

02

Волны смещений кислородных атомов в решетке фазы Bi, Pb-2223 композита, отожженного в атмосфере с пониженным содержанием кислорода ($\text{O}_2 + \text{N}_2$)

© С.В. Сударева¹, М.В. Кузнецов², Т.П. Криницина¹, Е.И. Кузнецова¹, Ю.В. Блинова¹,
Е.П. Романов¹, Д.Н. Раков³, Ю.Н. Белотелова³, Т.Е. Куренных¹

¹ Институт физики металлов УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

² Институт химии твердого тела УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

³ ВНИИНМ им. акад. А.А. Бочвара,
Москва, Россия

E-mail: jml@imp.uran.ru

(Поступила в редакцию 14 июня 2011 г.)

После отжига композитов Bi, Pb-2223/Ag в азотно-кислородной атмосфере с пониженным содержанием кислорода в фазе 2223 электроннографически в направлении $[010]_{2223}$ обнаружены поперечно-поляризованные волны смещений кислородных атомов. Методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и ядерного микроанализа показано, что азот с решеткой 2223 не взаимодействует, а кислородный индекс становится меньше стехиометрического (10) — 9.67 ± 0.20 . Появление волн атомных смещений вызвано недостатком кислорода в двойных слоях Bi-O .

1. Введение

В нашей работе [1] было отмечено, что в результате отжига керамики Bi, Pb-2223 многожильного (61 жила) композита в Ag -оболочке в атмосфере с пониженным содержанием кислорода ($7.5 \text{ vol.\%O}_2 + 92.5 \text{ vol.\%N}_2$) при давлении 1 atm в решетке происходят определенные изменения. А именно, на большинстве электронограмм $[001]$ фазы 2223 в ряду $[010]^*$, проходящем через нулевой узел (000), исчезают рефлексы типа (010), (030), (050) и т.д., в то время как в других параллельных направлению $[010]^*$ рядах, но не проходящих через (000), имеется весь набор рефлексов. Согласно [2], это может быть связано с наличием в решетке 2223 волн атомных смещений.

В настоящее время отжига композитов Bi, Pb-2223/Ag в среде ($\text{O}_2 + \text{N}_2$) при температурах $820\text{--}780^\circ\text{C}$ широко используются во всем мире. Считается, что в этом случае сокращается количество сопутствующих фаз (2212, 2201, Ca_2PbO_4 и т.д.) [3], улучшаются контакты между кристаллитами, и повышается критический ток [4,5]. Согласно [6], во время отжига при пониженном содержании кислорода частицы фазы Ca_2PbO_4 либо не образуются, либо растворяются в связи с уменьшением степени окисления Pb от $4+$ до $2+$, и ионы Pb^{2+} поступают в 2223-матрицу, занимая позиции Bi . Однако во всех этих работах не рассматривается возможность каких-либо изменений в кислородной подрешетке самой фазы 2223 под действием отжига в атмосфере с пониженным содержанием кислорода.

В настоящей работе мы попытаемся определить характер наблюдаемых решеточных изменений, установить причину их появления и выяснить, как это вли-

яет на сверхпроводимость керамики. В связи с этим мы предприняли исследование керамики композита Bi, Pb-2223/Ag после отжига в среде ($\text{O}_2 + \text{N}_2$) методами электронной дифракции, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), ядерного микроанализа, измерения температурной зависимости магнитного момента.

2. Образцы и методика эксперимента

Образцы для исследования представляли собой многожильные (61 жила) композиты Bi, Pb-2223/Ag в форме лент шириной $\sim 5 \text{ mm}$, толщиной $\sim 0.3 \text{ mm}$, изготовленные методом „порошок в трубе“ во ВНИИНМ им. акад. А.А. Бочвара (Москва), см. [1]. Для того чтобы исключить влияние методик на структуру и сверхпроводящие свойства фазы 2223, исследования выполнены на разных образцах, которые слегка отличались по химическому составу, но обладали практически одинаковой структурой. Структура и фотоэлектронные спектры были изучены на следующих образцах. Образец № 1 состава $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.32}\text{Sr}_{1.90}\text{Ca}_{2.01}\text{Cu}_{3.10}\text{O}_x$ обработан в следующем режиме: отжиг при 832°C в течение 50 h на воздухе с последующей прокаткой и отжигом при 820°C , 125 h на воздухе. Далее отжиг при 780°C 30 h в смеси ($0.75 \text{ vol.\%O}_2 + 99.25 \text{ vol.\%N}_2$) при давлении 10 atm; $I_c = 60 \text{ A}$. Образец № 2 состава $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.88}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.07}\text{O}_x$ обработан в следующем режиме: отжиг при 832°C в течение 50 h на воздухе с последующей прокаткой и отжигом при 830°C 30 h в среде ($0.75 \text{ vol.\%O}_2 + 99.25 \text{ vol.\%N}_2$) при давлении 10 atm. Затем — медленное охлаждение

