

Государственный научный центр Российской Федерации
Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский
институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара»
(АО «ВНИИНМ»)

На правах рукописи

Карасёв Юрий Владимирович

**РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ И ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ
NbTi СВЕРХПРОВОДНИКОВ С НИЗКИМИ ПОТЕРЯМИ
ДЛЯ БЫСТРОЦИКЛИРУЮЩИХ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ МАГНИТОВ
УСКОРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ**

05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
кандидат технических наук,
ведущий научный сотрудник,
Губкин Игорь Николаевич

Москва – 2021

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	14
1.1. Фазовые превращения в системе Nb-Ti	15
1.2. Основные свойства сверхпроводящего Nb-Ti сплава	17
1.2.1. T_c и B_{c2} Nb-Ti сплавов при $T = 4,2$ К	19
1.2.2. J_c и пиннинг магнитного потока в Nb-Ti сплавах	20
1.3. J_c и токнесущая способность в сверхпроводящих NbTi проводах	23
1.4. Скачки потока и энергетические потери в сверхпроводящих проводах в переменном магнитном поле	28
1.5. Процесс изготовления NbTi сверхпроводников	32
1.5.1. Получение гомогенного Nb-Ti сплава и прутков сердечников с регламентированной и однородной структурой	35
1.5.2. Изготовление и выдавливание составной многоволоконной композитной заготовки	39
1.5.3. Волочение многоволоконного композиционного прутка	44
1.6. Промышленная технология изготовления сверхпроводящего провода на основе сплава HT-47 для проекта ИТЭР	51
1.7. Первоначальные требования к NbTi проводу для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР и методология его разработки	60
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ	66
2.1. Материалы и их получение	66
2.1.1. Заготовки и прутки-сердечники из сплава HT-47	66
2.1.1.1. Обработка заготовок из сплава HT-47 методом РКУП	66
2.1.1.2. Получение прутков с использованием осадки слитка	68
2.1.1.3. Получение прутков с использованиемковки и прессования из слитков диаметром 320 мм	69
2.1.2. Диффузионные барьеры из ниобия	71

2.1.3. Материал межволоконной матрицы	72
2.1.4. Модельные образцы NbTi проводов в медной матрице	75
2.1.5. Модельный NbTi провод диаметром 0,65 мм однократной сборки в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице	76
2.1.6. NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице	77
2.2. Методики исследования	81
2.2.1. Металлографический анализ	81
2.2.2. Исследование гомогенности	82
2.2.3. Определение твердости и механических свойств	84
2.2.4. Определение технических характеристик композиционных NbTi проводов	85
2.2.5. Определение электрофизических характеристик композиционных NbTi проводов	88
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ СОСТАВНОЙ ТРИМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ЗАГОТОВКИ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА NbTi СВЕРХПРОВОДНИКОВ	92
3.1. Исследование деформационного упрочнения и структуры сплава НТ-47, обработанного методом РКУП	92
3.2. Исследование структурного состояния прутков сплава НТ-47, изготовленных с использованием операции осадки конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм	97
3.3. Исследование структурного состояния прутков сплава НТ-47, изготовленных из слитков диаметром 320 мм	100
3.4. Исследование свойств тонколистового ниобия, предназначенного для изготовления многослойного диффузионного барьера	109
3.5. Исследование структуры, механических и электрофизических свойств сплава Cu-0,5 Mn	114
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3	122

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ NbTi СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ПРОВОДОВ С НИЗКИМИ ПОТЕРЯМИ ДЛЯ МАГНИТОВ УСКОРИТЕЛЯ ФАИР	126
4.1. Исследование влияние параметров провода на токовые характеристики и энергетические потери в модельных образцах Nb-Ti проводов в медной матрице	129
4.2. Разработка и исследование NbTi провода диаметром 0,65 мм однократной сборки в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице	136
4.3. Разработка и исследование NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице	150
4.3.1. Экспериментальные NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице	151
4.3.2. NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР	161
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4	178
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	182
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	185
Приложение 1 Акт о промышленном внедрении на предприятии АО Чепецкий Механический Завод	192
Приложение 2 Акт о промышленном опробовании на предприятии АО Чепецкий Механический Завод	193
Приложение 3 Акт о практическом использовании на предприятии ФГБУ ГНЦ ИФВЭ	195

ВВЕДЕНИЕ

В научно - исследовательском центре тяжёлых ионов (Gesellschaft für Schwerionenforschung – GSI) в пригороде Дармштадта (Германия) реализуется мега-проект по сооружению Европейского центра по исследованию ионов и антипротонов FAIR (Facility for Antiproton and Ion Research – FAIR, ФАИР) при международном сотрудничестве 16 государств-партнеров, в число которых входит Россия.

Проект ФАИР нацелен на сооружение не имеющего аналога ускорительно исследовательского комплекса нового поколения, открывающего уникальные возможности для проведения научных исследований по наиболее актуальным направлениям современной науки и технологий: атомная физика, физика плазмы, физика антипротонов, физика ядра и ядерной материи.

Комплекс создается на базе существующих в GSI ускорителей UNILAC и SIS 18 и будет дополнительно включать два больших ускорительных кольца – синхротроны SIS 100 и SIS 300 с периметром 1100 м, расположенных один над другим в подземном тоннеле.

Особенностью работы магнитных систем синхротронов SIS 100 и SIS 300 является то, что их сверхпроводящие магниты на основе NbTi сверхпроводников должны работать в режиме изменения магнитного поля соответственно со скоростью 4 Тл/с до амплитуды 2 Тл и со скоростью 1-1,5 Тл/с до амплитуды 6 Тл.

Основной проблемой при разработке быстроциклирующих сверхпроводящих магнитов является повышенное тепловыделение, зависящее главным образом от образующихся тепловых потерь в обмотке магнита при изменении магнитного поля.

В связи с чем возникла необходимость разработки сверхпроводящих NbTi проводов нового класса, конструкция которых должна обеспечить сочетание высокой токнесущей способности и минимально возможных энергетических потерь при сохранении достаточной стабильности, а технология их изготовления позволила бы достичь требуемых строительных длин. Необходимость разработки

сверхпроводящих NbTi проводов для ускорителя ФАИР, не имеющих аналогов по комплексу требований, определяет актуальность настоящей работы.

Цель работы

Целью работы является разработка и исследование структуры, рабочих характеристик и технологических особенностей получения сверхпроводящих NbTi проводов нового класса с высокой токонесущей способностью и низким уровнем энергетических потерь применительно к условиям работы быстроциклирующих магнитов ускорительного комплекса ФАИР.

Для достижения поставленной цели предполагалось решить следующие задачи:

- исследовать интенсификацию процесса деформации при обработке слитков и изготовлении прутков-сердечников из сплава НТ-47 и диффузионных барьеров из ниобия и изучить эволюцию изменения структурного состояния;

- исследовать свойства медного сплава Cu-0,5 Mn, как неординарного резистивного материала межволоконной матрицы сверхпроводников;

- провести последовательную разработку вариантов конструкций NbTi проводов нового класса, способов и режимов изготовления, исследовать их рабочие характеристики и технологические особенности получения;

- по результатам выполняемых исследований и взаимодействия с разработчиками магнитов уточнить параметры NbTi проводов и обеспечить их реализацию;

- выбрать и оптимизировать конструкции, а также разработать технологию изготовления NbTi проводов с низкими потерями для реализации в условиях опытно-промышленного и промышленного производства;

- изготовить партии NbTi проводов с низкими потерями для прототипов быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300 ускорительного комплекса ФАИР.

Научная новизна работы

В диссертационной работе впервые:

1. Представлены результаты по деформационному упрочнению и эволюции структуры сверхпроводящего сплава НТ-47 в деформированном состоянии и после отжига в интервале температур 400-700 °С, полученные с применением интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования (РКУП) заготовок размером $\text{Ø}32 \times 60$ мм.

2. Усовершенствована технологическая схема получения заготовок из промышленных слитков сплава НТ-47 конической формы путём введения операции осадки слитка на сферическую шайбу, реализованная при изготовлении прутков диаметром 89 мм со средним размером зерна 40 мкм на $\frac{1}{2}$ радиуса прутка из слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм.

3. С применением операцииковки и прессования разработаны технологические схемы получения прутков сплава НТ-47 диаметром 85 мм и 108 мм со средним размером зерна во всем сечении 50 мкм и 64 мкм из цилиндрических слитков диаметром 320 мм.

4. Разработан новый тип тонкостенного диффузионного барьера – многослойный барьер из тонколистового ниобия для изготовления одноволоконных заготовок Cu-0,5 Mn/NbTi/Nb.

5. Разработан и изготовлен по методу однократной сборки модельный NbTi провод в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице нового класса диаметром 0,65 мм для работы в условиях изменяющегося магнитного поля со скоростью до 4 Тл/с.

6. Экспериментально продемонстрирована принципиальная возможность изготовления по методу двукратной сборки NbTi проводов нового класса диаметрами 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для работы в быстроциклирующих магнитах ускорительного комплекса ФАИР.

7. В опытно-промышленных и промышленных условиях изготовлены партии NbTi проводов диаметром 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице, отвечающие требованиям, предъявляемым к проводам для

быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300 ускорительного комплекса ФАИР.

Практическая значимость

Установлено, что сверхпроводящий сплав НТ-47 при РКУП выдерживает восемь последовательных ходов прессования с суммарной истинной степенью деформации 9,20, обеспечивающей при последующем отжиге однородную структуру с размером зерна ≤ 1 мкм во всем сечении заготовки.

Разработанная усовершенствованная технологическая схема изготовления прутков с однородной мелкозеренной структурой из конического слитка сплава НТ-47 размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм применена при получении прутков диаметром 83 мм для изготовления опытных NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице.

На АО ЧМЗ для изготовления NbTi сверхпроводящих проводов внедрены разработанные технологические схемы получения прутков сплава НТ-47 диаметром 85-108 мм с однородной мелкозеренной структурой из цилиндрических слитков диаметром 320 мм с использованием операцииковки и операции прессования.

Разработана и реализована технологическая схема получения длинномерных листов ниобия толщиной $\sim 0,26$ мм с однородной мелкозеренной структурой и повышенными прочностными характеристиками при требуемой пластичности и высоком качестве поверхности.

Разработана конструкция однократной сборки сотового типа для изготовления провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице с низкими потерями из заготовки промышленного масштаба диаметром 250 мм и подтверждена ее реализуемость на модельном проводе.

Разработаны два варианта конструкции двукратной сборки и технология изготовления NbTi проводов диаметром 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице с низкими потерями для работы в условиях изменяющегося

магнитного поля со скоростью до 4 Тл/с. Выпущены партии проводов с низкими потерями для магнитной системы ускорителя ФАИР.

На защиту выносятся:

- результаты исследований структуры и деформационного упрочнения прутков из сплава НТ-47, обработанных методом РКУП;

- результаты исследований, направленных на получение однородной мелкозеренной структуры в заготовках промышленного масштаба из сплава НТ-47, а также технологические схемы получения прутков сплава НТ-47 диаметром 85-108 мм из конического слитка диаметром 150×178 мм с использованием операции осадки на сферическую шайбу и из цилиндрического слитка диаметром 320 мм с использованием операцииковки и операции прессования;

- результаты исследования, направленного на получение однородной мелкозеренной структуры в ниобиевом диффузионном барьере, применяемом при производстве сверхпроводников, и разработка многослойного диффузионного барьера из листового ниобия толщиной 0,26 мм;

- результаты исследований структуры, механических и электрофизических свойств медного резистивного сплава Cu-0,5 Mn, применяемого в качестве межволоконной матрицы в проводниках, предназначенных для работы при изменяющемся магнитном поле;

- результаты исследования по влиянию параметров NbTi проводов в медной матрице на токовые характеристики и энергетические потери;

- конструкции и результаты исследования NbTi проводов с низкими потерями диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и диаметром 0,5-0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице;

- конструкции и технология изготовления NbTi проводов диаметром 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов, работающих в условиях изменения магнитного поля со скоростью до 4 Тл/с.

Работа выполнена в Государственном научном центре Российской Федерации Акционерном Обществе «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ») в рамках международного Соглашения о сотрудничестве с INTAS-GSI по проекту № 06-1000012-8865, проекта FRRC - FAIR Russia Research Center (Исследовательского Центра ФАИР-Россия), международного контракта с GSI № 643/07625329/40021 и договоров с предприятиями ГНЦ ИФВЭ (г. Протвино), АО «ТВЭЛ» (г. Москва) и АО «Чепецкий механический завод» (г. Глазов).

Автор выражает глубокую благодарность:

к.т.н. И.Н. Губкину за научное и методическое руководство работой, постоянное внимание к работе, обсуждение и анализ ее результатов и конструктивную критику в процессе написания диссертации;

к.т.н. Л.В. Потаниной за руководство в проведении экспериментов, плодотворное обсуждение и анализ результатов и ценные замечания в написании работы;

Н.И. Салунину, В.Ю. Корпусову и всем сотрудникам лаборатории Технологии ниобий-титановых сверхпроводников и тугоплавких материалов за участие в изготовлении и исследовании высокого качества NbTi проводов нового класса и помощь в оформлении результатов работы;

к.т.н. В.А. Дробышеву, с.н.с. М.В. Кравцовой и коллективу лаборатории Плавки и литья тугоплавких и сверхпроводящих материалов и сплавов за обеспечение выплавки высокого качества слитков сверхпроводящего сплава NT-47 и резистивного сплава CuMn, а также за необходимые и полезные рекомендации, постоянное внимание и поддержку;

к.т.н. М.В. Поликарповой, П.В. Лукьянову и сотруднику НИЦ КИ к.ф.-м.н. С.И. Новикову за проведение электрофизических измерений проводов;

М.М. Потапенко и коллективу опытнопроизводственного цеха АО «ВНИИНМ» за тесное сотрудничество при разработке технологий и

изготовлении прутков сплава НТ-47, многослойного диффузионного барьера из ниобия и опытных партий NbTi проводов нового класса;

д.т.н. В.И. Панцырному за руководство и помощь в представлении результатов работы на международном уровне;

к.т.н. И.М. Абдюханову за внимание, поддержку и сотрудничество;

Д.С. Анищук, Е.Н. Гусеву, А.В. Есенеу, К.В. Уткину, В.В. Антипову, Д.Б. Лукину, А.Г. Бегешеву, И.Н. Погудиной и коллективу цеха № 87 АО ЧМЗ за участие в изготовлении опытных партий прутков сплава НТ-47 и NbTi проводов нового класса и помощь при внедрении результатов в производство.

Сотрудникам ФГБУ ГНЦ ИФВЭ д.ф-м.н. С.С. Козубу и П.И. Слабодчикову, сотрудникам ОИЯФ к.ф-м.н. Г.Г. Хаджибагияну и д. ф-м.н А.Д. Коваленко и сотрудникам GSI д-ру Ханс Мюллеру и д-ру Эгберту Фишеру за внедрение результатов работы в практическое использование.

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на:

Международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии», Санкт-Петербург, 2009 г.; Семинаре FRRC «Вклад молодых ученых России в проект FAIR», ИТЭФ, Москва, 9-10 июня 2009 г. и 6-9 апреля 2010 г.; Всероссийской научно технической конференции, «Материалы ядерной техники» (МАЯТ – 2010), Краснодарский край, г. Туапсе 26 сентября-02 октября 2010 г.; Объединенной школе молодых ученых имени Гельмгольца и Росатома FAIR, Австрия, Хиршег, 12-17 февраля 2011 г.; Молодежной Школе - Семинаре «Вклад молодых ученых России в проект FAIR», ИТЭФ, Москва, 21-22 июня 2011 г. и 8-9 ноября 2012 г.; Конференции по криогенной инженерии / Международной конференции по криогенным материалам (СЕС/СМС 2013), США, Аляска, Анкоридж 17-21 июня 2013 г.; 1-ой национальной конференции по прикладной сверхпроводимости (НКПС - 2011), Москва 06-08 декабря 2011 г.; 2-ой национальной конференции по прикладной сверхпроводимости (НКПС – 2013), Москва 26-28 ноября 2013 г.; 3-ей национальной конференции по прикладной сверхпроводимости

(НКПС – 2015), Москва 25-26 ноября 2015 г.; Международной конференции по прикладной сверхпроводимости 2014, США, Северная Каролина, Шарлотт, 10-15 августа 2014 г.; Всероссийской научно-технической конференции материалы ядерной техники (МАЯТ-2014), Московская область, г. Звенигород 7-9 октября 2014 г.

По теме диссертации опубликованы работы:

1. «Разработка сверхпроводящих проводов NbTi/Cu-Mn/Cu для магнитной системы синхротрона SIS300 ускорителя FAIR», Карасев Ю.В., Потанина Л.В., Панцырный В.И., Салунин Н.И., Губкин И.Н., Корпусов В.Ю., Вопросы атомной науки и техники, серия: Материаловедение и новые материалы, выпуск 2 (73), 2012 г., с. 92 – 99.

2. «Композитные технические сверхпроводники» Абдюханов И.М., Потапенко М.М., Алексеев М.В., Цаплева А.С., Курилкин М.О., Зубок Е.А., Дергунова Е.А., Мареев К.А., Крылова М.В., Дробышев В.А., Карасев Ю.В., Губкин И.Н., Салунин Н.И., Корпусов В.Ю., Раков Д.Н., Белотелова Ю.Н., Борисов А.В., Котова Е.В., Кравцова М.В., Мальченков А.В., Атомная энергия, Т.119, Вып. 5, ноябрь 2015.

3. Study of low loss experimental superconducting Nb-Ti wires to be used in FAIR magnets Karasev Y.V., Salunin N.I., Pansyrny V.I., Gubkin I.N., Malchenkov A.V., Polikarpova M.V., Abdyukhanov I.M., Potanina L.V., Voloshin I.F., Kalinov A.V.; IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2015, VOL. 25, NO. 3, 6001405.

4. Разработка технических сверхпроводников и их компонентов Воробьева А.Е., Шиков А.К., Абдюханов И.М., Карасев Ю.В., Дробышев В.А., Потапенко М.М., Раков Д.Н., Панцырный В.И., Дергунова Е.А., Мареев К.А., Губкин И.Н., Потанина Л.В., сборник трудов II-й национальной конференции по прикладной сверхпроводимости нкпс-2013, НИЦ «Курчатовский институт», 2014 г., с. 54 – 61.

5 Состояние разработок технических сверхпроводников АО «ВНИИНМ» Абдюханов И.М., Потапенко М.М., Алексеев М.В., Карасев Ю.В.,

Дробышев В.А., Цаплева А.С., Раков Д.Н.; сборник трудов III-й национальной конференции по прикладной сверхпроводимости нкпс-2015, НИЦ «Курчатовский институт», 2017 г., с. 59 – 73.

6. Исследование структуры и микротвердости цилиндрических заготовок из Nb-Ti сплава, обработанных методом равноканального углового прессования (РКУП) Карасёв Ю.В., Губкин И.Н., Мальченков А.В., Никуленков Е.В., Шевякова С.А., Потапенко М.М.; Вопросы атомной науки и техники, Серия Материаловедение и новые материалы, 2018, выпуск 2(93) с. 62 – 72.

7. Исследование структуры механических и электрофизических свойств сплава Cu-0,5Mn; Карасёв Ю.В., Мальченков А.В., Губкин И.Н., Дробышев В.А., Шевякова С.А., Кравцова М.В., Поликарпова М.В.; Вопросы атомной науки и техники, Серия Материаловедение и новые материалы, 2019, выпуск 1(97) с. 24 – 33.

8. Сверхпроводящие провода для быстроциклирующих магнитов ускорительного комплекса FAIR; Губкин И.Н., Зубко В.В., Карасёв Ю.В., Корпусов В.Ю., Потанина Л.В., Салунин Н.И.; Кабели и провода, № 4(384) 2020, с. 3 – 13.

9. Сверхпроводящий провод с низкими энергетическими потерями: пат. на полезную модель № 149395 Рос. Федерация: Н01В 12/08 Салунин Н.И., Карасев Ю.В., Губкин И.Н., Воробьева А.Е., Панцырный В.И.; заявитель и патентообладатель открытое акционерное общество «ТВЭЛ» (АО «ТВЭЛ») – № 2014124003/07; заявл. 11.06.2014; опубл. 27.12.2014, Бюл. № 36. – 7 с.

ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

Технические сверхпроводники на основе ниобий-титановых сплавов занимают доминирующее место на мировом рынке, благодаря относительно низкой стоимости и уникальному сочетанию свойств, таких как: возможность обеспечивать высокую токнесущую способность в магнитных полях для большинства применений, пластичность, прочность, вязкость разрушению, сопротивление изгибу и сопротивление кручению.

В настоящее время объем выпуска сверхпроводников на основе NbTi сплава превышает более 3000 тонн в год. Основным коммерческим применением NbTi сверхпроводников сегодня являются ЯМР томографы. Прогресс в развитии и продвижении технологии NbTi сверхпроводников исходит от потребности научных сообществ в ускорительной технике и энергетических установках.

На основе NbTi сверхпроводников мировым сообществом созданы магнитные системы ускорителей Теватрон (США), HERA (Германия), Нуклотрон (Россия), RHIC (США), LHC (Швейцария), крупнейшего тороида Supra Tore (Франция), дипольные магниты крупнейшей установки LHD (Япония) и установки TRISTAN (Япония) и другие.

В полоидальных обмотках магнитной системы Международного экспериментального термоядерного реактора (ИТЭР), в разработке и выпуске которых принимала участие Россия, также использованы NbTi сверхпроводники. Для ИТЭР в АО ЧМЗ, входящем в структуру Топливной компании АО «ТВЭЛ» Госкорпорации «Росатом», на вновь созданном Российском производстве сверхпроводников по разработанной в АО «ВНИИНМ» технологии было выпущено 120 тонн NbTi сверхпроводников.

В России сегодня реализуется мега-проект по возведению сверхпроводящего ускорительного комплекса тяжелых ионов NICA (Nuclotron-based Ion Collider fAcility, НИКА), включающий в себя Бустер и Коллайдер, магнитные системы которых будут созданы на основе NbTi сверхпроводников, выпущенных в АО ЧМЗ по технологии, разработанной АО «ВНИИНМ».

Германия приступила к сооружению ускорительного комплекса по исследованию ионов и антипротонов ФАИР, магнитные системы которого также будут созданы на основе NbTi сверхпроводников – нового класса.

Каждый NbTi сверхпроводник уникален, поэтому его разработку и технологический процесс изготовления приходится вести практически с нуля, решая попутно массу задач с использованием передовых технологий и материаловедческих исследований.

Современный NbTi сверхпроводник представляет собой сложный многоволоконный композит, содержащий составляющие разных размеров: микронного уровня (сверхпроводящие волокна и стабилизирующая оболочка), субмикронного уровня (антидиффузионные и резистивные барьеры, межволоконные прослойки), нанометрического уровня (размер субзерна, размер выделений несверхпроводящей фазы и расстояний между ними в теле сверхпроводящего волокна).

Каждая из этих составляющих ответственна за ту или иную технологическую или эксплуатационную характеристику провода, в том числе его стабильность, механические характеристики, длину единичного куска, уровень плотности критического тока, уровень потерь энергии и др.

подавляющее большинство NbTi сверхпроводников изготовлено из сплавов NbTi, содержание Ti в которых находится в пределах от 46 до 50 мас. %. При этом наиболее часто применяется сплав с содержанием 47 мас. % Ti (сплав НТ-47).

Однородность сплава и протекающие в нем фазовые превращения играют важную роль в получении качественных NbTi проводников, поэтому изучение их свойств целесообразно начать с рассмотрения фазовой диаграммы системы Nb-Ti.

1.1 Фазовые превращения в системе Nb-Ti

Объединенная фазовая диаграмма системы Nb-Ti, отражающая экспериментально определенные – высокотемпературные фазовые границы [1] и расчетные – низкотемпературные границы раздела фаз [2, 3 и 4], имеющие

непосредственное отношение к сверхпроводящим сплавам представлена на рисунке 1.1.

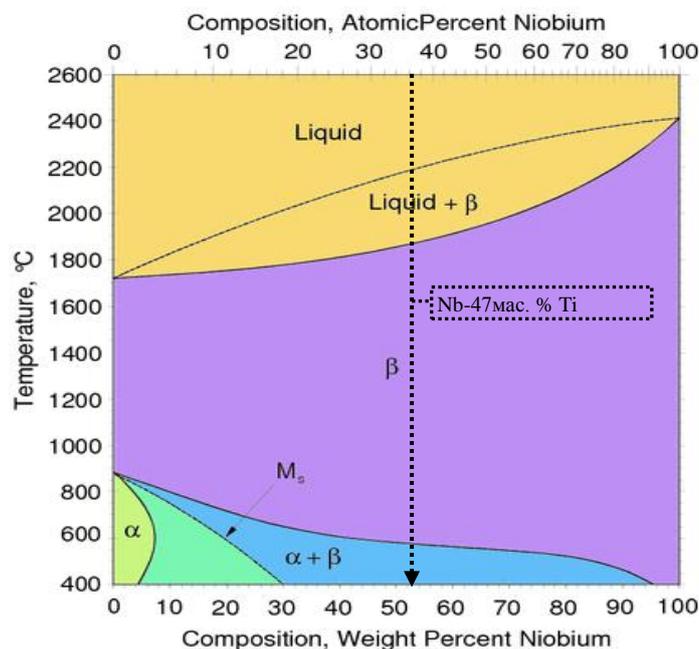


Рисунок 1.1 – Фазовая диаграмма системы Nb-Ti согласно современным представлениям

Диаграмма характеризуется непрерывным рядом твёрдых растворов ниобия в β -титане и ограниченным раствором Nb в α -Ti. На высокотемпературном участке диаграммы имеется достаточно широкий интервал между ликвидусом и солидусом. У используемых для практических целей сплавов, содержащих 46-50 мас. % Ti, температура ликвидуса располагается на уровне 2150-2250 °C, а солидуса составляет 1840-1980 °C.

При температуре 885 °C происходит полиморфное превращение β -титана с ОЦК структурой в α -титан с ГПУ структурой. Добавка Nb понижает температуру этого превращения. По поводу положения межфазных границ $\alpha/(\beta+\alpha)$ и $\beta/(\beta+\alpha)$ имеются разногласия, которые, вероятно, связаны с малыми скоростями протекания фазовых превращений при температурах ниже 800 °C. Кроме того, на положение границ раздела большую роль оказывает содержание примесей.

Низкое положение границы раздела $\beta/(\beta+\alpha)$ позволяет охлаждать сплавы из β -области без выделения α -фазы. Быстрым охлаждением можно подавить выделение α -фазы даже в сплавах с высоким содержанием титана. При этом

результаты компьютерных расчетов предсказывают, как полный распад β -раствора на $(\alpha+\beta)$, так и то, что сплавы со структурой переохлаждённой β -фазы неустойчивы при комнатной и более низких температурах.

При температурах ниже полиморфного превращения титана ($885\text{ }^\circ\text{C}$) растворимость ниобия в α -титане ограничена и при температуре $600\text{ }^\circ\text{C}$ составляет примерно 4-6 мас. %. Сплавы, содержащие 6-10 мас. % Nb превращаются в α^I -мартенсит с Г.П.У. решеткой, тогда как сплавы с более высоким содержанием ниобия превращаются в орторомбический α^{II} -мартенсит. В диапазоне 10-35 мас. % Nb температурная кривая мартенситного превращения носит линейный характер и может быть экстраполирована до нуля Кельвина при 43-50 мас. % Ti (т.е. для промышленных сплавов). Мартенситные фазы неустойчивы и превращаются в β - и $(\alpha + \beta)$ - фазы при достаточно длительном нагреве в двухфазной области. С повышением содержания ниобия и в зависимости от скорости охлаждения в сплавах конкурируют процессы образования α^{II} -мартенситной фазы и метастабильной ω -фазы. Последняя может образовываться в виде мелких эллипсоидных частиц либо атермически т.е. при охлаждении из области β -фазы без изменения химического состава, либо в результате низкотемпературного старения при $100\text{-}500\text{ }^\circ\text{C}$. Обнаружено, что выделение ω -фазы происходит даже в сплаве Nb-50 мас. % Ti, отожжённом в течение 100 часов при температуре $300\text{ }^\circ\text{C}$.

1.2. Основные свойства сверхпроводящего Nb-Ti сплава

Основными свойствами, определяющими качество технических сверхпроводящих материалов и представляющими наибольший интерес с точки зрения создания сверхпроводящих магнитов, являются критическая температура (T_c), критическое магнитное поле (B_{c2}) и критическая плотность тока (J_c). Между этими тремя критическими параметрами T_c , B_{c2} и J_c существует функциональная зависимость, которая в координатах (T , B и J) описывает критическую поверхность (рисунок 1.2).

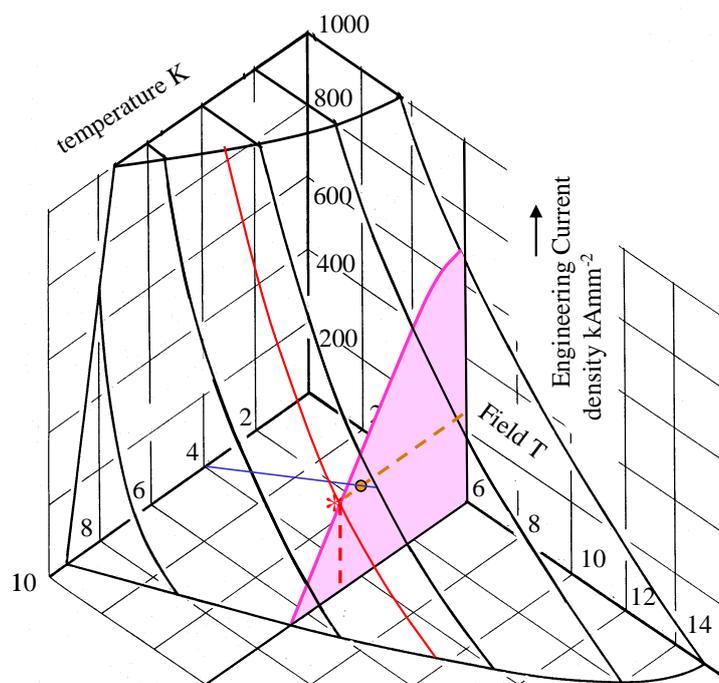


Рисунок 1.2 – Критическая поверхность в координатах (T , B и J) для сверхпроводящего сплава Nb-Ti [5]

Точки пространства, лежащие ниже критической поверхности, соответствуют сверхпроводящему состоянию материала, а выше – нормальному. Как видно из рисунка 1.2 увеличение одного из параметров неизбежно ведет к уменьшению двух других.

