до нанесения основного буферного слоя YSZ между лентой и сверхпроводящим слоем, и остаточное напряжение в самом буферном слое YSZ. На поверхности ленты в состоянии поставки обнаружено вызванное прокаткой сжимающее напряжение  $\sim -0.8$  GPa. В процессе обработки оно меняется в пределах от -0.5 до -1.1 GPa. На каждом этапе найдено его распределение по глубине до  $10\,\mu{\rm m}$  и определены вызванные обработкой остаточные напряжения. Остаточное напряжение в слое YSZ, нанесенном по технологии ABAD, является сжимающим и составляет -3.29 GPa. Слой имеет дефектную, по типу радиационного распухания, монокристаллическую структуру с периодом решетки в ненапряженном состоянии 5.1820 Å, на 0.9% больше, чем в обычном кристалле. Полученные результаты находятся в согласии с данными ранее проведенного нейтрон-дифракционного исследования остаточных напряжений внутри несущей ленты.

**Ключевые слова:** остаточное напряжение, ВТСП-2, лента AISI 310S, слой YSZ, кристаллическая структура YSZ, рентгеновская дифракция.

DOI: 10.21883/JTF.2022.12.53887.197-22

## Введение

Высокотемпературные сверхпроводящие провода второго поколения (ВТСП-2) на основе сверхпроводящей керамики  $RBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ , где R — редкоземельный металл (REBCO) или иттрий (YBCO), признаны безальтернативными материалами для создания мощных магнитов компактных термоядерных реакторов, электрических авиационных двигателей и генераторов, космических систем движения с электрическим приводом, экранов, защищающих от космического излучения, и многого другого [1]. При работе в сильных магнитных полях они должны выдерживать большие растягивающие напряжения, возникающие в обмотках магнита, без потери токонесущей способности.

ВТСП-2 имеют сложную многослойную архитектуру [1], в которой базовыми являются три компонента. Несущая металлическая лента-подложка, помимо прочего, обеспечивает механическую прочность провода. Почти монокристаллический сверхпроводящий слой REBCO (YBCO) определяет токонесущие характеристики провода. Сильно текстурированные буферные слои между несущей лентой и сверхпроводящим слоем служат для эпитаксиального выращивания сверхпроводящего слоя и его защиты от химического взаимодействия с материалом ленты. Все другие слои, наносимые на сверхпроводящий слой,

выполняют защитные и стабилизирующие функции. Способы обработки и конкретные параметры несущей ленты и наносимых слоев зависят от технологии [1].

Как показывают испытания на растяжение ВТСП-2 с несущими лентами из сплавов Hastelloy C-276 и Ni-W [2,3], электромеханическая устойчивость провода зависит не только от механических свойств несущей ленты, но и от внутреннего остаточного напряжения в сверхпроводящем слое. Будучи сжимающим, оно до некоторой степени компенсирует внешнее растягивающее напряжение и тем самым сдерживает разрушение слоя. К такому же выводу приводят результаты исследования электромеханических свойств тонкослойных ВТСП-2 с несущей лентой из нержавеющей стали AISI 310S [4]. Принимая во внимание эпитаксиальную связь сверхпроводящего и буферных слоев, можно предполагать, что остаточные напряжения в буферных слоях действуют сходным образом. Реальная значимость остаточных напряжений для электромеханической устойчивости ВТСП-2 может быть установлена только экспериментально в результате прямых измерений.

Остаточные напряжения внутри несущей ленты AISI 310S на начальных стадиях изготовления провода измерены с помощью нейтронной стрессдифрактометрии [5,6]. Напряжения в сверхпроводящем

				Состав					Плотность, g/cm <sup>3</sup>	$\mu$ , cm <sup>-1</sup>
	wt.%									
Лента AISI 310S	Ni 20.3(2)	Cr 24.1(3)	Fe 54.4(2)	Mn 1.28(2)	C 0.25	P 0.045	S 0.030	Si 1.50	7.9	1853.6
Слой YSZ	$ Y_x Zr_{1-x} O_2 $ $ x = 0.146(2) $			Содержание Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , mol.% 7.9(1)				6.0	625.3	

**Таблица 1.** Элементный состав и линейные коэффициенты поглощения  $CuK_a$ -излучения  $\mu$  для ленты из нержавеющей стали AISI 310S и слоя YSZ (в скобках ошибка в последнем знаке)

и буферных слоях можно определить только рентгеновскими методами [7]. Такие работы проводятся на сверхпроводящих слоях REBCO и YBCO, выращенных на монокристаллических подложках LaAlO<sub>3</sub> и SrTiO<sub>3</sub> [8–11]. В технологическом отношении эти слои имеют мало общего с реальными слоями в ВТСП-2, поэтому к полученным результатам следует относиться критически. Остаточное напряжение в реальном буферном слое YSZ (ZrO<sub>2</sub>, стабилизированный Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yttria Stabilized Zirconia) на ленте из сплава Hastelloy измерено в [12]. Но результат, как оказалось, не применим к другим лентам. В частности, по полному балансу упругих сил он не согласуется с данными об остаточном напряжении внутри ленты AISI 310S с таким же слоем [6]. Очевидно, в каждом ВТСП-2 остаточные напряжения индивидуальны, и их можно достоверно определить только в процессе изготовления провода.