до 790°C и выдержка при этой температуре 15 h в смеси ($O_2 + N_2$) при давлении 10 atm; $I_c = 82$ А.

Структура керамики композитов исследовалась с помощью просвечивающей электронной микроскопии (JEM-200CX). Исследование выполнено на лентах после удаления (сдириания) верхней Ag-оболочки. Фольги для электронно-микроскопического исследования готовили сначала путем механической полировки, затем — электролитически, в качестве электролита использовали раствор соли $Mg(ClO_4)_2$ в метиловом спирте. Контроль фазового состава всех образцов осуществляли рентгенографически и в сканирующем электронном микроскопе-микроанализаторе. Данные исследования проведены в Центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН.

РФЭС-эксперименты проведены на электронном спектрометре VG ESCALAB MK II (Центр коллективного пользования УрО РАН „Электронная спектроскопия и СТМ-микроскопия поверхности“). Вакуум в процессе РФЭС-анализа поддерживался на уровне 10^{-8} Па. В качестве возбуждающего рентгеновского излучения использовались два типа излучения: AlK_{α} с энергией 1486.6 eV и MgK_{α} с энергией 1253.6 eV. Шаг сканирования по энергии составлял 0.1 eV. Калибровку спектрометра осуществляли по линии $Au4f_{7/2}$ (84.0 eV). Зарядку образца оценивали по спектрам углерода $C1s$ (285.0 eV) от естественных углеводородных загрязнений на поверхности.

Образцы для РФЭС-анализа площадью $\sim 5 \times 5$ mm (после удаления верхней Ag-оболочки на воздухе) с помощью двухстороннего скотча крепились на держателе образцов и помещались сначала в камеру подготовки электронного спектрометра, где поддерживался вакуум не хуже 10^{-6} Па. РФЭС-анализ проводился как непосредственно на поверхности керамики, так и после удаления поверхностного слоя керамики алмазным скребком (надфилем) *in-situ* в вакуумной камере подготовки электронного спектрометра, т.е. в „объеме“ керамики. Отметим, что пятно РФЭС-анализа электронного спектрометра ESCALAB MK II составляет 2–3 mm, что сопоставимо с площадью образца. Были выполнены анализы энергий связи фотоэлектронных спектров основных элементов (Bi, Sr, Pb, Ca, Cu, O) и углерода; проведены специальные эксперименты с целью выявить присутствие азота в керамике.

Методом ядерного микроанализа измерено содержание кислорода в керамике композита $Bi_{1.75}Pb_{0.33}Sr_{1.87}Ca_{1.98}Cu_{3.05}O_x$, обработанного по схеме № 2 (схема обработки для образца № 2, см. выше) с использованием атмосферы отжига ($7.5 \text{ vol.}\%O_2 + 92.5 \text{ vol.}\%N_2$) при давлении 1 atm, $I_c = 108$ А. Измерение проводилось на ядерно-физическом ускорительном комплексе. Комплекс функционирует на базе 2 MV ускорителя Ван-де-Граафа ЭГ-2М-1. Концентрации атомов кислорода измерялись с помощью реакции $^{16}O(d, p)^{17}O$ [7]. Энергия частиц первичного пучка 900 keV. Образцы помещались в вакуумированную камеру, на них направлялся пучок ускоренных дейтронов.

Облучению подвергалась плоская поверхность образца. Она устанавливалась перпендикулярно оси первичного пучка. Размер пучка 2 mm. Угол регистрации продуктов ядерной реакции составлял 160° . Энергетические спектры продуктов реакции регистрировались с помощью поверхностно-барьерного детектора, имеющего диаметр около 10 mm и энергетическое разрешение 20 keV. Перед детектором устанавливался поглотитель обратнорассеянных дейтронов толщиной 16 μm . Измерения числа частиц первичного пучка, попавших на образец, выполнялись с помощью вторичного монитора [8] с точностью $\sim 0.5\%$. Глубина анализа — 2 μm .