Критические параметры определяют положение критической поверхности в пространстве и, следовательно, предельные технические характеристики магнита. Поэтому желательно, чтобы указанные критические параметры имели как можно более высокие значения. Высокая T_c является необходимым условием получения высоких значений B_{c2} и J_c .

На практике обычно стремятся, чтобы рабочая температура для сверхпроводящих магнитов была равна температуре кипения (4,2 К) жидкого гелия при атмосферном давлении. Предполагается, что магнит переходит в нормальное состояние, когда пиковая нагрузка линии поля пересекает линию критического тока – «quench» (рисунок 1.3). Точка пересечения соответствует максимуму тока и поля в соленоиде, но на практике обычно отступают от этой экстремальной точки и работают в предшествующей области – «operate»,

тем самым обеспечивая температурный запас для стабильной работы магнита без квенча.

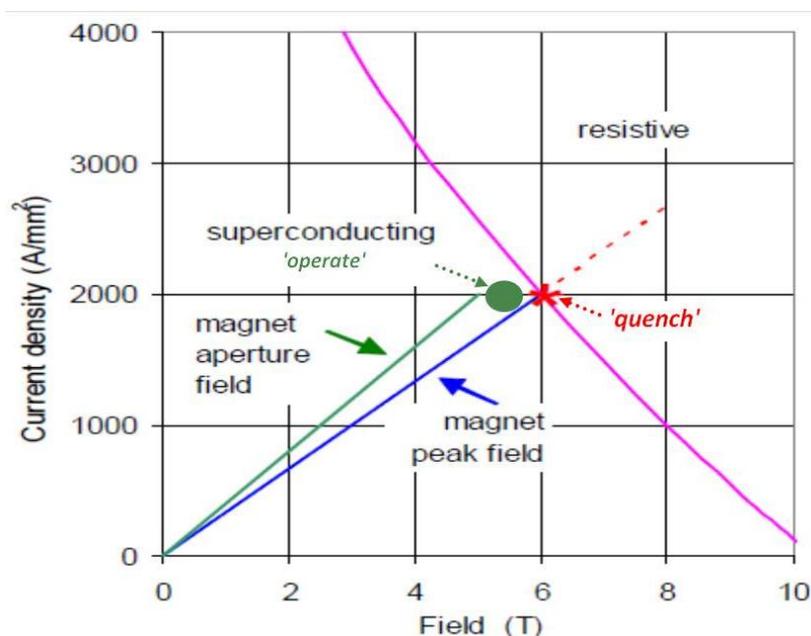


Рисунок 1.3 – Кривая критического тока при $T = 4,2$ К для сверхпроводящего сплава Nb-Ti [6]

1.2.1. T_c и B_{c2} Nb-Ti сплавов при $T = 4,2$ К

T_c и B_{c2} в основном определяются химическим составом и однородностью сплава и мало подвержены изменениям при последующей обработке.

Как показано на рисунке 1.4, содержание Ti в диапазоне 45-50 мас. % в практических сверхпроводниках соответствует максимуму B_{c2} с максимальным значением 11,5 Тл при 44 мас. % Ti. Критическая температура в этом диапазоне с увеличением содержания Ti начинает непрерывно снижаться и составляет 8,5 К при 50 мас. % Ti. По мере дальнейшего увеличения содержания Ti критическая температура продолжает падать.

Образующаяся в NbTi сплаве единственная стабильная α -фаза богата Ti и содержит от 1 до 2 ат. % Nb. Низкое содержание Nb в фазе α -Ti свидетельствует о том, что выделения α -Ti должны иметь низкую T_c , приближающуюся к T_c чистого Ti 0,9 К, и быть не сверхпроводящими в практических условиях эксплуатации.

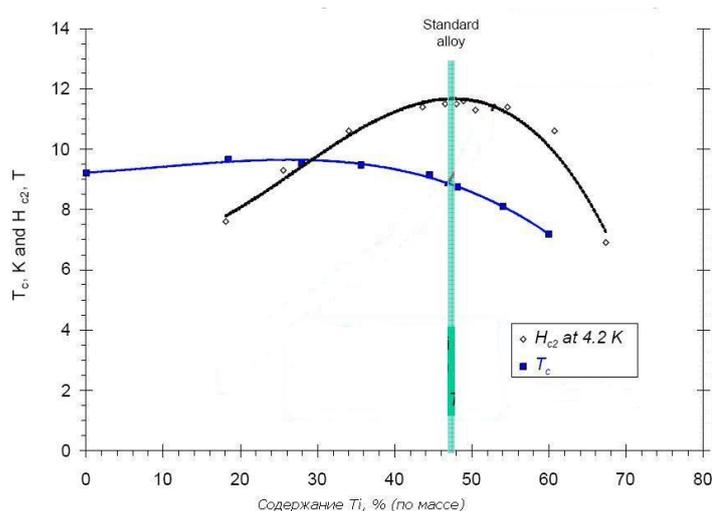


Рисунок 1.4 – Изменение H_{c2} при 4,2 К [7] и T_c [8] от состава однофазного сплава Nb-Ti

1.2.2. J_c и пиннинг магнитного потока в Nb-Ti сплавах

В отличие от T_c и B_{c2} , основная рабочая характеристика сверхпроводника - J_c , определяется не только химическим составом и однородностью сплава, но также зависит от микроструктуры материала, т.е. является структурно чувствительной характеристикой.

Несмотря на то, что особенности достижения заданной величины J_c в любом конкретном сверхпроводнике сложны и зависят от состава сплава, возможностей производства и режимов термообработки, имеется много общего для всех сверхпроводников. J_c связана с количеством и эффективностью центров пиннинга в материале.

Ввиду чрезвычайной сложности теории пиннинга в целом и для NbTi сплавов в частности не существует полного адекватного описания происходящих при пиннинге процессов. Чтобы понять, каким образом различные условия приготовления сплавов и формирования их структурного состояния влияют на величину критической плотности, пользуются простой моделью пиннинга (закрепления).

Эта модель основана на предположении о том, что металлургические неоднородности в материале приводят к образованию областей с различными сверхпроводящими свойствами, и пиннинг происходит в отдельных областях

сверхпроводника из-за наличия таких неоднородностей, как примеси, поля упругих напряжений, дислокации, границы зерен и включения вторых фаз.

В сверхпроводниках второго рода II, к которым относится и NbTi сплавы при повышении $B > B_{c1}$ магнитное поле проникает в материал вместе с вихревыми токами дискретными порциями и распределяется в виде отдельных вихревых нитей магнитного потока – флюксоидов, т.е. вещество распадается на смесь из мелких сверхпроводящих и нормальных областей, границы которых параллельны направлению приложенного поля. Каждый вихревой поток («линия потока») представляет собой несверхпроводящее («нормальное») ядро, вокруг которого циркулируют сверхтоки. Радиус нормального сердечника равен «длине когерентности» - ξ сверхпроводника, а радиус кольца сверхпроводимости равен «лондонской глубине проникновения» - λ_L . В большинстве случаев, флюксоиды выстраиваются в треугольную решетку, представляющую собой однородную конфигурацию с наименьшей энергией.

При пропускании транспортного тока по сверхпроводнику II рода на его вихри действует сила Лоренца (F_L) перпендикулярная направлению тока и направлению магнитного потока и равная:

$$F_L = J \times B , \quad (1.1)$$

где J - плотность тока; B - магнитная индукция, совпадающая со средней плотностью потока.

Если флюксоиды ничто не удерживает, в частности, однородная решетка, образованная ими, то транспортный ток начнет взаимодействовать с флюксоидами и вихревая решетка приходит в движение в направлении этой силы, т.е. происходит, так называемое «течение потока» и как следствие сверхпроводник переходит в «нормальное» состояние.

Это явление можно подавить, поскольку флюксоиды могут удерживаться на месте дефектами в сверхпроводнике. Процесс захвата флюксоидов дефектами структуры называют «пиннингом», приводящим к неоднородному распределению

флюксоидов. Вследствие их взаимного отталкивания наличие градиента концентрации (плотности) флюксоидов приводит к возникновению результирующего тока – силы пиннинга (F_P), действующей на флюксоид в противоположном направлении по отношению к силе F_L . Если $F_P > F_L$, то движение флюксоидов не происходит и транспортный ток обтекает их без сопротивления.

В итоге для получения высоких значений J_c материал должен иметь сильно неоднородно-регулярную структуру, а масштаб мелкодисперсных неоднородностей – сравним с расстояниями между флюксоидами.

В NbTi сплавах для поля 5 Тл при температуре 4,2 К радиус флюксоида и расстояние между ними соответственно составляют ~ 5 нм и ~ 22 нм, а наиболее эффективными центрами пиннинга являются частицы несверхпроводящей α -фазы.

Оптимизированная J_c в сверхпроводниках на основе NbTi сплава растет с увеличением объемной доли (V) выделений несверхпроводящей α -фазы ($J_c \sim V$) (рисунок 1.5), образующихся при термообработке в результате распада метастабильного твердого раствора в двухфазной области $\alpha+\beta$.

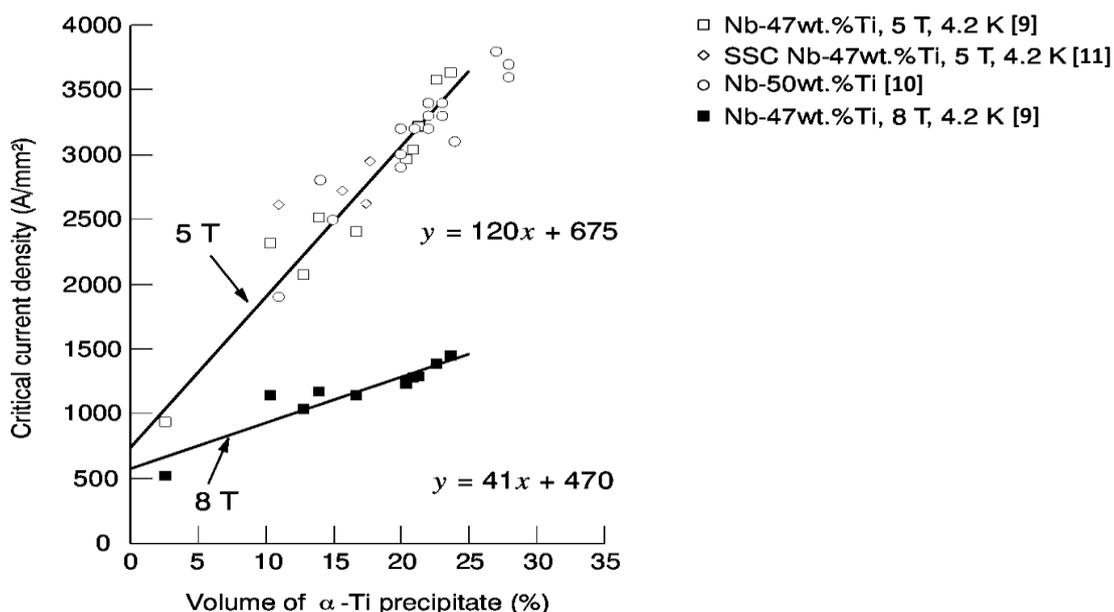


Рисунок 1.5 – Зависимость J_c в сверхпроводниках на основе Nb-Ti сплава от V выделений α -фазы.

1.3. J_c и токонесущая способность в сверхпроводящих NbTi проводах

Ниобий-титановые сверхпроводящие провода, являются композиционными материалами, состоящими из длинномерных сверхпроводящих волокон, определенным образом расположенных в стабилизирующей матрице из меди, а иногда в матрице из Cu-Ni сплава или алюминия.

Величину критической плотности тока в проводах обычно определяют по токонесущей способности провода и связывают со структурой сверхпроводящих волокон, что, строго говоря, неточно, поскольку токонесущая способность проводов определяется не только структурой сверхпроводящих волокон, т.е. критической плотностью тока, но и качеством проводов, как композиционного материала.

Очевидно, следует различать критическую плотность тока, как величину, характеризующую способность сверхпроводящего ниобий-титанового сплава пропускать ток через единичное сечение, от используемого на практике термина «Критическая плотность тока», отражающего способность сплава пропускать ток в композиционном проводе [12]. В первом случае критическая плотность тока определяется составом и структурой сплава, т.е. зависит от присущих сплаву свойств. Во втором - эта величина, рассчитываемая из токонесущей способности проводника, определяется не только присущими сплаву свойствами, но и внешними, независимыми от него обстоятельствами и, в частности, геометрической однородностью волокон по сечению и длине провода, т.е. в значительной мере зависит от качества многоволоконного композита.

Геометрическая неоднородность проводов может быть обусловлена взаимодействием материала матрицы и сверхпроводящего сплава (волокна) в процессе изготовления провода при проведении технологических операций, таких как нагрев заготовки перед горячей деформацией, выдавливание, охлаждение после горячей обработки и промежуточные термообработки. Диффузионное взаимодействие между сплавом NbTi и материалом матрицы приводит к образованию хрупких интерметаллических соединений. При последующей холодной обработке слой интерметаллического соединения

дробится и в виде отдельных включений внедряется в матрицу и сплав NbTi, деформирует волокна, вызывая изменение их диаметра по длине провода, т.е. возникает так называемая «сосисочность» волокон (рисунок 1.6а). В случае, когда размер единичного волокна становится соизмерим с размером включений, происходит разрушение волокон, приводящее к снижению токонесущей способности проводов, хотя структура сплава НТ-47 могла бы обеспечить протекание токов большей величины.

Возможность протекания токов большей величины в проводе с неразрушенными волокнами доказывается введением ниобиевого диффузионного барьера между медной матрицей и сплавом НТ-47 (рисунок 1.6б).

Наличие барьера позволяет практически исключить обрывность отдельных волокон и, как следствие, несколько повысить токонесущую способность проводов без изменения режимов термомеханической обработки, ответственных за структуру.

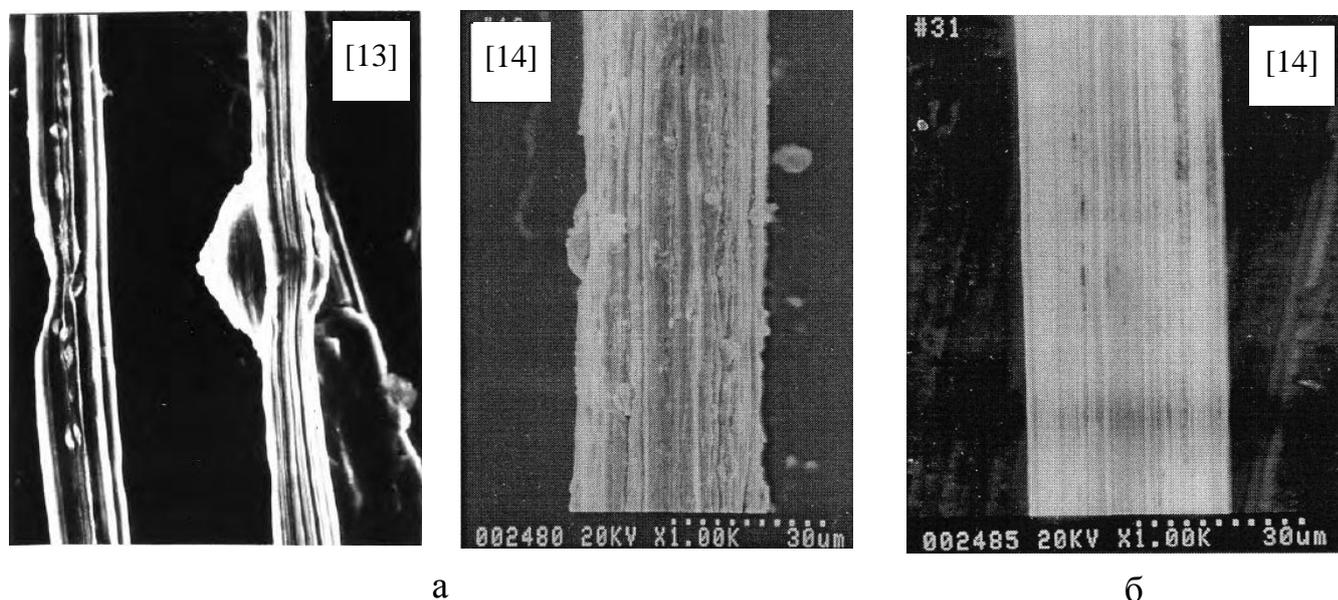


Рисунок 1.6 – Вид ниобий-титанового волокна: а – без барьера [13, 14];

б – с применением барьера из Nb [14].

Помимо интерметаллического соединения на геометрическую однородность сечения волокон по длине оказывает влияние конструкция провода и, в частности, отношение расстояния между волокнами к их диаметру. О влиянии этого фактора

на токонесущую способность и показатель «n» сообщается в ряде работ с участием Е. Грегори [15, 16-18].

На рисунке 1.7 показано изменение критической плотности тока и показателя «n» от соотношения межволоконного расстояния к диаметру волокон (S/d) в проводах диаметром 0,65 мм, которые были изготовлены по идентичным режимам выдавливания и волочения с промежуточными термообработками из заготовок одного размера, собранных с использованием ниобий-титановых прутков одного размера, производства компании TWCA.

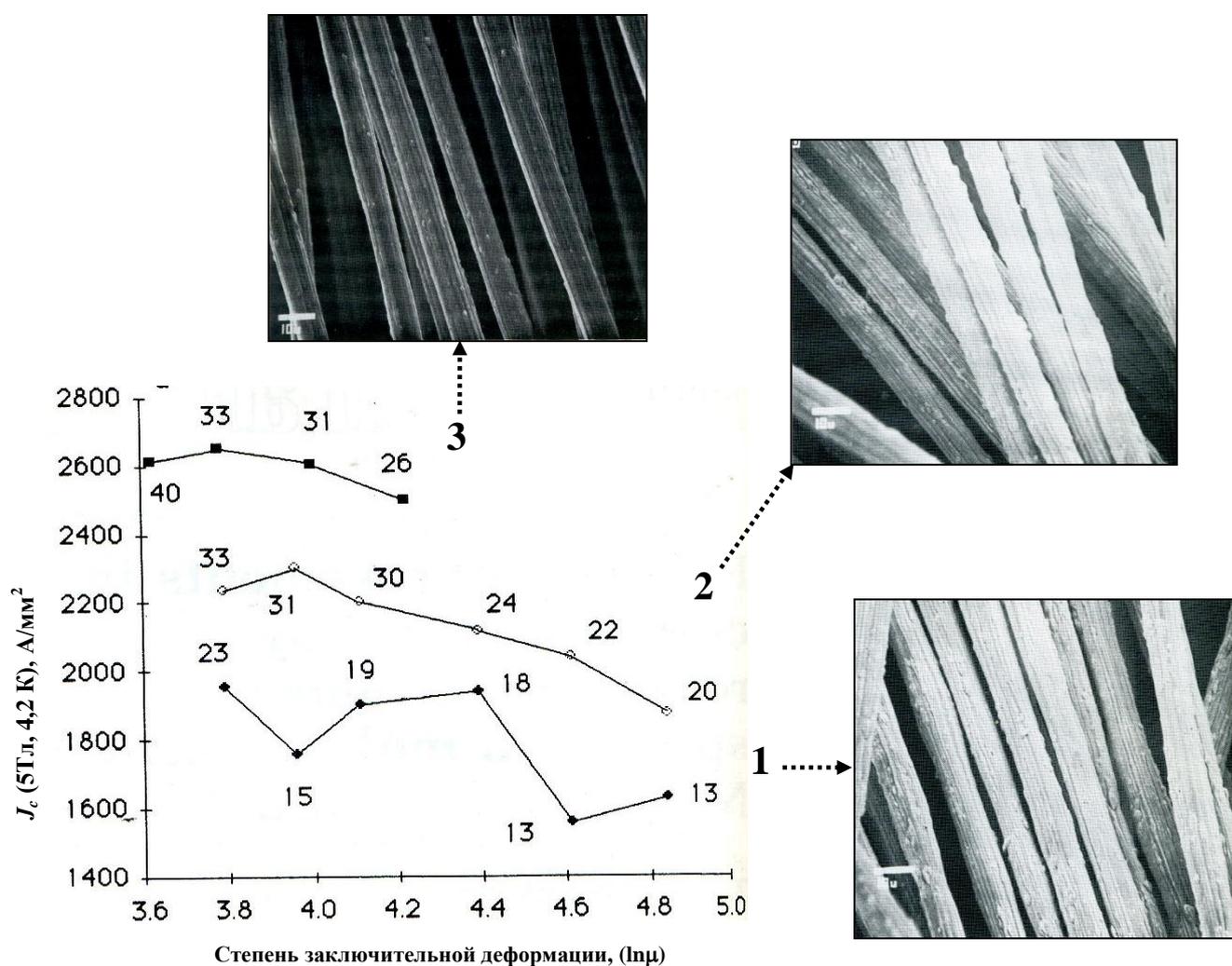


Рисунок 1.7 – J_c и показатель «n» для проводов диаметром 0,65 мм с различным отношением S/d в зависимости от величины заключительной деформации [15]: 1 - $S/d = 0,35$; 2 - $S/d = 0,24$ и 3 - $S/d = 0,13$ (большими цифрами проставлены номера проводов, маленькими – значения показателя «n»; на картинках отражено качество волокон, выделенных из проводов).

Увеличение критической плотности тока в проводах, в рассматриваемых пределах, явно коррелирует с уменьшением параметра S/d . Близкое расположение волокон в проводе №3 при заключительной деформации обеспечивает плавное изменение J_c . Для провода №1 с большим межволоконным расстоянием ($S/d = 0,35$) график зависимости J_c от заключительной деформации, из-за значительного рассеяния точек имеет вид ломаной линии. Последнее косвенно свидетельствует о наличии «сосисочности». Низкое качество этого провода подтверждается низкими значениями показателя «n». Действительно, электронно-микроскопические исследования выявляют большую «сосисочность» в нем. Наличие и периодичность «сосисочности» явно не связаны с наличием и величиной частиц интерметаллического соединения.

Авторы работы [15] предполагают, что одной из главных причин такой «сосисочности» является различие прочностно-пластических характеристик волокон и материала матрицы, в данном случае меди. Наиболее благоприятным состоянием для локального утонения волокон является момент волочения отожженных многоволоконных прутков, когда отличие прочностных характеристик волокон и меди максимально. В проводниках с более прочной матрицей, например: в полученных без промежуточных термообработок, т.е. в условиях, когда прочностные характеристики матрицы максимальны, «сосисочность» волокон практически отсутствует. Уменьшение отношения S/d также способствует уменьшению «сосисочности» волокон. Последнее, очевидно, связано с ограничением в способности релаксации напряжений медными прослойками, обеспечивающими жесткую связь между волокнами.

Замечено, что токонесущая способность проводника при прочих равных условиях согласуется с видом вольтамперной характеристики (ВАХ), регистрирующей при замерах критического тока переход из сверхпроводящего состояния (S) в нормальное (N). Крутые ВАХ с малой шириной перехода соответствуют высокому качеству композиционного провода, сечение волокон которого однородно по длине. Неоднородность волокон по форме и нарушение их целостности приводят к размытию ВАХ.

Появление и возрастание сопротивления в композите описывается выражением (1.2) [19]:

$$\rho = VA/I = \text{const } I^n, \quad (1.2)$$

где ρ - удельное сопротивление образца; V - напряжение на единице длины образца; A - площадь поперечного сечения проводника; I - измеренный ток в образце.

Показатель « n » является мерой крутизны S - N перехода. Уширение S - N перехода на ВАХ сопровождается уменьшением значения « n ».

На рисунке 1.8а приведены ВАХ с различной крутизной S - N перехода и соответствующие им значения показателя « n », для которых на рисунке 1.8б приведены соответствующие значения J_c и фрагменты электронно-микроскопического исследования поверхности волокон для проводов, изготовленных одним из поставщиков для проекта «СВА» [20].

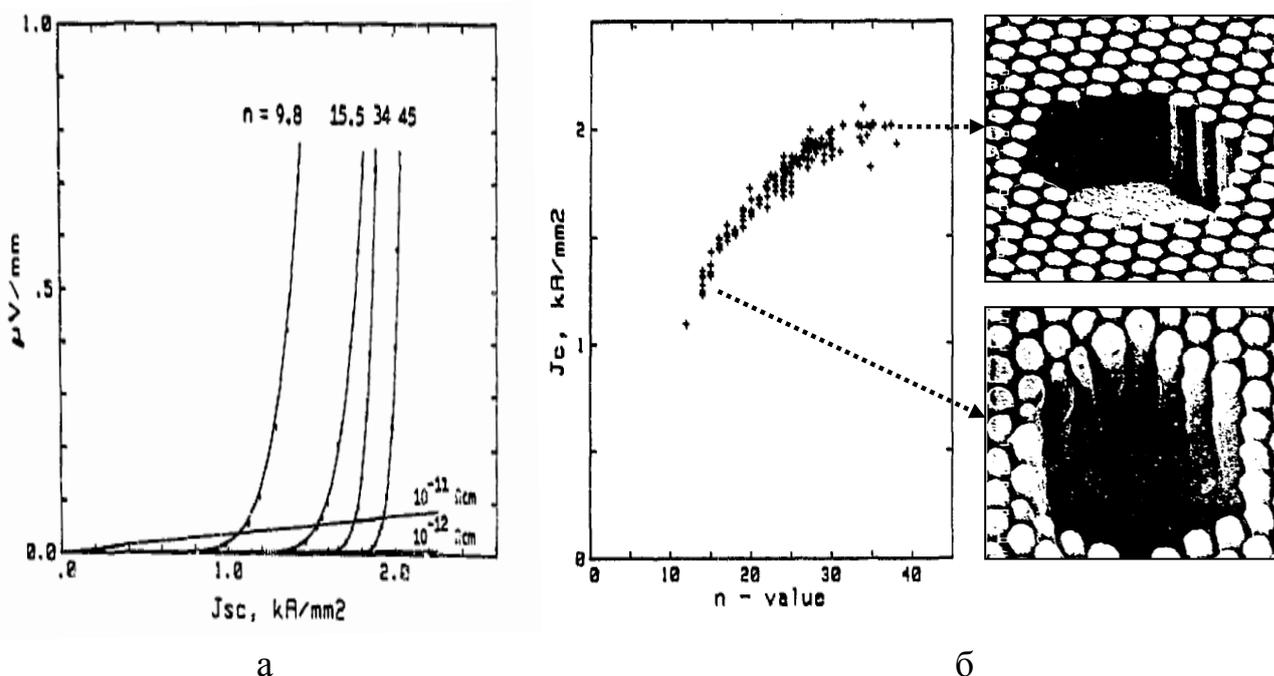


Рисунок 1.8 – ВАХ (а) и зависимость J_c от значения показателя « n » и качества волокон (б) для проводов, изготовленных одним из поставщиков для проекта «СВА» [20].

Величина показателя « n » изменяется от 10 до 40, когда J_c изменяется от самого низкого до самого высокого значения. У проводников с высокими значениями J_c (2000 А/мм²) и показателя « n » (35) поверхность волокон относительно чистая, ровная. В проводах с низкими значениями J_c (1400 А/мм²) и показателя « n » (14) на поверхности волокон имеются узелковые утолщения и присутствуют многочисленные частицы, интерметаллического происхождения размером 1-2 мкм [20, 21]. Ухудшение качества волокон приводит к размытию S - N перехода и снижению значения показателя « n ».

Следовательно, при изучении связи величины критической плотности тока и структуры волокон в проводах следует учитывать качество получаемого композиционного материала, мерой качества которого служит показатель « n ». Значения показателя « n » выше 30 в магнитном поле 5 Т обычно характеризуют хорошее качество многоволоконного провода [20, 48].

1.4. Скачки потока и энергетические потери в сверхпроводящих проводах в переменном магнитном поле

Согласно модели критического состояния в сверхпроводнике индуцируются токи, экранирующие внешнее магнитное поле. Распределение экранирующих токов (иногда совместно с транспортным током) может стать неустойчивым. Неустойчивость вызывается одновременным уменьшением критической плотности тока с ростом температуры и выделением тепла при изменении магнитного потока внутри сверхпроводника. При определенных условиях рост температуры и движение магнитного потока могут принять лавинообразный характер, и в результате происходит скачок потока, который обычно разрушает сверхпроводимость по всему сечению провода и служит причиной перехода сверхпроводящего магнита в нормальное состояние.

Скачки потока устраняют путём разбиения массивного сверхпроводника на тонкие волокна, заключением волокон в матрицу с высокой электро- и теплопроводностью, например в медь или сплав на её основе и скручиванием получаемого композита вокруг его оси. Однако, несмотря на полную

стабильность композита к скачкам потока, изменение магнитного поля приводит к выделению тепла, как в волокнах провода (гистерезисные потери), так и в матрице (кооперативные потери и потери на вихревых токах). В первом приближении, среднюю рассеиваемую мощность полных (общих) потерь ($P_{общие}$) в сверхпроводнике для заданного полевого цикла можно записать в виде суммы гистерезисных ($P_{гист}$), кооперативных ($P_{кооп}$) и потерь на вихревых токах ($P_{вихр}$):

$$P_{общие} = P_{гист} + P_{кооп} + P_{вихр} . \quad (1.3)$$

$P_{гист}$ обусловлены сверхпроводящими экранирующими токами и определяются, в первую очередь, собственно потерями в волокнах провода ($P_{вол}$). Кроме того, свой вклад вносят дополнительные потери, из-за «эффекта близости», вызывающего слабую сверхпроводимость прилежащих к волокнам областей матрицы ($P_{эфф}$),

$$P_{гист} = P_{вол} + P_{эфф} . \quad (1.4)$$

Теоретически $P_{гист}$ провода с волокнами круглого сечения пропорциональны коэффициенту заполнения по сверхпроводнику (λ), скорости изменения магнитного поля (dB/dt), критической плотности тока (j_c) и геометрическому диаметру волокон (d):

$$P_{вол} = \frac{2}{3 \cdot \pi} \cdot \lambda \frac{dB}{dt} \cdot j_k \cdot d . \quad (1.5)$$

Однако композитные многоволоконные провода могут иметь различного рода внутренние неоднородности и в частности такие, как: искажение формы волокон, как в продольном, так и в поперечном сечении, разрушение волокон, а также мостиковую связь отдельных волокон. Внутренние неоднородности композитного провода вызывают увеличение потерь вследствие чего в данное

выражение в место расчётного геометрического диаметра вводят характеристическую величину ($d_{эфф}$).