Ранее [5,6] мы измерили остаточные напряжения внутри ленты AISI 310S, используемой в качестве несущей при изготовлении ВТСП-2 в НИЦ "Курчатовский институт", от поставки до нанесения основного буферного слоя YSZ включительно. Здесь мы приводим результаты рентгеновского дифракционного исследования остаточных напряжений на поверхности этой ленты на тех же этапах изготовления провода, а также в самом буферном слое YSZ. Работа выполнена на установках ресурсного центра "Рентген" НИЦ "Курчатовский институт" [13].

# Методическая часть

# 1.1. Образцы

В качестве образцов использовали те же ленты, на которых проводились нейтронные исследования [5,6], чтобы обеспечить преемственность результатов.

- (1) Исходная лента из нержавеющей стали AISI 310S толщиной 100  $\mu$ m и шириной 4 mm в состоянии поставки металлургической компанией, холоднокатаная полунагартованная, предел прочности на растяжение, согласно стандарту,  $\sigma_{\rm B} = 600 - 750 \, \text{MPa}$ .
- (2) Полированная лента исходная лента, одна из сторон которой подверглась механической полировке

при комнатной температуре с использованием в качестве абразива оксида алюминия с дисперсностью частиц 1 и  $0.3\,\mu\mathrm{m}$ ; толщина полированной ленты около  $98\,\mu\mathrm{m}$ .

(3) Лента с текстурированным буферным слоем из стабилизированного иттрием диоксида циркония (YSZ), нанесенным на полированную сторону по технологии ABAD (Alternating Beam Assisted Deposition) [14] при температуре 50°C. Толщина слоя YSZ, определенная с помощью системы для рефлектометрии тонких пленок NanoCalc-VIS Ocean Optics, составляет 2.1 µm.

Элементный состав ленты AISI 310S и слоя YSZ приведен в табл. 1; там же для них даны линейные коэффициенты поглощения  $\mathrm{Cu} K_{\alpha}$ -излучения, которое использовалось в работе. Состав определен в результате микрорентген-флуоресцентного анализа на спектрометре Bruker AXS M4 TORNADO по десяти точкам, равномерно распределенным по ширине ленты на длине 10 mm; для легких элементов (C, Si, P и S) данные взяты из [15]. Коэффициенты поглощения рассчитаны по таблицам [16]; в расчетах использовалась плотность монокристалла  $8 \text{ mol.} \% \text{ Y}_2 \text{O}_3 - \text{ZrO}_2$  [17], близкого по составу к слою YSZ, и рентгеновская плотность ленты AISI 310S c  $a_0 = 3.59 \,\text{Å}$  [6].

Глубина проникновения рентгеновского излучения в плоский образец, t, оценивается как [18]:

$$t = \frac{4.61}{2\mu} \sin \theta,$$

где  $\mu$  и  $\theta$  — линейный коэффициент поглощения и угол падения/отражения излучения на поверхность образца соответственно. Для слоя YSZ глубина проникновения  $\mathrm{Cu} K_{\alpha}$ -излучения в рабочем диапазоне углов  $\theta$  от 10до  $50^{\circ}$  составляет от 6 до  $28\,\mu{\rm m}$  (см.  $\mu$  в табл. 1), что превышает его толщину в 3-14 раз. Поэтому измеренные остаточные напряжения будут усредненными по всей толщине слоя YSZ. Иначе обстоит дело с лентой AISI 310S. Для нее в том же диапазоне углов глубина проникновения  $CuK_{\alpha}$ -излучения составляет от 2 до  $10\,\mu{\rm m}$ , и в эксперименте будет виден только тонкий слой на поверхности. Его толщина будет разной для отражений от разных кристаллических плоскостей (hkl), и каждое отражение будет нести информацию о том слое, в котором оно сформировалось.

Количественное определение остаточных напряжений в материале предполагает знание его ненапряженного состояния. Для тонких слоев такая информация не всегда доступна. Хотя разработаны приемы, которые позволяют обходиться без нее [19], достоверность получаемых с их помощью результатов часто вызывает вопросы. Поэтому ненапряженное состояние слоя YSZ было получено экспериментально. С этой целью слой YSZ был осажден на неполированную поверхность стальной ленты в тех же условиях, что и на полированную. Затем лента быстро, в течение нескольких секунд, была нагрета примерно на 400°С, после чего слой осыпался (заметим, что более сильный нагрев до 800°С не приводит к такому эффекту).