Для вычисления значения концентрации кислорода использовалась процедура сравнения спектров от исследуемого образца и образца-эталона с постоянной по глубине концентрацией кислорода. В качестве эталона использовался образец CuO, содержание кислорода в котором принималось за 50 at.%. Значения концентраций вычислялись с использованием литературных данных по тормозным способностям исследуемых образцов [9].

Измерение температурной зависимости магнитного момента выполнено для образца $Bi_{1.70}Pb_{0.33}Sr_{1.87}Ca_{2.03}Cu_{3.10}O_x$, обработанного по схеме № 2 в атмосфере ($7.5 \text{ vol.}\%O_2 + 92.5 \text{ vol.}\%N_2$) при давлении 1 atm ($I_c = 99$ А), в Центре магнитометрии ИФМ УрО РАН на квантовом СКВИД-магнитометре типа MPMS-XL-5 (Quantum Design) на частоте 80 Hz при амплитуде переменного магнитного поля 4 Ое.

Структура и фазовый состав всех исследованных в настоящей работе образцов мало отличались друг от друга.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 1, *a–c* приведены электронограммы образцов № 1, 2. Электронограммы (рис. 1, *a, c*) наиболее характерны для этих образцов. Хорошо видно, что рефлексы типа (010), (030), (050) ... отсутствуют только в ряду $[010]^*$, проходящем через узел (000). Но встречаются и такие электронограммы, как на рис. 1, *b*, которые более характерны для образцов, отжигавшихся на воздухе. Эта электронограмма приведена для сравнения; на ней присутствуют оба полных перпендикулярных ряда рефлексов через (000). Как уже отмечалось, отсутствие определенных рефлексов в ряду через узел (000) может быть связано с волнами атомных смещений. Рассмотрим этот вопрос более подробно.

Структуру фазы $Bi-2223$ с достаточной точностью можно описать группой 14/mmm — это объемноцентрированная решетка (рентгенографически она так и выявляется). В действительности же, структура фазы 2223 более сложная. Если принять во внимание атомы кислорода, которые образуют свою подрешетку, то требуется другая группа симметрии, а параметр решетки фазы 2223 удвоится. Рефлексы, обусловленные рассеянием на кислородной подрешетке (сверхструктура), в том числе и рефлексы типа (010), (030), (050) должны

хорошо выявляться на электронограммах (рис. 1, *b*) благодаря более высокой чувствительности метода и более высокой рассеивающей способности электронов на легких атомах. Это согласуется с работой [10], где