Поскольку сверхпроводящие волокна (S) находятся в непосредственном контакте с нормальным металлом матрицы (N), то сверхпроводящие пары электронов будут проникать через поверхность раздела S/N и наводить сверхпроводимость в ближайших к сверхпроводнику слоях нормального материала. В предельном случае слабая наведённая сверхпроводимость матрицы может привести к тому, что сверхпроводящие экранирующие токи будут проходить через матрицу, связывая волокна и тем самым увеличивая $d_{эфф}$.

Связь волокон, обусловленная «эффектом близости», может происходить из-за недостаточной толщины межволоконного расстояния, или недостаточного электросопротивления межволоконной матрицы. Близость, индуцированная сверхпроводимостью, по мере удаления от поверхности сверхпроводника ослабляется экспоненциально в пределах характеристической длины ξ_n :

$$\xi_n = \left(\frac{\hbar v_f l}{6\pi k_B T} \right)^{1/2}, \quad (1.6)$$

где \hbar - приведенная постоянная Планка ($1,0545887 \times 10^{-34}$ Дж×с), v_f - скорость Ферми в меди ($1,17 \times 10^6$ м/с), l - длина свободного пробега электронов в меди, k - постоянная Больцмана ($1,38067 \times 10^{-23}$ Дж/К), T - абсолютная температура (4,2 К).

Величина ξ_n для чистой меди при $T = 4,2$ К находится на уровне 0,45 мкм [49], так что эффект связи в многоволоконных проводах с межволоконной матрицей из чистой меди можно ожидать при расстояниях между волокнами $s < 1$ мкм. Возникающая связь между волокнами в значительной мере может быть снижена (подавлена) за счет уменьшения длины свободного пробега электрона в матрице, путем использования в качестве матрицы сплавов, т.е.

«грязных» металлов с более высоким сопротивлением, а также введением в матрицу элементов, обладающих локальным магнитным моментом.

С учётом выше сказанного принято считать, что $P_{зист}$ в многоволоконном проводе в целом пропорциональны коэффициенту заполнения по сверхпроводнику (λ), скорости изменения магнитного поля (dB/dt), критической плотности тока (j_k) и эффективному диаметру волокон ($d_{эфф}$):

$$P_{зист} = \frac{2}{3 \cdot \pi} \cdot \lambda \frac{dB}{dt} \cdot j_k \cdot d_{эфф} . \quad (1.7)$$

Кооперативные потери, обусловленные перетеканием токов между волокнами по матрице, пропорциональны квадрату скорости изменения поля $(dB/dt)^2$ и величине магнитной постоянной времени (τ), определяющей время затухания экранирующих токов после прекращения изменения внешнего поля:

$$P_{кооп} = \left(\frac{dB}{dt} \right)^2 \cdot \frac{2\tau}{\mu_0} . \quad (1.8)$$

Постоянная времени пропорциональна квадрату шага скрутки (L^2) и обратно пропорциональна удельному сопротивлению матрицы в поперечном сечении провода (ρ_{\perp}):

$$\tau = \frac{\mu_0}{2\rho_{\perp}} \cdot \left(\frac{L}{2\pi} \right)^2 . \quad (1.9)$$

С точки зрения физики, постоянная времени представляет собой отношение индуктивности замкнутых контуров, образованных сверхпроводящими волокнами, к сопротивлению матрицы в поперечном сечении и может рассматриваться как сумма вкладов различных зон композита. Например,

в проводниках однократной сборки можно выделить три зоны: центральную, волоконную и оболочку, в которых постоянная времени будет различаться.

Кроме гистерезисных и кооперативных потерь, вызываемых наличием сверхпроводниковой компоненты, в композиционных проводах при изменении магнитного поля будут возникать потери на вихревых токах в матрице несвязанные со сверхпроводимостью.

Потери на вихревые токи в высоко-электропроводных частях провода в общем виде пропорциональны квадрату скорости изменения поля $(dB/dt)^2$, геометрическому диаметру провода (d_{cmp}), коэффициенту заполнения по меди (λ_{Cu}) и обратно пропорциональны удельному сопротивлению меди ρ_{Cu} :

$$P_{вихр} \approx \frac{1}{12} \left(\frac{dB}{dt} \right)^2 \frac{d_{cmp}^2}{\rho_{Cu}} \cdot \lambda_{Cu} \cdot \quad (1.10)$$

Таким образом, все виды потерь связаны с условиями работы проводов и их конструкцией. Такие рабочие характеристики как температура, магнитное поле и скорость его изменения определяются условиями работы магнитов ускорителя, а температурный запас и критическая плотность тока – разработчиками магнитов, причём последняя должна быть максимально возможной.

В этом случае уменьшение общих потерь в композитном сверхпроводнике может быть достигнуто за счёт уменьшения диаметра волокон, обеспечения геометрической однородности сечения волокон, уменьшения шага скрутки и обеспечения оптимального межволоконного расстояния за счет толщины, или величины удельного сопротивления матрицы в межволоконном пространстве, что должно быть учтено разработчиком проводов при их конструировании.

1.5. Процесс изготовления NbTi сверхпроводников

В промышленном масштабе композиционные NbTi провода производят как круглого, так и прямоугольного сечений с площадью поперечного сечения

~ 0,01-2,5 мм² по двум вариантам: «монолитному» и «провод в шине», заключающемуся в изготовлении сверхпроводящей вставки по «монолитному» варианту и последующей её впайки в прямоугольную шину. Провода изготавливают максимальной общей длиной 50-270 км с длиной единичного куска провода на конечном размере более 10 км из заготовок весом 200-450 кг. Для ускорительной техники требуются NbTi провода преимущественно круглого сечения диаметром до ~ 1,5 мм с диаметром волокна ~ 6-10 мкм, изготавливаемые по монолитному варианту. Количество волокон в проводах может варьироваться от 1000 до 8000 шт. Матрица обычно состоит из бескислородной Cu и составляет от 50 % до 70 % объема волокон и обеспечивает композиту термическую и электрическую стабильность.

Технологический процесс изготовления многоволоконного композиционного NbTi провода включает более двухсот операций на широком спектре оборудования: литейного, термического, обработки металлов давлением и резанием. Схематическая иллюстрация разработанного в АО «ВНИИНМ» процесса изготовления по монолитному варианту многоволоконного композиционного NbTi провода однократной сборки для проекта ИТЭР представлена на рисунке 1.9.

Композиционный провод (стренд) для проекта ИТЭР имеет диаметр 0,73 мм и состоит из 4488 волокон сплава НТ-47 диаметром 6,7 мкм и шагом скрутки 15 мм, каждое из которых окружено диффузионным барьером из ниобия и оболочкой из меди. При этом зона с волокнами в проводе расположена между внутренней сердцевиной и наружной оболочкой из меди.

Принципиальная особенность Российского процесса изготовления NbTi провода для проекта ИТЭР заключается в том, что он имеет замкнутый технологический цикл – от получения исходных материалов до изготовления и поставки заказчику готового аттестованного сверхпроводящего провода, т.е. в импортонезависимости. В отличие от Российского производства, лидирующие на мировом рынке компании, выпускающие NbTi провода, такие, как Bruker, Oxford Instruments и Luvata не обладают производством ниобия и

Nb-Ti сплава, которые им приходится закупать, в частности у американской компании Wah Chang.

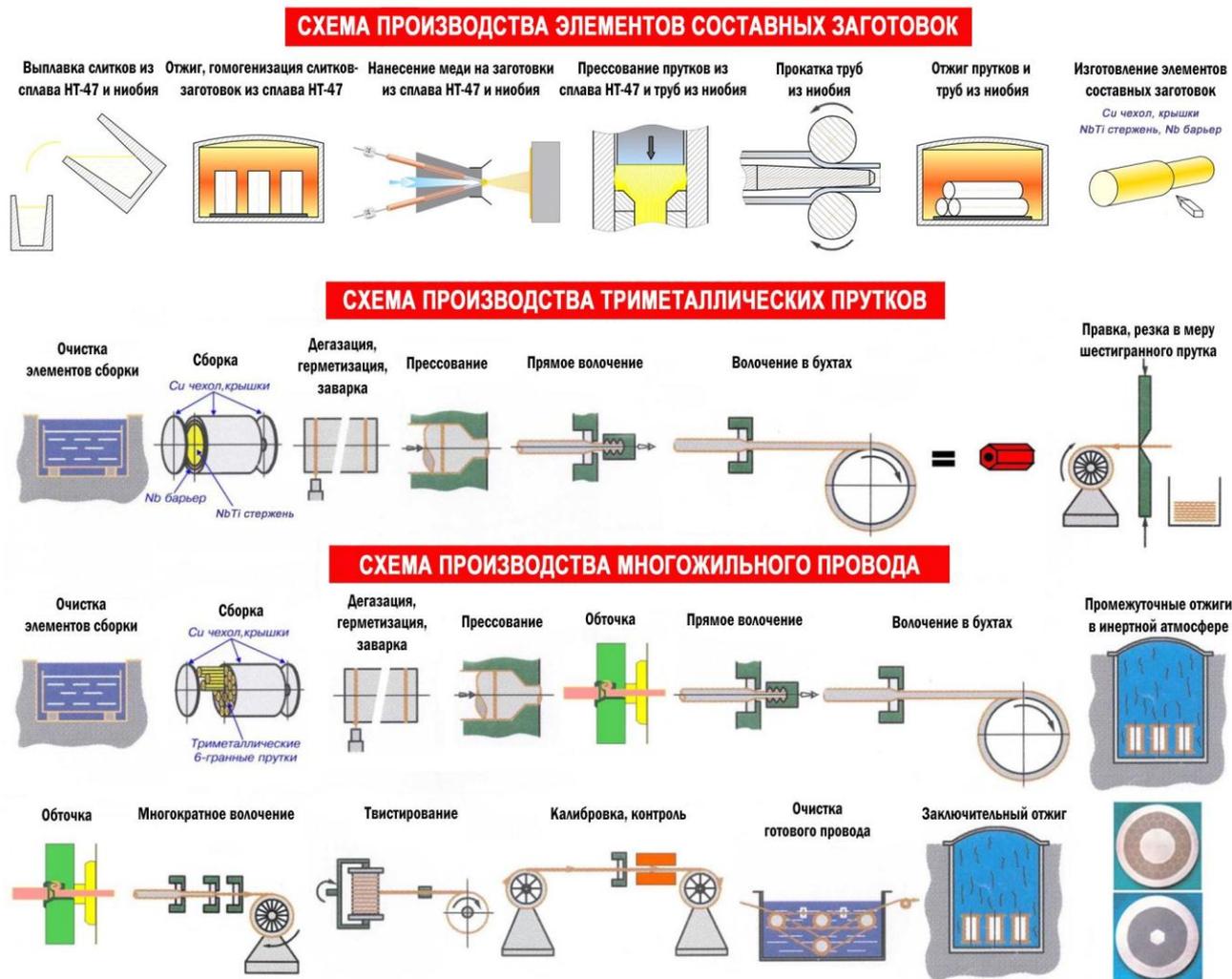


Рисунок 1.9 – Схематичная иллюстрация Российского процесса изготовления многоволоконного композиционного NbTi провода для проекта ИТЭР.

Многооперационный процесс изготовления многоволоконного композиционного NbTi провода условно можно разделить на три ключевых этапа:

- получение гомогенного Nb-Ti сплава и изготовление из него прутков-сердечников с регламентированной и однородной структурой,
- изготовление и выдавливание составной многоволоконной композиционной заготовки,
- волочение выдавленного композиционного прутка до конечного размера провода с промежуточными термообработками.

1.5.1. Получение гомогенного Nb-Ti сплава и прутков сердечников с регламентированной и однородной структурой

Этап, связанный с получением высокочистого и мелкозернистого Nb-Ti сплава с химической однородностью, как в слитках, так и в изготовленных из них заготовках (прутках-сердечниках) является отправной точкой при изготовлении качественных NbTi сверхпроводников.

Наличие широкого интервала между жидким и твердым состояниями (см. диаграмму состояния рисунок 1.1) и высокая температура плавления Nb делают особенно трудным и дорогостоящим процесс получения высококачественного сплава Nb-Ti, подходящего для изготовления сверхпроводников.

Достижение высоких значений критической плотности тока является основной движущей силой в обеспечении высокой однородности сплава, т.к. количество и морфология выделений очень чувствительны к составу сплава и играют важную роль в повышении критической плотности тока. Развитие в получении высокоомогенного Nb-Ti сплава было важным шагом в продвижении к высоким значениям критического тока [22].

Уже первая попытка сравнить характеристики двух одинаковых композитов, один из которых получен из специально приготовленного высокоомогенного сплава, а второй – из ординарного промышленного слитка, подтвердила влияние однородности сплава на критическую плотность тока [23]. Оба провода были получены по режиму с одним 80-ти часовым промежуточным отжигом при температуре 385 °C и отожжены в готовом виде при температуре 300 °C в течение 3 часов. На рисунке 1.10 показана зависимость критической плотности тока этих проводов от степени заключительной деформации.

По сравнению с $J_c = 1450 \text{ А/мм}^2$ для провода из обычного сплава в проводнике из гомогенного материала были получены гораздо более высокие значения $J_c = 1850 \text{ А/мм}^2$, причем пик критической плотности тока для этого материала гораздо резче и соответствует большей вытяжке 3,9 по сравнению с 2,5 для обычного.

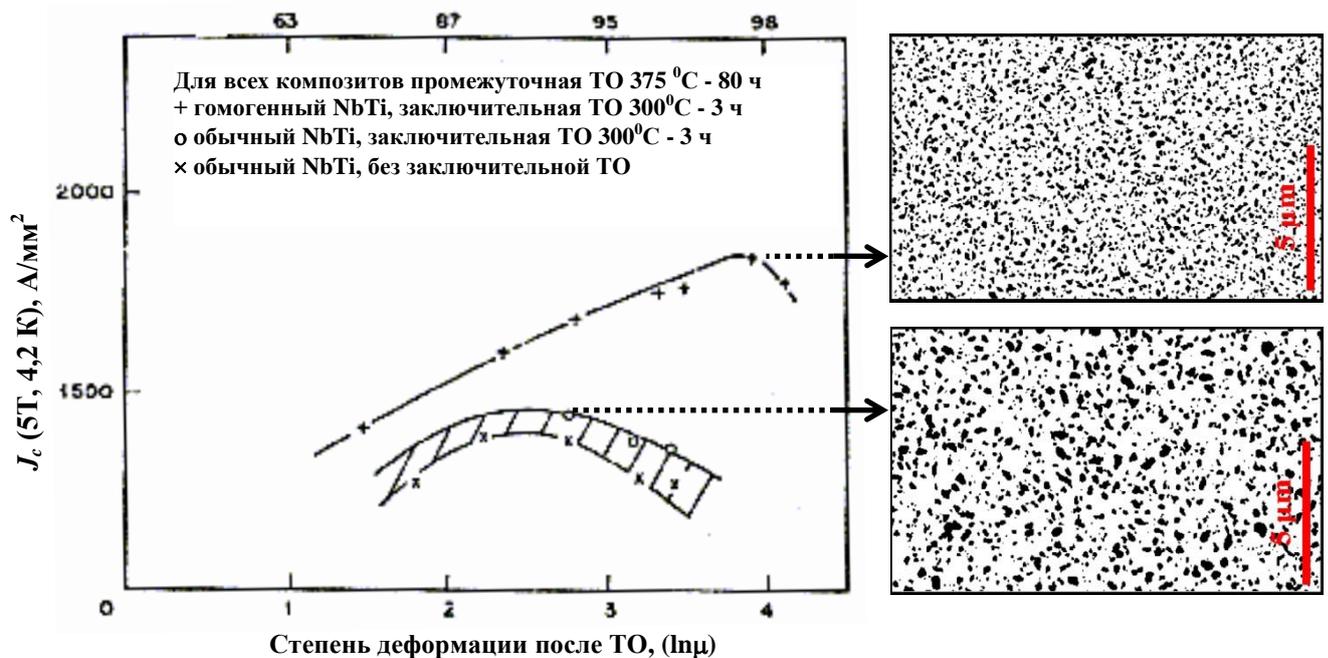


Рисунок 1.10 – Изменение J_c при деформации после термообработки в композитах, изготовленных из сплавов, имеющих разную степень химической гомогенности [23]

Желательными свойствами исходной заготовки Nb-Ti сплава являются:

- корректный состав сплава для оптимальных H_{c2} , T_c и центров пиннинга (допустимый диапазон составляет Nb - (46-48,5) мас. % Ti);
- единый состав по всей заготовке для обеспечения оптимальных физических и механических свойств по всему волокну;
- химическая однородность на микроструктурном уровне для обеспечения однородного выделения центров пиннинга правильной морфологии (обычно $\pm 1,5$ мас. % Ti);
- низкие уровни примесных элементов для обеспечения предсказуемых сверхпроводящих и механических свойств;
- отсутствие твердых частиц (как правило, богатых Nb), так как любая частица, в том числе и инородная, может привести к нестабильности волочения волокна и, в конечном итоге, к разрушению провода;
- поверхность NbTi прутка-сердечника также не должна содержать инородные частицы – включения и должна быть достаточно гладкой, чтобы не собирать частицы другого материала во время последующей переработки;

- мелкий (как правило, № 3 и менее – 120 мкм и менее при 100 - кратном линейном увеличении для прутков диаметром 50,8-114,3 мм) и однородный размер зерен, поскольку он контролирует распределение участков зародышеобразования выделений α -фазы. Мелкий размер зерен также улучшает равномерность и выживаемость диффузионного барьера;

- низкая твердость (как правило, твердость по Виккерсу 170 или менее) для облегчения совместной деформации с более мягким стабилизирующим материалом;

Химические неоднородности, которые могут наблюдаться в Nb-Ti сплаве, можно разделить на макро-сегрегации и микро-сегрегации.

Наиболее распространенными макро-сегрегациями являются «включения высокой плотности – обогащенные ниобием частицы» и богатые титаном, так называемые в зарубежной / отечественной литературе – «фрекели» / «канальные сегрегации» («внеосевая неоднородность», «стволовидная ликвация», «усы») и «трирингсы» / «дендритные кольца».

Более серьезной макронеоднородностью является наличие обогащенных Nb частиц, приводящих к обрыву волокон и провода в целом и которые были причиной многих ранних неудач, но редко встречаются в современном производстве. Обогащенные на ~ 8-10 мас. % Ti «канальные сегрегации» в поперечном сечении слитка выглядят как пятна, а в продольном сечении – как полосы, имеют относительно небольшой размер, обычно 1-2 мм в диаметре. Сами по себе «канальные сегрегации» пластичны и не являются особенно вредными для производства проводов. Важность наличия или, скорее, отсутствия богатых Ti «канальных сегрегаций», является показателем контроля качественной плавки сплава. Наличие которых, можно легко идентифицировать по рентгенограммам радиографического контроля поперечных сечений слитков и прутков. Если на рентгенограммах поперечного сечение слитка не обнаружено «канальных сегрегаций», вероятно, они имеют меньший размер, а более сложная и дорогостоящая количественная оценка макронеоднородностей, в частности использование микрорентгеноспектрального анализа, сведена к минимуму.

Структурное состояние «дендритного кольца» представляет неоднородности в виде концентрических полос светлого и тёмного контраста. Состав и микротвёрдость в областях светлого и тёмного контраста сплава отличаются незначительно. Микроструктурные отличия также незначительны и проявляются, главным образом, в размере зёрен и их ориентации. Микрорентгеноспектральный анализ, показывает, что между «канальными сегрегациями» и смежными с ними областями концентрация Ti может изменяться вплоть до ± 9 мас. %, а внутри структуры «дендритного кольца» степень макро-сегрегации установлена, как ± 4 мас. % Ti. Микроструктура сегрегированных областей с присутствием «канальных сегрегаций» не выявляет каких-либо дендритов, в то время как структура «дендритного кольца» имеет интенсивную дендритную сетку. Макро-сегрегации, образовавшиеся в слитке, совершенно не могут быть устранены путём любых последующих термомеханических обработок. Только в результате оптимизации параметров плавки удастся избежать образования в сплаве Nb-Ti включений высокой плотности обогащенных Nb и богатых Ti «канальных сегрегаций» и «дендритных колец».

Микро-сегрегации в литых NbTi слитках неизбежны и связаны с образованием дендритной структуры, вызванной большим разделением фаз жидкость – твердое вещество. Потому как диффузионные расстояния и изменения концентрации в областях, содержащих дендриты, малы, то появляется возможность гомогенизировать материал.

Исследования по гомогенности Nb-Ti сплавов в литературе встречаются редко, поскольку они тесно связаны с технологическими особенностями процессов, используемых разными производителями для получения сплава, и не раскрываются по коммерческим соображениям.

Исследования по влиянию вакуумного отжига на гомогенность слитков отечественного сплава НТ-47 размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450-500$ мм, выплавленных различными способами, были проведены Потаниной Л.В. [24].

Разработанный режим гомогенизирующего отжига слитков ($1300 \text{ °C} - 8 \text{ ч}$) позволяет обеспечить гомогенность на уровне $\pm 1,0$ мас. % Ti для 40-50 %

материала однократной гарнисажной плавки, 50-70 % материала двукратной гарнисажно-дуговой плавки и 70-95 % материала трёхкратной гарнисажно - дуговой плавки.

1.5.2. Изготовление и выдавливание составной многоволоконной композитной заготовки

Известные методы изготовления свехпроводящих NbTi проводов могут включать в себя как однократную, так многократную – двукратную и трехкратную сборку составных многоволоконных заготовок.

Независимо от предполагаемого способа изготовления проводника, основным элементом для сборки многоволоконной составной заготовки однократной сборки – первой многоволоконной заготовки для получения многоволоконных композиционных прутков под сборку заготовок двукратной и трехкратной сборок служит одноволоконный биметаллический NbTi/Cu (резистивный сплав на основе Cu), или триметаллический NbTi/Nb/Cu (резистивный сплав на основе Cu) прутков, который изготавливают совместным выдавливанием заготовок, состоящих из сердечника Nb-Ti сплава, окруженного Nb диффузионным барьером или без него, помещенного в трубный чехол из меди, или резистивного сплава на основе Cu. В процессе горячего выдавливания заготовки в пруток происходит сварка элементов заготовки. Выдавленный композиционный одноволоконный пруток волочат на требуемый размер и режут на мерные длины для сборки многоволоконной заготовки. В дополнение к одноволоконным пруткам для сборки многоволоконной заготовки используют элементы различной конфигурации из меди для заполнения пустот, формирования центрального сердечника и, если необходимо, для увеличения стабилизации.

Биметаллические и триметаллические прутки могут быть как круглого, так и шестигранного сечения. Предпочтение отдается шестигранным элементам, поскольку сборка элементов круглого сечения обычно вносит значительное количество нежелательных пустот.

Объем пустот, присущий составным заготовкам с элементами круглого и шестигранного сечения, в зависимости от числа волокон при идеальном и реальном случаях сборки представлен на рисунке 1.11 [25].

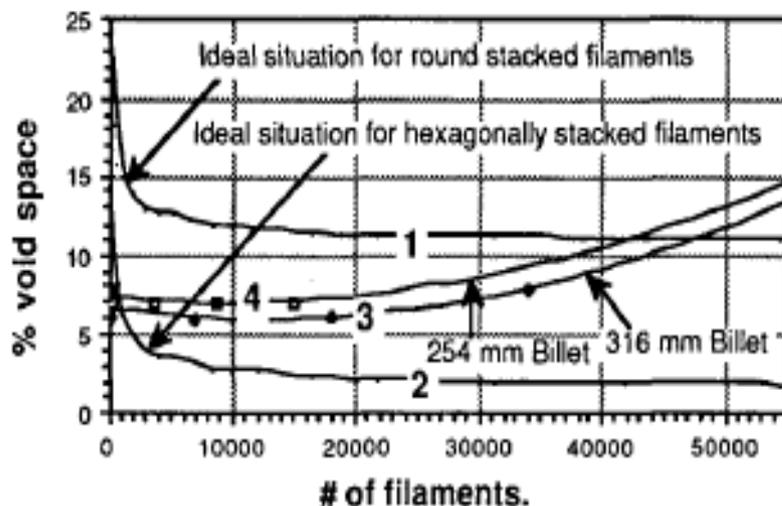


Рисунок 1.11 – Объем пустот в зависимости от числа волокон [25]: 1 – расчетные значения для элементов круглого сечения; 2 – расчетные значения для элементов шестигранного сечения; 3 – и 4 – реальные значения для заготовок соответственно диаметром 316 мм и 254 мм, собранных с использованием элементов шестигранного сечения.

Кривые 1 и 2 характеризуют идеальную – расчетную ситуацию для круглых (1) и шестигранных (2) прутков. Пористость заготовки из круглых прутков рассчитана по отношению $100\%(A_D - A_R)/A_D$, а из шестигранных по отношению $100\%(A_D - A_H)/A_D$, где A_R - площадь поперечного сечения всех круглых одноволоконных элементов, A_H - площадь поперечного сечения всех шестигранных одноволоконных элементов, A_D - площадь поперечного сечения, определенная по внутреннему диаметру заготовки. Согласно представленным оценкам, при одинаковом количестве волокон пористость составных заготовок с круглыми элементами на 10 % превышает пористость с шестигранными.

Эмпирические кривые 3 и 4 представляют данные пористости заготовок диаметром 253 мм (3) и 316 мм (4), собранных из шестигранных прутков [25]. Пористость в этих сборках ниже, чем в случае идеального расположения круглых элементов. Реальные данные о плотности сборок, собранных из круглых

элементов отсутствуют, хотя в этом случае пустот будет несомненно больше, чем при идеальной упаковке. Экстраполяция показывает, что превосходство сборки из шестигранных элементов сохраняется, по меньшей мере, до достижения в проводе $\sim 43000 \dots 48000$ волокон. Такое превосходство является наиболее сильным аргументом в пользу развития технологии изготовления составных заготовок из шестигранных элементов, ибо избыток пустот может привести к искажению геометрии составной заготовки и даже к разрушению оболочки во время изостатического прессования (обжатия) [25].

Искажение сборки, вызываемое смещением групп элементов друг относительно друга, характерно для круглых элементов. Гексагональные элементы эффективно замыкаются и образуют монолитную массу, обжатие которой не приводит к активному смещению волокон из своих положений. При компенсации большого количества пустот за счет обжатия, следует учитывать возможность уменьшения исходного размера заготовки и, как следствие, уменьшение общей вытяжки при волочении, что, в свою очередь, не позволяет получить расчетный диаметр волокон при требуемом диаметре провода. Заполнение пустот между элементами круглого сечения приводит к изменению расчетного соотношения меди и сверхпроводника. Таким образом, при сборке составных заготовок любой кратности целесообразно использовать элементы шестигранного сечения.

Однократная сборка позволяет наиболее экономичным способом изготовить высококачественные сверхпроводники. Используя биметаллические или триметаллические одноволоконные шестигранные прутки, можно конструировать проводники с числом волокон от нескольких штук до ~ 10000 . Имеются сообщения о попытке получения проводника с числом волокон, равным 40 тыс. [26]. Из проводников, полученных по этому способу, изготовлены токонесущие элементы для магнитов ускорителей RHIC и SSC (США) [27-29], LHC (Евросоюз). Недостатком этого класса сборок является высокая трудоемкость и сложность изготовления составных заготовок при большом количестве волокон.

При необходимости изготовления проводов с большим числом ниобий-титановых волокон использование двукратной сборки позволяет избежать возникновения проблем, характерных для технологии однократныхборок. Для этого многоволоконные прутки, полученные из однократной составной заготовки, на требуемом размере профилируют на шестигранник и повторно собирают, дегазируют, заваривают и выдавливают в композиционный пруток, который волочат с промежуточными термообработками до конечного размера. Таким способом, например, получены проводники для магнитов Нуклотрона и дипольных магнитов Ускорительно - Накопительного Комплекса – УНК (СССР) [30]. Существенным недостатком метода двукратной сборки является высокая стоимость и низкое качество проводов по сравнению с проводами, полученными из однократной сборки [31]. Кроме того, по сравнению с однократными верхний предел коэффициента заполнения по ниобий-титановому сплаву в проводниках этого типа ограничен меньшим значением. Двукратные составные заготовки целесообразно использовать в тех случаях, когда осуществить однократные практически невозможно.