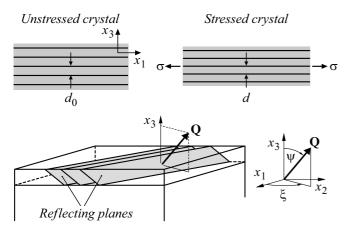
Для оценки ненапряженного состояния стальной ленты была использована холоднокатаная лента AISI 310S в ненагартованном состоянии с пределом прочности  $\sigma_{\rm B} = 520-550\,{\rm MPa}.$ 

## 1.2. Определение остаточных напряжений

Остаточные упругие напряжения в тонких слоях определяют по вызываемой ими деформации — изменению расстояний d между кристаллическими плоскостями (hkl) [19] (рис. 1). Межплоскостные расстояния измеряют с помощью рентгеновской дифракции, используя закон Вульфа—Брэгга

$$2d\sin\theta = \lambda n$$
,

где  $\lambda$  — длина волны излучения,  $\theta$  — брэгговский угол отражения, n — порядок отражения, измерения прово-



**Рис. 1.** К определению остаточных упругих напряжений в тонких кристаллических слоях [19] (пояснения в тексте). Вверху — схематичное изображение расстояний  $d_0$  между кристаллическими плоскостями (hkl) в ненапряженном кристалле (слева) и расстояний d в том же кристалле, подвергнутом равно двуосному растягивающему напряжению  $\sigma$  (справа). Внизу — схематичное изображение отражающих кристаллических плоскостей в слое на подложке. Плоскости ориентированы так, что перпендикулярный к ним вектор рассеяния рентгеновских лучей  $Q = 2\pi/d$ ) образует угол  $\psi$  с нормалью к поверхности слоя (осью  $x_3$ ), а проекция Q на эту поверхность  $(x_1, x_2)$  образует угол  $\xi$  с осью  $x_1$ .

дят для отражений первого порядка, n=1. В общем случае напряжение и деформация являются анизотропными и зависят от направления в плоскости слоя (угла  $\xi$  на рис. 1). Но для рассматриваемых лент их можно считать изотропными [6].

При изотропных напряжении и деформации для поликристаллического слоя

$$\varepsilon_{\psi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} = \sigma \left( -\frac{2\nu}{E} + \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi \right), \tag{1}$$

где  $d_0$  и  $d_\psi$  — межплоскостные расстояния для ненапряженного и напряженного состояния соответственно,  $\varepsilon_\psi$  и  $\sigma$  — относительная деформация и среднее напряжение в слое соответственно,  $\psi$  — угол между вектором рассеяния и нормалью к поверхности слоя (рис. 1), E и  $\nu$  — модуль Юнга и коэффициент Пуассона соответственно. Для стали AISI 310S E=200 GPa и  $\nu=0.27$  [20].

Если слой монокристаллический, то деформация и напряжение в нем определяются упругими константами. Для кубического монокристалла, каковым является 8 mol.%  $Y_2O_3$ — $ZrO_2$  [17], число независимых констант упругой жесткости c и связанных с ними констант упругой податливости s три —  $c_{11}$ ,  $c_{12}$ ,  $c_{44}$  и  $s_{11}$ ,  $s_{12}$ ,  $s_{44}$  [19,21]. И если плоскостью раздела между слоем и подложкой является (001), как в случае YSZ [12], то

$$\varepsilon_{\psi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} = \sigma \left[ 2s_{12} + (s_{11} - s_{12}) \sin^2 \psi \right], \quad (2)$$

где

$$s_{11} = \frac{c_{11} + c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})},$$

$$s_{12} = \frac{-c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}, \quad s_{44} = \frac{1}{c_{44}}.$$
 (3)

По упругим константам монокристалла можно рассчитать обычный для поликристаллических материалов модуль всестороннего сжатия K, модуль Юнга E и коэффициент Пуассона  $\nu$  [22,23]:

$$K = \frac{c_{11} + 2c_{12}}{3}, \ E_i = \frac{9KG_i^*}{3K + G_i^*}, \ \nu_i = \frac{3K - 2G_i^*}{2(3K + G_i^*)}, \ (4)$$

где

$$G_1^* = G_1 + 3\left(\frac{5}{G_2 - G_1} - 4\beta_1\right)^{-1},$$

$$G_2^* = G_2 + 2\left(\frac{5}{G_1 - G_2} - 6\beta_2\right)^{-1},$$

$$G_1 = \frac{c_{11} - c_{12}}{2}, \quad G_2 = c_{44},$$

$$3(K + 2G_1)$$

$$3(K + 2G_2)$$

 $eta_1 = -rac{3(K+2G_1)}{5G_1(3K+4G_1)}, \quad eta_2 = -rac{3(K+2G_2)}{5G_2(3K+4G_2)}.$ Here i=1,2 is depending (4) otherwise K weekens

Индекс i=1, 2 в формулах (4) относится к жесткостям  $G_1^*$  и  $G_2^*$  (5), большая из которых есть жесткость Хашина (Hashin)  $G_{\rm H}$ , а меньшая — жесткость Штрикмана (Shtrikman)  $G_{\rm S}$  [22].