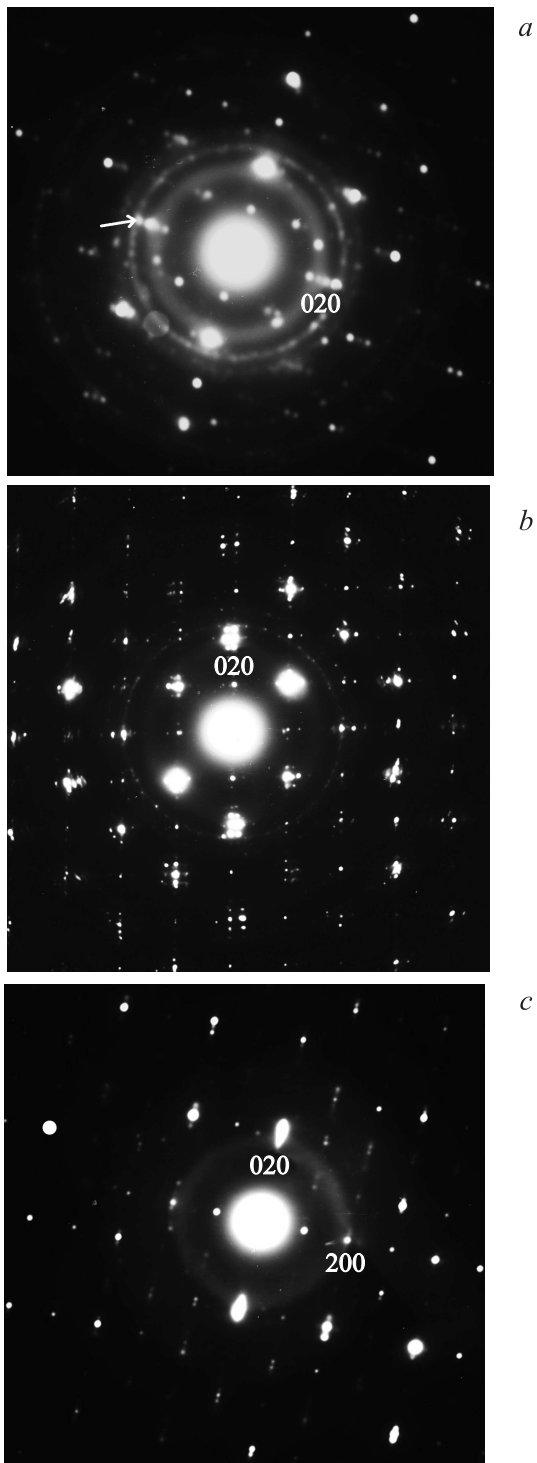


Рис. 1. *a, b* — электронограммы керамики композита *Bi, Pb-2223/Ag* после отжига в ($N_2 + O_2$), образец № 1, ось зоны $[001]$; *c* — электронограмма керамики композита *Bi, Pb-2223/Ag* после отжига в ($N_2 + O_2$), образец № 2, ось зоны $\sim [001]$.

указывается, что в ВТСП-системах в дополнение к упорядочению в металлической решетке существует упорядочение волн зарядовой плотности (ВЗП) в подрешетке ионов кислорода в направлениях $[100]$, что приводит к удвоению периода решетки, новой зоне Бриллюэна, нестингу поверхности Ферми в этих направлениях, аномалиям фононных мод.

Анализ полученных электронографических данных позволяет заключить, что отсутствие сверхструктурных рефлексов (010) , (030) , (050) в ряду $[010]^*$ через узел (000) после отжига в среде ($O_2 + N_2$) объясняется появлением в решетке в направлении оси **b** поперечно-поляризованных волн смещений кислородных атомов с длиной волны $\lambda = a = 5.4 \text{ \AA}$.

Хорошо известно, что на электронограммах фаз $(Bi, Pb)_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{4+2n+\delta}$ ($n = 1, 2, 3$) практически всегда наблюдается одна особенность — это сателлиты, по паре (или по две пары) около матричных узлов (на рис. 1, *a* показано стрелкой). Структура этих соединений модулирована [11]. Наиболее сильные искажения возникают в двойных висмутовых слоях $Bi-O$. Поле искажений сложное, смещенные Bi -атомы в разной степени обладают одновременно поперечными и продольными компонентами. В конечном итоге формируется волна с $\lambda \sim 26 \text{ \AA}$ (модуляция Bi -типа), которая распространяется точно в направлении оси **b** — $[010]$. Она и обуславливает появление на электронограмме по одной паре сателлитов. Вследствие наличия у смещенных атомов Bi продольной составляющей сателлиты наблюдаются и на направлении $[010]^*$, проходящем через узел (000) . Частичная замена висмута на свинец (атомы Pb замещают атомы Bi в двойных слоях $Bi-O$) приводит к возникновению новых модуляций (Pb -типа) с $\lambda \sim 443 \text{ \AA}$ в том же направлении $[010]$ с соответствующими сателлитами на электронограммах [11]. Наличие на электронограмме (рис. 1, *b*) сателлитов Bi -, Pb -типов в двух перпендикулярных направлениях типа $[100]$ объясняется присутствием в данном участке доменов со взаимно перпендикулярной ориентацией осей **b**.

Примечательно, что поперечно-поляризованные волны смещений кислородных атомов возникают в направлении оси **b**, то есть в том же направлении, что и волны смещений атомов Bi и Pb . Возникает предположение, что смещениям подвергаются атомы кислорода, которые находятся в двойных слоях $Bi-O$, то есть там, где обычно находится сверхстехиометрический кислород (см. [11]), концентрация которого оценивается по величине δ ($Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{4+2n+\delta}$; $n = 1, 2, 3$). Факт нахождения сверхстехиометрического кислорода в двойных слоях $Bi-O$ был установлен с помощью нейтронографического исследования [12].