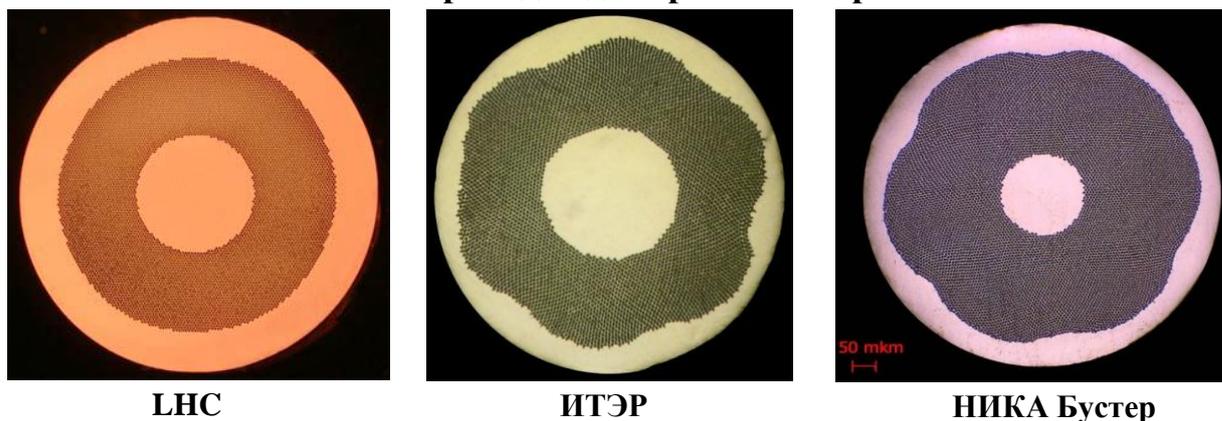
Трехкратную сборку используют для получения очень большого количества волокон в проводе (несколько сот тысяч). В частности, таким методом были изготовлены проводники, предназначенные для работы на токах промышленной частоты [32, 33]. Недостатки, свойственные таким сборкам, аналогичны недостаткам двукратныхборок.

На рисунке 1.12 для примера представлены поперечные сечения NbTi проводов однократной и двукратныхборок.

С точки зрения технологии обработки давлением составной многоволоконной заготовки для получения технологичного композита следует, что оптимальной формой поперечного сечения композита является осесимметричное кольцевое расположение волоконной зоны вокруг медного сердечника внутри медной оболочки. Это связано со схемой напряженного состояния, т.е. в процессе волочения деформация периферийных слоев металла происходит в основном за счет сжимающих напряжений, в то время как

деформация центральных слоев происходит в основном за счет растягивающих напряжений. Сжимающие напряжения в периферийных слоях приводят к существенному искажению геометрии волокон. Возникающие в центральных слоях растягивающие напряжения могут при некоторых условиях (большая накопленная степень деформации и связанное с ней снижение пластичности) привести к нарушению целостности или обрыву волокон.

NbTi провода однократной сборки



NbTi провода двукратной сборки

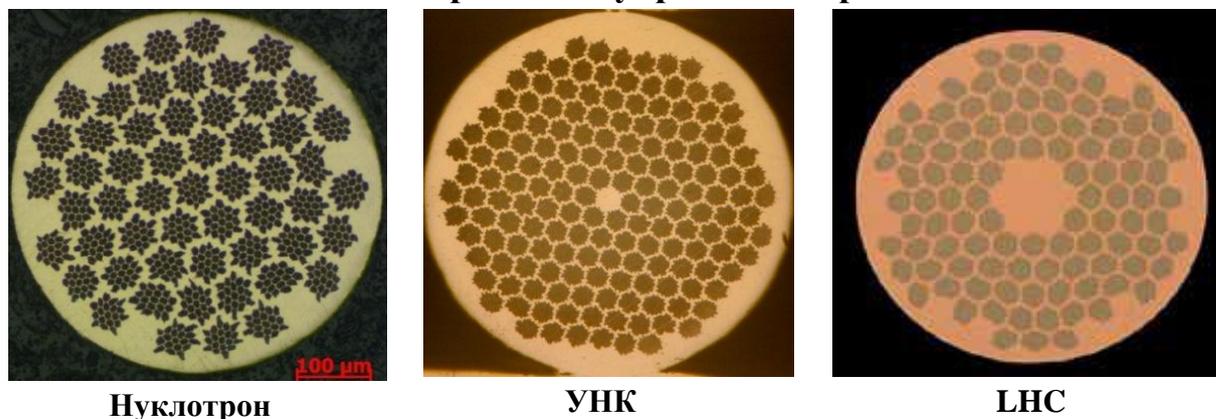


Рисунок 1.12 – Поперечные сечения NbTi проводов однократной и двукратной сборки

Для достижения одинакового диаметра всех волокон и высокого выхода в годное между элементами составных многоволоконных заготовок необходима хорошая металлургическая связь, а это требует, чтобы загрязнение их поверхностей, как при изготовлении, так и в процессе сборки было сведено к минимуму. При температурах обработки увеличивается подвижность кислорода

в Cu и образуются окисления поверхности полуфабрикатов из высокочистой Cu, которые в процессе изготовления должны быть также удалены для обеспечения низкого удельного сопротивления и хорошей технологичности. Нельзя недооценивать важность снижения химического и поверхностного загрязнения. Для многих применений требуются большие строительные длины, а мелкие включения в виде порошка, которые приводят к обрыву волокон и провода в целом, могут иметь место даже при строго контролируемом крупномасштабном производстве [34].

Собранные многоволоконные заготовки, дегазируют, заваривают, вакуумируют, а в некоторых случаях и подвергают обжатию (уплотнению) в газостате и после предварительного нагрева до температуры 500-650 °C выдавливают в пруток с вытяжкой 10-50. Более низкие температуры выдавливания имеют предпочтения, поскольку они позволяют сохранить большую степень предварительно накопленной холодной деформации в NbTi сплаве, но требуют больших усилий прессования. Низкие скорости выдавливания предотвращают чрезмерный разогрев NbTi сплава и приводят к более равномерному истечению центральных и периферийных слоев в процессе прессования.

Если имеется возможность, также может быть использовано гидростатическое выдавливание, которое имеет следующие преимущества: более низкие температуры выдавливания, более широкий интервал соотношений длины к диаметру выдавливаемой заготовки, более широкий спектр сочетаний материалов.

После выдавливания формируется монолитный многоволоконный композит в виде прутка диаметром 50-90 мм, который после отрезки дефектных частей и удаления загрязненного слоя подвергают волочению.

1.5.3. Волочение многоволоконного композиционного прутка

Этап волочения композиционного прутка с промежуточными отжигами (ПО) является не только одним из самых важных, но и самым

длительным и в зависимости от конструкции и диаметра получаемых проводов претерпевает изменения.

Целью данного этапа является получение конечной структуры с мелкодиспергированными и регулярно распределенными центрами пиннига – выделениями α -Ti нанометрического уровня. Понимание механизмов трансформации структуры материала при волочении с ПО, является ключом к обеспечению высокой J_c в готовом проводе. Большой объем исследований в этом направлении для проводов однократной сборки на основе отечественного сплава НТ-50 с диаметром волокон 10-100 мкм был выполнен Губкиным И.Н. [13].

Изготовление NbTi сверхпроводников с точки зрения обработки давлением с ПО схематически представлено на рисунке 1.13.

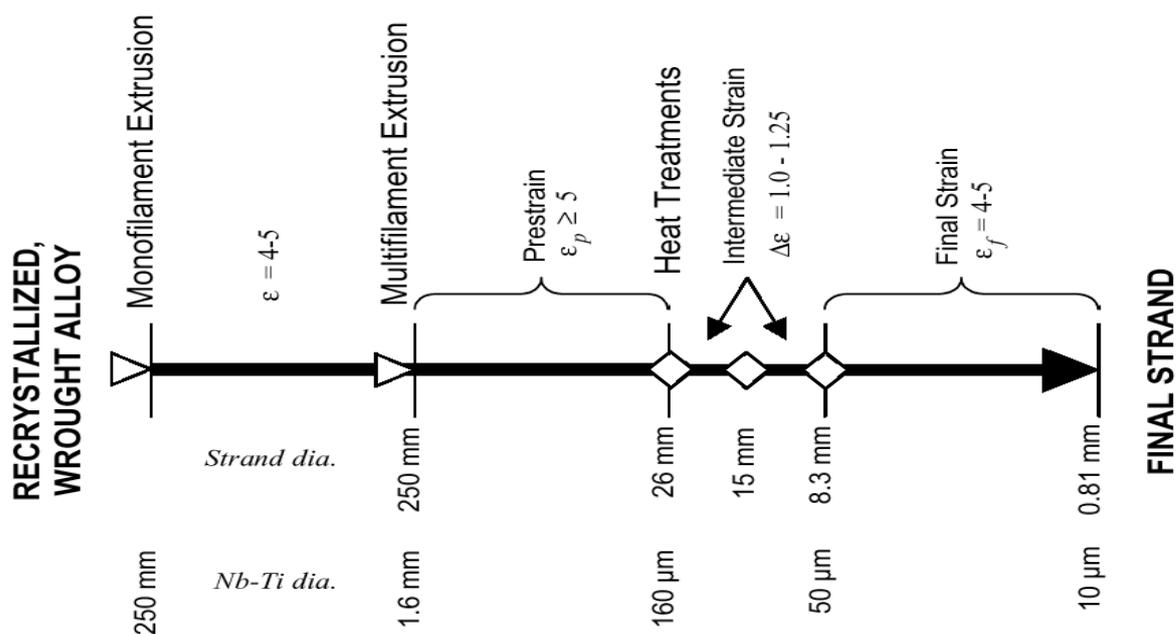


Рисунок 1.13 – Схематическая иллюстрация изготовления NbTi сверхпроводников с точки зрения обработки давлением с ПО [41].

Степень деформации при волочении NbTi сверхпроводящих проводов обычно представляют в виде истинной деформации (ϵ_t), которая задается уравнением:

$$\varepsilon_{\text{tot}} = \ln A_0/A = 2 \ln d_0/d , \quad (1.11)$$

где A_0 и d_0 – площадь поперечного сечения и диаметр композиционного прутка до волочения, а A и d – после волочения.

Общая доступная холодная деформация (ε_{tot}) при переделе выдавленного композиционного NbTi прутка волочением в провод конечного диаметра называется «пространством деформации», которое можно разбить на три зоны, каждая из которых требует определенной – минимальной степени деформации, чтобы быть эффективной:

1. *Предварительная деформация (ε_p)* – деформация после выдавливания до первого ПО. Величина этой деформации должна быть достаточной для формирования в сверхпроводящем сплаве развитой субзеренной структуры, поскольку в процессе термообработки NbTi сплава α -фаза выделяется на границах субзерен. При этом для интенсификации процесса диффузионного распада пересыщенного твёрдого раствора и увеличения полноты распада, а следовательно, повышения J_c , желательно, чтобы субзеренная структура была высокодисперсной и имела высокую степень однородности. Кроме того увеличение степени ε_p и повышение температуры термообработки способствует подавлению выделения α -видманштеттовой и ω фаз. Игольчатая α -видманштеттовая фаза образуется в теле субзерна в материалах с не сформированной ячеистой структурой, когда плотность дислокаций внутри ячейки еще не высока, то есть в процессе первой термообработки. В ряде случаев, в неоднородных областях – обогащённых Ti, при низких температурах (~ 350 °C) в теле субзерна может также образовываться очень мелкая эллипсоидная ω -фаза. Обе фазы вызывают сильное увеличение твердости сплава (до 250 HV10), ухудшая его технологичность. На рисунке 1.14 представлен график, показывающий зависимость морфологии выделений в NbTi сплавах разного состава от предварительной деформации перед первым ПО.

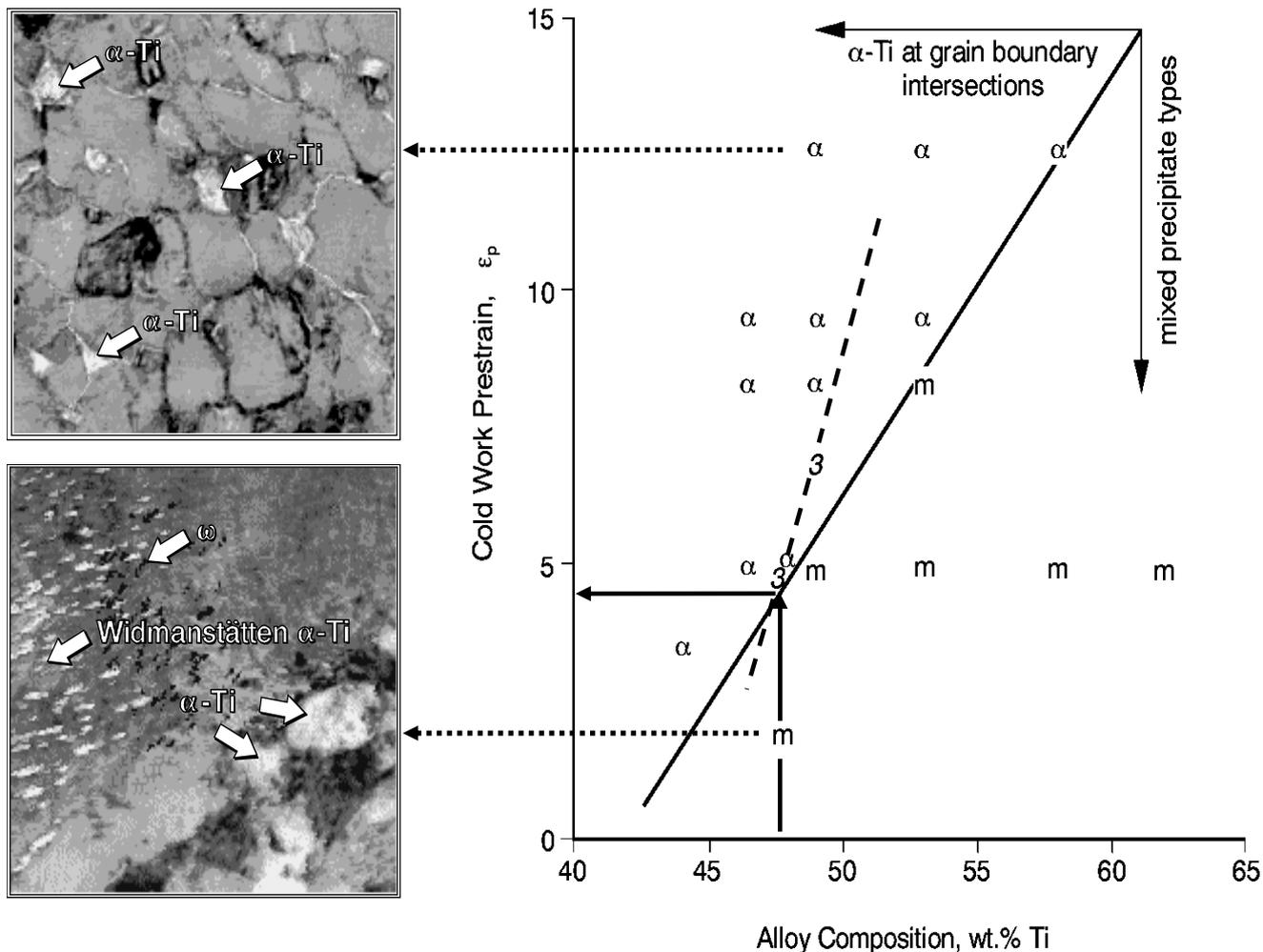


Рисунок 1.14 – Схема в координатах предварительная деформация – состав NbTi сплава: α – морфология оптимального выделения и m – морфология смешанного выделения для термообработки при $T = 420\text{ }^{\circ}\text{C}$; 3 – показывает, где смешанное выделение также наблюдалось при $T = 375\text{ }^{\circ}\text{C}$ [35-37].

Таким образом, для успешного выделения α -фазы и подавления в процессе ее роста зарождения и роста метастабильных фаз, крайне неоднородно распределяющихся в материале и значительно охрупчивающих его, величина ϵ_p должна быть не ниже 4,5-5.

2. Деформация между ПО ($\Delta\epsilon_{HT}$), обеспечивает поэтапное уменьшение размера субзерна для увеличения выделения α -Ti при ПО, которые проводят в интервале температур 375-420 $^{\circ}\text{C}$ в течение обычно от 40 до 80 часов. После первого ПО образуется $\sim 10\%$ α -Ti. Больше количество сложно получить без чрезмерно длительного ПО, но стоит иметь в виду, что с увеличением

длительности ПО увеличивается и размер растущих частиц. Увеличение температуры увеличивает скорость выделения, но также увеличивает размер выделения и отношение нижнего поля J_c , к высокому J_c [11]. Количество выделений α -Ti, образуемых при первом ПО, также зависит от состава сплава (рисунок 1.15) [37].

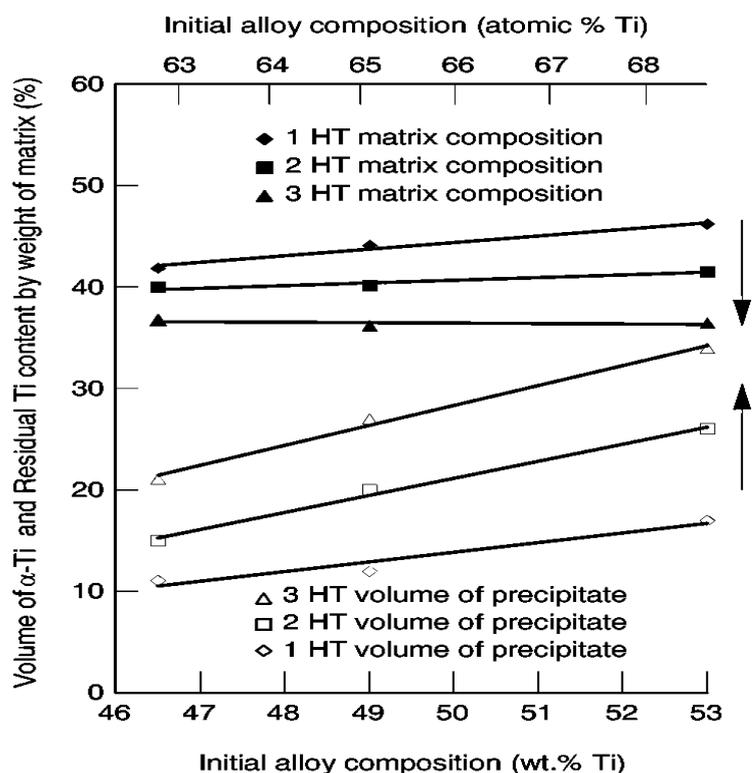


Рисунок 1.15 – Выделение α -Ti в зависимости от содержания Ti в сплаве и количества ПО.

Приведенные на рисунке 14 зависимости, показывают, как уменьшение содержания Ti в сплаве приводит к снижению скорости выделения и как следствие к недостаточному объему выделения α -Ti для достижения высоких значений J_c , а также, что локальные изменения содержания Ti тоже могут приводить к неоднородному выделению частиц. По мере проведения последующих циклов деформация – ПО добавляется и увеличивается количество выделений. Оптимальный баланс между увеличенным объемом выделений и минимальной $\Delta\epsilon_{HT}$ составляет $\sim 1,2$, но не менее 0,7. Обычно требуется три и более циклов деформация – ПО для получения 20 объемных %, или более мелкий размер выделений в конечной микроструктуре, необходимых для обеспечения

высокой $J_c > 3000 \text{ A/mm}^2$ в поле 5 Т при $T = 4,2 \text{ К}$. По мере выделения $\alpha\text{-Ti}$ состав $\beta\text{-NbTi}$ обедняется Ti до тех пор, пока он не достигнет 36-37 мас. % Ti. В этот момент Ti недостаточно для дальнейшего выделения, а H_{c2} и T_c достигают значений, соответствующих однофазному материалу с более низким содержанием Ti [8].

После последнего ПО микроструктура в поперечном сечении состоит из равномерно распределенных примерно равноосных частиц $\alpha\text{-Ti}$ диаметром от 80 нм до 200 нм в матрице равноосных NbTi зерен аналогичных размеров. В продольном сечении зерна $\alpha\text{-Ti}$ и $\beta\text{-NbTi}$ несколько вытянуты вдоль оси волочения с соотношением сторон от 4 до 15 в зависимости от истории волочения.

3. *Заключительная деформация (ϵ_f)* – деформация после последнего ПО до конечного диаметра, необходима для уменьшения размера выделившихся частиц $\alpha\text{-Ti}$ до оптимального размера на конечном диаметре провода, чтобы они могли эффективно закреплять флюксоиды. В процессе заключительного волочения провода деформация приводит к трансформации выделений $\alpha\text{-Ti}$ в плотно выстроенную, листовую решетку. При этом быстро уменьшается толщина и интервал частиц в соответствии с зависимостью $d^{1,6}$ (где d - диаметр провода) и увеличивается длина и площадь частиц в соответствии с зависимостью $d^{1,6}$. С увеличением степени заключительной деформации сила пиннинга и, следовательно J_c , увеличиваются до тех пор пока преимущества измельчения микроструктуры для лучшего соответствия параметрам пиннинга не начнут подавляться. Образующийся при этом максимум, соответствующий оптимальной микроструктуре, смещается в сторону высоких полей. На рисунке 1.16 представлена эволюция микроструктуры NbTi сплава и зависимость F_p от заключительной деформации при волочении после последнего ПО.

В качественных промышленных многоволоконных NbTi проводах – с однородными волокнами максимум F_p и J_c обычно достигается при $\epsilon_f \sim 5$. Если волокна неравномерны в поперечном сечении – имеют «сосичность», максимум происходит раньше и при меньшей плотности критического тока.

Волокна, которые имеют преждевременный (пониженный) максимум J_c во время заключительного волочения, характеризуется, как внешне ограниченные, поскольку они не достигли внутреннего критического тока микроструктуры материала.

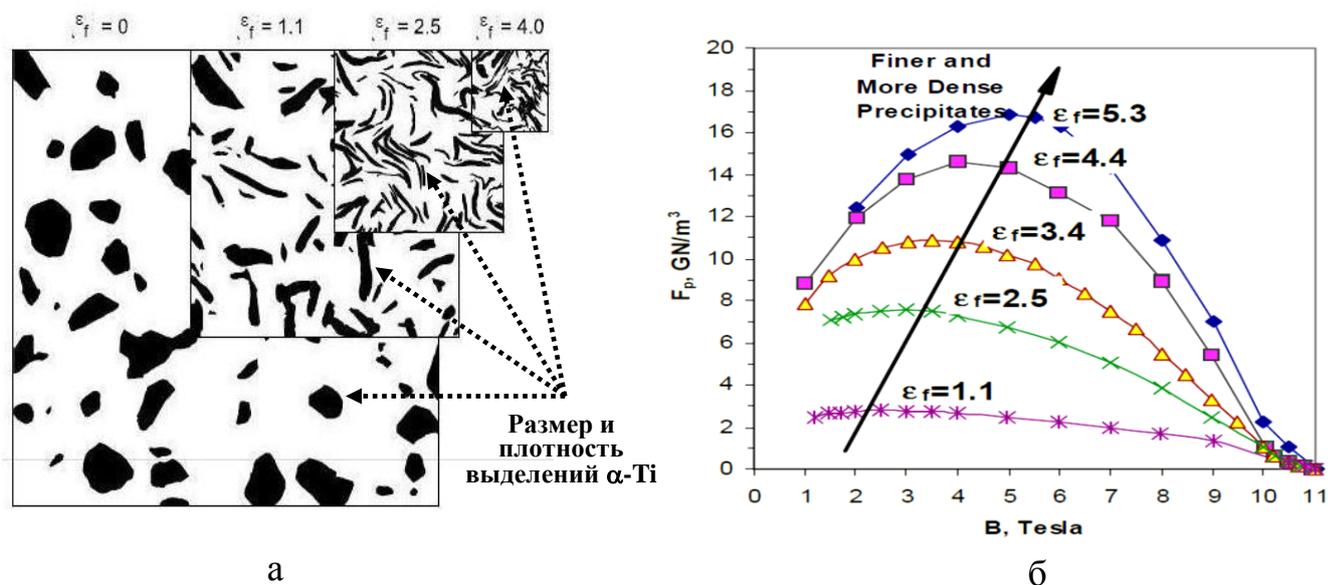


Рисунок 1.16 – Схематическое изменение микроструктуры NbTi волокна в поперечном сечении (а) и изменение силы F_p от степени заключительной деформации при волочении после последнего ПО [38, 39]

Модель формирования структуры NbTi волокна в процессе передела выдавленного композиционного прутка волочением с ПО представлена на рисунке 1.17.

В итоге в поперечном сечении NbTi волокна формируется решетка из пластин α -фазы толщиной от 1 нм до 4 нм. Для сравнения, на получаемой структуре в левом верхнем углу нанесена схематическая иллюстрация диаметра флюксоида (10 нм) и расстояния между ними (22 нм) для вихревой решетки в поле 5 Т и $T = 4,2$ К.

Кроме определенных и стабильных значений критической плотности тока к проводам предъявляются следующие дополнительные требования: высокая технологичность, длиномерность, строгие геометрические размеры, целостность волокон и однородность их сечения.

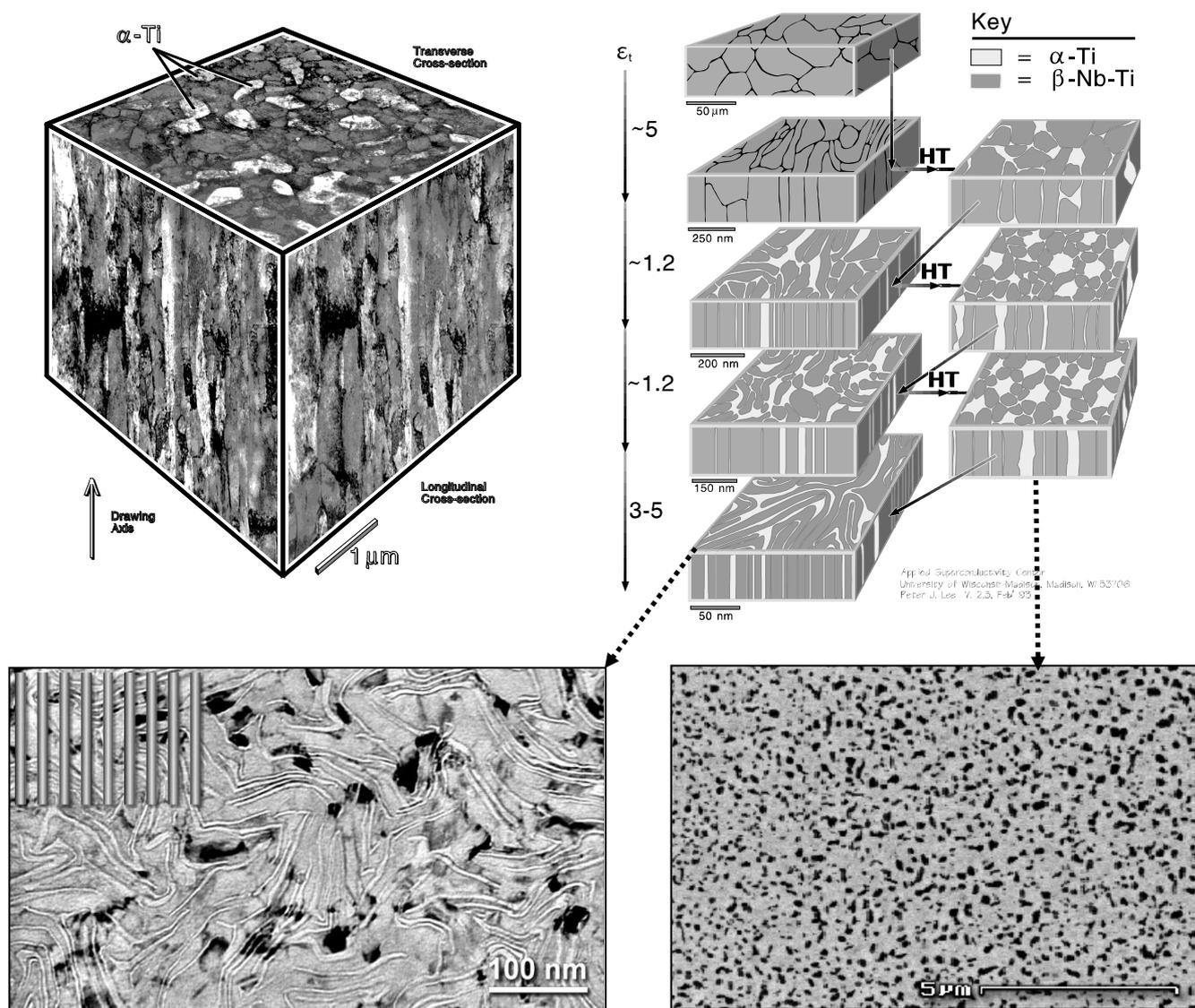


Рисунок 1.17 – Модель формирования структуры NbTi волокна в проводнике с высокой $J_c > 3000 \text{ A}/\text{мм}^2$ в поле 5 Т при $T = 4,2 \text{ К}$ [40, 41].

1.6. Промышленная технология изготовления сверхпроводящего провода на основе сплава НТ-47 для проекта ИТЭР

В России усилиями предприятий АО «ВНИИНМ», АО ЧМЗ и АО «ТВЭЛ» Госкорпорации «Росатом» разработана и внедрена промышленная технология изготовления сверхпроводящего NbTi провода (стренда) диаметром 0,73 мм для проекта ИТЭР, принципиальная технологическая схема изготовления которого представлена на рисунке 1.18.

