

06

## Экспериментальное определение остаточных деформаций и напряжений в ВТСП проводе второго поколения

© А.В. Иродова, И.Д. Карпов, О.А. Кондратьев, В.С. Круглов, В.Е. Крылов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм

Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“,  
123182 Москва, Россия  
e-mail: Irodova\_AV@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 18 мая 2024 г.

В окончательной редакции 22 ноября 2024 г.

Принято к публикации 29 ноября 2024 г.

Методами дифракции рентгеновских лучей и нейтронов измерены остаточные деформации и напряжения в основных компонентах изготовленного в Национальном исследовательском центре „Курчатовский институт“ сверхпроводящего провода второго поколения на основе иттриевой керамики — в несущей стальной ленте-подложке, буферных слоях  $Y_{0.15}Zr_{0.85}O_2$  и  $CeO_2$ , сверхпроводящем слое  $YBa_2Cu_3O_7$ . Прослежены их изменения в процессе изготовления провода. Достоверность полученных результатов подтверждается их согласованностью. Представленный метод определения внутренних деформаций и напряжений является универсальным и подходит для проводов с разными несущими лентами, буферными и сверхпроводящими слоями.

**Ключевые слова:** ВТСП-2, остаточная деформация/напряжение, лента AISI 310S, YSZ,  $CeO_2$ , YBCO, дифракция нейтронов, дифракция рентгеновских лучей.

DOI: 10.61011/JTF.2025.04.60009.185-24

### Введение

Ленточные сверхпроводящие провода второго поколения на основе высокотемпературных сверхпроводников  $RBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ , где R — иттрий (YBCO) или редкоземельный металл (REBCO), далее обозначаемые как ВТСП-2 (2G HTS), сегодня используются для изготовления токонесущих элементов силовых кабелей, предназначенных для создания установок с магнитными полями до 20 Т. Они имеют многослойную структуру [1] с тремя основными компонентами:

1 — стальная несущая лента-подложка толщиной несколько десятков микрон, обеспечивающая механическую прочность провода;

2 — монокристаллический сверхпроводящий слой YBCO или REBCO толщиной около одного микрона, определяющий токопроводящие характеристики провода;

3 — буферные слои с двухосной текстурой толщиной от нескольких микрон до десятых долей микрона, соединяющие сверхпроводящий слой с несущей лентой.

Другие компоненты провода выполняют защитные и стабилизирующие функции.

При работе в сильных магнитных полях ВТСП-2 должны выдерживать большие растягивающие напряжения без потери токонесущей способности. В результате систематических испытаний на растяжение проводов с разными несущими лентами, буферными и сверхпроводящими слоями при температурах от 4.2 до 300 К установлено, что электромеханическую устойчивость провода обеспечивает не только несущая лента, но также внутренние (остаточные) деформации и напря-

жения в сверхпроводящем и буферных слоях. Так, внутренняя деформация в буферных слоях влияет на токонесущую способность провода [2]. Внутренняя деформация в сверхпроводящем слое препятствует его разрушению [3–7], о чем также свидетельствует повышенная электромеханическая устойчивость проводов с тонким сверхпроводящим слоем [8]. Кроме внутренней деформации на электромеханические свойства провода оказывает влияние упругая доменная микроструктура в сверхпроводящем слое [8–11], которая изменяется под внешней нагрузкой [12,13]. Естественно думать, что она определяет внутреннюю деформацию в сверхпроводящем слое.

Несмотря на значимость остаточных деформаций для ВТСП-2, прямая информация о них крайне ограничена и получена косвенным путем посредством механических испытаний, и только для сверхпроводящего слоя [4–7]. Что касается остаточных напряжений, то о них просто ничего не известно. Чтобы получить полное представление об остаточных деформациях и напряжениях, необходимо измерить их напрямую во всех компонентах провода, что, казалось бы, нереально.

Ранее [14–16] мы разработали и опробовали методики, позволяющие экспериментально определять остаточные напряжения и деформации в отдельных компонентах ВТСП-2.

Здесь мы приводим результаты, полученные для готового ВТСП-2, произведенного на экспериментальной технологической линии в Национальном исследовательском центре „Курчатовский институт“.

**Таблица 1.** Основные этапы изготовления ВТСП-2 и характеристики исследованных в процессе образцов

Образец	Обозначение	Этап изготовления и характеристики образца	Ссылка на исследование
Исходная лента AISI 310S	—	В состоянии поставки, холоднокатаная полунагартованная. Толщина 100 $\mu\text{m}$ , ширина 4 mm	[14–16]
Полированная лента AISI 310S	#32	Несколько циклов полировки водной суспензией $\text{Al}_2\text{O}_3$ 1–0.3 $\mu\text{m}$ при комнатной температуре. Толщина около 98 $\mu\text{m}$	[15,16]
Лента с основным буферным слоем YSZ	YSZ#32	#32 + (слой YSZ, ABAD 50 °C/36 h, толщина 2.1 $\mu\text{m}$ )	[15,16]
ВТСП-2	ВТСП#272	YSZ#32 + (слой $\text{CeO}_2$ , PLD 700 °C/1 h, толщина 0.25 $\mu\text{m}$ ) + (слой YBCO, PLD 750 °C/2 h, толщина 1.3 $\mu\text{m}$ ) + (слой Ag, термическое напыление, 100–150 °C, толщина 1.5 $\mu\text{m}$ ) + отжиг в кислороде 420 °C/2 h	Настоящая работа

## 1. Методическая часть

### 1.1. Образец

Образец ВТСП-2 на основе YBCO представлял собой несущую ленту из нержавеющей стали AISI 310S, прошедшую несколько циклов полировки, на одну из сторон которой по технологии ABAD (Alternating Beam Assisted Deposition) нанесен основной буферный слой из стабилизированного иттрием диоксида циркония  $\text{Y}_{0.15}\text{Zr}_{0.85}\text{O}_2$  (YSZ); на него методом PLD (Pulsed Laser Deposition) нанесен дополнительный буферный слой  $\text{CeO}_2$  и последующий слой сверхпроводящей керамики YBCO; сверхпроводящий слой защищен слоем серебра, нанесенного термическим напылением, после чего готовый провод отожжен в атмосфере кислорода. Основные этапы изготовления провода и характеристики исследованных в процессе образцов приведены в табл. 1.

### 1.2. Методики

Методики определения остаточных деформаций и напряжений в компонентах ВТСП-2 подробно изложены в [14,16]. Отметим кратко основные моменты, необходимые для понимания представленных результатов.

- Остаточные напряжения в тонких слоях, каковыми являются буферные и сверхпроводящие слои провода, определяют с помощью рентгеновской дифракции по вызываемой ими деформации — изменению расстояний  $d$  между кристаллическими плоскостями ( $hkl$ ) [16].

- В монокристаллических слоях деформация и напряжение зависят от упругих постоянных кристалла — постоянных жесткости  $c_{ij}$  и связанных с ними постоянных податливости  $s_{ij}$ . Упругие постоянные задаются в элементарной ячейке кристалла (кристаллической системе координат), индексы  $i, j = 1, 2, 3$  соответствуют ее осям  $a, b, c$ .