**Таблица 2.** Константы упругой жесткости c и рассчитанные по формуле (3) константы упругой податливости s для кубического монокристалла 8 mol.%  $Y_2O_3$ — $ZrO_2$ . Модуль Юнга  $E_{exp}$ , коэффициент Пуассона  $\nu_{exp}$  и рассчитанные по формулам (4) и (5) их граничные значения  $E_{\rm H},\,E_{\rm S}$  и  $\nu_{\rm H},\,\nu_{\rm S}$  для поликристалла

c <sub>11</sub> , GPa	c <sub>12</sub> , GPa	c44, GPa	Ссылка	
394.0 91.0		56.0	[24,25,26]	
410.0	90.0	53.0	[24,27]	
415.0	119.0	57.0	[24,27]	
408.2	82.4	54.0	[28]	
401.8	95.2	55.8	[29]	
405.8	95.5	55.2	Среднее значение	
8.1	13.9	1.6	Стандартное отклонение	
$s_{11}$ , $GPa^{-1}$ $0.00271 \pm 0.00007$	$s_{12}$ , $GPa^{-1}$ -0.00052 ± 0.00007	$s_{44},\mathrm{GPa^{-1}} \\ 0.01814 \pm 0.00054$		
$E_{\rm exp}$ , GPa [30] $221.0 \pm 1.4$	$E_{ m H},~{ m GPa}$ 225.9 $\pm$ 1.5	$E_{ m S},~{ m GPa}$ 216.0 $\pm$ 2.4		
$ u_{\rm exp} \ [30] \\ 0.320 \pm 0.001$	$ u_{ m H} $ $0.310 \pm 0.009$	$ u_{\rm S} $ $0.319 \pm 0.008$		

В табл. 2 для монокристалла  $8 \text{ mol.} \% \text{ Y}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$  приведены измеренные значения констант упругой жесткости [24-29] и рассчитанные по формулам (3) константы упругой податливости. Там же для поликристалла того же состава даны измеренные значения модуля Юнга  $E_{\rm exp}$  и коэффициента Пуассона  $v_{\rm exp}$  [30] в сравнении с верхней и нижней границами, определенными по формулам (4) и (5).

В монокристаллических слоях из-за узкого диапазона углов  $\psi$ , доступных для измерений на одной кристаллической плоскости, остаточные напряжения определяют по методу CGM (Crystallite Group Method), используя несколько плоскостей из разных кристаллических групп  $\{hkl\}$  [31–33]. Если условия задачи позволяют, то достаточно использовать плоскости одной кристаллической зоны, которая содержит кристаллическую плоскость, параллельную поверхности слоя  $(\psi = 0)$ . Образец поворачивают вокруг оси зоны на углы  $\psi$ , соответствующие углам между плоскостями зоны, и измеряют межплоскостные расстояния  $d_{\psi}$ для плоскостей зоны [33]. Относительная деформация для плоскостей зоны рассчитывается как обычно:  $\varepsilon_{\psi} = (d_{\psi} - d_0)/d_0$ . В результате деформация в монокристаллическом слое становится известной в широком диапазоне углов  $\psi$ , который задается углами между плоскостями зоны.

## 1.3. Измерения

Измерения проводили с использованием  $CuK_{\alpha}$ -излучения на порошковом дифрактометре Bruker D8 Advance и четырехкружном дифрактометре Rigaku SmartLab при комнатной температуре. Для уточнения положений дифракционных пиков использовали внутренний эталон Ge, который наносился на поверхность образцов в виде мелкодисперсного порошка. Полученные данные обрабатывали методом полнопрофильного анализа с использованием пакета программ FullProf Suite [34]. Профиль дифракционных пиков подгоняли, используя дублет  $K_{\alpha}$  с перекрывающимися компонентами формы псевдо-Войт (pseudo-Voigt). Межплоскостные расстояния d определяли по центру тяжести пиков.

Данные для стальной ленты получены при  $\psi = 0$ на отражающих плоскостях, параллельных плоскости прокатки. Измерения слоя YSZ выполнены в той же геометрии на плоскости (002), параллельной поверхности

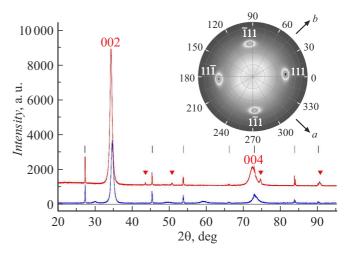


Рис. 2. Дифракционная картина от слоя YSZ на ленте (вверху) и в ненапряженном состоянии (внизу). Пики от стальной ленты отмечены треугольниками, пики от Ge вертикальными линиями. На вставке — полюсная фигура от плоскостей {111}, нулевой угол соответствует направлению прокатки стальной ленты, стрелками показаны направления осей а и b ячейки YSZ.

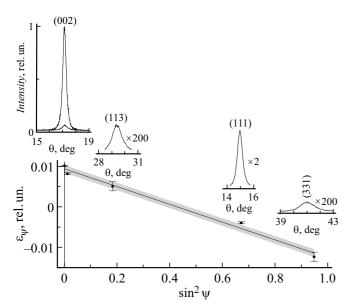
слоя. Верификация данных проведена по методу СGM с точечным фокусом  $100\,\mu\mathrm{m}$ . Использовалась кристаллическая зона  $[1\bar{1}0]$  с осью поперек направления прокатки ленты и плоскостями (002), (113), (111) и (331) (вставка на рис. 2). В кубической ячейке углы  $\psi$  для этих плоскостей равны 0, 25.24, 54.74 и 76.74° соответственно.

Данные для ненапряженного состояния YSZ получены на хлопьях слоя, осыпавшегося с неполированной ленты. Данные для ненапряженного состояния ленты AISI 310S получены на ненагартованной ленте.

