## <sup>03.4</sup> Затравочные слои на подложках RABiTS для ВТСП проводов второго поколения

## © 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

Научно-исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва E-mail: igor.chernykh@gmail.com

## Поступило в Редакцию 4 мая 2012 г.

Методом импульсного лазерного осаждения на металлических лентах RABiTS сформированы эпитаксиальные пленки CeO<sub>2</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Проведено исследование зависимости кристаллической ориентации пленок от температуры синтеза. Показано, что пленки Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> формируются со 100%-й ориентацией (100), в то время как в пленках CeO<sub>2</sub> во всем диапазоне температур роста присутствует паразитная ориентация. Острота текстуры в плоскости подложки составила 8°. Исследования поверхности пленок показали, что в пленках CeO<sub>2</sub> при увеличении температуры синтеза возникают трещины, поверхность пленок Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наиболее соответствуют требованиям, предъявляемым к затравочным слоям: являются эпитаксиальными с кристаллической ориентацией (100), наследуют текстуру подложки, поверхность является гладкой, без наличия трещин.

В настоящее время одним из самых интенсивных направлений развития технической сверхпроводимости являются исследования и разработки ВТСП лент второго поколения и устройств на их основе. Ряд государств (Япония, США, Германия) уже добились успехов в формировании ВТСП лент длиной 100 m и более [1–4]. Основными направлениями исследований и разработок ВТСП электротехнических устройств являются: силовые кабели, ограничители тока, моторы и генераторы, трансформаторы, накопители энергии [5]. В России на данный момент отсутствует собственное производство ВТСП проводов второго поколения. Некоторыми институтами ведутся исследования в области формирования образцов ВТСП проводов, однако на данный момент в публикациях отсутствует информация о токонесущих характеристиках ВТСП пленок. В настоящее время в национальном

53

исследовательском центре "Курчатовский институт" ведутся активные исследования и разработки в области ВТСП проводов второго поколения.

Одним из видов подложек для ВТСП проводов второго поколения являются текстурированные металлические ленты. За рубежом продемонстрированы высокие электрические характеристики ВТСП лент с применением данных подложек. Процесс текстурирования ленты носит название rolling assisted biaxially textured substrates (RABiTS) [6].

Для формирования ВТСП материала на подложке необходимо обеспечить соответствие решеток и коэффициентов теплового расширения, исключить химическое взаимодействие ВТСП материала с подложкой, а также обеспечить передачу текстуры в ВТСП слой. Для этого используются буферные слои. Распространенной архитектурой буферных слоев для текстурированных лент является трехслойная система, состоящая из затравочного слоя  $Y_2O_3$ , барьерного слоя YSZ ( $ZrO_2 + 8\%Y_2O_3$ ) и завершающего слоя СеО2 [7]. Также в качестве затравочного слоя часто используется СеО<sub>2</sub> [8]. В любой архитектуре ключевым слоем является затравочный, его успешное формирование является первым шагом в разработке технологии ВТСП проводов второго поколения. Требования к затравочному слою сводятся не только к формированию кристаллической ориентации (100) и наследованию текстуры подложки, а главным образом к формированию на металлической подложке оксидного слоя, в процессе формирования которого важно не допустить окисления подложки. Также важным является качество поверхности затравочного слоя, пленки должны быть сплошными и иметь гладкую поверхность, дефекты в пленке могут привести к диффузии материала подложки в последующие слои и привести к деградации критических характеристик ВСТП пленки.

В данной работе проведено детальное исследование кристаллической структуры, текстуры и поверхности затравочных слоев CeO<sub>2</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на подложках RABiTS с целью определения оптимального затравочного слоя. Затравочные слои CeO<sub>2</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> были сформированы посредством метода импульсного лазерного осаждения, использовалось излучение эксимерного KrF лазера. Плотность мощности на мишени составляла не менее 1.5 J/cm<sup>2</sup>. Дифрактограммы были получены на порошковом дифрактометре (BRUKER D8 ADVANCE). Полюсные фигуры ( $\phi$ -сканирование) были получены на дифрактометре с вращающимся анодом (RIGAKU SMARTLAB). С помощью атомно-силового

микроскопа (NT-MDT Ntegra Aura), растрового электронного микроскопа (FEI Co. Helios Nanolab) и оптического профилометра (BRUKER NT 9080) анализировалась топография поверхности.

В качестве подложек нами использовались текстурированные металлические ленты RABiTS, состоящие из сплава никеля легированного 5-ю атомарными процентами вольфрама, толщина лент составляла 80  $\mu$ m. Образцы лент длиной 15 cm были произведены во ВНИИНМ им. акад. А.А. Бочвара. Ключевыми параметрами для лент RABiTS являются острота текстуры и качество поверхности. Острота текстуры подложек и пленок определялась по профилю полюсных фигур по значению ПШПВ (полной ширины на полувысоте) текстурного максимума. Острота текстуры в плоскости ленты составила 8°C. Шероховатость поверхности по среднеквадратичному отклонению высоты на участках площадью 10 × 10 и 300 × 300  $\mu$ m составила 10 и 25 nm соответственно. Параметр решетки ленты определялся по положению брэгтовского рефлекса (200) и составил 3.54 Å.