Что же может быть причиной возникновения волн смещений кислородных атомов? Можно предположить две модели. Одна из них может быть связана с недостатком кислорода в решетке 2223: значение кислородного индекса при этом оказывается ниже стехиометрического, то есть ниже 10. В этом случае, согласно [13],

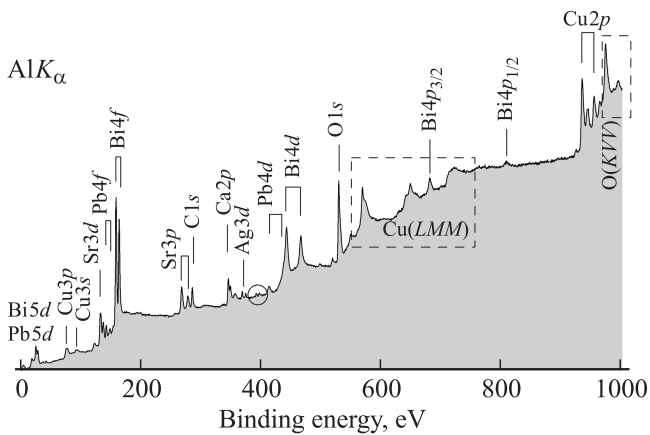


Рис. 2. Обзорный спектр РФЭС керамики Bi, Pb-2223 композита после отжига в ($N_2 + O_2$), образец № 2, после удаления Ag-оболочки и механической чистки в вакууме алмазным скребком.

для понижения электронной энергии системы возникают волны атомных смещений. Вторая модель предполагает вхождение атомов азота в решетку на вакантные кислородные позиции. Вследствие другой валентности азота изменится зарядовое состояние легких атомов, а вместе с ним — и валентность Cu, что должно привести к появлению вакансий в кислородной подрешетке и волн атомных смещений. Для того чтобы решить, какая из этих моделей имеет место в нашем случае, необходимо ответить на два вопроса: входит ли азот в решетку 2223, и каков точный кислородный индекс у фазы 2223 после отжига в среде ($O_2 + N_2$). В связи с этим и были предприняты исследования методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и ядерного микроанализа.

На рис. 2 представлен обзорный фотоэлектронный спектр висмутовой керамики, освобожденной перед РФЭС-экспериментом от Ag-оболочки и обработанной механическим скребком в вакууме. Обзорный РФЭС-спектр записан при возбуждающем AlK_α -излучении с целью сдвинуть интенсивные полосы Оже-переходов меди Cu(LMM) и кислорода O(KVV) в сторону больших энергий связи и „очистить“ участок, где предполагается сигнал от $1s$ -состояния азота. На обзорном спектре этот участок выделен кружком. В целом, обзорный спектр демонстрирует все основные фотоэмиссионные линии атомов-компонентов, входящих в состав ВТСП-керамики, плюс линии от углерода C1s (285.0 eV) и серебра Ag3d (367.7, eV для $d_{5/2}$ -линии).

Итак, необходимо ответить на основной вопрос — присутствует ли азот в составе висмутовой керамики (точнее — в ее „объеме“), и если да, то в какой химической форме он находится. Из обзорного спектра видно, что на участке, где должна располагаться линия $N1s$ -азота, имеются два слабых максимума. Для большей точности этот участок был записан с более высоким спектральным разрешением и временем накопления: соответствующий спектр представлен на рис. 3.

Известно, что максимум РФЭС-линии азота $N1s$ варьируется в зависимости от химической формы азота в области 397–407 eV [14–16]. В работе [16] наблюдали линию азота при 396.2 eV. Нам не известны соединения и ситуации, когда энергия связи $N1s$ -линии азота была бы ниже 396 eV. На представленном (рис. 3) участке РФЭС-спектра от 387 до 415 eV с использованием рентгеновской линии возбуждения AlK_α наблюдаются две полосы при энергиях связи 391.0 и 396.3 eV. Формально одну из этих полос (при 396.3 eV) можно было бы связать с азотом и приписать ей структурные позиции в решетке оксидной керамики на местах позиций кислорода. В реальности для этого, однако, нет серьезных оснований. Во-первых, отсутствуют литературные данные относительно $N1s$ -азота, внедренного в решетку керамики Bi–Sr–Ca–Cu–O на позиции кислорода. Это явление, возможно, и имеет место, но неизвестно, какова энергия связи $N1s$ в таком соединении. Во-вторых, две линии в обсуждаемом спектре очень хорошо описываются дуплетом, свойственным спектру РФЭС f -оболочки со спин-орбитальным расщеплением и пропорцией интенсивности полос $I(f_{7/2})/I(f_{5/2}) = 4 : 3$. В-третьих, запись аналогичного участка керамики с использованием другой линии возбуждающего излучения — MgK_α с энергией 1253.6 eV (рис. 3) демонстрирует полное отсутствие двух наблюдаемых ранее линий. На основании вышеизложенного мы делаем вывод, что эти две полосы не могут являться линиями фотоэмиссии, в том числе эмиссии с $N1s$ -электронных уровней азота.