# 2. Результаты

#### 2.1. Слой YSZ

На рис. 2 приведена рентгенограмма и полюсная фигура от плоскостей {111} для слоя YSZ на ленте в сравнении с рентгенограммой для свободного слоя YSZ в ненапряженном состоянии. Слой YSZ на ленте имеет выраженную двуосную текстуру [110] (002) с рассеянием меньше 10°: две оси кубической ячейки лежат в плоскости ленты под углами 45° к направлению прокатки, третья ось перпендикулярна плоскости ленты (вставка на рис. 2). Через слой YSZ хорошо видны дифракционные пики от стальной ленты. Обращает на себя внимание большая ширина отражений (002) и (004), в восемь раз превышающая ширину пиков от стальной ленты. В свободном слое YSZ ширина отражений не меняется, и сами отражения смещаются к большим углам; межплоскостное расстояние (002) уменьшается с 2.61525(5) до 2.59101(8) Å.



**Рис. 3.** Зависимость от  $\sin^2 \psi$  деформации  $\varepsilon_\psi$  для плоскостей (002), (113), (111) и (331) кристаллической зоны [ $1\bar{1}0$ ] в слое YSZ на ленте. Область в пределах среднего квадратичного отклонения от линейной аппроксимации (сплошная линия) обозначена серым цветом. Для каждой плоскости показан профиль брэгговского пика, для (002) при  $\psi=0$  и 6°.

Это означает, что слой YSZ на ленте находится в сжатом состоянии. Сжимающее напряжение, рассчитанное по формулам (1) и (2) при  $\psi = 0$  и данным из табл. 2, составляет  $-3.29 \pm 0.18\,\mathrm{GPa}$  для поликристалла и  $-8.99 \pm 1.26$  GPa для монокристалла. Похожий результат дает метод CGM (рис. 3). Экспериментальные точки  $\varepsilon_{\psi}$  хорошо аппроксимируются линейной по  $\sin^2 \psi$ функцией  $\varepsilon_{\psi} = 0.0094 - 0.0218 \sin^2 \psi$ . Сжимающее напряжение, рассчитанное по наклону прямой, составляет для поликристалла  $-3.66 \pm 0.33$  GPa, что в пределах погрешности согласуется со значением, полученным при  $\psi = 0$ . Для монокристалла оно несколько меньше, чем при  $\psi = 0$ ,  $-6.75 \pm 0.61$  GPa (очевидно, из-за использования в расчетах разных упругих констант), но все же намного больше, чем для поликристалла. Этот факт имеет простое объяснение.

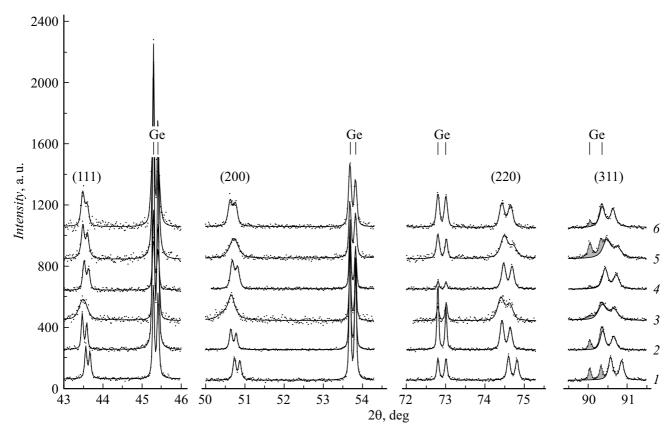
В свободном слое YSZ параметр кубической ячейки составляет  $5.18202 \pm 0.00016$  Å, что на 0.9% больше параметра ячейки обычного монокристалла такого же состава,  $5.135 \pm 0.005 \,\text{Å}$  [17]. В то же время большая ширина отражений указывает на наличие в структуре сильных микронапряжений (вызванных дислокациями, дефектами плоскостей скольжения, статическими смещениями атомов из узлов решетки и пр. [35]). Другими словами, слой YSZ имеет распухшую дефектную кристаллическую структуру, что не удивительно, если принять во внимание сильно неравновесные условия его формирования под действием интенсивного потока высокоэнергичных ионов Аг [14]. Этот эффект, сходный с радиационным распуханием материала, требует отдельного исследования. Но уже ясно, что по сравнению с обычным монокристаллом плотность слоя YSZ значительно снижена (почти на 3%), следовательно, снижена его жесткость. Поэтому расчет внутреннего напряжения по монокристальным данным дает завышенный результат.