- Для слоев с кубической элементарной ячейкой и интерфейсом с подложкой (001), как в YSZ и  $\text{CeO}_2$ ,

деформация и напряжение изотропны. Для любого направления в плоскости слоя

$$\varepsilon_\psi = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} = \sigma [2s_{12} + (s_{11} - s_{12}) \sin^2 \psi], \quad (1)$$

где  $\varepsilon_\psi$  и  $\sigma$  — относительная деформация и среднее напряжение в слое,  $d_0$  и  $d_\psi$  — межплоскостные расстояния в ненапряженном и напряженном слое,  $\psi$  — угол между нормалью к плоскости слоя и вектором рассеяния, перпендикулярным к отражающей кристаллической плоскости.

- Для сверхпроводящего слоя YBCO с орторомбической элементарной ячейкой и интерфейсом с подложкой (001) деформация и напряжение анизотропны [17]:

$$\varepsilon_\psi = A_1 \sigma_{11} + A_2 \sigma_{22}, \quad (2)$$

$$A_1 = -\frac{\nu_{13}}{E_1} + \frac{1}{E_1} [(1 + \nu_{12}) \cos^2 \xi + (\nu_{13} - \nu_{12})] \sin^2 \psi,$$

$$A_2 = -\frac{\nu_{23}}{E_2} + \frac{1}{E_2} [(1 + \nu_{21}) \sin^2 \xi + (\nu_{23} - \nu_{21})] \sin^2 \psi,$$

$$E_1 = \frac{c_{11}c_{22}c_{33} + 2c_{23}c_{12}c_{13} - c_{11}c_{23}^2 - c_{22}c_{13}^2 - c_{33}c_{12}^2}{c_{22}c_{33} - c_{23}^2},$$

$$E_2 = \frac{c_{11}c_{22}c_{33} + 2c_{23}c_{12}c_{13} - c_{11}c_{23}^2 - c_{22}c_{13}^2 - c_{33}c_{12}^2}{c_{11}c_{33} - c_{13}^2},$$

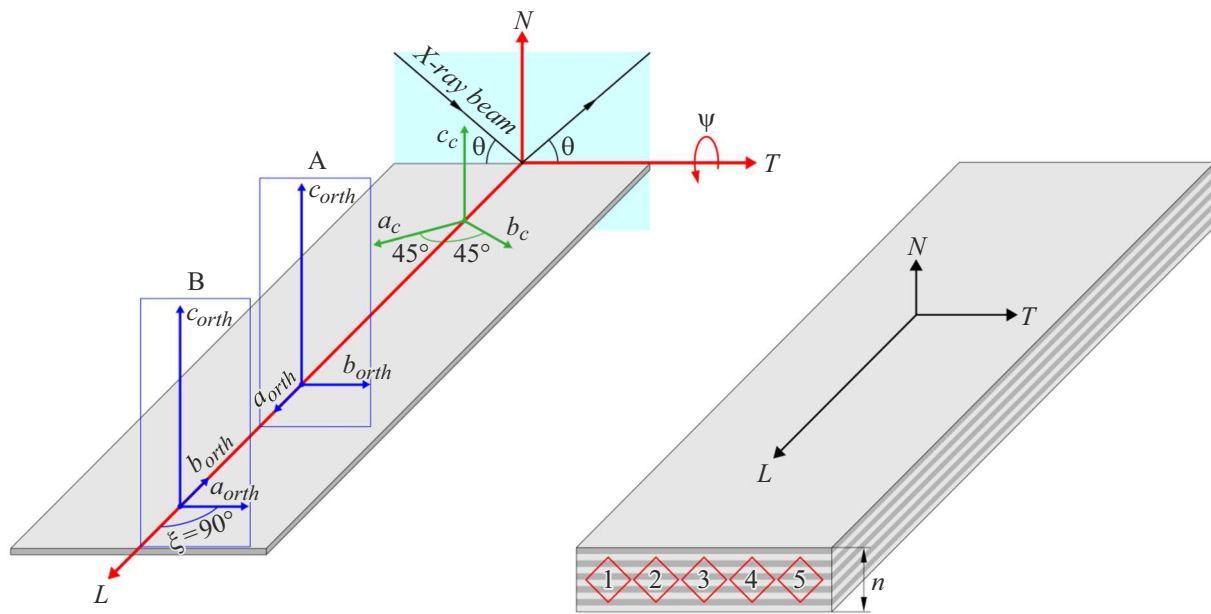
$$\nu_{12} = \frac{c_{12}c_{33} - c_{13}c_{23}}{c_{22}c_{33} - c_{23}^2},$$

$$\nu_{21} = \frac{c_{12}c_{33} - c_{13}c_{23}}{c_{11}c_{33} - c_{13}^2},$$

$$\nu_{13} = \frac{c_{22}c_{13} - c_{12}c_{23}}{c_{22}c_{33} - c_{23}^2},$$

$$\nu_{23} = \frac{c_{11}c_{23} - c_{12}c_{13}}{c_{11}c_{33} - c_{13}^2},$$

где  $\sigma_{11}$  и  $\sigma_{22}$  — напряжения по осям  $a$  и  $b$  орторомбической ячейки,  $\xi$  — угол между направлением в слое и



**Рис. 1.** Слева — схема рентгеновских экспериментов и использованные системы координат.  $L, T, N$  — лабораторная система координат.  $a_c, b_c, c_c$  — кристаллическая система координат для буферных слоев YSZ и  $\text{CeO}_2$ .  $a_{orth}, b_{orth}, c_{orth}$  — кристаллическая система координат для сверхпроводящего слоя YBCO, доменов А ( $\xi = 0^\circ$ ) и В ( $\xi = 90^\circ$ ). Взаимная ориентация лабораторной и кристаллических систем задана технологией нанесения слоев. Остаточная деформация в слоях измерялась вдоль  $L$ , на плоскостях кристаллических зон, оси которых параллельны  $T$ , брэгговские отражения от плоскостей измерялись по обычной схеме  $\theta - 2\theta$  в плоскости рассеяния ( $T, N$ ). Справа — образец, использованный в нейтрон-дифракционном эксперименте: пакет из  $n = 11$  сегментов провода. Стрелками показаны направления вдоль ( $L$ ), поперек ( $T$ ) прокатки несущей ленты и по нормали ( $N$ ) к ее плоскости (совпадают с лабораторной системой координат). Пробные объемы (точки), в которых проводились измерения, пронумерованы; их сечения показаны в плоскости ( $T, N$ ), сечения в плоскости ( $L, N$ ) — такие же. Подробности в тексте.

осью  $a$  ячейки,  $E_i$  и  $\nu_{ij}$  — обобщенные модули Юнга и коэффициенты Пуассона [18], индексы  $i, j = 1, 2, 3$  соответствуют осям  $a, b, c$  орторомбической ячейки.

В нашем случае (см. рис. 1, слева и разд. 1.3), ось  $a$  направлена либо вдоль провода (в доменах А,  $\xi = 0^\circ$ ), либо поперек него (в доменах В,  $\xi = 90^\circ$ ). Деформация  $\varepsilon_\psi$  измеряется вдоль провода. Для доменов А

$$\varepsilon_\psi^{(A)} = \text{const} + \left( \frac{1 + \nu_{13}}{E_1} \sigma_{11} + \frac{\nu_{23} - \nu_{21}}{E_2} \sigma_{22} \right) \sin^2 \psi, \quad (3.1)$$

для доменов В

$$\varepsilon_\psi^{(B)} = \text{const} + \left( \frac{\nu_{13} - \nu_{12}}{E_1} \sigma_{11} + \frac{1 + \nu_{23}}{E_2} \sigma_{22} \right) \sin^2 \psi, \quad (3.2)$$

где  $\text{const} = - \left( \frac{\nu_{13}}{E_1} \sigma_{11} + \frac{\nu_{23}}{E_2} \sigma_{22} \right)$ .