Анализ показывает, что эти максимумы связаны с экспериментальным артефактом. Дело в том, что стандартный рентгеновский источник имеет двойной анод, обеспечивающий два типа рентгеновского излучения: AlK_α и MgK_α . Мы полагаем, что при записи РФЭС-спектров в излучении AlK_α часть электронов с катода рентгеновской трубки попадает на Mg-анод и инициирует дополнительный очень слабый фантом-спектр. Последний

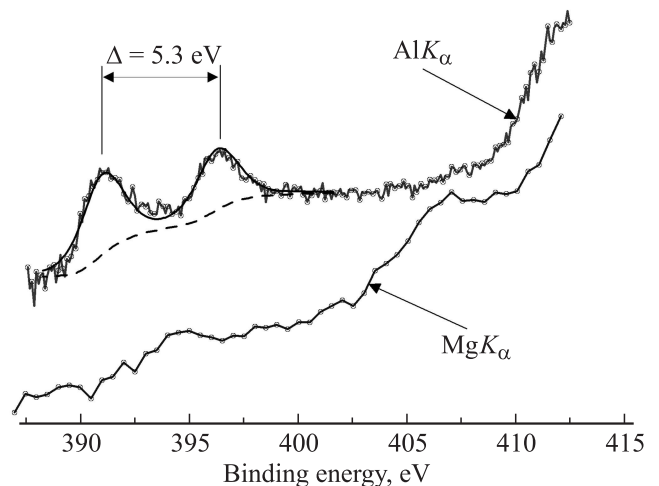


Рис. 3. Фотоэлектронный спектр участка 387–415 eV керамики Bi, Pb-2223 (образец № 2), записанный с использованием двух линий возбуждающего излучения: MgK_α (1253.6 eV) и AlK_α (1486.6 eV).

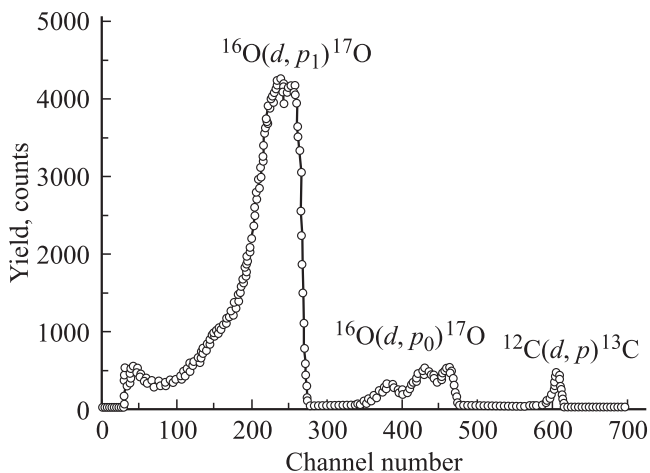


Рис. 4. Спектр продуктов ядерных реакций от исследуемого образца.

должен быть смещен в сторону больших энергий связи примерно на 233 eV. В нашем случае две обсуждаемые линии являются образами высокоинтенсивной полосы $Bi4f$ -висмута, чьи электронные состояния находятся при энергиях связи 158.2 и 163.5 eV, т.е. как раз на 233 eV ниже по шкале энергий связи. Таким образом, на участке фотоэлектронного спектра, где должна находиться полоса от состояний $N1s$ -азота, отсутствуют какие-либо максимумы, связанные с азотом. Об этом в большой степени свидетельствует спектр, записанный в излучении $MgK\alpha$ (рис. 3). Поэтому мы делаем заключение, что на уровне чувствительности РФЭС (доли at.%) азот в „объеме“ висмутовой керамики не обнаружен.