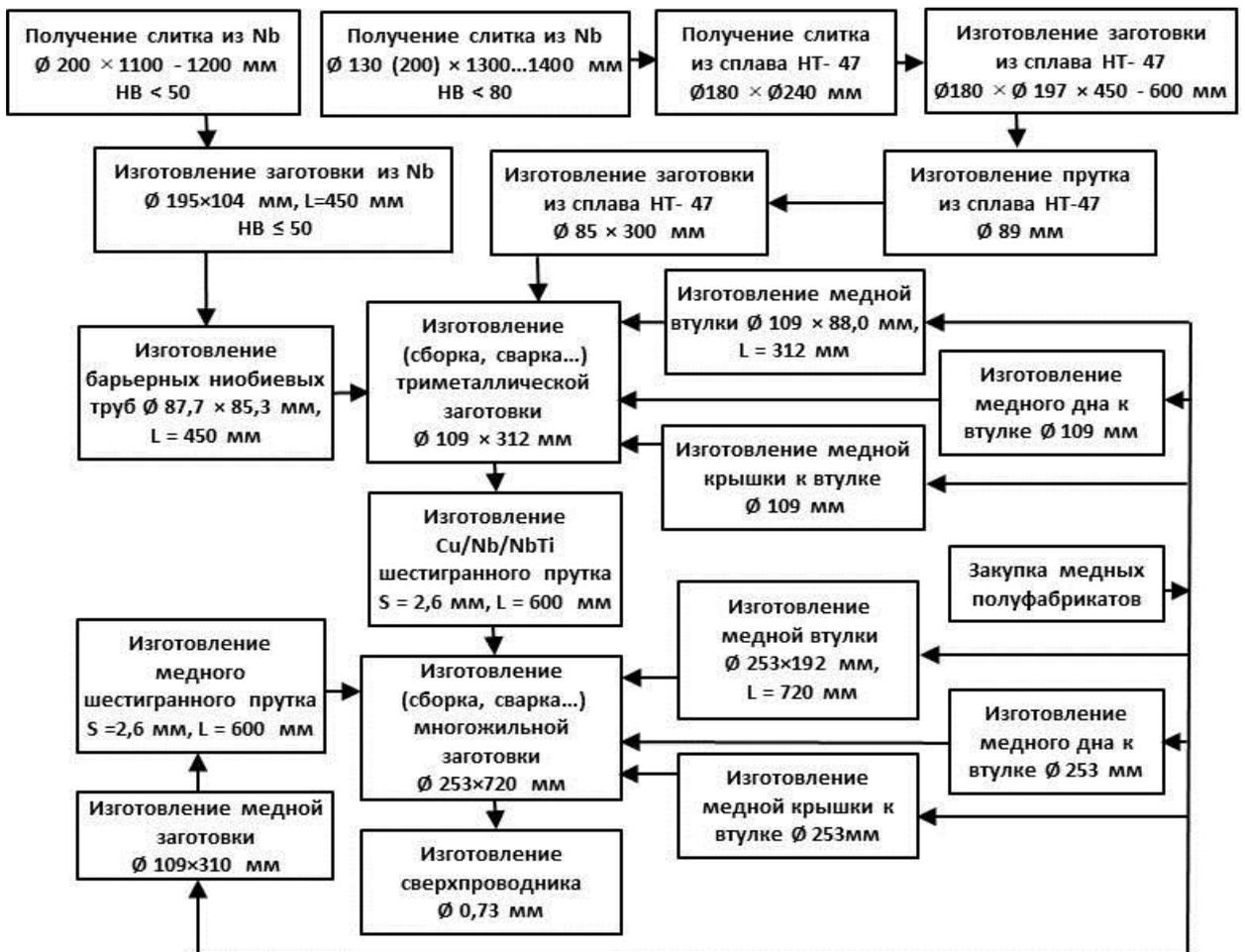


Рисунок 1.18 – Принципиальная технологическая схема изготовления NbTi провода однократной сборки для проекта ИТЭР

На момент начала настоящей работы в отечественной промышленной технологии изготовления сверхпроводящих NbTi проводов использовали прутки-сердечники сплава HT-47 диаметром 75-85 мм, получаемые из конических слитков диаметром 150×178 мм и 180×197 мм, и диффузионные барьеры из ниобия в виде свернутого листа в обечайку или трубы, получаемые из цилиндрических слитков диаметром 150-160 мм и 260 мм соответственно.

Технологическая схема изготовления прутков-сердечников сплава HT-47 из конических слитков двойного переуплава: вакуумно-дуговая плавка → вакуумно-дуговая гарнисажная плавка (ВДП-ВДГП) приведена на рисунке 1.19.

Успешный выпуск стрендов по проекту ИТЭР по данной технологической схеме даёт все основания принять её, как базовую – штатную.

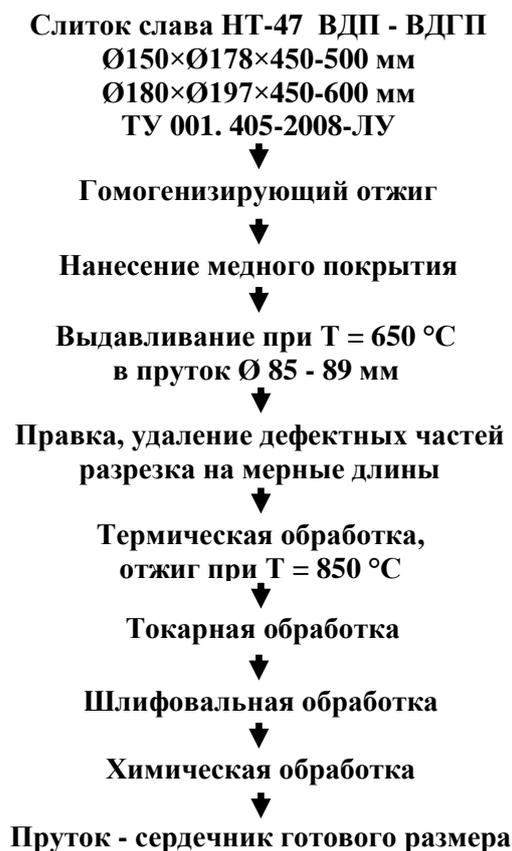


Рисунок 1.19 – Принципиальная технологическая схема изготовления прутков сплава НТ-47 из конических слитков с применением операции прессования на прессе усилием 6000 т.с.

Отмечая преимущества двойного переplава ВДП-ВДГП в получении в слитках однородной структуры, благоприятно влияющей на последующую деформацию, следует указать и на его основные недостатки: во-первых, сочетание ВДП-ВДГП не дает возможности получать цилиндрические слитки оптимальной массы и размера для последующего передела из-за расположенной в верхней части слитка усадочной раковины, которую приходится удалять, что приводит к снижению веса слитка на 40-50 % – выходу в годное, производительности процесса и как следствие к увеличению стоимости сплава и изготавливаемых из него проводов. Во-вторых, конические слитки гарнисажной плавки после удаления усадочной пористости имеют сравнительно небольшой диаметр 180×197 мм и вес, что не всегда приводит к получению желаемой однородной микроструктуры в изготавливаемых из них полуфабрикатах.

Технологические схемы изготовления диффузионного барьера из ниобия в виде обечайки и трубы приведены на рисунке 1.20.

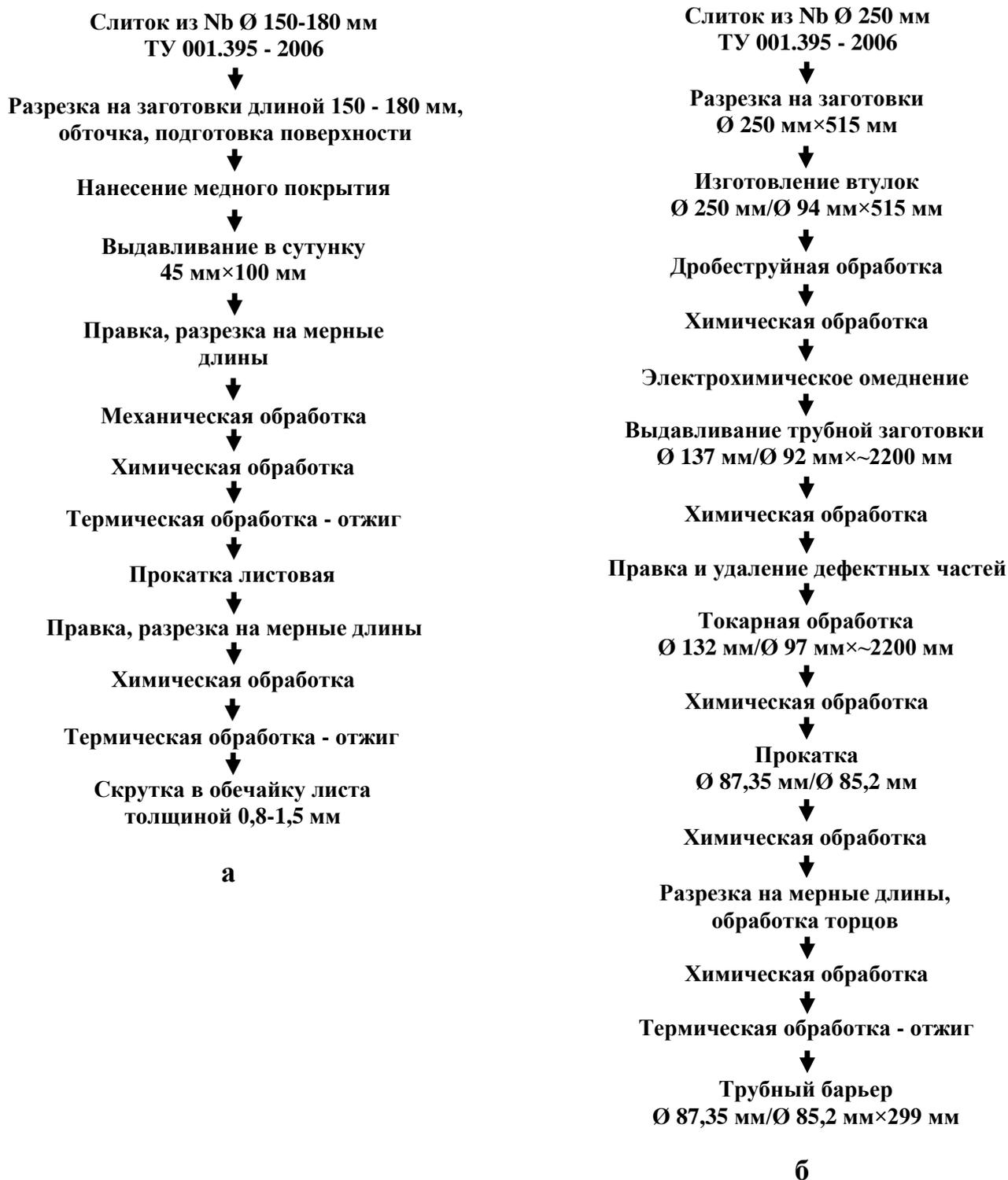


Рисунок 1.20 – Принципиальные технологические схемы изготовления диффузионных барьеров из ниобия: а – в виде обечайки из слитка диаметром 150-180 мм, б – в виде трубы из слитка диаметром 250 мм.

Преимуществом барьера в виде обечайки из листового подката является относительная простота его изготовления на стандартном прокатном

оборудовании. Широкая номенклатура изделий может быть получена при использовании одного комплекта оснастки. На первый взгляд это идеальный материал для разовых и мелкосерийных выпусков сверхпроводников различных конструкций. Однако недостатком данного барьера являются: нахлест при перекрытии краев листа (двойная толщина в месте стыка), рядом с которым при последующем переделе зачастую происходит разрыв барьера; необходимость обеспечения больших зазоров между обечайкой и медным чехлом; неудобство сборки.

Для крупносерийного производства сверхпроводников, а также для специальных конструкций, требующих высокой точности элементов, лучше использовать трубные барьеры. Простота процесса сборки, высокая симметрия заготовки за счет малых зазоров между ее составляющими обеспечивает хорошую геометрию и более высокое качество провода. Недостатком трубного барьера являются большие затраты на изготовление оснастки для прокатки каждого типоразмера барьера и не полностью проработанная структура.

Несмотря на успешный выпуск сверхпроводников, в частности для проекта ИТЭР, используемые технологические схемы изготовления не обеспечивают однородную и мелкозеренную рекристаллизованную микроструктуру во всем сечении NbTi сердечников и диффузионных барьеров из Nb см. рисунки 1.21 и 1.22.

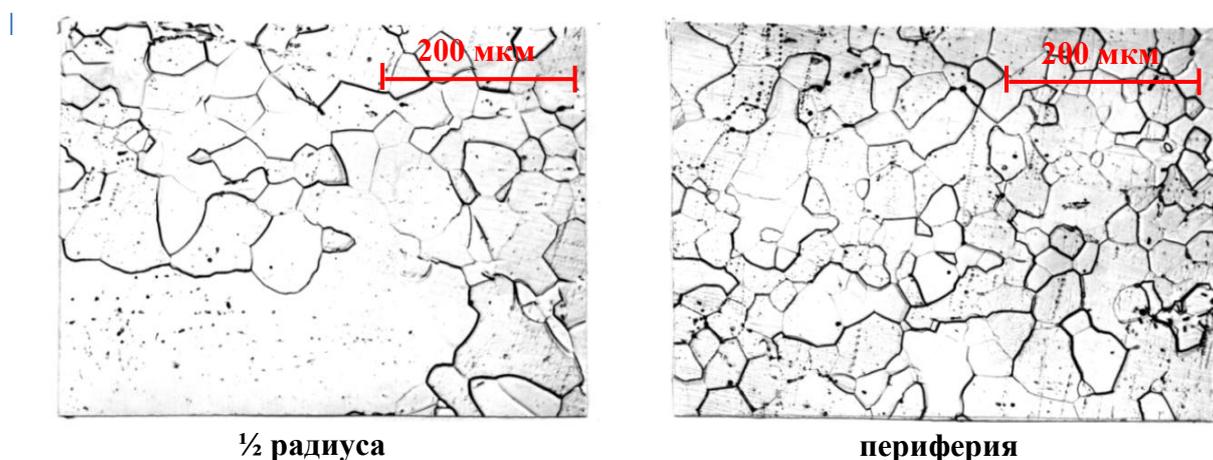


Рисунок 1.21 – Структура прутка-сердечника сплава НТ-47 диаметром 85 мм после отжига 850 °С – 1,5 ч с последующим охлаждением в воду (предварительная деформация < 70 %)

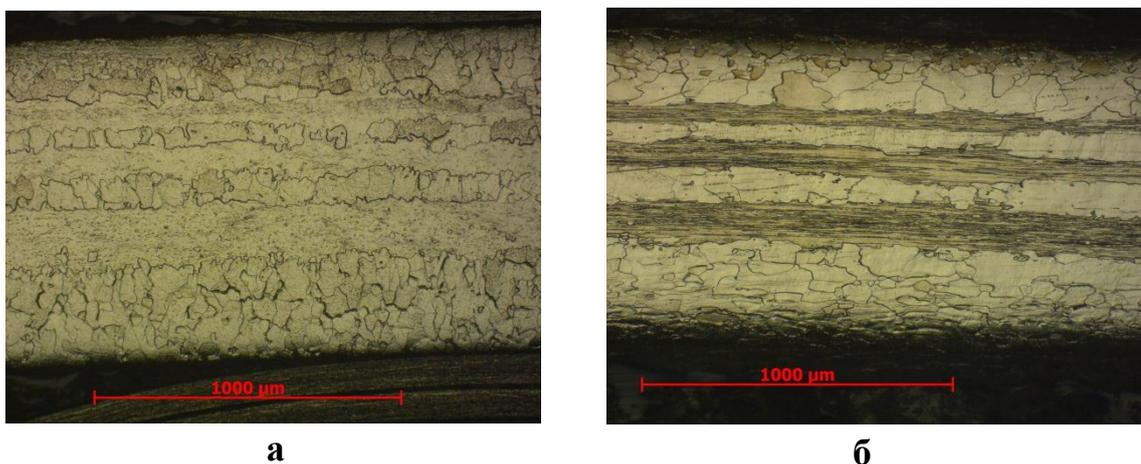


Рисунок 1.22 – Структура трубного диффузионного барьера из Nb толщиной 1 мм после отжига 1000 °С – 1,5 ч: а – вдоль оси прокатки, б – перпендикулярно оси прокатки

Последствия неоднородности структурных и как следствие механических характеристик в NbTi прутках-сердечниках и диффузионных барьерах из Nb в дальнейшем отрицательно отражаются на качестве многоволоконных сверхпроводящих проводов. В частности, это приводит к неоднородной деформации составляющих композита вплоть до их локального разрушения (рисунок 1.23 а), а также к обрыву отдельных сверхпроводящих волокон (рисунок 1.23 б) и провода в целом, что в свою очередь вызывает снижение критической плотности тока в сверхпроводнике и выхода в годное.

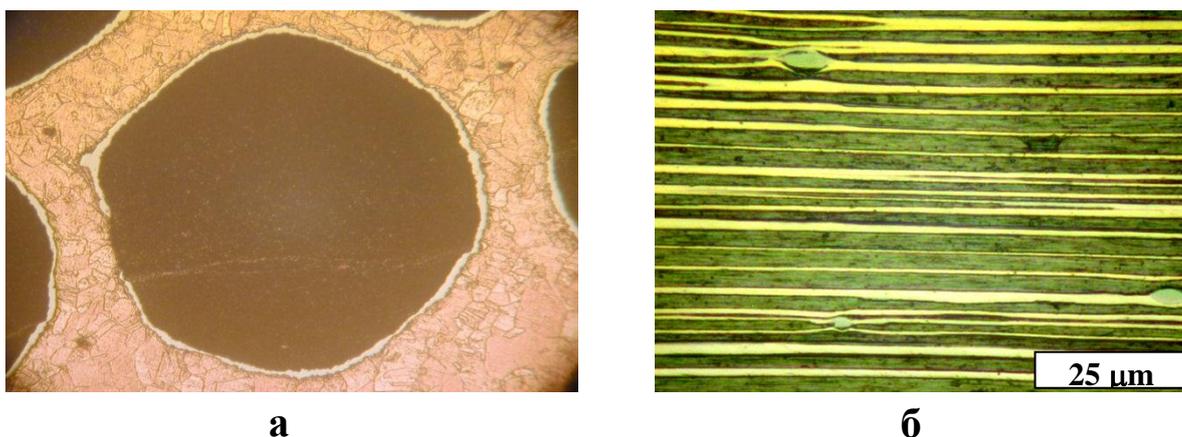


Рисунок 1.23 – Фрагменты дефектов, образующихся при изготовлении многоволоконных сверхпроводящих NbTi проводов: а – локальное разрушение и местные утонения ниобиевого барьера в композиционном прутке диаметром 45 мм; б – обрыв NbTi волокон в проводе диаметром 0,9 мм.

Однородность структуры в используемых полуфабрикатах не обеспечивается из-за ограничений в степени деформации. Это вызвано относительно небольшими размерами исходных слитков и достаточно большими размерами заготовок, в которых необходимо получить однородную мелкозеренную рекристаллизованную структуру.

Размер исходного зерна в слитках из сплава НТ-47, выплавляемых по схеме вакуумная дуговая плавка - вакуумная дуговая гарнисажная плавка (ВДП-ВДГП), составляет ~ 3-5 мм, а в слитках из ниобия электронно-лучевой плавки нередко составляет более 10 мм в поперечном сечении и более чем 60-80 мм в продольном.

Существенное измельчение зерна в материале достигается после больших пластических деформаций, которые невозможно обеспечить традиционными методами деформирования без значительного изменения формы материала.

С позиций задач структурообразования влияние процесса деформации является наиболее эффективным, если его механика обеспечивает: однородность напряженного и деформированного состояний по всему объему изделия; возможность регулирования и достижения требуемых величин интенсивности накопленных деформаций, скоростей деформаций и показателя напряженного состояния (гидростатического давления) в процессе обработки; достижение заданного механического состояния в процессе обработки вне зависимости от геометрического фактора деформации; возможность управления пространственным развитием деформации и процессами текстурообразования.

Помимо этого, процесс деформации должен удовлетворять технологическим требованиям, обеспечивающим его экономическую эффективность и отвечающим современному уровню развития техники.

На основе теоретических и экспериментальных исследований показано, что этим требованиям удовлетворяют так называемые методы интенсивной пластической деформации (ИПД), в основе которых лежит механика простого сдвига.

По сути, ИПД металлов и сплавов, как процесс обработки металлов давлением, известен сравнительно давно. Однако на практике широкое применение получили лишь два метода, использующие такую деформацию: прокатка фольги и волочение тонкой проволоки. Из-за малых сечений эти полуфабрикаты малопригодны для последующих формообразующих операций. Поэтому были разработаны специальные методы обработки заготовок достаточно больших сечений, реализующих ИПД без значительных изменений их исходной формы и размеров такие как: всесторонняя изотермическая ковка (ВИК), равноканальное угловое прессование (РКУП), каждый из которых имеет свои преимущества и недостатки.

Неоспоримым преимуществом ВИК является простота механизации и отсутствие необходимости использования специального дорогостоящего инструмента. Однако есть один непреодолимый недостаток – ограничение степени однократной деформации из-за потери устойчивости заготовки при осадке. Кроме того, осадке присуща зональная неоднородность деформации заготовки, приводящая к неоднородности ее деформационной структуры. Устранение последней требует большого числа циклов и этапов обработки.

К явным преимуществам РКУП относится его простота, низкие удельные давления на инструмент и самое основное – возможность достижения более интенсивных, строго регламентированных и однородных деформаций без существенного изменения формы материала. При обработке этим методом реализуется деформация заготовки простым сдвигом [42], когда заготовка проходит через зону сопряжения каналов равного сечения, выполненных в специальной оснастке под углом 2φ друг к другу, причем положение заготовки после каждого цикла (хода) прессования может изменяться путем ее вращения вокруг продольной оси. Такая форма инструмента позволяет многократно деформировать заготовку и достигать сверхвысоких значений деформации ($e \geq 8$), что является необходимым условием при формировании ультрамелкозеренной (УМЗ) структуры материала заготовки. Один цикл прессования, при условии

отсутствия трения о стенки инструмента, придает материалу деформацию, равную:

$$e = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \operatorname{ctg} \varphi . \quad (1.12)$$

При $2\varphi = 90^\circ$ ее значение составляет $\sim 1,15-1,16$. Такая однократная деформация заготовки эквивалентна ее прямому прессованию с коэффициентом вытяжки 3 или деформации осадкой со степенью $\sim 70\%$. При многократном же повторении деформации заготовки, ее степень суммируется, а структурные изменения обрабатываемого материала накапливаются.

Основным же недостатком является сложность конструкции инструмента, большое количество деталей, причем подвижных в процессе прессования. Такое решение требует значительных трудозатрат на изготовление устройства, подгонку его деталей и узлов по сопрягающимся плоскостям, а также на их частую замену из-за износа в процессе эксплуатации.

Следует отметить, что вполне успешные попытки применения метода РКУП для совершенствования технологии сверхпроводников изложены в работах [43, 44], где он применен с целью измельчения структуры и повышения пластичности барьера из Ta в проводе на основе сверхпроводящего соединения Nb_3Sn и листа из Nb для сверхпроводящих резонаторов.

Попытка использования метода РКУП описана в работе [45], в которой предполагалось применить до 8 ходов РКУП для деформации заготовок из сплавов Nb-Ti-Ta с целью подавления выделения вредных неравновесных видманштеттовой α -фазы и ω -фазы. Однако авторам удалось реализовать только 2 хода, дальнейшая деформация оказалась невозможной из-за сильного упрочнения материалов.

Следовательно, для улучшения качества отечественных сверхпроводящих NbTi проводов необходимо рассмотреть возможность усовершенствования технологий изготовления и альтернативные методы получения NbTi

прутков-сердечников и диффузионных барьеров из Nb с более равномерной и равноосной рекристаллизованной мелкозеренной микроструктурой. При этом необходимо добиться увеличения прочностных характеристик полуфабрикатов из ниобия – приблизить к характеристикам NbTi сплава и обеспечить их высокую однородность для устранения локальных разрушений барьера.

В частности целесообразно провести исследования, направленные на интенсификацию деформации используя возможности имеющегося оборудования для получения полуфабрикатов из сплава НТ-47 за счет введения операции осадки слитка в штатную технологическую схему, увеличения размеров слитков и исходных заготовок. Последнее приведет еще и к увеличению производительности процесса изготовления и снижению стоимости.

Улучшение качества диффузионного барьера может быть достигнуто за счет использования нового типа барьера – многослойного из тонколистового ниобия. Другим положительным фактором такого типа барьера является широкий сортамент его толщины, кратный толщине листа ниобия.

Помимо этого, большой интерес с практической точки зрения приобретает возможность обработки отечественного сплава НТ-47 с применением интенсивной пластической деформации – деформации простым сдвигом.

1.7. Первоначальные требования к NbTi проводу для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР и методология его разработки

В основу создания сверхпроводящих магнитных систем синхротронов SIS 300 и SIS 100 ускорительного комплекса ФАИР положены два направления, базирующиеся соответственно на применении магнитов типа «cos θ » и «нуклотрон» с токонесущими элементами на основе NbTi сверхпроводников.

Магниты типа «cos θ » были применены в сверхпроводящих системах «Тэватрон», HERA, RHIC, УНК и LHC, а на основе импульсных магнитов типа «нуклотрон» был создан первый российский сверхпроводящий ускоритель – Нуклотрон.

Основные рабочие характеристики дипольных магнитов предназначенных для поворота пучка заряженных частиц, выше указанных ускорителей и параметры сверхпроводящих проводов, используемых при их изготовлении, приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 Основные рабочие характеристики сверхпроводящих дипольных магнитов и параметры сверхпроводящих NbTi проводов их токонесущих элементов

Параметр	Tevatron	RHIC	HERA	LHC	УНК	Нуклотрон
Тип магнита	«cos θ »					«нуклотрон»
Максимальное поле, В ₀ , Тл	4,4	3,46	4,68	8,36	5,11	1,98
Максимальный ток, кА	4,4	5,09	5,03	11,5	5,07	6,0
Поле инъекции, Тл	0,66	0,4	0,23	0,58	0,69	
Скорость изменения поля, Тл/с	0,01	0,04	0,004	0,008	0,11	1
Рабочая температура, К	4,6	4,6	4,5	1,9	4,6	
Критическая температура, К	5,1	5,95	5,5		5,3	
Температурный запас, К	0,5	1,35	1,0		0,7	
Диаметр провода, мм	0,68	0,648	0,80		0,85	0,5
Отношение Cu/non Cu	1,75	2,25	1,8		1,38	
Число NbTi волокон	2100	3510	1230		8910	1045
Тип сборки NbTi провода	Однократная				Двукратная	
Диаметр волокон, мкм	8-9	6	14-16	6	6	10
Шаг скрутки волокон, мм		13				5
J _c (5 Тл, 4,2 К), кА/мм ²	2,0	2,6	2,5	2,3	2,3	
I _c (5 Тл, 4,2 К), А	244	264	490	550	550	
Тип кабеля	Резерфорд					Трубный
Число проводов в кабеле	23	30	24	19	19	31
Шаг транспонирования проводов в кабеле, мм	66	73	95			47

Нестандартность сверхпроводящих магнитов типа «cos θ » для SIS 300 и типа «нуклотрон» для SIS 100 заключается в том, что они должны работать в режиме изменения магнитного поля соответственно со скоростью 4 Тл/с до амплитуды 2 Тл и со скоростью 1 Тл/с до амплитуды 6 Тл, т.е. быть быстроциклирующими.

Увеличение в разы скорости изменения магнитного поля для магнитов синхротрона SIS 100 по сравнению с магнитами для Нуклотрона и увеличение на порядок для магнитов синхротрона SIS 300 по сравнению с магнитами для RHIC и УНК приводит к существенному возрастанию тепловых потерь, как в обмотке магнитов, так и в магнитопроводе. Это вызывает значительный нагрев

сверхпроводящей обмотки, что приводит к снижению температурного запаса магнитов, а также существенному увеличению нагрузки на криогенную систему и, как следствие, повышению эксплуатационных расходов при работе ускорителя [46].

Вначале прототипы магнитов для ускорительного комплекса ФАИР пробовали создать на основе существующих дипольных магнитов Нуклотрона и RHIC - УНК, которые наиболее близко соответствуют требованиям для магнитов SIS 100 и SIS 300 соответственно, что позволяло использовать существующие технологии, сверхпроводящие провода, материалы и инструменты, чтобы сэкономить время и деньги.

Исходной конструкцией для создания модельного дипольного магнита GSI 001 (SIS RHIC) была выбрана конструкция дипольного магнита RHIC.

В качестве проводника в этом магните использовали кабель резерфордовского типа из сердечника нержавеющей стали и 24-х неизолированных проводов для RHIC диаметром 0,648 мм, с NbTi волокнами диаметром 6 мкм расположенными в медной матрице, отношением Cu/не Cu порядка 2,25 и с уменьшенным шагом скрутки до 4 мм.

На основе такого проводника был изготовлен модельный магнит SIS RHIC, в котором, изменение магнитного поля приводит к генерации больших потерь, основной составляющей которых являются потери, вызываемые намагниченностью обмотки [47].

Снижение потерь в сверхпроводящей обмотке магнитов при работе в изменяющемся магнитном поле является основной задачей, которую необходимо решить при создании сверхпроводящих быстроциклирующих магнитов.

В связи с этим в GSI совместно с ОИЯИ (Дубна, Россия) и ИФВЭ (Протвино, Россия) была разработана программа, главной целью которой является уменьшение энергетических потерь, вызываемых намагниченностью обмотки, в частности, за счет снижения диаметра волокна в NbTi сверхпроводящих проводах [47].

GSI сформулировал первоначальные требования к сверхпроводящему проводу для дипольных быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300 ускорителя ФАИР (см. таблицу 1.2). По сравнению с проводом, использованным при создании модельного дипольного магнита SIS RHIC, в представленных требованиях было предложено уменьшить диаметр волокна с 6 мкм до $\leq 3,5$ мкм, а также отношение Cu/non Cu с 2,25 до 1,8, чтобы обеспечить больший температурный запас в проводнике за счет увеличения запаса по току.

При этом по предварительным оценкам консультанта проекта М. Вильсона провод такого класса можно изготовить в матрице из чистой меди, использование которой обусловлено сохранением максимально возможной стабильности и обеспечением относительного остаточного сопротивления $RRR > 100$ в проводе, поскольку за счет уменьшения отношения Cu/non Cu до 1,8 доля медной составляющей уменьшилась.

Таблица 1.2 Предварительные требования к проводу для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР в медной матрице

№, п/п	Параметр провода	Значение
1	Диаметр провода, мм	0,5-0,65
2	Отношение Cu/non Cu	1,8
3	Диаметр волокна, мкм	3,5 → 2,5
4	Шаг скрутки, мм	4 → 2
5	Критическая плотность тока в поле 5 Тл при температуре 4,2 К, А/мм ²	→ 3000
6	Энергетические потери	min
7	Стоимость провода	min
8	Материал матрицы	Cu с высоким RRR

Неопределенность в преобладании гистерезисных или кооперативных потерь в проводе, отвечающим данным требованиям, вносит неоднозначность в подходах к его изготовлению. Одни специалисты связывают, максимальный вклад в энергетические потери с потерями на гистерезис и поэтому следует рассмотреть дальнейшую возможность уменьшения диаметра волокна до 2,5 мкм. Другие считают, что достаточно иметь диаметр волокна около 6 мкм и

обеспечить, как можно меньший шаг скрутки < 4 мм для минимизации кооперативных потерь.