Измерив  $\varepsilon_\psi^{(A)}$  и  $\varepsilon_\psi^{(B)}$ , по коэффициентам при  $\sin^2 \psi$  в (3.1) и (3.2) можно определить  $\sigma_{11}$  и  $\sigma_{22}$ .

• В монокристаллических слоях деформацию  $\varepsilon_\psi$  определяют по методу CGM (Crystallite Group Method) с использованием кристаллических плоскостей из разных групп  $\{hkl\}$ , подробно см. в [16]. Если условия задачи позволяют, то удобно использовать плоскости одной кристаллической зоны, которая включает кристаллическую плоскость, параллельную поверхности слоя.

Образец поворачивают вокруг оси зоны на углы  $\psi$ , соответствующие углам между плоскостями зоны, и последовательно измеряют межплоскостные расстояния  $d_\psi = d_{hkl}$ .

• Остаточная деформация  $\varepsilon_\psi$  измеряется напрямую. Остаточное напряжение  $\sigma$  можно определить, только если известны упругие постоянные кристалла. Упругие постоянные, использованные в настоящей работе, приведены в табл. 2.1 и 2.2. Для YSZ величины взяты из [16], для  $\text{CeO}_2$  они определены аналогично [16] по данным из [19–24], для YBCO рассчитаны по формулам (2) и данным из [25].

• Остаточную деформацию в несущей ленте провода  $\varepsilon = (d - d_0)/d_0$  (где  $d_0$  и  $d$  — межплоскостные расстояния в ненапряженной и напряженной ленте) измеряют с помощью дифракции нейтронов [14,15]. Для измерений используют подходящие отражения  $hkl$ . В каждой точке образца измеряются три компонента деформации,  $\varepsilon_L, \varepsilon_T$  и  $\varepsilon_N$  — вдоль ( $L$ ), поперек ( $T$ ) прокатки и по нормали ( $N$ ) к плоскости ленты. По ним рассчитываются компоненты напряжения

$$\sigma_i = E \frac{(1 - 2\nu)\varepsilon_i + \nu(\varepsilon_T + \varepsilon_N + \varepsilon_L)}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}, \quad (4)$$

где  $E$  — модуль Юнга,  $\nu$  — коэффициент Пуассона,  $i = L, T, N$ . Для нержавеющей стали AISI 310S:

**Таблица 2.1.** Упругие постоянные жесткости  $c_{ij}$  и рассчитанные по ним постоянные податливости  $s_{ij}$  для кубических монокристаллов YSZ и CeO<sub>2</sub>

	$c_{11}$ , GPa	$c_{12}$ , GPa	$s_{11}$ , GPa <sup>-1</sup>	$s_{12}$ , GPa <sup>-1</sup>
YSZ	405.8(8.1)	95.5(13.9)	0.00271(7)	-0.00052(7)
CeO <sub>2</sub>	390.9(42.1)	124.8(24.7)	0.00307(37)	-0.00074(14)

Примечание. Для YSZ величины взяты из [16], для CeO<sub>2</sub> определены аналогично [16] на основе оригинальных данных [19–24]. В скобках — стандартные отклонения и ошибки в последних знаках.

**Таблица 2.2.** Упругие постоянные жесткости  $c_{ij}$  для орторомбического монокристалла YBCO (ошибка для  $c_{33}$  7%, в остальных случаях 0.3%) [25] и рассчитанные по ним, согласно формулам (2), обобщенные модули Юнга  $E_i$  и коэффициенты Пуассона  $\nu_{ij}$ 

	$c_{11}$ , GPa	$c_{22}$ , GPa	$c_{33}$ , GPa	$c_{12}$ , GPa	$c_{13}$ , GPa	$c_{23}$ , GPa
YBCO	231	268	186	132	71	95
	$E_1$ , GPa	$E_2$ , GPa	$\nu_{21}$	$\nu_{12}$	$\nu_{23}$	$\nu_{13}$
	162.1	174.5	0.470	0.436	0.332	0.159

$E = 200$  GPa,  $\nu = 0.27$  [26], измерения проводят на отражениях от плоскостей  $\{311\}$ .

• Достоверность определения остаточных напряжений в ВТСП-2 можно оценить по степени согласованности результатов, полученных разными методами для разных компонентов провода [16].

### 1.3. Рентгеновские измерения

Измерения выполнены в ресурсном центре лабораторных рентгеновских методов „Рентген“ Национального исследовательского центра „Курчатовский институт“ [27] на четырехкружном дифрактометре Rigaku SmartLab с использованием  $\text{CuK}\alpha$ -излучения и пучка с точечным фокусом диаметром 100  $\mu\text{m}$  при комнатной температуре. Общие детали подготовки образцов, проведения измерений и обработки полученных данных изложены в [16]. Схема экспериментов показана на рис. 1, слева.

Измерения проводились в лабораторной системе координат  $L, T, N$ , заданной геометрией провода. Оси  $L$  и  $T$  лежат в плоскости провода, вдоль и поперек него соответственно, ось  $N$  перпендикулярна плоскости провода.

Кристаллические системы координат, в которых задаются упругие постоянные для YSZ, CeO<sub>2</sub> и YBCO, определяются симметрией кристаллов. Кристаллическая система  $a_c, b_c, c_c$  соответствует кубической симметрии YSZ и CeO<sub>2</sub> (структурный тип CaF<sub>2</sub>). Кристаллическая система  $a_{orth}, b_{orth}, c_{orth}$  соответствует орторомбической симметрии YBCO. Взаимная ориентация лабораторной и кристаллических систем задана технологией нанесения слоев. Кубические оси  $a_c$  и  $b_c$  лежат в плоскости провода под углами 45° к осям  $L$  и  $T$ , ось  $c_c$  направлена по  $N$ . Орторомбические оси  $a_{orth}$  и  $b_{orth}$  также лежат в плоскости провода, и ось  $c_{orth}$  направлена по  $N$ .

Возможны два варианта ориентации осей  $a_{orth}$  и  $b_{orth}$  относительно  $L$  и  $T$ , различающиеся поворотом вокруг оси  $N$  на угол  $\xi = 90^\circ$ :

(А) —  $a_{orth}$  вдоль  $L$ ,  $b_{orth}$  вдоль  $T$ ;

(В) —  $a_{orth}$  вдоль  $T$ ,  $b_{orth}$  вдоль  $L$ .