В результате изучения керамики *Bi, Pb-2223* композита с помощью ядерного микроанализа были получены следующие результаты: кислородный индекс оказался меньше стехиометрического значения (10) и равен 9.67 ± 0.20 ; азот в керамике этим методом также не обнаружен. Это означает, что причиной появления волн смещений кислородных атомов является недостаток кислорода (неустойчивая решетка). Спектр продуктов ядерных реакций от исследуемого образца представлен на рис. 4. Спектр продуктов реакции $^{12}C(d, p)^{13}C$ связан с углеродом, нагорающим на поверхности образца во время облучения. Есть все основания полагать, что уменьшение содержания кислорода в решетке происходит за счет сверхстехиометрического кислорода в двойных слоях *Bi-O*, и именно в этих слоях кислородные атомы по причине недостатка подвергаются описанным выше волнам смещений.

В связи с полученными результатами представляет интерес проанализировать возможные модели появления волн атомных смещений атомов висмута и свинца, которые представлены в работе [11]. Согласно [17], периодические смещения атомов *Bi* и *Pb* могут быть вызваны периодическими изменениями позиций других атомов решетки. Наибольшее распространение получила модель, которая предусматривает наличие сверхстехио-

метрического кислорода (кислородный индекс соединения 2223 больше 10) в двойных слоях *Bi-O*. Именно эта модель, на наш взгляд, нуждается в корректировке, так как при содержании кислорода меньше стехиометрического на электронограммах фазы 2223 присутствуют сильные сателлиты *Bi*-, *Pb*-типов (см. рис. 1). Другие модели, а именно периодические смещения атомов *Bi* и *Pb* за счет наличия вакансий в *Sr*-позициях или изменения ориентаций одиночных *Bi*-пар, не противоречат нашим экспериментальным данным.

На рис. 5 приведена температурная зависимость магнитного момента керамики *Bi, Pb-2223* в композите. Как следует из приведенной кривой, температура сверхпроводящего перехода, несмотря на содержание кислорода в керамике ниже стехиометрического, составляет 106 К. Существует точка зрения [18], что присутствие в сверхпроводящей фазе волн атомных смещений (неустойчивая решетка) приводит к небольшому (1–2 К) повышению T_c . Указанное значение температуры сверхпроводящего перехода находится в согласии с данными

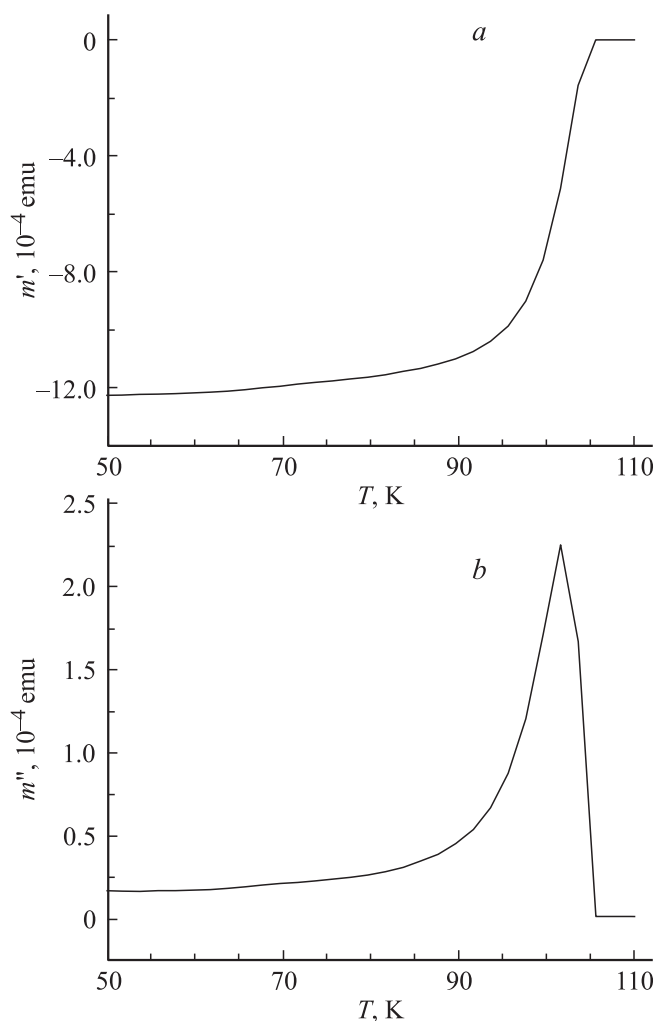


Рис. 5. Температурные зависимости: *a* — действительной (m') и *b* — мнимой (m'') частей магнитного момента керамики *Bi, Pb-2223* композита после отжига в ($N_2 + O_2$).