Для изготовления провода в количестве 400 кг отвечающего первоначальным требованиям GSI была выбрана компания European Advanced Superconductors (EAS, бывшая Vacuumschmelze), которая обязалась выпустить провод диаметром 0,648 мм с требуемыми свойствами в матрице из меди с диаметром волокна $\sim 3,5$ мкм по методу двукратной сборки. От ожидаемого уровня снижения гистерезисных потерь за счет уменьшения диаметра волокна с 6 мкм до 3,5 мкм было достигнуто около 50 %, что не удовлетворило ожиданий разработчиков магнитов, и работы по разработке провода для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР, к которым в том числе был привлечен АО «ВНИИНМ» были продолжены.

Учитывая неопределенности в предварительных требованиях к проводу нового класса и то, будут ли достигнуты при его использовании ожидаемые характеристики прототипа дипольного магнита, а также необходимость оценки возможности изготовления провода, соответствующего заданным требованиям в комплексе, и решения ряда вопросов по производству отечественных полуфабрикатов для NbTi сверхпроводников, в диссертационной работе предполагалось последовательно осуществить следующие действия:

1. Исходя из того, что уровень качества используемых и пригодных полуфабрикатов для изготовления NbTi проводов с диаметром волокна ~ 7 мкм и шагом скрутки 15 мм может быть не достаточным для обеспечения требуемых свойств в NbTi проводах с диаметром волокна $\sim 3,5$ мкм и шагом скрутки $\leq 10 D_{\text{провода}}$ в первую очередь предстояло провести исследования по интенсификации процессов деформации, направленные на получение однородной и мелкозеренной структуры в прутках из сплава НТ-47 и в полуфабрикатах из ниобия, применяемых в качестве диффузионного барьера, и на увеличение и обеспечение высокой однородности прочностных характеристик диффузионного барьера из ниобия при сохранении высокого уровня пластичности.

2. Провести оценку возможности изготовления NbTi проводов с диаметром волокна ~ 3,5 мкм и высокой плотностью критического тока $\rightarrow 3000 \text{ A/мм}^2$ в поле 5 Тл при $T=4,2 \text{ K}$ в медной матрице, а также выполнить исследования по влиянию межволоконного расстояния, диаметра волокна и шага скрутки на намагниченность и общие энергетические потери для определения преобладающего вида потерь (гистерезисных или кооперативных) в условиях работы быстроциклирующих магнитов ускорительного комплекса ФАИР.

3. На основании результатов исследований образцов NbTi проводов в медной матрице сделать заключение о возможности изготовления провода применительно к условиям работы ускорителя ФАИР в соответствии с первоначальными требованиями, или определить требования, которые могут быть достигнуты в проводе такого класса, а также решения и подходы, которые позволят обеспечить выполнение этих требований.

4. Разработать конструкции проводов для реализации в промышленных условиях и определить соответствие изготовленного модельного провода заданным техническим требованиям.

5. По согласованию с разработчиками магнитов принять решение о реализации конструкции NbTi провода нового класса в промышленных условиях.

В случае каких-либо отклонений провести оптимизацию конструкции модельного провода или выполнить дополнительные последовательные действия, направленные на изготовление провода, соответствующего условиям работы магнитов ускорительного комплекса ФАИР, включающие разработку технологической схемы, режимов изготовления в промышленных условиях опытной партии (й) провода нового класса.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Материалы и их получение

Объектом исследования настоящей работы являются:

- заготовки сплава НТ-47, обработанные методом РКУП;
- прутки сплава НТ-47, полученные по разным деформационным схемам с использованием: осадки конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм,ковки и прессования цилиндрических слитков размером $\text{Ø}320 \times 850-900$ мм;
- диффузионные барьеры из ниобия;
- материал межволоконной матрицы;
- модельные образцы NbTi проводов в медной матрице;
- модельный NbTi провод в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице;
- NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице.

Процессы получения указанных объектов исследования представлены ниже.

2.1.1. Заготовки и прутки-сердечники из сплава НТ-47

Все заготовки, полуфабрикаты и прутки-сердечники сверхпроводящего сплава НТ-47 изготовлены из слитков, химический состав которых соответствует требованиям, представленным в таблице 2.1.

Таблица 2.1 Химический состав слитков из сплава НТ-47
по требованиям ТУ 001. 405-2008-ЛУ

Элемент	O	N	C	H	Ti	Ta	Fe	Si	Cr	Al	Ni	Cu	P	Nb
Содержание, не более, мас. %	0,07	0,015	0,02	0,0035	46,0-48,5	0,2	0,03	0,01	0,015	0,012	0,010	0,01	по факту	остальное

2.1.1.1. Обработка заготовок из сплава НТ-47 методом РКУП

В качестве исходного материала для проведения исследований с применением интенсивной пластической деформации использовали прутки сплава НТ-47 диаметром 85 мм, полученный по штатной технологии (см. рисунок 1.19). Из этого прутка, вдоль его продольной оси, как показано на

рисунке 2.1, были изготовлены цилиндрические заготовки размером $\text{Ø}32 \times 60$ мм, которые подвергали РКУП.

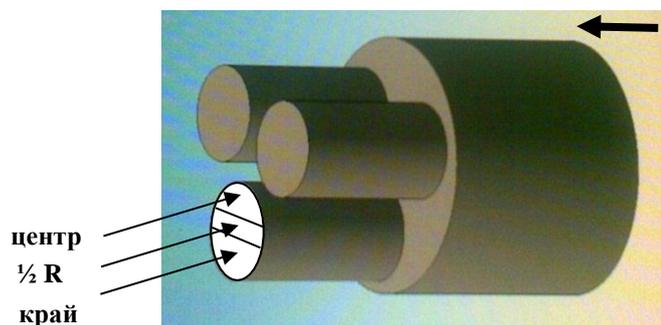


Рисунок 2.1 – Ориентация цилиндрических NbTi заготовок размером $\text{Ø}32 \times 60$ мм, изготовленных из прутка $\text{Ø}85$ мм, для проведения РКУП. Стрелкой в правом верхнем углу показано направление выдавливания прутка.

РКУП проводили при комнатной температуре на прессе усилием 200 т.с. с использованием специально изготовленного инструмента с углом матрицы 90° , при скорости прессования 2 мм в секунду. Общий вид инструмента с заготовкой представлен на рисунке 2.2.

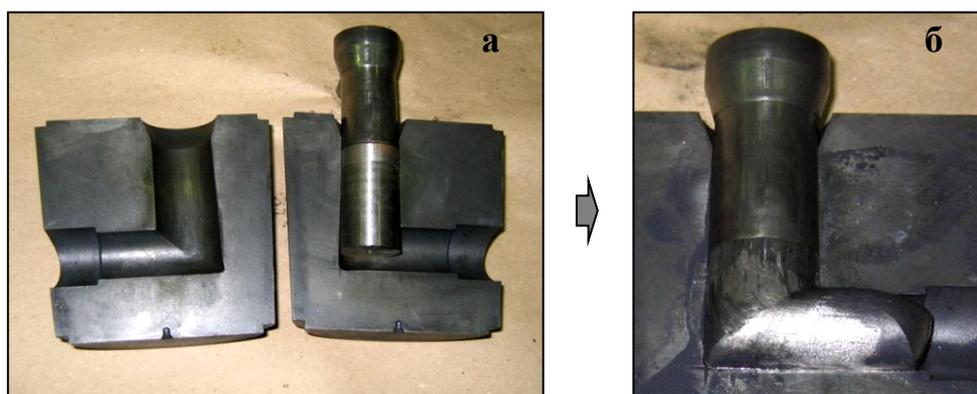


Рисунок 2.2 – Вид и положение заготовки в разъемной матрице для проведения РКУП:
а – перед проведением РКУП, б – в процессе проведения РКУП

После каждого прохода прессования заготовку поворачивали вокруг продольной оси на угол 90° . Отдельным заготовкам давали 1, 2, 4, 6 и 8 последовательных ходов прессования (N), соответствующих теоретическим (истинным) степеням деформации 1,15; 2,30; 4,60; 6,90 и 9,20.

Подвергнутые РКУП заготовки разрезали на образцы согласно рисунку 2.3 и проводили четыре серии отжига в вакууме при температурах 400, 500, 600 и 700 °С в течение 1 часа.

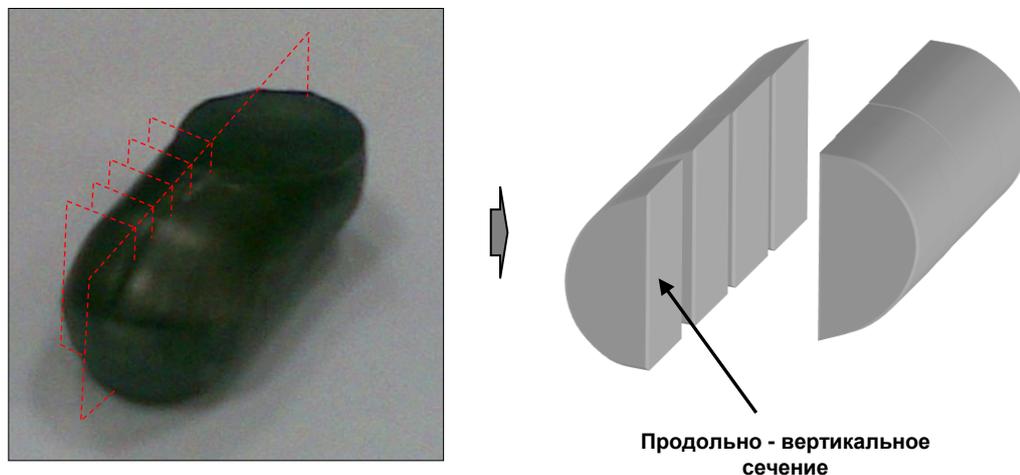


Рисунок 2.3 – Схема разрезки подвергнутых РКУП заготовок на образцы для проведения металлографических исследований: а – вид образца после РКУП, б – схематическое представление образцов для проведения исследований

Металлографические исследования и измерение микротвёрдости выполняли на микрошлифах, изготовленных в продольно-вертикальном сечении, как показано на рисунке 2.3.

2.1.1.2. Получение прутков с использованием осадки слитка

Для получения прутков сплава НТ-47 диаметром 89 мм в штатную технологию изготовления из конического слитка двойного переплава (ВДП-ВДГП) размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм (см. рисунок 1.19) была введена операция осадки слитка на сферическую шайбу в контейнере прессы диаметром 180 мм при температуре 850 °С, схематическое представление которой приведено на рисунке 2.4.

В отличие от штатной технологии гомогенизирующий отжиг слитка не проводили. Гомогенизирующему отжигу при температуре 1300 °С в течение 8 часов подвергали осаженную заготовку.

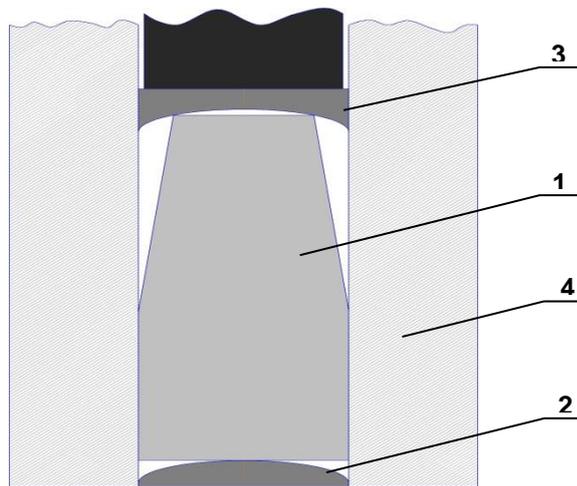


Рисунок 2.4 – Схема расположения конического (полуконического) слитка сплава НТ-47 (1), сферической шайбы (2) и прессшайбы с вогнутой сферической поверхностью (3) в контейнере пресса (4)

Гомогенизированную цилиндрическую заготовку диаметром 180 мм с вогнутой сферической поверхностью с одного торца нагревали до температуры 800 °С и выдавливали из контейнера диаметром 180 мм в матрицу диаметром 89 мм на гидравлическом прессе усилием 1600 т.с со скоростью выдавливания 15-20 мм/с. Для выравнивания скорости истечения центральных и периферийных слоев в процессе выдавливания заготовку выдавливали вогнутой сферической поверхностью вперед.

На стадиях осадки и последующего гомогенизирующего отжига проводили исследования структуры и микро-гомогенности.

Структурное состояние полученных прутков диаметром 89 мм изучали на образцах, вырезанных из края и $\frac{1}{2}$ радиуса темплетов прутков, после отжига при температурах 800 °С и 850 °С и закалки в воду.

2.1.1.3. Получение прутков с использованием ковки и прессования из слитков диаметром 320 мм

Изготовление прутков проводили из впервые полученных в промышленных условиях АО ЧМЗ цилиндрических слитков сплава НТ-47 диаметром 320 мм, выплавленных по схемам:

- вакуумно-дуговая плавка → вакуумно-дуговая гарнисажная плавка → вакуумно-дуговая плавка (ВДП-ВДГП-ВДП).

- вакуумно-дуговая гарнисажная плавка → вакуумно-дуговая плавка (ВДГП-ВДП),

Внешний вид слитка сплава НТ-47 увеличенного размера до и после обточки представлен на рисунке 2.5.

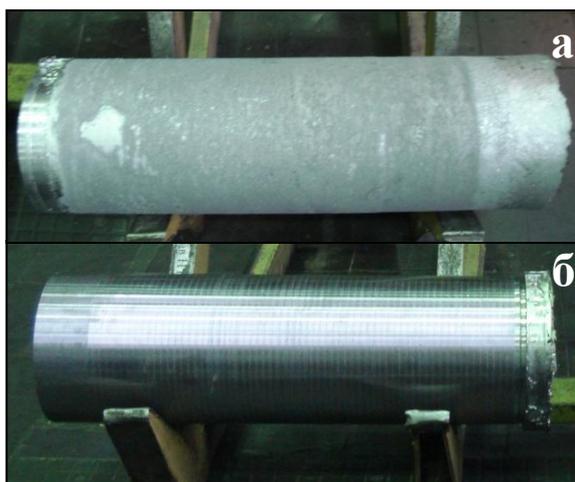


Рисунок 2.5 – Цилиндрический слиток сплава НТ-47: а – до обточки размером $\text{Ø}320 \times 1060$ мм, б – после обточки размером $\text{Ø}297 \times 1060$ мм.

Для изготовления прутков из цилиндрических слитков диаметром 320 мм были разработаны и в условиях АО ЧМЗ реализованы две технологические схемы с применением операции ковки слитка на ковочном комплексе OFL-12 MN и операции прессования слитка на прессе усилием 6000 т.с., включающие режимы гомогенизирующего отжига, ковки, прессования и заключительной термической обработки.

В процессе изготовления прутков, как с применением операции ковки, так и с применением операции прессования, обточенные слитки – заготовки подвергали высокотемпературному отжигу при температуре 1300 °С и времени выдержки 8 часов.

Исследование гомогенности заготовок проводили с использованием радиографического метода на темплетах, отобранных от нижней и верхней частей заготовок в литом и отожжённом состояниях.

После высокотемпературного отжига на заготовку ВДП-ВДГП-ВДП, перерабатываемую с применением операцииковки, наносили защитное покрытие, нагревали до температуры 1050 °С и сначала проковывали в квадрат со стороной 173 мм, а затем после подогрева – в квадрат со стороной 129 мм. Полученную квадратную заготовку разрезали на мерные части, которые вновь нагревали до температуры 1050 °С и ковали в пруток диаметром 108 мм. При этом температура окончанияковки составляла 900 °С.

На заготовки ВДГП-ВДП и ВДГП-ВДП-ВДП, перерабатываемые с применением операции прессования, после высокотемпературного отжига также наносили защитное покрытие. Затем заготовки выдавливали при температуре 800 °С на прессе усилием 6000 т.с. из контейнера диаметром 300 мм в пруток диаметром 89 мм.

После отрезки дефектных частей, кованные и прессованные прутки, разрезали на мерные части и отжигали при температуре 850 °С с последующей закалкой в воду. При разрезке от прутков отбирали темплеты от их передней и задней частей для проведения структурных исследований и исследования гомогенности с использованием радиографического метода. Передняя и задняя части прутков соответствовали низу и верху слитка.

Металлографические исследования проводили в продольном сечении образцов, вырезанных из центра, середины радиуса и края темплетов.

2.1.2. Диффузионные барьеры из ниобия

Исходным материалом для изготовления диффузионных барьеров служили цилиндрические слитки ниобия тройного вакуумного электронно-лучевого переплава диаметром 150 мм и 250 мм марки Nb-1 с твердостью не более 60 НВ. Химический состав всех слитков соответствует требованиям ТУ 001. 395-2006-ЛУ, представленным в таблице 2.2.

Таблица 2.2 Химический состав слитков из ниобия по требованиям ТУ 001. 395-2006-ЛУ

Элемент	O	N	C	H	Ta	Ti	Fe	Si	Mo+W	P
Содержание, не более, мас. %	0,01	0,01	0,01	0,001	0,1	0,005	0,005	0,005	0,010	0,004

Диффузионные барьеры из ниобия в виде обечайки и трубы получали по штатным технологическим схемам, представленным в литературном обзоре (см. рисунок 1.20).

Для получения многослойного диффузионного барьера была разработана технологическая схема, согласно которой изготовлены листы из ниобия размером 240×1500 мм и толщиной 0,26 мм. Технологическая схема изготовления листов ниобия включает выдавливание очехлованного слитка в щелевую матрицу, листовую перекрестную прокатку сутунки с промежуточными отжигами и заключительный отжиг.

Исследование качества изготовленных листов выполняли после отжига в вакууме в интервале температур 900-1150 °С.

2.1.3. Материал межволоконной матрицы

Материал межволоконной матрицы определяется конструкцией NbTi провода и формируется из материала чехла триметаллической заготовки.

В качестве полуфабрикатов для изготовления чехла триметаллической заготовки использовали высокочистую бескислородную медь марки M006 и C10100 в соответствии с ГОСТ 859 и ASTM B170 соответственно, сплав МН 95-5 в соответствии с ГОСТ 492-2006 и сплав Cu-0,5 Mn с содержанием марганца 0,48-0,6 мас. %.

Высокочистая бескислородная медь имела относительное остаточное сопротивление (RRR) ≥ 200 .

Химический состав и механические свойства резистивного сплава МН 95-5 представлены в таблицах 2.3 и 2.4 соответственно.

Таблица 2.3 Химический состав сплава МН 95-5, мас. % (ГОСТ 492 - 2006)

Ni+Co	Fe	C	S	P	Cu	As	Pb	O	Sb	Bi	Примесей
4,4-5	не более				94,5-95,6	не более					всего 0,5
	0,2	0,03	0,01	0,02		0,01	0,01	0,1	0,005	0,002	

Примечание: **Cu** – основа, процентное содержание меди дано приблизительно

Таблица 2.4 Механические свойства при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ сплава МН 95-5

Сортамент	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{\text{т}}$, МПа	δ , %	ψ , %
Сплав мягкий	245 - 294	196	30 - 50	70
Сплав твердый	441 - 490	343 - 392	2 - 6	-

Слитки резистивного сплава Cu-0,5 Mn размером $\text{Ø}180 \times 385$ мм были выплавлены индукционно-вакуумной плавкой в опытном цехе АО «ВНИИНМ». Общий вид слитков представлен на рисунке 2.6. Данный сплав промышленностью не выпускается, поэтому один из выплавленных слитков был подвергнут углубленным исследованиям.



Рисунок 2.6 – Вид слитков резистивного сплава Cu-0,5 Mn

Для определения химическим методом содержания Mn в сплаве отбирали пробы в виде стружки от верхнего и нижнего торцов слитка.

Плотность сплава измеряли гидростатическим методом на темплетях, отобранных от верхней и нижней частей слитка.

Оценку качества слитка проводили, путем исследования макронеоднородности в продольном сечении на макрошлифах – темплетях, отобранных из центральной части верха и низа слитка, а также микронеоднородности в продольном сечении на образцах размером 10×10×10 мм, отобранных перед приготовлением макрошлифов из областей темплетов, соответствующих периферийной и центральной областям слитка.

Механические свойства сплава Cu-0,5 Mn изучали на плоских образцах, которые вырубали на специальном штампе из пластины толщиной 0,5 мм, прокатанной вхолдную с суммарной деформацией ~ 90 % из темплета, отобранного из нижней части слитка в продольном сечении.

Перед испытаниями образцы отжигали при температурах 350 °С, 400 °С, 450 °С и 500 °С в течение 1 часа в вакууме. Вместе с образцами для испытания на разрыв отжигу подвергали образцы-свидетели, на которых проводили металлографические исследования структуры.

Образцы на разрыв, отоженные при температуре 500 °С, испытывали при комнатной температуре и при температурах в диапазоне от 500 °С до 700 °С. Остальные образцы испытывали только при комнатной температуре.

Относительное остаточное сопротивление сплава определяли по результатам измерения удельного сопротивления при комнатной температуре и при температуре 4,2 К на проволочных образцах диаметром 0,5 мм, которые изготавливали из того же темплета, что и образцы для исследования механических свойств. В процессе прокатки темплета от листа толщиной 5 мм в продольном направлении вдоль его края вырезали образец прямоугольного сечения размером 5×5×300 мм, которому обточкой по образующей придавали цилиндрическую форму. Полученный пруток волочили до диаметра 0,5 мм с деформацией за проход 15-20 %. Часть изготовленной проволоки отжигали при температуре 500 °С в течение 1 часа.

2.1.4. Модельные образцы NbTi проводов в медной матрице

Изготовление модельных образцов NbTi проводов в медной матрице проводили из прессованного композиционного прутка диаметром 45 мм (рисунок 2.7), предназначенного для получения сверхпроводящего провода под катушку-вставку по программе ИТЭР [50].

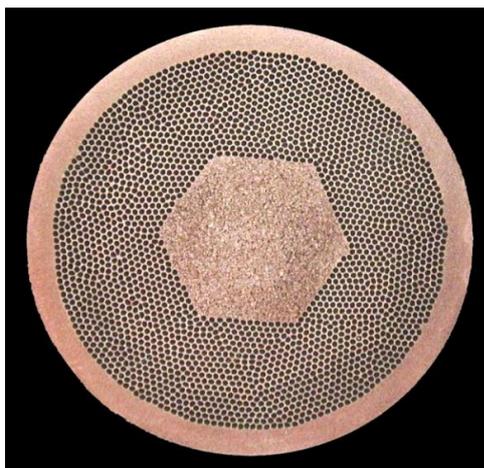


Рисунок 2.7 – Поперечное сечение 2346 - волоконного прутка диаметром 45 мм

В качестве образца № 1 был использован 2346 волоконный провод диаметром 0,73 мм с диаметром волокна 9,8 мкм и шагом скрутки 6,5 мм, соответствующий параметрам провода для катушки-вставки.

Образец № 2 – провод диаметром 0,5 мм с диаметром волокна 6,7 мкм и разным шагом скрутки 4; 3,6 и 2,2 мм был получен из образца № 1, за счет увеличения заключительной вытяжки. Провод диаметром 0,73 мм волочили до диаметра 0,53 мм, разрезали на мерные части, которые твистировали методом однократной скрутки с разным шагом и калибровали на диаметр 0,5 мм.

Образец № 3 – провод диаметром 0,5 мм с диаметром волокна 5,2 мкм и шагом скрутки 4 мм был получен из выдавленного 2346 волоконного прутка диаметром 45 мм с дополнительным содержанием медной составляющей. Для этого композиционный прутки диаметром 45 мм (рисунок 2.7) волочили до диаметра 30,5 мм и вставляли в медную трубу. Затем полученную заготовку волочили до диаметра 0,53 мм, твистировали и калибровали на диаметр 0,5 мм.

Для достижения требуемой токонесущей способности $\rightarrow 3000 \text{ A/мм}^2$ (в поле 5Т, при $T = 4,2 \text{ K}$) провода волочили с разовой степенью деформации за проход 15-18 % с пятью ПО при температуре $380 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 24 часов и заключительной вытяжкой после последней термообработки ($\mu = 15$; $\ln\mu = 2,7$).

После деформации образцы проводов на готовом размере подвергали заключительному отжигу в вакууме при температуре $250 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 часа.

2.1.5. Модельный NbTi провод диаметром 0,65 мм однократной сборки в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице

Модельный NbTi провод изготовлен из относительно небольшой заготовки сотового типа диаметром 130 мм методом однократной сборки с использованием следующих основных элементов:

- прутки-сердечники из сплава НТ-47, изготовленные по штатной технологической схеме (см. рисунок 1.19);

- диффузионные барьеры из ниобия в виде обечайки толщиной 1,5 мм, изготовленные по штатной технологической схеме (см. рисунок 1.20 а);

- трубный чехол из резистивного сплава МН 95-5 для составных триметаллических одноволоконных заготовок;

- шестигранные прутки для формирования центрального наборного сердечника, шестигранные трубки и втулка чехла составной многоволоконной заготовки из бескислородной меди марки С10100 с RRR более 250.

- медные крышки для одноволоконной и многоволоконных заготовок из меди марки М1.

Поперечное сечение 10644 волоконного модельного композита после операции выдавливания составной заготовки с обжатием в контейнере прессы представлено на рисунке 2.8.

Полученный композит после удаления загрязнённой поверхности волочили с разовой деформацией за проход 15-18 % и ПО до диаметра $\sim 0,8 \text{ мм}$,

твистировали методом однократной скрутки, калибровали на конечный диаметр 0,65 мм и отжигали в вакууме при температуре 250 °С в течение 1 часа.



Рисунок 2.8 – Поперечное сечение модельного NbTi композита диаметром 45 мм.

ПО проводили по трем разработанным режимам, включающим 4-ре, 5-ть и 6-ть отжигов при температуре 375 °С в течение 24 часов в вакууме. Заключительная вытяжка для режима с 4-мя отжигами составила 128, с 5-ю - 128 и 59, а с 6-ю - 59.

Образцы провода отожженного по режимам с 5-ю и 6-ю отжигами твистировали с шагом скрутки 8 мм, 5,6 мм и 3,5 мм.

2.1.6. NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице

Экспериментальные NbTi провода получали в опытном цехе АО «ВНИИНМ» методом двукратной сборки из составных заготовок диаметром 95-100 мм по двум вариантам в соответствии со схемой, приведенной на рисунке 2.9.

Вариант 1 представляет собой классическую двукратную сборку, когда в первой и второй многоволоконных заготовках располагается умеренное число прутков (до 500 шт.). В Варианте 2 число прутков в первой многоволоконной заготовке на порядок больше, а во второй – на порядок меньше, чем в Варианте 1.

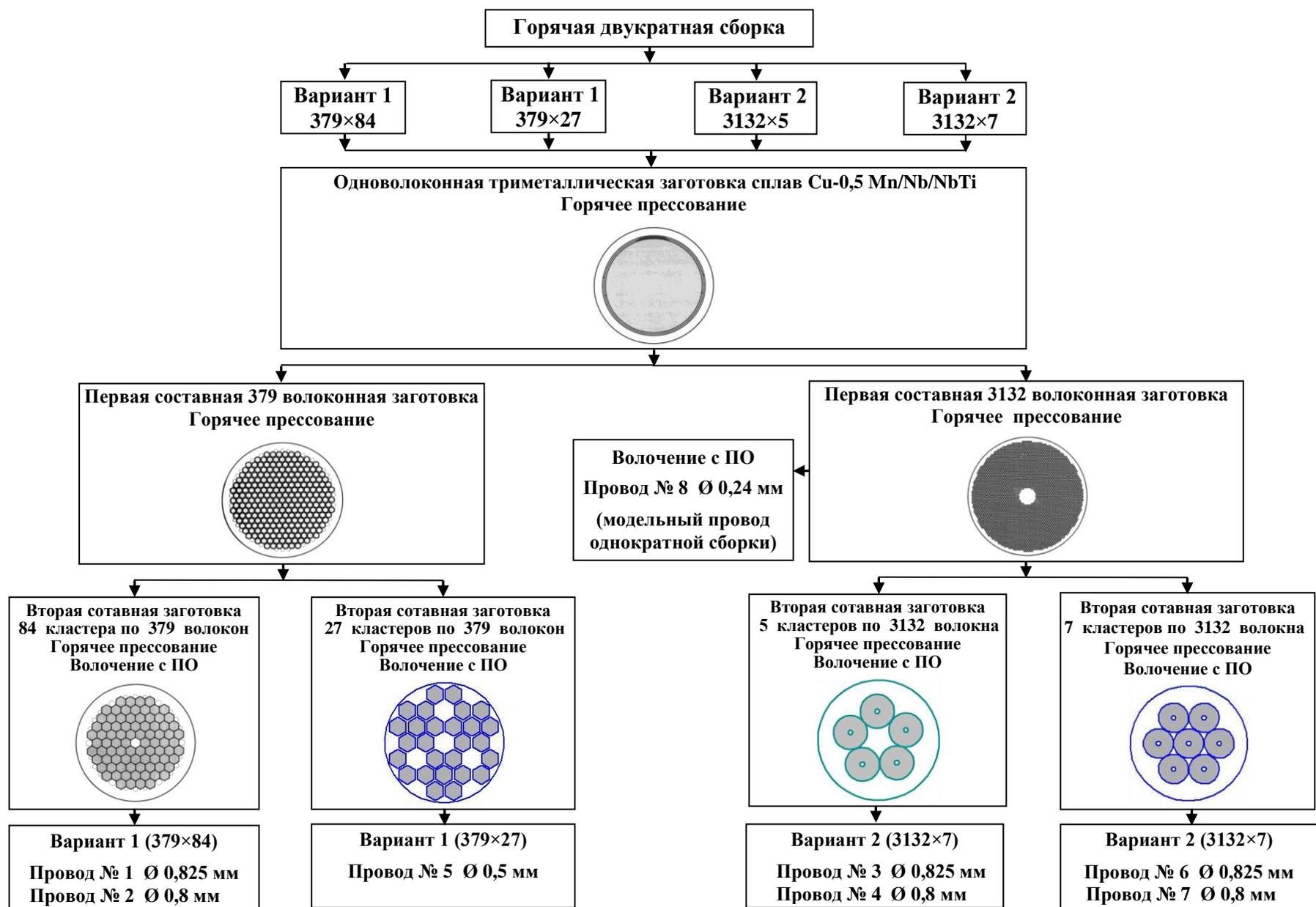


Рисунок 2.9 – Схематичное представление получения экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в Cu/Cu-Mn матрице

По варианту 1 изготавливали экспериментальные провода №1, №2 и №5 диаметрами 0,825 мм; 0,8 мм и 0,5 мм соответственно, а по Варианту 2 – экспериментальные провода №3, №4, №6 и №7 диаметрами 0,825 мм; 0,8 мм; 0,825 мм и 0,8 мм соответственно.