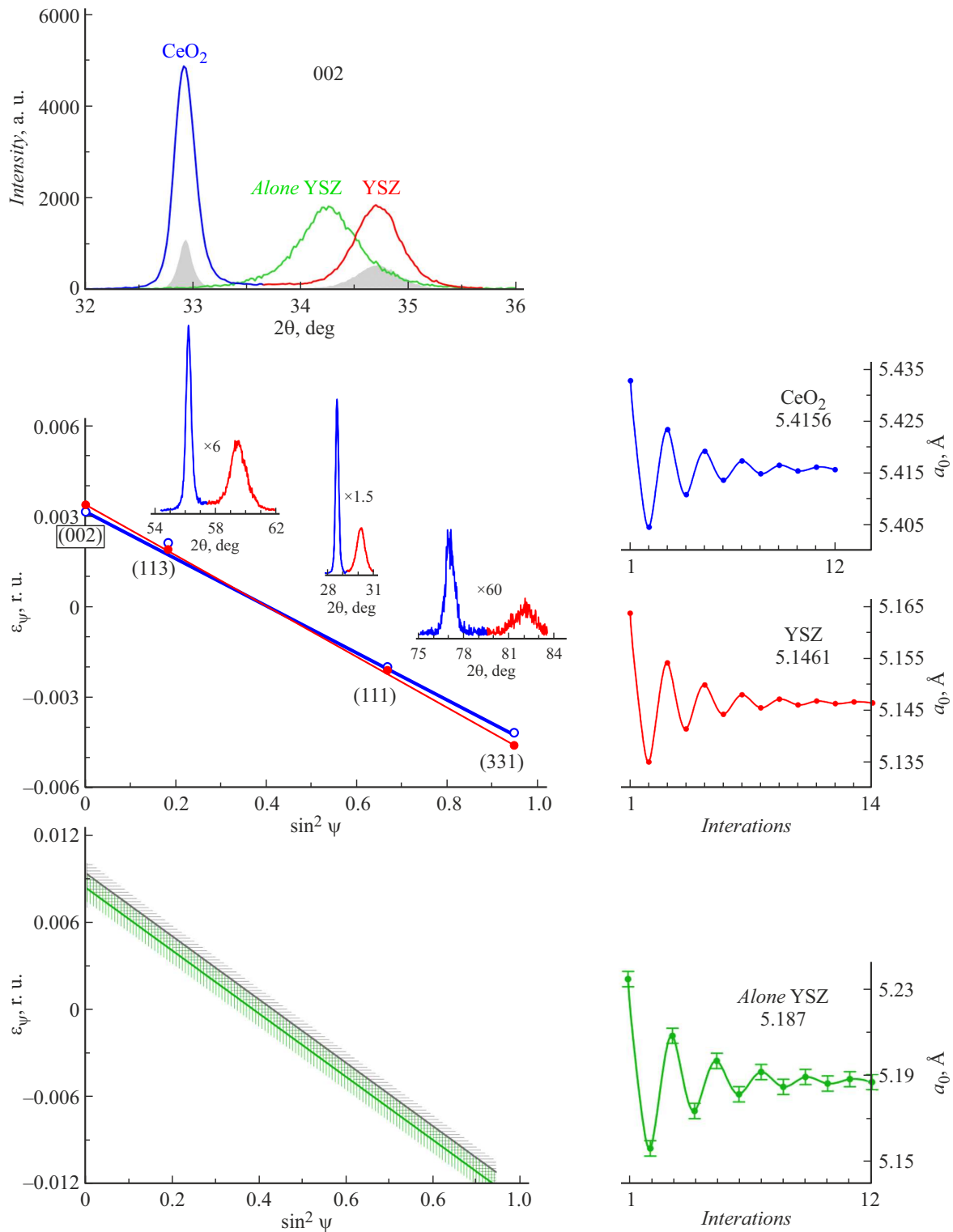
Они соответствуют доменам А и В, образованным микродвойниками в кристалле YBCO [10,11,28].

Деформация  $\varepsilon_\psi$  измерялась на плоскостях кристаллических зон, оси которых направлены по  $T$ , при этом выбирались плоскости, дающие наиболее интенсивные отражения. Для изоструктурных YSZ и CeO<sub>2</sub> это плоскости (002), (113), (111), (331), принадлежащие зоне с осью  $[1\bar{1}0]$ . Для YBCO — плоскости (001), (108), (103), (303) зоны  $[010]$  для доменов А, и плоскости (001), (018), (013), (033) зоны  $[100]$  для доменов В. Переход от одной кристаллической плоскости к другой осуществлялся поворотом образца вокруг оси  $T$  на соответствующий угол  $\psi$ , при этом брэгговские отражения измерялись по обычной схеме  $\theta - 2\theta$  в плоскости рассеяния  $(T, N)$  (обозначена бирюзовым цветом на рис. 1).

Поскольку защитный слой серебра сильно поглощает  $\text{CuK}\alpha$ -излучение и ослабляет интенсивности отражений в несколько раз (рис. 2), его удалили путем травления образца в водном растворе H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% (1 объемная часть) + NH<sub>4</sub>OH 3% (3 объемных части). Согласно рентгеновским и электронно-микроскопическим данным, такое травление никак не повлияло на слои YSZ, CeO<sub>2</sub> и YBCO.

### 1.4. Нейтронные измерения

Измерения выполнены на станции нейтронной стресс-дифрактометрии СТРЕСС [29] Курчатовского нейтронного исследовательского комплекса ИР-8 [30]. Подготовка образца и методика измерений подробно изложены



**Рис. 2.** Результаты рентгеновских измерений для слоев YSZ (красные) и CeO<sub>2</sub> (синие) в ВТСП-2, CuK<sub>α</sub>-излучение. Для сравнения аналогичные данные для одиночного слоя YSZ [16] показаны зеленым. Вверху — брэгговские отражения 002 в образце с удаленным защитным слоем серебра; отражения, снятые через слой серебра 1.5 μm, показаны серым. В центре — относительная деформация ε<sub>ψ</sub> для плоскостей (002), (113), (111), (331) кристаллической зоны [110]; символы — экспериментальные точки, ошибки в пределах символов; линии — аппроксимирующие прямые ε<sub>ψ</sub> = k<sub>0</sub> + k<sub>1</sub> sin<sup>2</sup> ψ, стандартные отклонения в пределах толщин линий. Для каждой плоскости показаны профили брэгговских отражений (для плоскостей (002) — вверху); масштаб по оси интенсивности один и тот же во всех случаях (как для 002). Итерационные зависимости при определении периодов a<sub>0</sub> для ненапряженных решеток показаны справа. Внизу — данные для одиночного слоя YSZ [16], которые соответствуют периоду a<sub>0</sub>, определенному итерационным методом. В пределах стандартного отклонения (заштрихованная область) они совпадают с теми, что определены в [16] (показаны серым). Подробности в тексте.

Таблица 3. Остаточная деформация и напряжение в буферных и сверхпроводящем слоях ВТСП-2

Слой	Параметры ненапряженной элементарной ячейки, Å			Домены	Деформация, rel. un. $\varepsilon_\psi = k_0 + k_1 \sin^2 \psi$		Напряжение, GPa
	$a_0$	$b_0$	$c_0$		$k_0$	$k_1$	
YSZ	5.1461(3)	—	—	—	0.0034(1)	−0.0084(2)	−2.60(16)
CeO <sub>2</sub>	5.4156(6)	—	—	—	0.0032(2)	−0.0080(4)	−2.09(38)
YBCO	3.8162(6)	3.8839(6)	11.668(2)	A	0.0073(2)	−0.0101(4)	Вдоль провода, $\sigma_{11}$ −1.63(16) Поперек провода, $\sigma_{22}$ −1.98(19)
				B	0.0073(3)	−0.0123(6)	Вдоль провода, $\sigma_{22}$ −1.98(19) Поперек провода, $\sigma_{11}$ −1.63(16)
				30%A + 70%B	—	—	Вдоль провода −1.88(18) Поперек провода −1.74(17)

Примечание: Деформация представлена в виде линейной функции  $\varepsilon_\psi = k_0 + k_1 \sin^2 \psi$  (рис. 2, 3). Напряжение рассчитано по коэффициенту  $k_1$  с использованием формул (1), (3.1), (3.2) и упругих постоянных из табл. 2.1 и 2.2. В скобках — ошибки в последних знаках.