Что касается значения, полученного для поликристалла,  $-3.29 \pm 0.18$  GPa, то по полному балансу упругих сил оно идеально соответствует среднему напряжению в стальной ленте-подложке +70 MPa, определенному нейтронным методом [6]:

$$-3.29 \,\text{GPa} \times 2.1 \,\mu\text{m} + 70 \,\text{MPa} \times 98 \,\mu\text{m} \approx 0.$$
 (6)

## 2.2. Лента AISI 310S

Дифракционные картины от ленты AISI 310S на разных этапах обработки ленты показаны на рис. 4. Определенные по ним межплоскостные расстояния d для плоскостей (hkl) в виде параметра  $a_d = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  приведены на рис. 5, слева. Период решетки для ненагартованной ленты (экстраполированный к  $\theta = 90^\circ$ ) составляет  $3.5939 \pm 0.0001$  Å и практически совпадает со значением  $3.5936 \pm 0.0002$  Å, найденным для ненапряженного состояния в нейтронном исследовании [6]. Относительная деформация  $\varepsilon_{310S}$  и напряжение



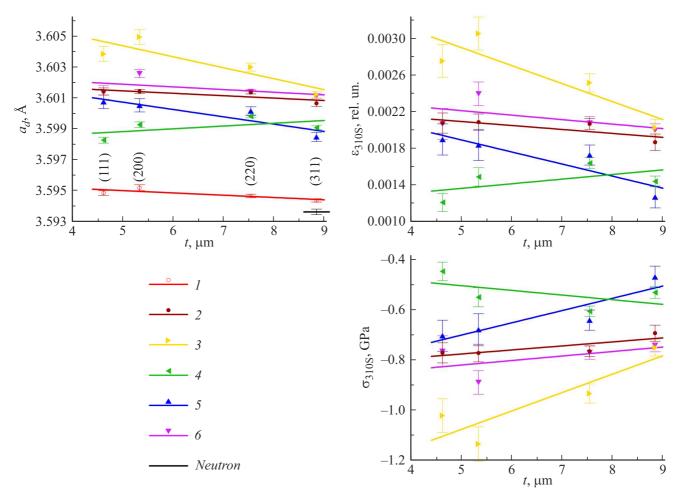
**Рис. 4.** Дифракционные пики от плоскостей (hkl) ленты AISI 310S и реперные пики Ge (для (311) заштрихованы), точки эксперимент, линии — подогнанный профиль. I — ненагартованная лента, 2 — исходная лента в состоянии поставки, 3 — полированная сторона исходной ленты после механической полировки, 4 — неполированная сторона, 5 — поверхность под слоем YSZ (ср. рис. 2), 6 — противоположная сторона, свободная от слоя YSZ.

 $\sigma_{310S}$  определенные по формуле (1) при  $\psi = 0$ , даны на рис. 5, справа.

Согласно полученным данным, в процессе обработки на поверхности ленты происходят следующие изменения. Исходно поверхность ленты сжата, на ней присутствует вызванное прокаткой сжимающее напряжение  $-0.8\,\mathrm{GPa}$ , которое распространяется вглубь больше чем на  $10\,\mu\mathrm{m}$  (рис. 5, справа внизу). При механической полировке (рис. 6, слева вверху) сжатие усиливается на полированной стороне и ослабевает на неполированной примерно на одну и ту же величину, около 0.3 GPa. Эффект быстро исчезает с глубиной (на полированной стороне уже при  $10 \, \mu \text{m}$ ) и имеет простое объяснение. Полировка поверхности вызывает пластическую деформацию на небольшой глубине и, как следствие, дополнительное сжатие полированной стороны; для его компенсации противоположная сторона немного растягивается. После нанесения слоя YSZ (рис. 6, слева внизу) сжимающее напряжение на полированной стороне, под слоем YSZ, заметно ослабевает — примерно на 0.4 GPa, и с глубиной становится только слабее. На противоположной стороне оно, наоборот, усиливается, и эта сторона ленты почти возвращается в исходное состояние (разница в 40 МРа находится на уровне погрешности).

Другими словами, под слоем YSZ лента растягивается, и растяжение распространяется вглубь ленты; чтобы его компенсировать, противоположная сторона ленты сжимается. Отметим, что при обработке поверхность ленты всегда остается сжатой, напряжение на ней варьируется от -0.5 до -1.1 GPa. Привносимые на каждом этапе остаточные напряжения можно наглядно представить как разницу напряжений до и после обработки (рис. 6, справа).

Несколько слов о напряжениях под слоем YSZ. Ранее [6], исходя из данных об остаточном напряжении в слое YSZ на ленте Hastelloy (-365 MPa [12]) и необходимости соблюсти полный баланс упругих сил в ленте AISI 310S с таким же слоем, было сделано предположение о возможном существовании под этим слоем сжимающего напряжения в ленте AISI 310S. Результаты настоящей работы не подтверждают это предположение. Остаточное напряжение в слое YSZ на ленте AISI 310S на порядок больше, чем в слое YSZ на ленте Hastelloy, и баланс сил соблюдается естественным образом (6) без дополнительных предположений. Более того, напряжения, наведенные слоем YSZ, удовлетворительно согласуются с теми, которые следует ожидать, исходя из нейтронных данных (рис. 6, справа внизу).



**Рис. 5.** Слева — изменение с толщиной слоя t параметра  $a_d = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  на поверхности ленты AISI 310S. Обозначения как на рис. 4, дополнительно показан период решетки для ненапряженного состояния, найденный по пику (311) в нейтронном исследовании [6]. Справа — относительная деформация  $\varepsilon_{310S}$  (вверху) и напряжение  $\sigma_{310S}$  (внизу), рассчитанные по формуле (1) при  $\psi=0$ .

## Заключение

Суммируем кратко основные результаты проведенного исследования.