Формирование затравочных слоев происходило в вакууме при давлении не выше 1 · 10<sup>-5</sup> Тогг для предотвращения образования оксида никеля на поверхности подложки. Температура подложки варьировалась в диапазоне 560-760°С. После нанесения образцы охлаждались в вакууме до комнатной температуры. Толщина сформированных пленок составляла 100 nm. Параметры решеток пленок CeO<sub>2</sub> и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> определенные из рентгенограмм составили 5.4 и 10.6 Å соответственно. Параметры решеток, рассчитанных из результатов экспериментов, совпадают с данными, взятыми из литературных источников [9], что говорит о хорошем качестве пленок и отсутствии сильных напряжений в пленках. На рис. 1, а представлены дифрактограммы пленок CeO<sub>2</sub>, сформированных при различных температурах. Во всем выбранном диапазоне температур пленка CeO2 растет с преимущественной ориентацией (100), при этом интенсивность пика (100) практически не меняется, в то же время интенсивность пика (111), соответствующего паразитной ориентации, является нестабильной и ненулевой во всем диапазоне температур роста. Наличие паразитной ориентации в пленке CeO<sub>2</sub> вызвано большим несоответствием решеток пленки и подложки, которое составляет 8%. Острота текстуры пленок CeO2 совпадает с остротой текстуры подложки, таким образом, пленка наследует текстуру подложки. На РЭМ-изображении поверхности пленки CeO<sub>2</sub> (рис. 1, b) сформированной при температуре 760°С видны трещины.



**Рис. 1.** *а* — дифрактограммы пленки CeO<sub>2</sub> при температурах роста 560–760°C,  $b = P \Im M$ -изображение поверхности пленки CeO<sub>2</sub>, сформированной при температуре 760°C.



**Рис. 2.** *а* — дифрактограммы пленки  $Y_2O_3$  при температурах роста 560–760°С, *b* — РЭМ-изображение поверхности пленки  $Y_2O_3$ , сформированной при температуре 760°С.

При понижении температуры роста образование трещин прекращается, пленка является сплошной.

В случае с пленкой Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (рис. 2, *a*) температурная зависимость кристаллической ориентации прослеживается четко. При температуре роста 680°С и выше начинает превалировать необходимая кристаллическая ориентация (100) над паразитной (111), интенсивность пика соответствующего отражениям от плоскостей (400) растет с увеличением температуры подложки, что говорит об улучшении кристаллического совершенства пленки. Несоответствие решеток подложки и пленки У2О3 составляет 6%, что меньше, чем в случае СеО2, благодаря чему пленки оксида иттрия формируются с единственной кристаллической ориентацией. Величины остроты текстуры пленок и подложки совпадают. В пленке У2О3 трещины отсутствуют даже при температуре роста  $760^{\circ}$ С (рис. 2, b). Таким образом, предпочтительным является формирование пленок У2О3 при высоких температурах. Так как КТР пленок оксида церия и оксида иттрия отличается от КТР подложки на 40 и 52% соответственно [9-10], то можно сделать вывод, что ключевым фактором образования трещин в оксиде церия при высоких температурах роста служит большее несоответствие постоянных решеток пленки с подложкой.

Таким образом, было показано, что в пленках  $CeO_2$  во всем температурном диапазоне роста существует паразитная кристаллическая ориентация. При повышении температуры синтеза до 760°C в пленках  $CeO_2$  возникают трещины, нежелательные для буферных слоев. Для пленок  $Y_2O_3$  показано, что при увеличении температуры роста выше 680°C удается сформировать пленки с необходимой кристаллической ориентацией и текстурой. Поверхность пленки  $Y_2O_3$  во всем диапазоне температур роста является сплошной, без наличия трещин.

В дальнейшие планы исследований НИЦ "Курчатовский институт" входят формирование различных архитектур буферных слоев и ВТСП слоя методом импульсного лазерного осаждения, а также получение стабильных токонесущих характеристик на образцах ВТСП проводов второго поколения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, ГК № 16.513.11.3062.

## Список литературы

- Selvamanickam V., Yimin C., Xuming X., Xie Y., Martchevski M., Rar A., Yunfei Q., Schmidt R.M., Knoll A., Lenseth K.P., Weber C.S. // IEEE. Appl. Supercond. 2009. V. 19. N 3. P. 3225.
- [2] Rupich M.W., Schoop U., Verebelyi D.T., Thieme C.L.H., Buczek D., Li X., Zhang W., Kodenkandath T., Huang Y., Siegal E., Carter W., Nguyen N., Schreiber J., Prasova M., Lynch J., Tucker D., Harnois R., King C., Aized D. // IEEE. Appl. Supercond. 2007. V. 17. N 2. P. 3379–3382.
- [3] Usoskin A., Kirchhoff L., Knoke J., Prause B., Rutt A., Selskij V., Farrell D.E. // IEEE. Appl. Supercond. 2007. V. 17. N 2. P. 3235–3238.
- [4] Igarashi M., Kakimoto K., Hanyu S., Tashita C., Hayashida T., Hanada Y., Fujita S., Morita K., Nakamura N., Sutoh Y., Kutami H., Iijima Y., Saitoh T. // J. Phys.: Conf. Ser. 2010. V. 234. P. 022016.
- [5] Haught D., Daley J., Bakke P., Marchionini B. // Int. J. Appl. Ceram. Technol. 2007. V. 4. N 3. P. 197.
- [6] Eickemeyer J., Huhne R., Guth A., Rodig C., Klauss H., Holzapfel B. // Supercond. Sci. Technol. 2008. V. 21. N 10. P. 105012–105018.
- [7] Huhne R., Subramanya Sarma V., Okai D., Thersleff T., Schultz L., Holzapfel B. // Supercond. Sci. Technol. 2007. V. 20. N 7. P. 709–714.
- [8] Xiong J., Chen Y., Qiu Y., Tao B., Qin W., Cui X., Li Y. // J. Mater. Sci. Technol. 2007. V. 23. P. 457–460.
- [9] Barnes P.N., Nekkanti R.M., Haugan T.J., Campbell T.A., Yust N.A., Evans J.M. // Supercond. Sci. Technol. 2004. V. 17. N 8. P. 957.
- [10] Hsueh C., Paranthaman M. // J. Mater. Sci. 2008. V. 43. N 18. P. 6223.