в [14,15]. Образец представлял собой пакет из одиннадцати сегментов провода одинаковой длины 50 mm (рис. 1, справа), нарезанных из единого куска провода и последовательно уложенных друг на друга с сохранением ориентации относительно стороны провода и направления прокатки несущей ленты; сборка фиксировалась в алюминиевом корпусе. Измерения проводились через слой алюминия в пяти точках (пробных объемах) по ширине провода, расположенных посередине длины и толщины образца (пронумерованные точки на рис. 1). Монокристаллические слои провода YSZ, CeO<sub>2</sub> и YBCO, общая толщина которых составляет менее 4% от толщины провода, невидимы для нейтронов, поэтому реально измерялась деформация внутри несущей ленты. Как и в случае ленты с одиночным слоем YSZ [15], толщина образца была увеличена на дополнительный сегмент по сравнению с исходной лентой [14], поскольку провод выгнут в сторону монокристаллических слоев, и существовал риск выхода пробного объема за пределы образца, особенно при измерениях поперечной (Т) и нормальной (N) деформации, когда используется увеличенный по высоте пробный объем [14].

## 2. Результаты

### 2.1. Слои YSZ и CeO<sub>2</sub>

Экспериментальные данные для слоев YSZ и CeO<sub>2</sub> показаны на рис. 2. Основной проблемой при определении деформации  $\varepsilon_\psi$  по формуле (1) является знание межплоскостных расстояний  $d_0$  или, для кубической решетки, периода  $a_0$  в ненапряженном состоянии. В отличие от ленты с одиночным слоем YSZ [15], в готовом проводе экспериментально получить ненапряженное состояние для слоев YSZ и CeO<sub>2</sub> невозможно. Поэтому для определения  $a_0$  мы применили следующий итерационный метод.

Изотропную деформацию  $\varepsilon_\psi$  в слоях YSZ и CeO<sub>2</sub> можно представить в виде [31]:

$$\varepsilon_\psi = \varepsilon_\perp + (\varepsilon_\parallel - \varepsilon_\perp) \sin^2 \psi,$$

где  $\varepsilon_\parallel$  и  $\varepsilon_\perp$  — деформация в плоскости слоя и перпендикулярно ему. Так как  $\varepsilon_\psi \leq 1\%$  [16], параметры как напряженной, так и ненапряженной элементарной ячейки близки к величине  $a_\perp = 2d_{002}$ , где  $d_{002}$  — измеренное расстояние между плоскостями (002) параллельными поверхности слоя ( $\psi = 0$ ). Полагаем  $a_0 \approx a_\perp$ .

1) Аппроксимируем экспериментальные точки прямой  $\varepsilon_\psi = k_0 + k_\perp \sin^2 \psi$

2) Экстраполируем аппроксимирующую прямую к  $\psi = 90^\circ$  и получаем деформацию в плоскости слоя  $\varepsilon_\parallel = k_0 + k_1$ .

3) Находим параметр ячейки в плоскости слоя  $a_\parallel = a_0(\varepsilon_\parallel + 1) \approx a_\perp(\varepsilon_\parallel + 1)$

4) Определяем  $a_0$  для следующей итерации:  $a_0 = (a_\perp a_\parallel^2)^{1/3} \approx a_\perp(\varepsilon_\parallel + 1)^{2/3}$

Шаги 1–4 повторяем до тех пор, пока разница значений  $a_0$  для двух последовательных итераций не сравняется с точностью определения  $a_0$  в них. Результат достигается менее чем за 15 итераций (рис. 2, справа).

Метод был успешно опробован на данных для одиночного слоя YSZ [16] (рис. 2, внизу). Полученное значение  $a_0 = 5.187(4)$  Å удовлетворительно согласуется с экспериментальным, 5.182 Å, и рассчитанная с ним деформация в пределах стандартного отклонения совпадает с той, что определена в [16].

Результаты обработки экспериментальных данных для слоев YSZ и CeO<sub>2</sub> приведены в табл. 3. Значения  $a_0$  несколько больше, чем для обычных кристаллов, — на 0.22% и 0.085% соответственно, что неудивительно, особенно для основного буферного слоя YSZ, решетка которого исходно является сильно распухшей [16]. Остаточная деформация в обоих слоях — сжимающая, сжимающее напряжение в CeO<sub>2</sub> меньше, чем в YSZ,

примерно на 20%. Напряжение в YSZ меньше, чем в одиночном слое [16], тоже на 20%.

### 2.2. Слой YBCO

Экспериментальные данные для слоя YBCO показаны на рис. 3.

В отличие от YSZ и CeO<sub>2</sub>, в YBCO для определения параметров ненапряженной элементарной ячейки метод итераций не подходит, поскольку параметров три:  $a_0$ ,  $b_0$  и  $c_0$ . Поэтому мы применили другой подход, используя соотношение этих параметров для обычной (без напряжения) керамики YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> [32–37] и факт сохранения объема ячейки при переходе из напряженного в ненапряженное состояние (поскольку остаточные напряжения — упругие). В обычной керамике,  $a_0 : b_0 : c_0 = 0.3271(5) : 0.3329(5) : 1$  [32–37] и, соответственно, объем ячейки  $V_0 = a_0 b_0 c_0 = 0.1089(3)c_0^3$ . Объем напряженной ячейки в слое YBCO, определенный по экспериментальным данным,  $V = 172.94(8) \text{ \AA}^3$ . Так как он сохраняется при переходе из напряженного в ненапряженное состояние, абсолютные значения параметров ненапряженной ячейки (табл. 3) легко находятся из равенства  $V = 172.94(8) = V_0 = a_0 b_0 c_0 = 0.1089(3)c_0^3$  и соотношения  $a_0 : b_0 : c_0$ ; различие с обычными параметрами [32–37] составляет менее 0.05%. Другие результаты обработки экспериментальных данных для слоя YBCO представлены в табл. 3.