При изготовлении проводов по Варианту 1 и Варианту 2 использовали:

- прутки-сердечники из сплава НТ-47, изготовленные по разработанной технологической схеме, включающей операцию осадки конического слитка ВДП-ВДГП размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм (см. раздел 3.2);

- диффузионные барьеры из ниобия в виде обечайки толщиной 1 мм, изготовленные по штатной технологической схеме № 1 (см. рисунок 1.20 а);

- трубный чехол для составных триметаллических одноволоконных заготовок из резистивного сплава Cu-0,5 Mn.

- трубный чехол для первой и второй составных заготовок, медные прутки заполнители, из бескислородной меди марки С10100 с RRR более 250.

- крышки из меди марки М1 для одноволоконной и многоволоконных заготовок.

Поперечные сечения композиционных прутков после выдавливания с обжатием в контейнере прессы первых многоволоконных заготовок для двух вариантов проводов представлены на рисунке 2.10.

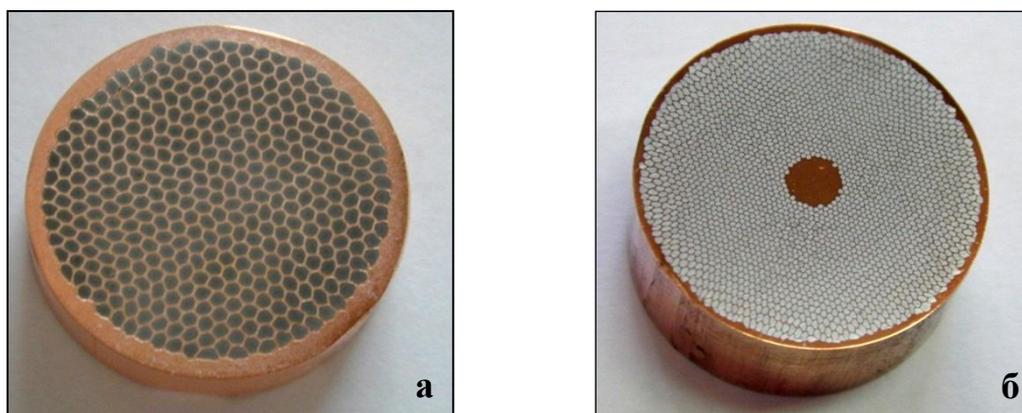


Рисунок 2.10 – Поперечные сечения композиционных прутков, полученных из первых многоволоконных заготовок: а – 379 волоконный пруток для изготовления экспериментальных проводов № 1, № 2 и № 5 по Варианту 1; б – 3132 волоконный пруток для изготовления экспериментальных проводов № 3, № 4, № 6 и № 7 по Варианту 2

Для сравнения токовых характеристик и оценки качества получаемого композита из части 3132 волоконного прутка (рисунок 2.10 б) изготовили модельный провод № 8 диаметром 0,24 мм с диаметром волокна ~ 3,5 мкм и с разными шагами скрутки. Провод был изготовлен по режиму с 5-ю ПО в вакууме при температуре 375 °С общей длительностью 120 часов. Коэффициент заполнения по сверхпроводнику в модельном проводе составил 64,85.

Поперечные сечения многоволоконных композиционных прутков, изготовленных из вторых многоволоконных заготовок, представлены на рисунке 2.11.



Рисунок 2.11 – Поперечные сечения многоволоконных композиционных прутков двукратной сборки на этапе волочения: а – 31836 волоконный пруток для изготовления проводов № 1 и № 2; б – 15660 волоконный пруток для изготовления проводов № 3 и № 4; в – 21924 волоконный пруток для изготовления проводов № 6 и № 7.

Из многоволоконных прутков, волочением с 4-мя и 5-ю ПО в вакууме при температуре 375 °С общей длительностью соответственно 96 и 120 часов, однократным твистированием и калибровкой на конечный размер были изготовлены экспериментальные провода, которые отжигали при температуре 250 °С в течение 1 часа.

На основе проведенных исследований экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице были разработаны провода для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 300 и SIS 100 ускорительного комплекса ФАИР:

- NbTi провод диаметром 0,825 мм конструкции 439×78 Вариант 1 для синхротрона SIS 300;

- NbTi провод диаметром 0,8 мм конструкции 379×114 Вариант 1 для синхротрона SIS 100;

- NbTi провод диаметром 0,8 мм конструкции 1735×17 Вариант 2 для синхротрона SIS 100.

2.2. Методики исследования

Для изучения структуры, гомогенности, электрофизических и механических характеристик образцов использовали методы металлографического, микрорентгеноспектрального и радиографического анализа, а также методы измерения электрофизических свойств, твердости и механических характеристик при растяжении.

2.2.1. Металлографический анализ

Приготовление макрошлифов и микрошлифов для металлографического анализа осуществляли на автоматизированном шлифовальном станке Лесо по стандартной методике путем шлифовки с использованием набора абразивных бумаг (M100 – крупная, M320 – основная, M800 – комплектующая, M1000 – мелкая) и последующей полировки сначала на алмазных пастах, которые наносили на плотную бумагу, а затем на влажном сукне с водной суспензией окиси хрома.

Травление макрошлифов и шлифов проводили в следующих реактивах: 1ч HNO_3 +1ч HF +0,5ч H_2O (травитель на сплав NbTi и Nb барьер); 3г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ +10мл H_2SO_4 +87 мл H_2O (травитель на Cu, сплавы CuNi и CuMn) с последующей быстрой промывкой в проточной воде.

Металлографические исследования образцов сплава НТ-47, ниобия, сплава Cu-0,5Mn и NbTi проводов на разных стадиях изготовления выполняли на оптическом микроскопе Axio Observer A1m и стереомикроскопе SteREO Discovery V8 производства фирмы Carl Zeiss с фиксацией микроструктуры

с помощью цифровой камеры AxioCam ERc 5s при увеличениях 6,3-1500 крат. Полученные цифровые фотографии обрабатывали на компьютере с использованием лицензионной программы Axio Vision, разработка фирмы Carl Zeiss. Размер зерна определяли по ГОСТ 21073.3-75 «Металлы цветные. Определение величины зерна методом подсчёта пересечений зёрен».

Кроме того, образцы готового модельного провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и выделенные из них волокна исследовали на сканирующем электронном микроскопе «Hitachi 300» с возможностью контактного микрорентгеноспектрального анализа.

2.2.2. Исследование гомогенности

Макро-гомогенность сплава НТ-47 изучали с помощью метода радиографии просвечиванием всего сечения темплетов, отрезанных от слитков и прутков. В настоящей работе были исследованы темплеты диаметром до 300 мм. Микро-гомогенность сплава НТ-47 в слитках однократного ВДГП, двукратного ВДГП, двукратного ВДГП-ВДП и трехкратного ВДГП-ВДП-ВДП была изучена ранее в работе [24] методом микрорентгеноспектрального анализа, позволяющего определять содержание титана и ниобия в локальных областях образцов сечением 15×15 мм.

Для получения адекватных результатов при радиографическом исследовании необходимо было оценить оптимальную толщину темплета.

Расчеты линейного коэффициента ослабления рентгеновского излучения в ниобий-титановом сплаве показывают, что, если толщина образца составляет 3 мм, то при прохождении участков с содержанием титана, отличающимся на 3 мас. %, ослабление рентгеновского излучения различается, по крайней мере, в 1,15 раза, т.е. на 15 %.

Для пластин толщиной 8,5 мм и 10 мм отношение интенсивностей лучей, падающих на рентгеновскую плёнку и формирующей получаемый контраст, отличается почти на 50 % и 60 % соответственно, т.е. в случае неоднородности

темплетов на плёнке после просвечивания появятся области различной прозрачности.

На основании этих расчетов исследуемые темплеты были отторцованы с двух сторон до толщины 10 мм с равномерным съемом материала с обеих сторон. Необходимым условием при торцовке является обеспечение шероховатости поверхности лучше Ra 2,5.

После торцовки темплеты подвергали осветляющему травлению в смеси азотной и плавиковой кислот с добавлением воды. Для примера на рисунке 2.12 представлен темплет от слитка сплава НТ-47 диаметром 297 мм.



Рисунок 2.12 – Темплет от обточенного слитка сплава НТ-47 диаметром 297 мм: а – фрагмент темплета в процессе торцовки, б – вид темплета диаметром 297 мм, подготовленного к радиографическому исследованию

Визуальный осмотр всех исследуемых темплетов как от слитков, так и от прутков после торцовки на толщину 10 мм и осветляющего травления не выявил каких-либо пор и включений на их поверхности.

Подготовленные темплеты диаметром 297 мм от обточенных слитков и диаметром 89 мм и 108 мм от прутков подвергали радиографическим исследованиям на рентгеновской установке РУП-180/300 с острофокусной рентгеновской трубкой с вольфрамовым анодом.

В качестве преобразователя излучения использовали радиографическую техническую плёнку типа РТ-К (ТУ 6-44-002051056-40-93) с усиливающими

экранами, изготовленными из свинцовой фольги. Плёнку с усиливающими экранами заряжали в стандартную жёсткую кассету. Расстояние между фокусом рентгеновской трубки и рентгеновской плёнкой составляло ~ 50 см. Время экспозиции определяли экспериментальным путём. Рабочий режим подбирали с таким расчётом, чтобы плотность почернения рентгеновского снимка составляла $1 \div 1,5$ единиц оптической плотности почернения за вычетом вуали. Для контроля качества рентгеновских снимков и определения чувствительности метода использовали стандартный пластинчатый дефектометр № 1 по ГОСТ 7512-69, который устанавливали на контролируемый участок. Для подтверждения получаемого изображения на каждом темплете было сделано по два снимка.

Изучение гомогенности сплава Cu-0,5 Mn проводили методом микрорентгеноспектрального анализа в продольном сечении на полированной нетравленной грани кубических образцов, отобранных от верха и низа слитка. Измерения распределения Mn в сплаве выполняли на сканирующем электронном микроскопе «Катебах», оснащённом микрорентгеноспектральной приставкой с применением программы IAF-4. Точность определения концентрации элементов составляла $3 \div 5$ относ. %. Замеры локальной микроконцентрации Mn осуществляли в 40 точках через 50 мкм на отрезке длиной 2 мм, расположенном в центре образца. Для каждого образца находили среднеарифметическое значение содержания Mn, максимальные отклонения от среднего и среднеарифметическое отклонение. Для наглядности строили профили изменения микроконцентраций Mn вдоль линии перемещения зонда.

2.2.3. Определение твердости и механических свойств

Твердость образцов из сплава НТ-47 измеряли по Виккерсу при нагрузке 10 кг на твёрдомере SemiMacroVickers 5112. Выполняли не менее 10 измерений на одно сечение образца.

Микротвердость образцов из сплава НТ-47 и из Nb измеряли на приборе ПМТ-3 по ГОСТ 9450-76 при нагрузке 100 г. Время нагружения составляло 30 с. Выполняли не менее 10 измерений на одно сечение образца.

Механические характеристики определяли при испытаниях на растяжение при комнатной температуре на универсальной машине Instron 1185 со скоростью нагружения 1 мм/мин на следующих образцах:

- на плоских образцах толщиной 0,28 мм с размером рабочей части 10 мм для тонколистового ниобия;

- на плоских образцах толщиной 0,5 мм с шириной рабочей части $b = 6$ мм и начальной расчетной длиной $l_0 = 10$ мм для сплав Cu-0,5 Mn;

- на проволочных образцах с начальной расчетной длиной $l_0 = 100$ мм для модельного провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и для экспериментальных NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице диаметрами 0,825 мм; 0,8 мм; 0,65 мм и 0,5 мм.

2.2.4. Определение технических характеристик композиционных NbTi проводов

На образцах композиционных NbTi проводов определяли диаметр, шаг скрутки и отношение объёмов медной и не медной составляющих.

Контроль диаметра

Контроль диаметра провода проводили в двух взаимно-перпендикулярных направлениях (ось «X» и ось «Y») с применением скобы рычажной повышенной точности СРП25 ГОСТ 11098, а также на проход с использованием лазерного микрометра SIKORA LAZER 2010XY с программным обеспечением «SIMATIC WinCC flexible», входящих в состав перемоточного и калибровочного стана KISTNER, согласно методики выполнения измерений МВИ 400-428/5-2009 [51].

Шаг и направление скрутки

Под шагом скрутки (шагом твистирования) понимают расстояние, на котором волокна многоволоконных проводов совершают один оборот вокруг оси провода.

Шаг и направление скрутки определяли по методике выполнения измерений 533.787.000 МВИ [52] методом раскручивания. Метод основан на раскручивании участка образца провода, с оголенными волокнами, в специальном приспособлении (рисунок 2.13) и определении количества оборотов при известной длине измеряемого участка.

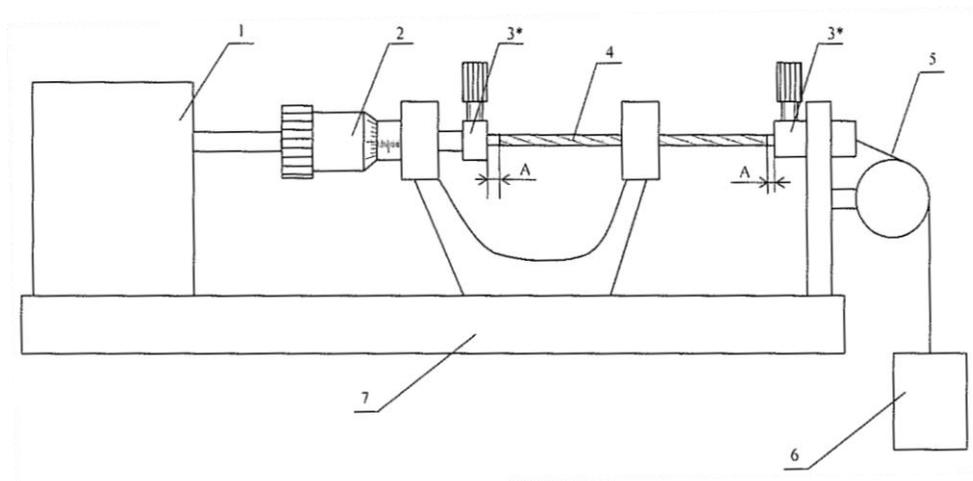


Рисунок 2.13 – Измерительное приспособление и схема крепления образца:

- 1 - электронный блок управления с мотором; 2 - измерительный микрометрический винт;
3 - левый и правый фиксаторы образца; 4 - образец; 5 - нить натяжителя; 6 - груз; 7 - станина.

Отношение количества оборотов к длине растравленного участка, на котором проводили раскручивание, определяет значение шага скрутки по формуле:

$$L = \frac{L_q \times 0,5}{|L_0 - \bar{L}_p|}, \quad (2.1)$$

где L_q - длина растравленной части образца, мм; L_0 - начальное показание микроскопического винта приспособления, мм; \bar{L}_p - среднее значение момента раскручивания волокон (L_p - конечное показание микроскопического винта приспособления), мм; 0,5 - полный оборот подвижной измерительной пятки измерительного приспособления, соответствующий изменению показания микрометрического винта $0,50 \pm 0,01$ мм во всех выбранных точках.

Направление скрутки определяли с помощью лупы с увеличением не менее чем $\times 3$ по наклону волокон:

- если по отношению к оси провода волокна при просмотре слева направо идут сверху вниз, то это означает, что провод имеет правое направление скрутки;

- если по отношению к оси провода волокна при просмотре слева направо идут снизу вверх, то это означает, что провод имеет левое направление скрутки.

Отношение объёмов медной и не медной составляющих и коэффициент заполнения

Определение объёмного отношения меди (Cu-резистивный сплав) к не меди (Nb/NbTi) в образцах композиционных многоволоконных NbTi проводов Cu-резистивная матрица/Nb/NbTi, выполняли по отраслевой инструкции ОИ 001.659-2008 [53] методом гидростатического взвешивания, разработанной в соответствии с требованиям международного стандарта МЭК ИЕС 61788-5.

Метод основан на измерении массы образца многоволоконного сверхпроводящего провода и массы волокон того же образца после удаления с их поверхности меди и/или резистивного сплава в азотной кислоте. Для взвешивания используют весы с ценой деления 0,05 мг.

Объёмное отношение определяли в относительных единицах по формуле:

$$(Cu / CuMn) / (Nb / NbTi) = \frac{1}{\left(\frac{P_{(Cu/CuMn/Nb/NbTi)B} - P_{(Cu/CuMn/Nb/NbTi)Ж} \cdot \gamma_{Cu}}{P_{(Cu/CuMn/Nb/NbTi)B} - P_{(Nb/NbTi)B} \cdot \gamma_{Ж}} \right) - 1}, \quad (2.3)$$

где $P_{(Cu/CuMn/Nb/NbTi)B}$ - масса образца Cu/CuMn/Nb/NbTi до травления на воздухе, г;

$P_{(Cu/CuMn/Nb/NbTi)Ж}$ - масса образца Cu/CuMn/Nb/NbTi в керосине, г;

$P_{(Nb/NbTi)B}$ - масса образца Nb/NbTi на воздухе, г;

γ_{Cu} - принятая плотность Cu, равная 8,937 г/см³;

$\gamma_{Ж}$ - плотность керосина, в котором проводили взвешивание образцов, г/см³.

Для расчетов удобно использовать коэффициент заполнения провода сверхпроводящими волокнами ($KЗ$), который связан с отношением $Cu/неCu$ следующим образом:

$$KЗ = \frac{1}{Cu / неCu + 1} . \quad (2.4)$$

2.2.5. Определение электрофизических характеристик композиционных NbTi проводов

Для определения электрофизических характеристик композиционных NbTi проводов использовали методы измерения вольт-амперной характеристики (ВАХ), электросопротивлений и энергетических потерь.

Критический ток, параметр «n» и критическая плотность тока

Критический ток (I_c) образца композиционного сверхпроводящего провода и показатель кривизны (параметр «n») вольт-амперной характеристики (ВАХ) сверхпроводящего перехода, определяли с помощью прикладной программы “Handle”, исходя из результатов обработки ВАХ (рисунок 2.14), измеренной при заданном значении индукции магнитного поля $B = 1-8$ Тл и температуре кипения жидкого гелия $T = 4,18-4,25$ К в соответствии с методикой выполнения измерений МВИс 400-423/8-2018 [54]. Процедура выполнения испытаний соответствует требованиям международного стандарта МЭК 61788-1.

Измеряемый образец провода длиной $\sim 1,7$ м наматывали на катушку и закрепляли на специальном держателе, который помещали в гелиевый криостат, снабженный сверхпроводящим соленоидом с максимальной индукцией постоянного магнитного поля 13 Тл.

Для измерения ВАХ через образец сверхпроводника пропускали постоянный ток со скоростью нарастания $0,5-5$ А/с и измеряли падение напряжения на отрезке образца длиной 500 ± 10 мм. Критический ток – ток, при котором достигается значение продольной напряженности электрического поля

10 мкВ/м – $I_{c0,1}$ (критический ток по критерию «0,1») и 100 мкВ/м – I_{c1} (критический ток по критерию «1»).

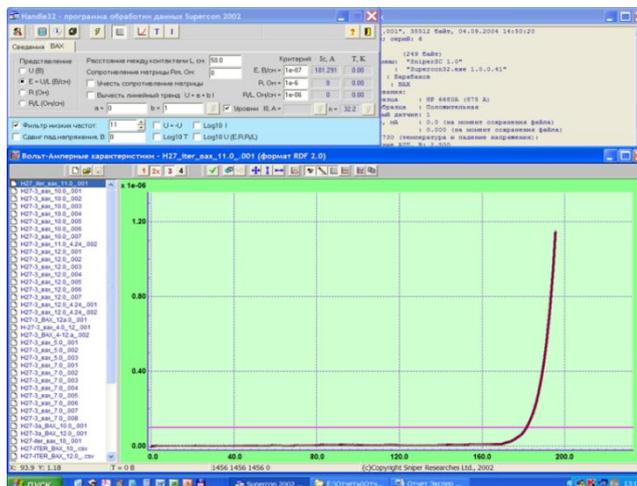


Рисунок 2.14 – Вид ВАХ

Показатель кривизны вольт-амперной характеристики определяли по формуле:

$$n = \left(\lg \left(\frac{I_{c1}}{I_{c0,1}} \right) \right)^{-1}, \quad (2.5)$$

где $I_{c0,1}$ и I_{c1} критические токи, определенные по критериям напряженности электрического поля 10 мкВ/м и 100 мкВ/м соответственно.

Плотность критического тока (J_c) определяли по формуле:

$$J_c = \frac{4 \cdot I_c}{\pi \cdot D^2 \cdot K3}, \quad (2.6)$$

где I_c - критический ток, D - диаметр провода, $K3$ - коэффициент заполнения.

Относительное остаточное сопротивление

Относительное остаточное сопротивление (RRR) образца сверхпроводника – это отношение его электрического сопротивления (ЭС) при температуре

273,15 К (0 °С) к ЭС при температуре вблизи сверхпроводящего перехода (10 К для NbTi провода) или 4,2 К (для меди и ее сплавов).

Для определения RRR композиционных NbTi проводов, меди и резистивного сплава проводили измерение их ЭС при температуре 273,15 К, а затем при низкой (криогенной) температуре в соответствии с методикой выполнения испытаний МВИ 400-428/4-2009 [55], которая разработана в соответствии с требованиями международного стандарта МЭК 61788-4.

Энергетические потери

Для оценки гистерезисных потерь измеряли намагниченность образцов композиционных NbTi проводов в квазистационарном поле на вибрационном магнетометре при амплитуде магнитного поля от ± 0,5 до ± 3 Тл в соответствии с международным стандартом IEC EC 61788-13.

Расчет потерь проводили по площади петель намагниченности (ΔM от H). Значения эффективного диаметра рассчитывали по формуле:

$$d_{eff}(B) = \frac{3\pi \cdot \Delta M(B)}{4 \cdot J_c(B) \cdot \mu_0}, \quad (2.7)$$

где ΔM - ширина петли намагниченности, выраженная в Тл;

$J_c(B)$ - плотность критического тока, выраженная в А/м²;

μ_0 - магнитная постоянная ($1,25663706 \cdot 10^{-6}$ Гн/м).

При этом значение индукции магнитного поля B выбиралось на уровне 3 Тл.

Общие и кооперативные потери определяли методом Фитца по петлям намагниченности проводов в магнитных полях, изменяющихся в трапециидальной моде:

- со скоростью от 0,2 до 4 Тл/с при амплитуде 1, 2, 3 и 4 Тл для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице, модельного NbTi провода диаметром

0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и экспериментальных NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице;

- со скоростью 1-4 Тл/с при амплитуде поля 0,5, 1 и 1,5 Тл для NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице конструкций 439×78, 379×114 и 1735×17 диаметром 0,8 мм для магнитов ускорителя ФАИР. При амплитуде поля 2 Т общие потери определялись экстраполяцией.

Динамические потери рассчитывали по площади петли намагничивания для $\frac{1}{2}$ цикла (0- B_m -0) при скорости изменения магнитного поля 0,2-4 Тл/с и амплитуде 2-4 Тл, а также по локальному магнитному моменту ΔM_c при различных амплитуде и скорости изменения поля.

Для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице, конструкции которых отличаются площадями, занимаемыми центральным медным сердечником и медной оболочкой проведен расчет постоянной времени по методу Турка [56, 57].

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ СОСТАВНОЙ ТРИМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ЗАГОТОВКИ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА NbTi СВЕРХПРОВОДНИКОВ

Как было указано в Главе 1 основным элементом составной многоволоконной заготовки в технологии изготовления NbTi сверхпроводников разных конструкций является триметаллический пруток, изготавливаемый из составной заготовки Cu/Nb/NbTi. Получение высококачественных элементов составной заготовки, обладающих необходимым комплексом свойств, в первую очередь, однородными структурными и механическими характеристиками и большим ресурсом пластичности является важнейшим условием производства качественных сверхпроводящих проводов и снижения их стоимости. В настоящей главе представлены результаты исследования получения однородной мелкозеренной структуры в NbTi прутках-сердечниках и Nb диффузионном барьере, изготавливаемых на штатном оборудовании в условиях АО «ВНИИНМ» и АО ЧМЗ, за счет интенсификации процесса деформации. Кроме того, представлены результаты исследования структуры и свойств резистивного сплава Cu-0,5 Mn, который можно использовать вместо высокочистой меди в качестве материала межволоконной матрицы в проводах, разрабатываемых для работы в изменяющихся магнитных полях.

3.1. Исследование деформационного упрочнения и структуры сплава НТ-47, обработанного методом РКУП

Для оценки предельного уровня измельчения зерна в заготовках сплава НТ-47, который можно достичь при применении интенсивной пластической деформации с последующим рекристаллизационным отжигом, были проведены исследования структуры и свойств заготовок сплава НТ-47, обработанных методом РКУП.

Микроструктура исходных цилиндрических заготовок сплава НТ-47 размером $\varnothing 32 \times 60$ мм в отожженном состоянии перед проведением РКУП

представлена на рисунке 3.1. Видно, что структура материала в продольном и поперечном сечениях заготовки неоднородна.

Средний размер зерна находится в интервале 40-50 мкм. Встречаются отдельные крупные зерна размером 70-80 мкм и области непроработанной структуры. Среднее значение микротвердости сплава НТ-47 в этом состоянии не превышает 120 кг/мм².

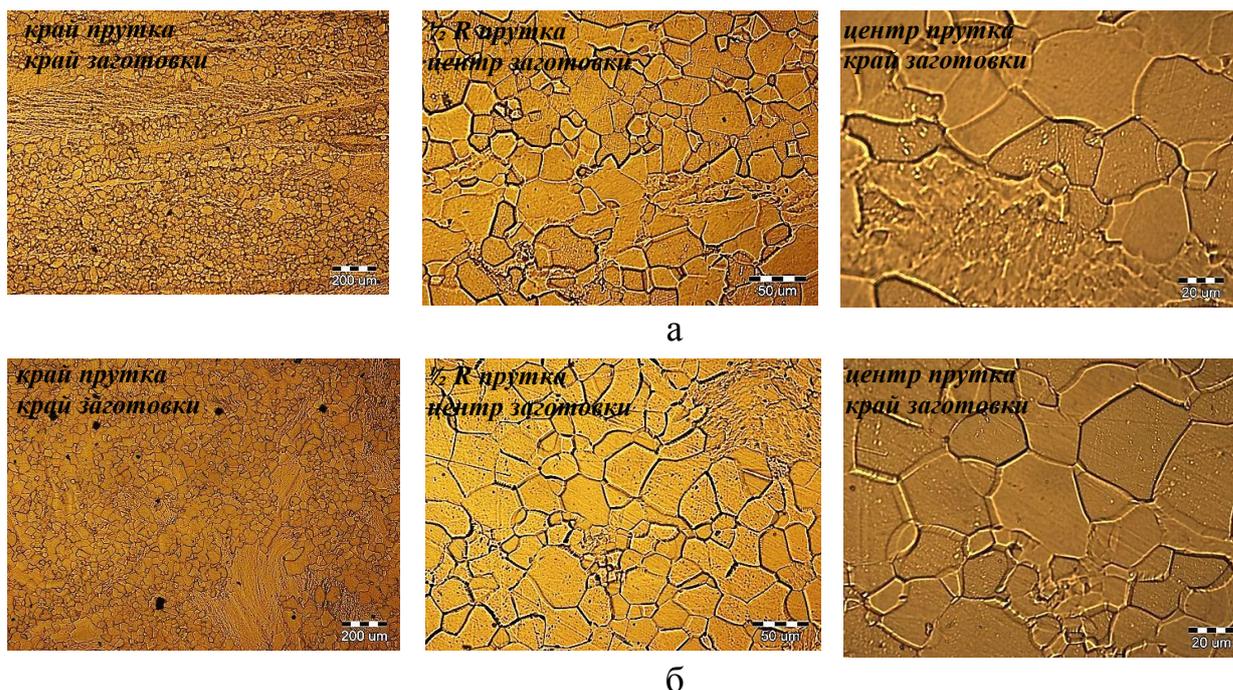


Рисунок 3.1 – Структура исходной заготовки сплава НТ-47 размером $\varnothing 32 \times 60$ мм для проведения РКУП: а – вдоль оси выдавливания прутка, б – перпендикулярно оси выдавливания прутка

График деформационного упрочнения сплава, построенный по изменению среднего значения микротвердости в зависимости от числа проходов, и эволюция микроструктуры сплава НТ-47, зафиксированная в продольно-вертикальном сечении через каждые 2 прохода до деформации $e = 9,2$ (8 проходов) после РКУП, представлены на рисунке 3.2.

После РКУП микротвердость прутка возрастает по сложной зависимости, и на кривой деформационного упрочнения можно выделить три участка, каждый из которых соответствует определенной степени деформации (числу проходов). На первом участке (после двух проходов) происходит резкое увеличение

микротвердости от 115 кг/мм^2 до 154 кг/мм^2 . В интервале деформаций $e = 2,30-6,90$ (второй участок) интенсивность деформационного упрочнения замедляется и после шести проходов (третий участок) достигает уровня 165 кг/мм^2 . Можно отметить, что в интервале деформаций $e = 0-2,30$ микротвердость возрастает в два раза быстрее, чем в интервале $e = 2,30-6,90$. При дальнейшем увеличении степени деформации до $e = 9,2$ (8 проходов) кривая деформационного упрочнения выходит на насыщение и микротвердость практически не изменяется.