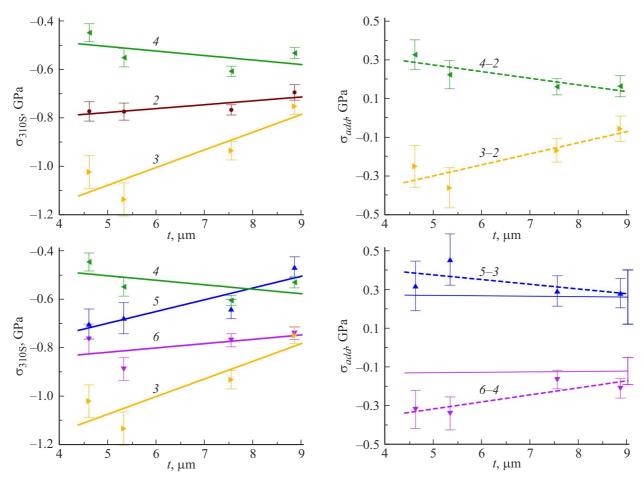
- 1. На поверхности исходной ленты AISI 310S в состоянии поставки присутствует сжимающее напряжение  $-0.8\,\mathrm{GPa}$ . При механической полировке и нанесении слоя YSZ поверхность ленты остается сжатой, остаточное напряжение на ней варьируется в пределах от  $-0.5\,\mathrm{go}\,-1.1\,\mathrm{GPa}$ . На каждом этапе обработки найдено распределение остаточных напряжений по глубине до  $10\,\mu\mathrm{m}$ , и определены привносимые обработкой напряжения.
- 2. Остаточное напряжение в слое YSZ, нанесенном по технологии ABAD, является сжимающим и составляет  $-3.29 \pm 0.18$  GPa. Слой имеет дефектную монокристаллическую структуру, подобную образующейся при радиационном распухании, которая остается такой же в ненапряженном состоянии. Период решетки в

ненапряженном состоянии, 5.1820 Å, на 0.9% больше чем в обычном кристалле.

- 3. Результаты рентгеновского исследования находятся в согласии с результатами, полученными ранее нейтронным методом на тех же лентах. В ленте с YSZ-слоем соблюдается полный баланс упругих сил. Остаточное напряжение, наведенное слоем YSZ на поверхности ленты, совпадает с напряжением, рассчитанным на основе нейтронных данных.
- 4. Примененная в работе методика, предусматривающая необходимость согласования данных для разных компонентов провода, представляется перспективной для достоверного определения остаточных напряжений в реальных ВТСП-2.

#### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках соглашения о предоставлении из фе-



**Рис. 6.** Слева — изменение с толщиной слоя t остаточного напряжения  $\sigma_{310S}$  на поверхности ленты AISI 310S при механической полировке (вверху) и последующем нанесении слоя YSZ (внизу), обозначения как на рис. 5. Справа — напряжения  $\sigma_{add}$  (штриховые линии), привносимые механической полировкой (вверху) и нанесением слоя YSZ (внизу), как разность напряжений  $\sigma_{310S}$  до и после обработки (обозначена цифрами), тонкие сплошные линии — расчет на основе нейтронных данных [6].

дерального бюджета грантов в форме субсидий от 22 декабря 2021 г. № 075-11-2021-086 (идентификатор государственного контракта № 000000S507521RN60002).

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

# Список литературы

- [1] J.L. MacManus-Driscoll, S.C. Wimbush. Nat. Rev. Mater., 6, 587 (2021). DOI: 10.1038/s41578-021-00290-3
- [2] K. Osamura, M. Sugano, S. Machiya, H. Adachi, M. Sato, S. Ochiai, A. Otto. Supercond. Sci. Technol., 20, S211 (2007). DOI: 10.1088/0953-2048/20/9/S15
- [3] K. Osamura, M. Sugano, S. Machiya, H. Adachi, S. Ochiai, M. Sato. Supercond. Sci. Technol., 22, 065001 (2009). DOI: 10.1088/0953-2048/22/6/065001
- [4] A. Krivykh, A. Irodova, V. Krylov, I. Kulikov, A. Polyakov. IEEE Trans. Appl. Supercond., 32 (4), 8400105 (2022). DOI: 10.1109/TASC.2022.3143773

- [5] И.Д. A.B. B.C. Карпов, Иродова, Круглов, Шавкин, В.Т. Эм. ЖТФ, 90 (7), 1095 (2020). C.B. 10.21883/JTF.2020.07.49442.242-19 I.D. A.V. Irodova, V.S. Kruglov, S.V. Shavkin, V.T. Em. Tech. Phys., **65** (7), 1051 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220070063]
- [6] А.В. Иродова, И.Д. Карпов, В.С. Круглов, В.Е. Крылов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм. ЖТФ, 91 (12), 1966 (2021). DOI: 10.21883/JTF.2021.12.51761.169-21
- [7] U. Welzel, J. Ligot, P. Lamparter, A.C. Vermeulen, E.J. Mittemeijer. J. Appl. Crystallogr., 38, 1 (2005). DOI: 10.1107/S0021889804029516
- [8] J. Xiong, W. Qin, X. Cui, B. Tao, J. Tang, Y. Li. Physica C Supercond., 455, 52 (2007). DOI: 10.1016/J.PHYSC.2007.02.006
- [9] F. Li, S. Wang, Z. Zhang, S. Muhammad, X. Le, Z. Xiao, X. Ouyang. Physica C Supercond., 564, 68 (2019). DOI: 10.1016/J.PHYSC.2019.06.008
- [10] J. Yu, F. Li, J.-B. Fan, S. Muhammad, Y.P. Dahal, Z. Zhang, S. Wang. Physica C Supercond., 577, 1353728 (2020). DOI: 10.1016/j.physc.2020.1353728
- [11] S. Favre, D. Ariosa, C. Yelpo, M. Mazini, R. Faccio. Mater. Chem. Phys., 266, 124507 (2021). DOI: 10.1016/j.matchemphys.2021.124507