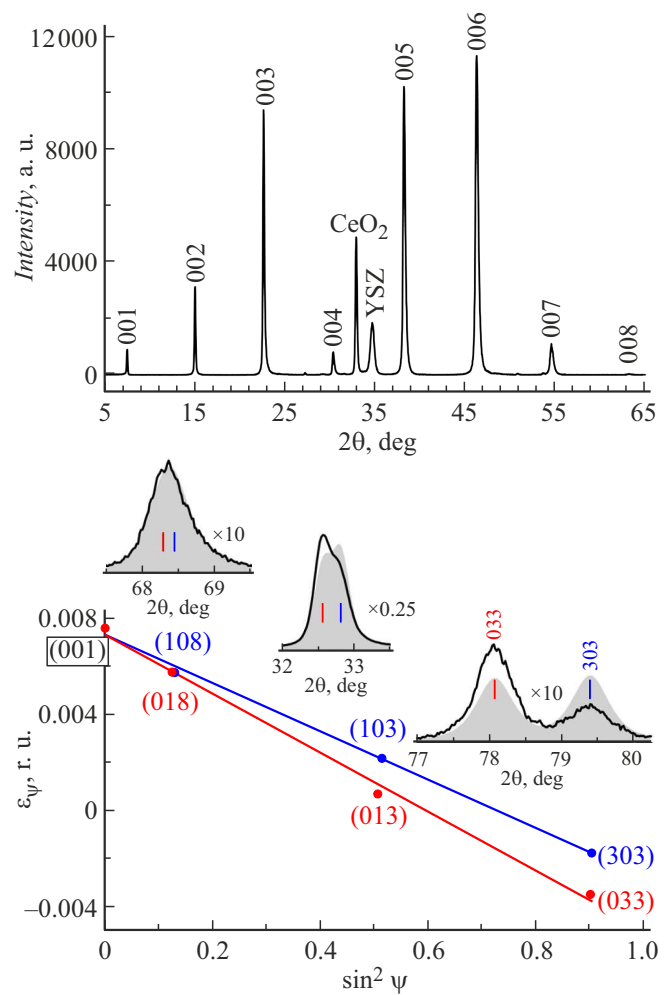
Любопытным результатом является преобладание в слое YBCO доменов В с длинной осью элементарной ячейки, направленной вдоль провода (рис. 1). Их доля, оцененная по отношению интенсивностей брэгговских отражений для доменов А и В (рис. 3), примерно 70%, соответственно, доля доменов А — 30%. Сжимающее напряжение вдоль провода в доменах В больше, чем в доменах А, примерно на 20%. Результирующее сжимающее напряжение в слое YBCO вдоль провода,  $-1.88 \text{ GPa}$ , почти на 8% больше, чем поперек него,  $-1.74 \text{ GPa}$ . Среднее напряжение в слое YBCO на 14% меньше, чем в нижележащем слое CeO<sub>2</sub>.

Преобладание доменов В в слое YBCO получило объяснение после нейтронных измерений несущей ленты.

### 2.3. Несущая лента AISI 310S

Результаты определения остаточных деформаций и напряжений в несущей ленте провода показаны на рис. 4.

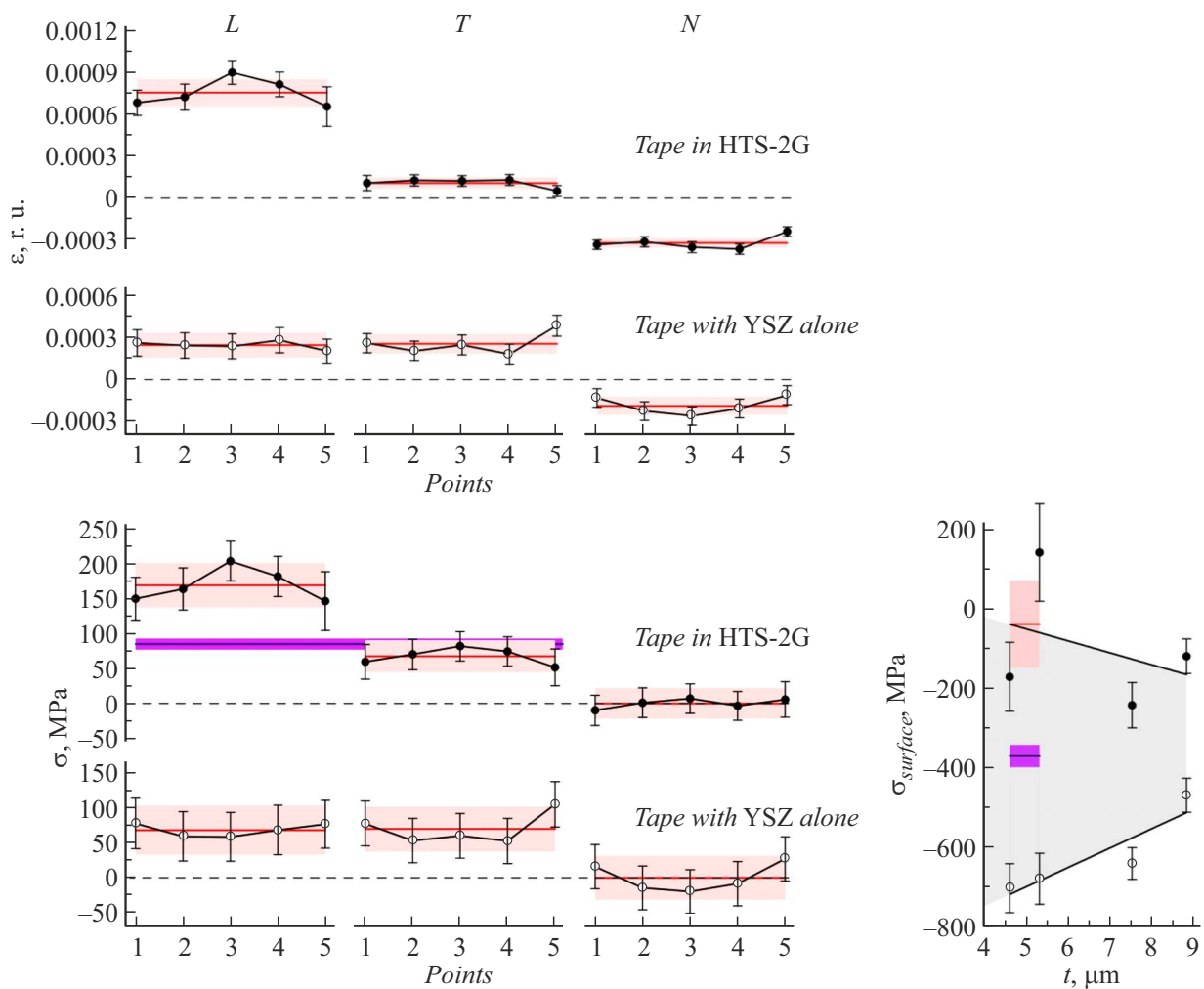
Бросается в глаза сильное, почти в 2.5 раза, увеличение продольной деформации  $\epsilon_L$  по сравнению с той, что была в ленте с одиночным слоем YSZ [15], при этом поперечная  $\epsilon_T$  и нормальная  $\epsilon_N$  деформации соразмерно уменьшились. Продольное растягивающее напряжение  $\sigma_L = 169(32) \text{ MPa}$  также выросло в 2.5 раза, поперечное  $\sigma_T = 68(23) \text{ MPa}$  практически не изменилось, нормальное  $\langle \sigma_N \rangle$  принято равным нулю, как в [14,15]. Перерас-



**Рис. 3.** Результаты рентгеновских измерений для слоя YBCO, CuK $\alpha$ -излучение. Вверху — общая дифракционная картина для образца провода с удаленным защитным слоем серебра. Индексы отражений от YBCO в орторомбической ячейке. Внизу — относительная деформация  $\epsilon_\psi$  для плоскостей (001), (108), (103), (303) кристаллической зоны [010] в доменах А (синяя), и плоскостей (001), (018), (013), (033) зоны [100] в доменах В (красная), рис. 1; для плоскости (001) использованы данные, усредненные по сильным отражениям 003, 005 и 006. Символы — экспериментальные точки, ошибки в пределах символов; линии — аппроксимирующие прямые  $\epsilon_\psi = k_0 + k_1 \sin^2 \psi$ , стандартные отклонения в пределах толщин линий. На профилях брэгговских отражений положения отражений от доменов А и В показаны вертикальными штрихами; масштаб по оси интенсивности один и тот же во всех случаях (как на общей картине вверху). Профили отражений, рассчитанные для равновероятного распределения доменов А и В в монокристалле YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>,  $0 \leq \delta < 0.5$ , показаны серым.