работы [19], где отжиг фазы 2212 в гелиевой атмосфере привел к снижению кислородного индекса от 8.26 до 8.11 и повышению T_c от 75.8–78.0 до 91.0–92.0 К.

4. Заключение

Таким образом, в результате проведенного исследования установлено, что помимо известного повышения однофазности керамики и улучшения контактов между кристаллитами при высокотемпературном отжиге в атмосфере ($O_2 + N_2$) в решетке оксида 2223 происходят значительные изменения. Методом ядерного микроанализа показано, что кислородный индекс керамики становится меньше стехиометрического ($x = 10$) и достигает значения 9.67 ± 0.20 . В связи с этим в кристаллах оксида 2223 возникают поперечно-поляризованные волны смещений кислородных атомов с $\lambda = a = 5.4 \text{ \AA}$, которые распространяются в направлении оси **b**, то есть в том же направлении, что и волны смещений тяжелых атомов (Bi, Pb). Температура сверхпроводящего перехода при этом составляет 106 К. Азот в решетке фазы 2223 отсутствует.

Список литературы

- [1] Т.П. Криницина, Е.И. Кузнецов, Ю.В. Блинова, С.В. Сударева, Е.П. Романов, Д.Н. Раков, Ю.Н. Белотелова. ФММ **110**, 184 (2010).
- [2] А. Гинье. Рентгенография кристаллов. Физматгиз, М, 1961. 604 с.
- [3] M. Ionescu, J. McKinnon, S. Zhou, S.X. Dou. Physica C **400**, 81 (2003).
- [4] J.-H. Ahn, H.K. Liu, S.X. Dou. Physica C **351**, 371 (2001).
- [5] H. Deng, P. Hua, W. Wang, C. Dong, H. Chen, F. Wu, X. Wang, Y. Zhou, G. Yuan. Physica C **339**, 181 (2000).
- [6] L.W. Zhang, T.G. Chen, X.C. Wu, T.S. Shi. Supercond. Sci. Technol. **8**, 223 (1995).
- [7] G. Amsel, D. Samuel. Anal. Chem. **39**, 1689 (1967).
- [8] V.N. Volkov, V.B. Vykhodets, I.K. Golubkov, S.M. Klotsman, P.V. Lerkh, V.A. Pavlov. Nucl. Instrum. Methods **205**, 73 (1983).
- [9] J.F. Ziegler. The stopping and range of ions in matter. Pergamon Press, N. Y. (1977–1985). V. 2–6.
- [10] А.И. Головашкин, А.П. Русаков. УФН **170**, 192 (2000).
- [11] O. Eibl. Physica C **168**, 215 (1990).
- [12] C.N. Rao. Defect. Diffus. Forum **75**, 1 (1991).
- [13] М.А. Кривоглаз. Металлофизика **6**, 3 (1984).
- [14] H.J. Li, T. Zhu, D.F. Zhao, Z.F. Zhang, Z.M. ChenZhu. Atmos. Chem. Phys. **10**, 463 (2010).
- [15] J.E. Alfonso, J. Buitrago, J. Torres, J.F. Marco, B.J. Santos. Mater. Sci. **45**, 5528 (2010).
- [16] А.Н. Стервиедов, В.М. Береснев. Вестник ХНУ. Сер. физ. **887**, 104 (2010).
- [17] H.W. Zandbergen, W.A. Groen, F.C. Mijhoff, G. van Tendeloo, S. Amelinckx. Physical C **156**, 325 (1988).
- [18] С.В. Вонсовский, Ю.А. Изюмов, Э.З. Курмаев. Сверхпроводимость переходных металлов, их сплавов и соединений. Наука, М. (1977) 383 с.
- [19] П.В. Братухин, Т.Д. Аксенова, С.В. Шавкин, А.О. Комаров, С.А. Воронков, А.П. Можаяв. СФХТ **6**, 1681 (1993).