- [12] J.H. Cheon, P.S. Shankar, J.P. Singh. Supercond. Sci. Technol., 18, 142 (2005). DOI: 10.1088/0953-2048/18/1/022
- [13] Ресурсный центр лабораторных рентгеновских методов "Рентген". [Электронный ресурс] URL: http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/rentgen/index.shtml
- [14] A. Usoskin, L. Kirchhoff. Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 1150, 1150-RR05-02 (2009). DOI: 10.1557/PROC-1150-RR05-02
- [15] K.J. Radcliff, R.P. Walsh, D.C. Larbalestier, S. Hahn. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 756, 012023 (2020). DOI: 10.1088/1757-899X/756/1/012023
- [16] International Tables for Crystallography, Volume C: Mathematical, Physical and Chemical Tables (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2004), DOI: 10.1107/97809553602060000103
- [17] R.P. Ingel, D. Lewis. J. Am. Ceram. Soc., 69 (4), 325 (1986). DOI: 10.1111/j.1151-2916.1986.tb04741.x
- [18] T. Mitsunaga. The Rigaku J., 25 (1), 7 (2009)
- [19] L.B. Freund, S. Suresh. Thin Film Materials. Stress, Defect Formation and Surface Evolution (Cambridge University Press, NY., 2004), DOI: 10.1017/CBO9780511754715.003
- [20] AISI 310S (S31008) Stainless Steel. [Электронный ресурс] URL: https://www.makeitfrom.com/material-properties/AISI-310S-S31008-Stainless-Steel
- [21] International Tables for Crystallography, Volume D: Physical properties of crystals (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2003), DOI: 10.1107/97809553602060000113
- [22] G. Simmons, H.F. Wang. Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties. A Handbook (MIT Press, Cambridge, 1971)
- [23] R. Hill. Proceed. Phys. Society, Section A, 65 (5), 349 (1952).DOI: 10.1088/0370-1298/65/5/307
- [24] R.P. Ingel, D. Lewis. J. Am. Ceram. Soc., 71 (4), 265 (1988). DOI: 10.1111/J.1151-2916.1988.TB05858.X
- [25] N.G. Pace, G.A. Saunders, Z. Sumengen, J.S. Thorp. J. Mater. Sci., 4, 1106 (1969). DOI: 10.1007/BF00549851
- [26] J.M. Farley, J.S. Thorp, J.S. Ross, G.A. Saunders. J. Mater. Sci., 7, 475 (1972). DOI: 10.1007/BF00553773
- [27] I.L. Chistyi, I.L. Fabelinskii, V.F. Kitaeva, V.V. Osiko, Y.V. Pisarevskii, I.M. Sil'vestrova. J. Raman Spectrosc., 6 (4), 183 (1977). DOI: 10.1002/jrs.1250060406
- [28] M. Hayakawa, H. Miyauchi, A. Ikegami, M. Nishida. Mater. Trans. JIM, 39 (2), 268 (1998). DOI: 10.2320/MATERTRANS1989.39.268
- [29] H.M. Kandil, J. Greiner, J. Smith. J. Am. Ceram. Soc., **67** (5), 341 (1984). DOI: 10.1111/J.1151-2916.1984.TB19534.X
- [30] A. Selcuk, A. Atkinson. J. Eur. Ceram. Soc., 17 (12), 1523 (1997). DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00247-6
- [31] R. Kuzel, R. Cerny, V. Valvoda, M. Blomberg, M. Merisalo. Thin Solid Films, 247 (1), 64 (1994).
   DOI: 10.1016/0040-6090(94)90477-4
- [32] B.H. Hwang, S.Y. Chiou. Thin Solid Films, **304** (1–2), 286 (1997). DOI: 10.1016/S0040-6090(97)00106-5
- [33] L. Meda, K.H. Dahmen, S. Hayek, H. Garmestani. J. Cryst. Growth, 263, 185 (2004). DOI:10.1016/j.jcrysgro.2003.10.055
- [34] FullProf Suite. Crystallographic tools for Rietveld, profile matching & integrated intensity refinements of X-Ray and/or neutron data. [Электронный ресурс] URL: https://www.ill.eu/sites/fullprof/index.html
- [35] P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia. J. Mater. Sci. Technol., 17, 355 (2001). DOI: 10.1179/026708301101509980