пределение деформаций и напряжений по ширине ленты произошло в пределах стандартных отклонений.

Наблюдаемую картину нельзя объяснить с точки зрения баланса упругих сил в проводе, если учитывать сжимающие напряжения только в буферных и сверхпро-



**Рис. 4.** Остаточная деформация  $\varepsilon$  и напряжение  $\sigma$  (компоненты  $L$ ,  $T$  и  $N$ , рис. 1) в несущей ленте в ВТСП-2, в сравнении с данными для ленты с одиночным слоем YSZ [15]. Положения пробных объемов (*Points*) показаны на рис. 1. Символы (черные кружки для ленты в проводе, белые кружки для ленты с одиночным слоем YSZ) — экспериментальные точки с ошибками, для наглядности соединенные линиями; средние значения и области стандартных отклонений показаны красным. Значение  $\sigma$  с ошибкой, рассчитанное по рентгеновским данным из табл. 3, показано синим. На вставке справа внизу — напряжение  $\sigma_{surface}$  на поверхности ленты под слоем YSZ в проводе и в ленте с одиночным слоем YSZ [16] в зависимости от толщины поверхностного слоя  $t$ ; символы — экспериментальные точки с ошибками, серая область соответствует растягивающему напряжению. Значение  $\sigma_{surface}$  с ошибкой, определенное по измеренному напряжению  $\sigma_L$ , показано красным. Значение  $\sigma_{surface}$  с ошибкой, рассчитанное по рентгеновским данным, показано синим. Подробности в тексте.

водящем слоях (табл. 3). В этом случае рассчитанное растягивающее напряжение поперек ленты, 82(7) МПа, близко к поперечному напряжению  $\sigma_T$ , тогда как рассчитанное напряжение вдоль ленты, 84(7) МПа, вдвое меньше продольного  $\sigma_L$  (синяя область на рис. 4). Сжимающее напряжение на поверхности ленты под слоем YSZ, определенное так же, как в [16], тоже не согласуется с расчетом. Рассчитанное напряжение,  $-372(28)$  МПа, меньше, чем в ленте с одиночным слоем YSZ,  $-720(53)$  МПа, но на  $-331$  МПа больше, чем в ленте в проводе,  $-41(110)$  МПа, (рис. 4, синяя область на вставке внизу).

Таким образом, для соблюдения баланса упругих сил требуется дополнительное растягивающее напряжение

$\Delta\sigma_L \approx 85$  МПа внутри ленты и примерно в четыре раза большее на ее поверхности, в согласии с [31]. Нетрудно понять его происхождение (табл. 1). Нанесение слоев  $\text{CeO}_2$  и YBCO происходит при температуре  $700\text{--}750^\circ\text{C}$  в течение 3 h. Чтобы избежать провисания провода, его натягивают при этой температуре и оставляют в таком состоянии в дальнейшем при нанесении защитного слоя, отжиге в кислороде и охлаждении до комнатной температуры. В результате в несущей ленте возникает избыточное растягивающее напряжение. Оно максимально на поверхности ленты и уменьшается с глубиной (рис. 4, серая область на вставке внизу), при этом на поверхности ленты сохраняется сжатый слой. Согласно оценке, баланс упругих сил достигается при толщине



сжатого слоя около  $15 \mu\text{m}$  и среднем напряжении в нем  $-360 \text{ МПа}$ . Слой с такими параметрами не заметен для нейтронов [15], видно только дополнительное растягивающее напряжение  $\Delta\sigma_L$  вдоль ленты.

Натяжение провода в процессе изготовления и последующий отжиг в таком состоянии естественно объясняют преобладание в слое YBCO доменов типа В с более высоким сжимающим напряжением и длинной осью элементарной ячейки вдоль провода. Это есть результат минимизации упругой энергии в проводе. Ранее [12,13] подобный эффект наблюдался в готовых проводах, подвергнутых дополнительному отжигу под нагрузкой.

## Заключение

Суммируем кратко основные результаты:

1. Впервые измерены остаточные деформации и напряжения в основных компонентах готового ВТСП-2. Провод изготовлен в Национальном исследовательском центре „Курчатовский институт“.

2. В буферных слоях YSZ и  $\text{CeO}_2$  и сверхпроводящем слое YBCO деформация и напряжение — сжимающие. Напряжение уменьшается от YSZ ( $-2.60 \text{ GPa}$ ) к  $\text{CeO}_2$  ( $-2.09 \text{ GPa}$ ) и YBCO (в среднем  $-1.81 \text{ GPa}$ ), на 20% и 14% соответственно. В сверхпроводящем слое преобладают домены с более высоким сжимающим напряжением и длинной осью элементарной ячейки вдоль провода, их доля составляет 70%.

3. В несущей ленте AISI 310S напряжение — растягивающее, сильно анизотропное вдоль (169 МПа) и поперек (68 МПа) провода. Избыточное продольное растяжение вызвано условиями изготовления провода, которые ответственны за преобладание в сверхпроводящем слое доменов с высоким сжимающим напряжением вдоль провода.

4. Достоверность полученных результатов подтверждается их согласованностью.

5. Предложены простые способы определения параметров ненапряженного состояния основных компонентов ВТСП-2 по имеющимся данным для напряженного состояния.

6. Представленный в работе метод определения внутренних деформаций и напряжений в ВТСП-2 является универсальным. Он использует хорошо известные проверенные методики и подходит для проводов с разными несущими лентами, буферными и сверхпроводящими слоями.

## Благодарности

Авторы признательны И.В. Куликову за помощь в травлении провода.

## Финансирование работы

Работа проведена в рамках выполнения государственного задания Национального исследовательского центра „Курчатовский институт“.

## 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] M. Sugano, K. Osamura, W. Prusseit, R. Semerad, K. Itoh, T. Kiyoshi. *Supercond. Sci. Technol.*, **18**, 369 (2005). DOI: 10.1088/0953-2048/18/3/027
- [3] 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
- [4] M. Sugano, S. Machiya, K. Osamura, H. Adachi, M. Sato, R. Semerad, W. Prusseit. *Supercond. Sci. Technol.*, **22**, 015002 (2009). DOI: 10.1088/0953-2048/22/1/015002
- [5] 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
- [6] K. Osamura, S. Machiya, Y. Tsuchiya, H. Suzuki. *Supercond. Sci. Technol.*, **23**, 045020 (2010). DOI: 10.1088/0953-2048/23/4/045020
- [7] K. Osamura, S. Machiya, Y. Tsuchiya, H. Suzuki. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **20** (3), 1532 (2010). DOI: 10.1109/TASC.2010.2042437
- [8] A. Krivykh, A. Irodova, V. Krylov, I. Kulikov, A. Polyakov. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **32** (4), 8400105 (2022). DOI: 10.1109/TASC.2022.3143773
- [9] K. Osamura, S. Machiya, Y. Tsuchiya, S. Harjo, H. Suzuki, T. Shobu, K. Kiriya, M. Sugano. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **21** (3), 3090 (2011). DOI: 10.1109/TASC.2010.2086038
- [10] K. Osamura, S. Machiya, Y. Tsuchiya, H. Suzuki, T. Shobu, M. Sato, S. Ochiai. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **22** (1), 8400809 (2012). DOI: 10.1109/TASC.2011.2178847
- [11] K. Osamura, S. Machiya, D.P. Hampshire. *Supercond. Sci. Technol.*, **29**, 065019 (2016). DOI: 10.1088/0953-2048/29/6/065019
- [12] S. Awaji, T. Suzuki, H. Oguro, K. Watanabe, K. Matsumoto. *Sci. Rep.*, **5**, 11156 (2015). DOI: 10.1038/srep11156
- [13] T. Okada, H. Misaizu, S. Awaji. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **31** (5), 6601006 (2021). DOI: 10.1109/TASC.2021.3063995
- [14] И.Д. Карпов, А.В. Иродова, В.С. Круглов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм. *ЖТФ*, **90** (7), 1095 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2020.07.49442.242-19 [I.D. Karpov, A.V. Irodova, V.S. Kruglov, S.V. Shavkin, V.T. Em. *Tech. Phys.*, **65** (7), 1051 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220070063]
- [15] 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 [A.V. Irodova, I.D. Karpov, V.S. Kruglov, V.E. Krylov, S.V. Shavkin, V.T. Em. *Tech. Phys.*, **67** (15), 2391 (2022). DOI: 10.21883/TP.2022.15.55265.169-21]

- [16] А.В. Иродова, Е.А. Головкова, О.А. Кондратьев, В.С. Круглов, В.Е. Крылов, С.А. Тихомиров, С.В. Шавкин. *ЖТФ*, **92** (12), 1844 (2022). DOI: 10.21883/JTF.2022.12.53887.197-22 [A.V. Irodova, E.A. Golovkova, O.A. Kondratiev, V.S. Kruglov, V.E. Krylov, S.A. Tikhomirov, S.V. Shavkin. *Tech. Phys.*, **67** (12), 1603 (2022). DOI: 10.21883/TP.2022.12.55196.197-22]
- [17] E.M. Santos, M.T.D. Orlando, M.S.R. Miltao, L.G. Martinez, A.S. Alves, C.A. Passos. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **49**, 056601 (2010). DOI: 10.1143/JJAP.49.056601
- [18] A.F. Bower. *Applied Mechanics of Solids* (CRC Press, Boca Raton, 2009), DOI: 10.1201/9781439802489
- [19] W.H. Weber, K.C. Bass, J.R. McBride. *Phys. Rev. B*, **48**, 178 (1993). DOI: 10.1103/PhysRevB.48.178
- [20] T. Gurel, R. Eryigit. *Phys. Rev. B*, **74**, 014302 (2006). DOI: 10.1103/PhysRevB.74.014302
- [21] V. Kanchana, G. Vaitheeswaran, A. Svane, A. Delin. *J. Phys.: Condens. Matter*, **18**, 9615 (2006). DOI: 10.1088/0953-8984/18/42/008
- [22] C. Sevik, T. Çagin. *Phys. Rev. B*, **80**, 014108 (2009). DOI: 10.1103/PhysRevB.80.014108
- [23] J.C. Goldsby. *J. Ceramics*, **2013**, 323018 (2013). DOI: 10.1155/2013/323018
- [24] K. Suzuki, M. Kato, T. Sunaoshi, H. Uno, U. Carvajal-Nunez, A.T. Nelson, K.J. McClellan. *J. Am. Ceram. Soc.*, **102**, 1994 (2019). DOI: 10.1111/jace.16055
- [25] Ming Lei, J.L. Sarrao, W.M. Visscher, T.M. Bell, J.D. Thompson, A. Migliori, U.W. Welp, B.W. Veal. *Phys. Rev. B*, **47**, 6154 (1993). DOI: 10.1103/PhysRevB.47.6154
- [26] AISI 310S (S31008) Stainless Steel. [Электронный ресурс] URL: <https://www.makeitfrom.com/material-properties/AISI-310S-S31008-Stainless-Steel>
- [27] Ресурсный центр лабораторных рентгеновских методов „Рентген“. [Электронный ресурс] URL: <http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/rentgen/index.shtml>
- [28] G.J. McIntyre, A. Renault, G. Collin. *Phys. Rev. B*, **37**, 5148 (1988). DOI: 10.1103/PhysRevB.37.5148
- [29] V.T. Em, I.D. Karpov, V.A. Somenkov, V.P. Glazkov, A.M. Balagurov, V.V. Sumin, P. Mikula, J. Saroun. *Physica B: Condens. Matter*, **551**, 413 (2018). DOI: 10.1016/j.physb.2018.02.042
- [30] Курчатовский нейтронный исследовательский комплекс ИР-8. [Электронный ресурс] URL: <http://kcsni.nrcki.ru/pages/main/IR8/beamlinesIR8/index.shtml>
- [31] L.B. Freund, S. Suresh. *Thin film materials. Stress, defect formation and surface evolution* (Cambridge University Press, NY., 2004), DOI: 10.1017/CBO9780511754715.003
- [32] J.J. Capponi, C. Challout, A.W. Hewat, P. Lejay, M. Marezio, N. Nguyen, B. Raveau, J.L. Soubeyroux, J.L. Tholence, R. Tournier. *Europhys. Lett.*, **3**, 1301 (1987). DOI: 10.1209/0295-5075/3/12/009
- [33] R.J. Cava, B. Batlogg, C.H. Chen, E.A. Rietman, S.M. Zahurak, D. Werder. *Phys. Rev. B*, **36**, 5719 (1987). DOI: 10.1103/PhysRevB.36.5719
- [34] R.J. Cava, B. Batlogg, R.B. van Dover, D.W. Murphy, S. Sunshine, T. Siegrist, J.P. Remeika, E.A. Rietman, S. Zahurak, G.P. Espinosa. *Phys. Rev. Lett.*, **58**, 1676 (1987). DOI: 10.1103/PhysRevLett.58.1676
- [35] W. David, W. Harrison, J. Gunn, O. Moze, A.K. Soper, P. Day, J.D. Jorgensen, D.G. Hinks, M.A. Beno, L. Soderholm, D.W. Capone, I.K. Schuller, C.U. Segre, K. Zhang, J.D. Grace. *Nature*, **327**, 310 (1987). DOI: 10.1038/327310a0
- [36] O.K. Antson, P.E. Hiismaki, H.O. Poyry, A.T. Tiitta, K.M. Ullakko, V.A. Trunov, V.A. Ul'yanov. *Solid State Comm.*, **64**, 757 (1987). DOI: 10.1016/0038-1098(87)90694-6
- [37] H. You, R.K. McMullan, J.D. Axe, D.E. Cox, J.Z. Liu, G.W. Crabtree, D.J. Lam. *Solid State Comm.*, **64**, 739 (1987). DOI: 10.1016/0038-1098(87)90690-9