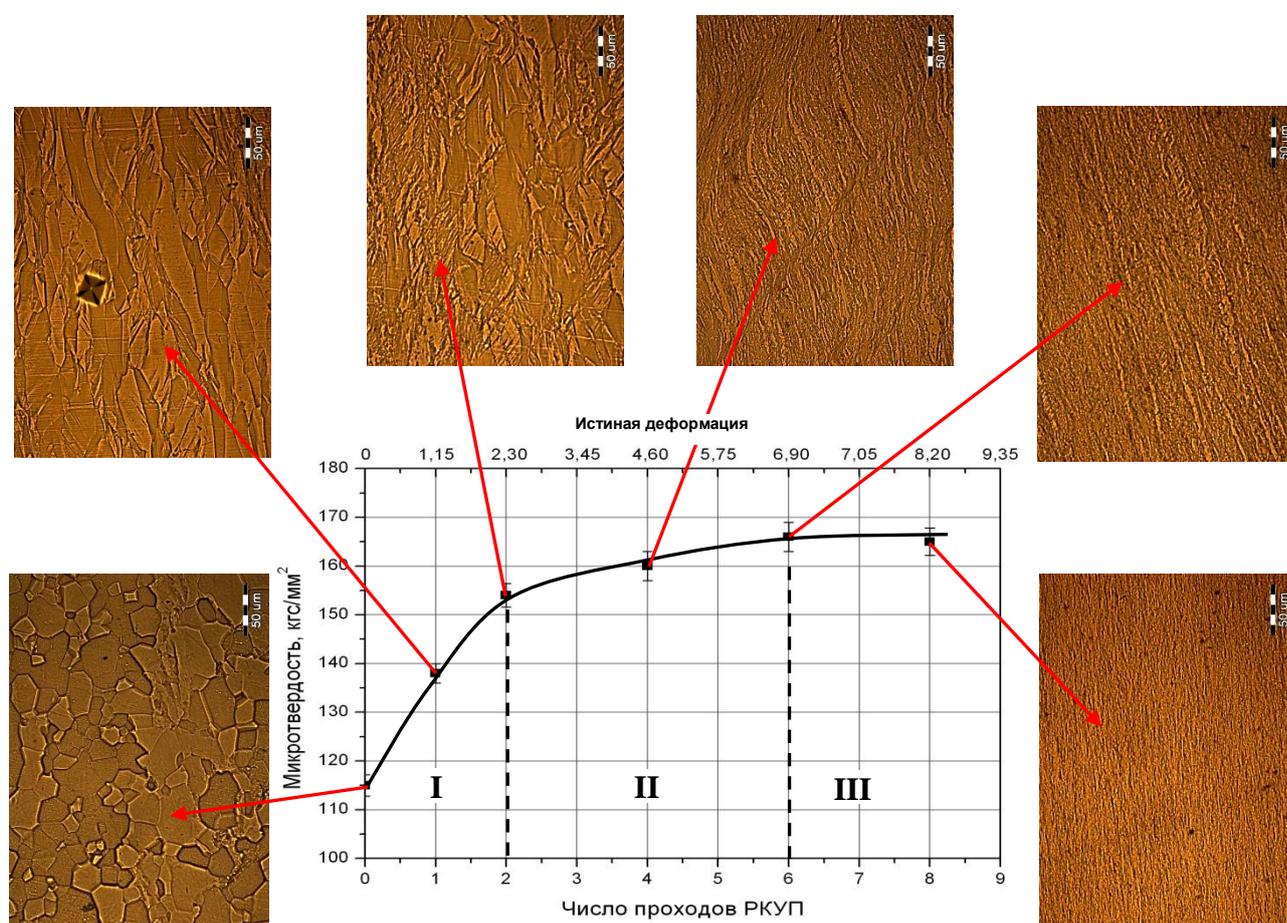


Рисунок 3.2 – Трансформация микроструктуры и изменение микротвердости сплава НТ-47 в продольно-вертикальном сечении в зависимости от числа проходов при РКУП.

Подобно зависимости деформационного упрочнения изменяется и усилие деформации при РКУП образцов сплава НТ-47. На первом проходе оно составляет 80 т.с., следующие три цикла деформирования приводят

к последовательному росту усилия деформации до 90 т.с., затем наступает стадия, когда усилие практически не изменяется.

Структурное состояние сплава при этом последовательно изменяется от структуры частичной рекристаллизации в исходной заготовке до практически совершенной и однородной деформационной структуры после 8 ходов РКУП.

Влияние температуры отжига на микротвердость и структуру образцов сплава НТ-47 после обработки методом РКУП представлено на рисунке 3.3 и в таблице 3.1.

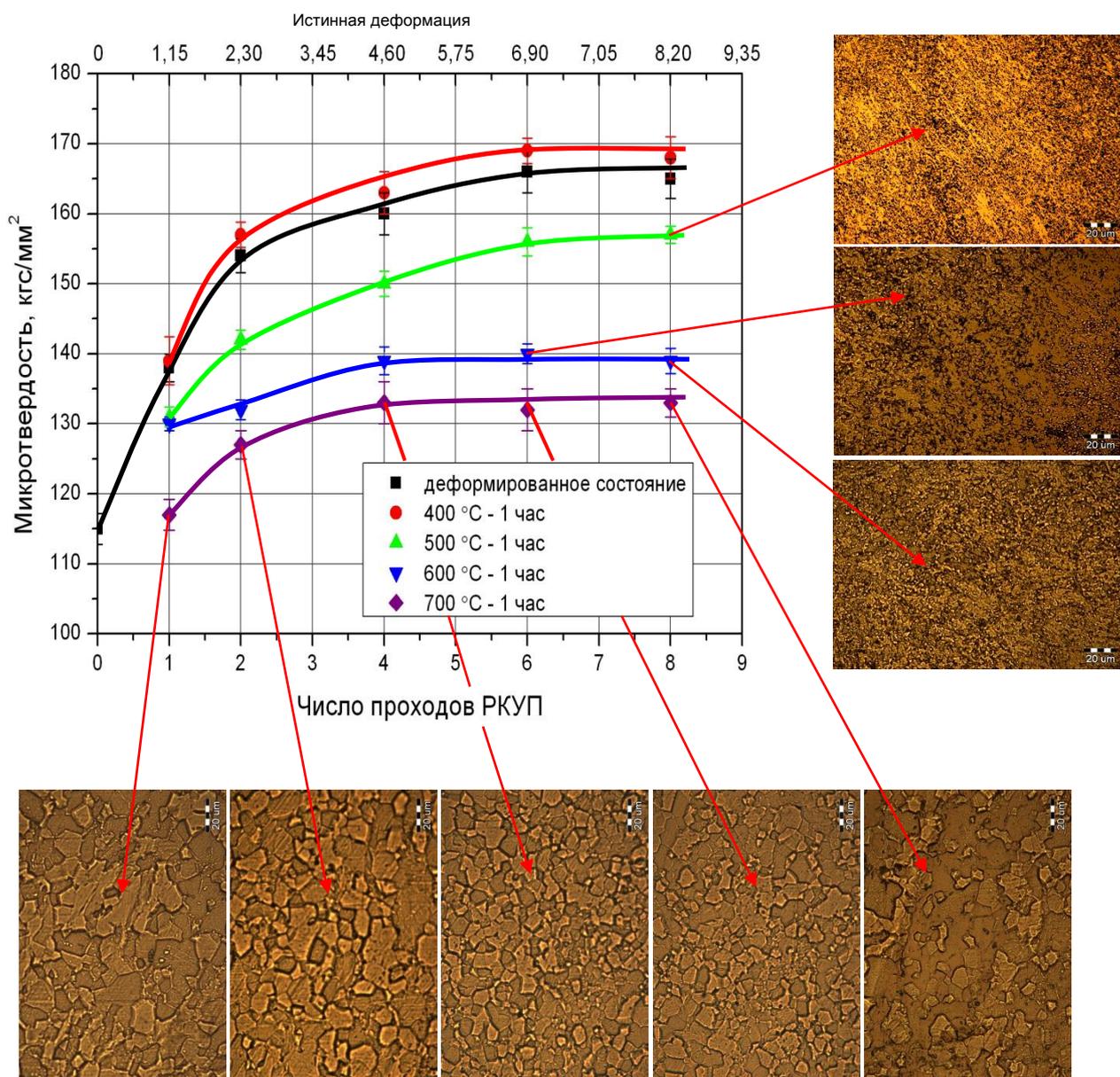


Рисунок 3.3 – Изменение микротвердости и микроструктура рекристаллизации сплава НТ-47 в продольно-вертикальном сечении в зависимости от числа проходов при РКУП и температуры термообработки.

Таблица 3.1 Размер зерна в зависимости от температуры отжига и количества проходов РКУП

Температура отжига продолжительностью 1 ч	Структура (Размер зерна, мкм)			
	Число проходов РКУП			
	2	4	6	8
500 °С	Дефор. сост.	Дефор. сост.	Дефор. сост.	Начало рекристал.
600 °С	Дефор. сост.	Дефор. сост.	≤ 1 мкм	≤ 1 мкм
700 °С	5÷10 мкм	3÷5 мкм	3÷5 мкм	5÷10 мкм

Температура отжига неоднозначно влияет на микротвердость образцов, подвергнутых РКУП. После отжига при температуре 400 °С, начиная со второго хода РКУП, микротвердость сплава повышается по сравнению с деформированным состоянием. Повышение микротвердости после отжига при температуре 400 °С по всей видимости связано с интенсификацией распада β -твердого раствора NbTi сплава на α и β фазы. В сверхпроводящем NbTi сплаве α -фаза выделяется в интервале температур 350-450 °С. В технологии сверхпроводников на основе NbTi сплава интенсификация выделения α -фазы происходит за счет термомеханической обработки (волочение с ПО) в этом интервале температур.

Отжиг при температуре 500 °С приводит к уменьшению уровня микротвердости до 130 единиц для образца, прошедшего 1 ход РКУП, что ниже его микротвердости после деформации. Для остальных образцов, подвергнутых 2-8 ходам РКУП, кривая микротвердости после отжига при 500 °С лежит ниже зависимости микротвердости от числа ходов РКУП до отжига, практически повторяя её. Такой уровень микротвердости можно связать с началом релаксационных процессов в структуре сплава. На оптическом микроскопе при этой температуре начало рекристаллизации фиксируется только для образца, прошедшего 8 ходов РКУП.

После отжига при температуре 600 °С заметное снижение микротвердости отмечается для всех исследуемых образцов, причем в образцах, прошедших 6 и 8 ходов РКУП в оптическом микроскопе наблюдается практически полностью рекристаллизованная структура с размером зерна ≤ 1 мкм.

Все пять образцов, отожжённые при температуре 700 °С, имеют структуру рекристаллизации. Средний размер зерен в сплаве после 1÷2 ходов РКУП составляет 5÷10 мкм, 4÷6 ходов РКУП – 3÷5 мкм и после 8 ходов РКУП – 5 ÷ 10 мкм. Последнее свидетельствует о протекании после 8 ходов РКУП процессов собирательной рекристаллизации, что видно при сравнении с образцами, отожженными при температуре 600 °С и прошедшими 4 и 6 ходов РКУП.

Таким образом, применение метода РКУП (интенсивной пластической деформации простым сдвигом) позволяет без изменения формы изделий проработать структуру во всём сечении заготовки из сплава НТ-47 и снизить температуру полной рекристаллизации на 250 °С по сравнению с обычно используемой температурой 850 °С. Размер зерна при этом уменьшается в 40-50 раз (с 40-50 мкм до ≤ 1 мкм).

В промышленных условиях деформация простым сдвигом заготовок сплава НТ-47 может быть реализована с использованием усовершенствованного процесса РКУП – равноканального многоугольного прессования (РКМУП), преимуществом которого является возможность интегрирования в существующий процесс прессования, волочения и др.

3.2. Исследование структурного состояния прутков сплава НТ-47, изготовленных с использованием операции осадки конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм

Отмечая преимущества методов интенсивной пластической деформации, в частности перспективу метода РКМУП в получении прутков сплава НТ-47 с особой структурой и свойствами следует указать и на то, что для реализации метода РКМУП в промышленных условиях необходимо разработать и изготовить специальный прессовый инструмент и оснастку.

В отсутствии такого оборудования для совершенствования структурного состояния прутков сплава НТ-47 за счет увеличения деформации были изучены и последовательно реализованы возможности штатного оборудования.

В процессе изготовления прутков с применением операции осадки конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм двойного переплава (ВДП-ВДГП) выполнены исследования структуры сплава НТ-47 после осадки и после последующего гомогенизирующего отжига. Фрагменты структуры, характеризующей центр, середину радиуса и край верхней и нижней частей цилиндрической заготовки диаметром 180 мм приведены на рисунке 3.4.

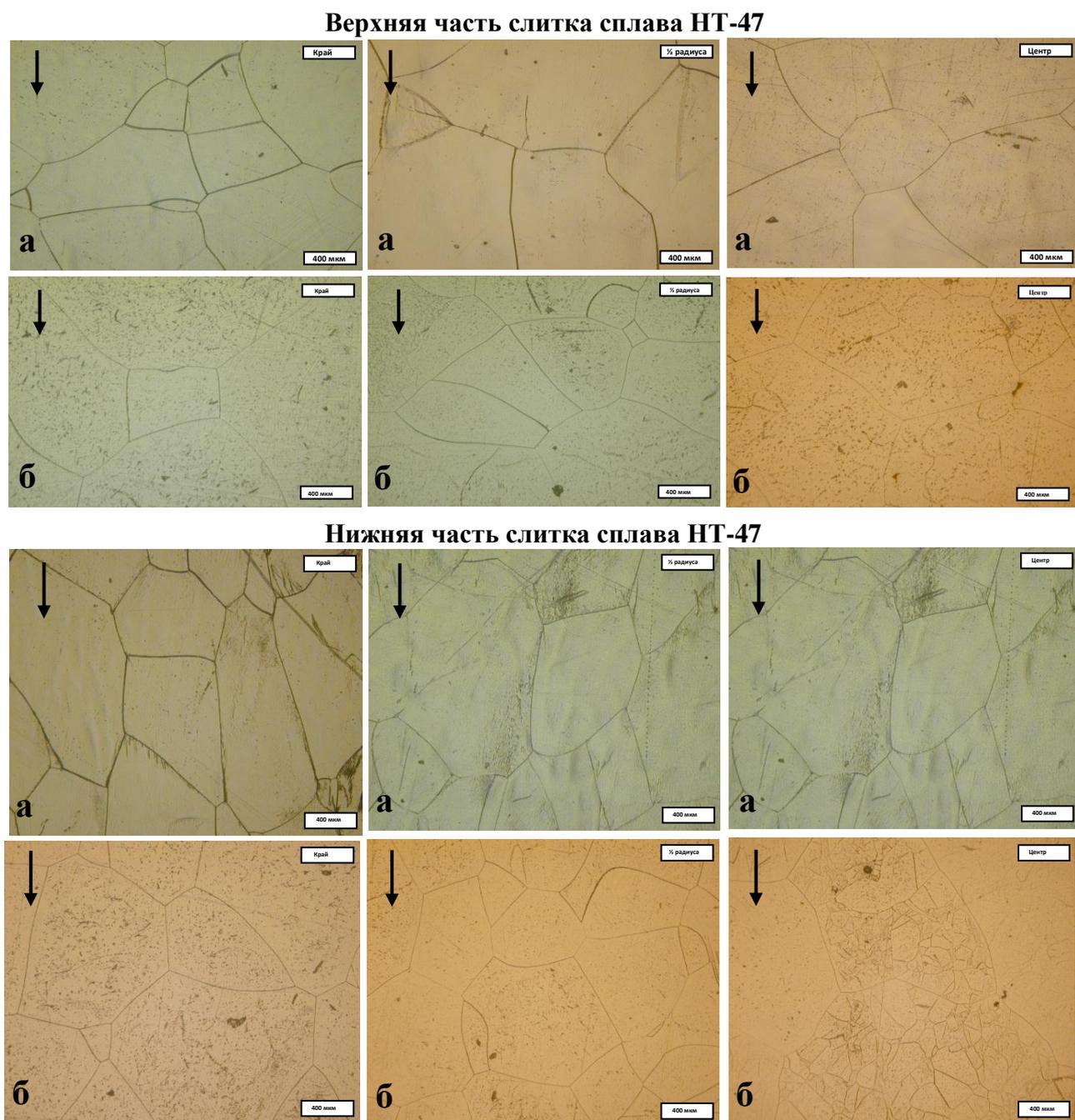


Рисунок 3.4 – Структура цилиндрической заготовки сплава НТ-47 диаметром 180 мм: а – после осадки, б – после осадки и гомогенизирующего отжига (стрелками показано направление осадки)

После гомогенизирующего отжига существенного роста размера зерна не происходит. В нижней части заготовки зерна приобретают более округлую форму.

Эволюция структурного состояния в прутках-сердечниках сплава НТ-47 диаметром 89 мм, полученных прессованием из осажденной и гомогенизированной заготовки диаметром 180 мм, представлена на рисунке 3.5.

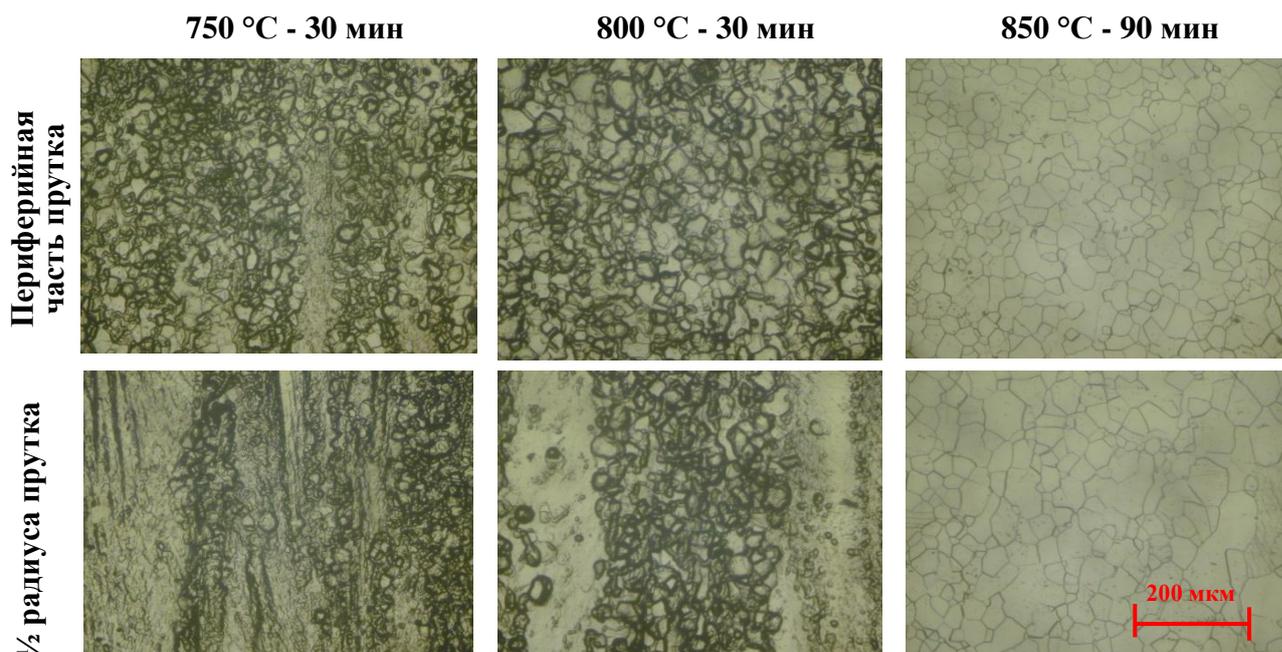


Рисунок 3.5 – Эволюция структурного состояния в прутках сплава НТ-47 диаметром 89 мм, изготовленных с операцией «осадка» слитка

При температуре отжига 750 °C в течение 30 мин большую часть площади занимают вытянутые деформированные зерна. При этом как на ½ радиуса, так и на периферии прутка образуются новые зерна, что соответствует началу рекристаллизации. С повышением температуры отжига до 800 °C и выдержке 30 мин на периферии прутка старые деформированные вытянутые зерна постепенно исчезают и появляются равноосные рекристаллизованные зерна, которые занимают большую часть шлифа. На ½ радиуса прутка площадь шлифа, занятая новыми зернами тоже возрастает, но всё ещё сохраняется преобладание областей со структурой деформации.

При температуре отжига 850 °C продолжительностью 90 мин следы деформируемой структуры полностью исчезают, большая часть зерен имеет

мелкозеренную рекристаллизованную структуру со средним размером зерна ~ 40 мкм и лишь в $\frac{1}{2}$ радиуса прутка на фоне мелкозеренной рекристаллизованной структуры видны зерна большего размера. В прутках, получаемых по штатной технологической схеме, мелкозеренная рекристаллизованная структура формируется на $\frac{1}{4}$ радиуса прутка.

Таким образом, введенная операция осадки конического слитка размером $\varnothing 150 \times \varnothing 178 \times 450$ мм в контейнере прессы диаметром 180 мм улучшает проработку материала и позволяет получать однородную структуру уже на $\frac{1}{2}$ радиуса прутка диаметром 89 мм. С использованием полученных прутков изготовлены партии NbTi проводов нового класса диаметром 0,825 мм конструкции 439×78 Варианта 1 и 0,8 мм конструкции 379×114 Варианта 1 в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице с диаметром волокна $\leq 3,5$ мкм для прототипов быстроциклирующих квадрупольного магнита синхротрона SIS 300 и однослойного изогнутого дипольного магнита синхротрона SIS 100 ускорительного комплекса ФАИР.

3.3. Исследование структурного состояния прутков сплава НТ-47, изготовленных из слитков диаметром 320 мм

Как показали результаты выше изложенных исследований, введение операции осадки конического слитка в контейнере прессы оказывается не достаточным для полной проработки материала. В центральной части прутков присутствуют области с неоднородной зеренной структурой.

Работы в направлении получения мелкого равномерного зерна во всем сечении прутка за счет увеличения деформации были продолжены. Следующим шагом в направлении увеличения пространства деформации явилось увеличение размера исходных NbTi слитков до диаметра 320 мм, т.е. практически в два раза.

Учитывая склонность к образованию макро-неоднородностей в виде «канальных сегрегаций» и «дендритных колец» с повышенным содержанием титана при кристаллизации больших слитков, особое внимание следовало обратить на макро-гомогенность слитков.

Результаты радиографического контроля темплетов от верха и низа слитков в литом и гомогенизированном состояниях приведены на рисунке 3.6.

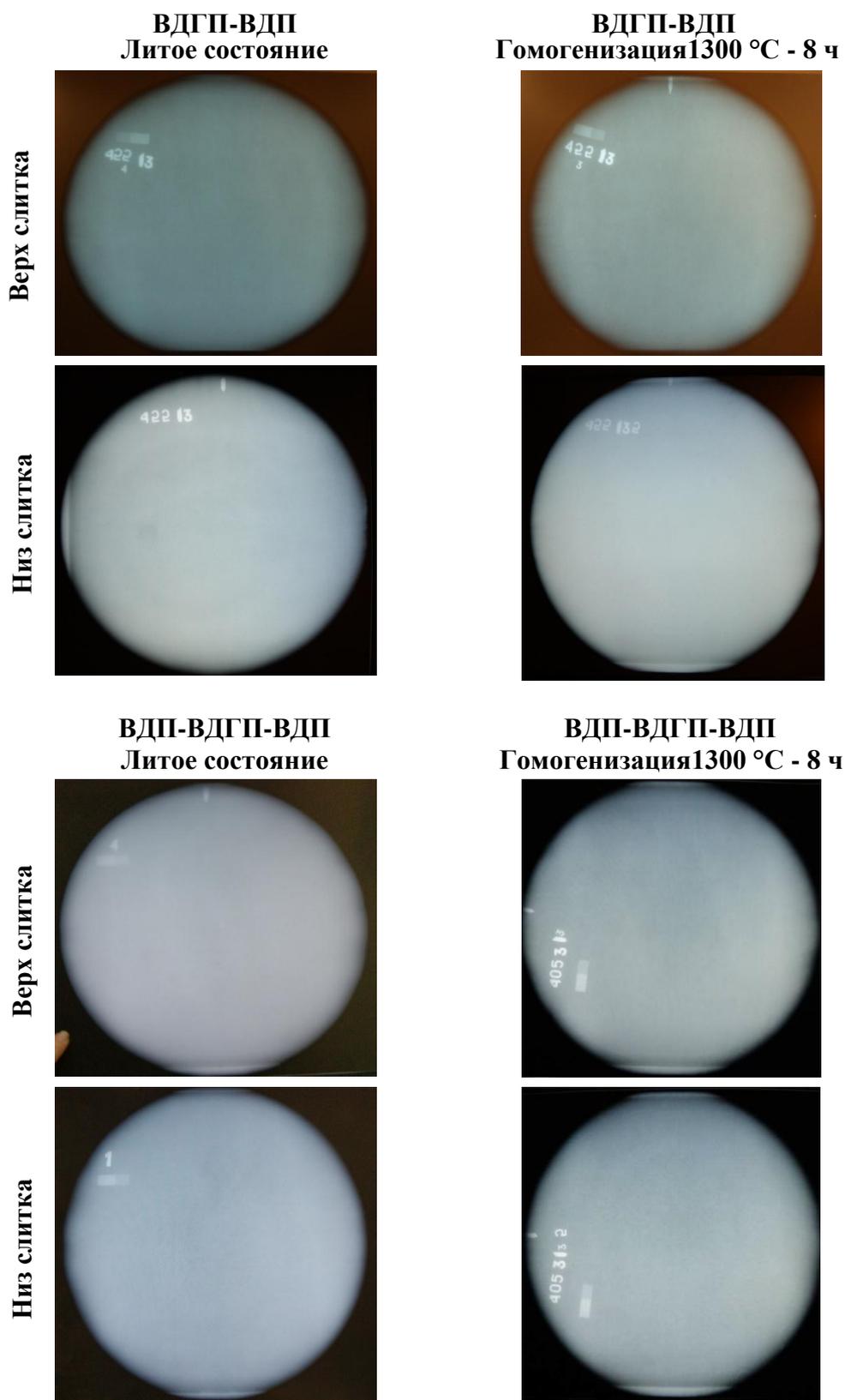


Рисунок 3.6 – Радиографические снимки темплетов обточенных слитков сплава НТ-47 диаметром 297 мм ВДГП-ВДП и ВДП-ВДГП-ВДП

Плотность потемнения на всех темплетах по всему радиографическому снимку постоянна, отсутствуют области или локальные участки с иным контрастом как до, так и после гомогенизации, что говорит о высоком качестве опытных слитков диаметром 320 мм сплава НТ-47, выплавленных по способам ВДГП-ВДП и ВДП-ВДГП-ВДП.

Результаты радиографического контроля темплетов прутков до и после отжига при температуре 850 °С в течение 90 мин с последующим охлаждением в воду, изготовленных из опытных слитков диаметром 320 мм с применением операцииковки и с применением операции прессования приведены на рисунках 3.7 - 3.9.

Из сопоставления рисунков 3.6-3.9 видно, что плёнки после рентгеновского облучения темплетов прутков, также как и плёнки темплетов опытных слитков, имеют однородный контраст.

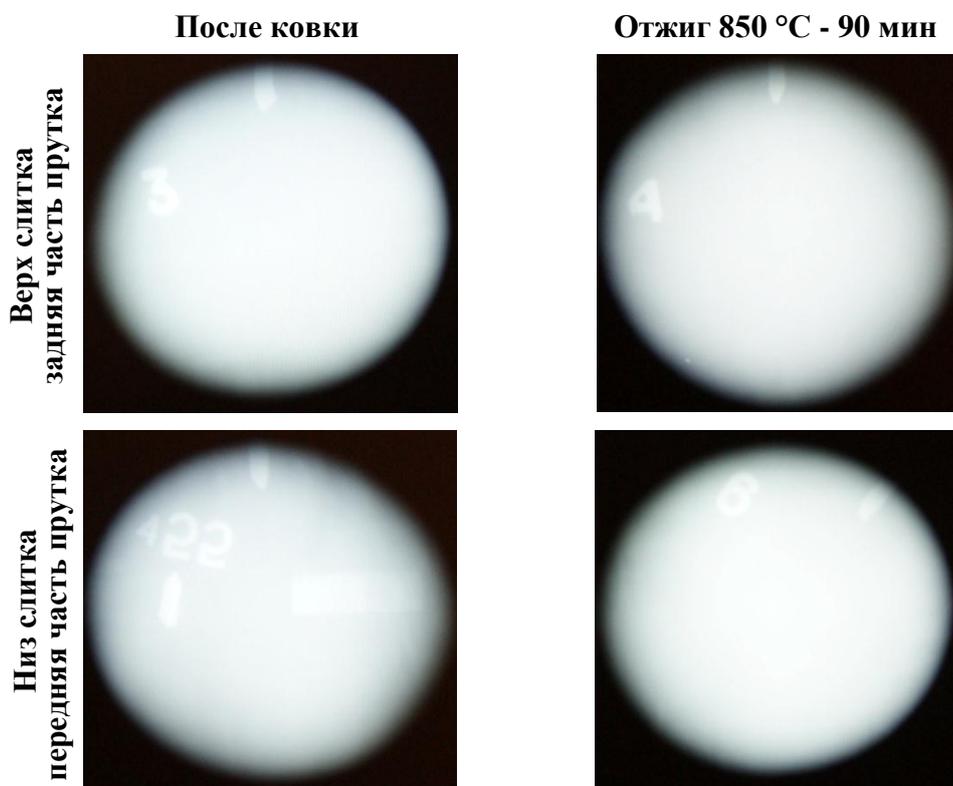


Рисунок 3.7 – Радиографические снимки темплетов кованного прутка диаметром 108 мм, изготовленного из опытного слитка сплава НТ-47 диаметром 320 мм ВДП-ВДГП-ВДП

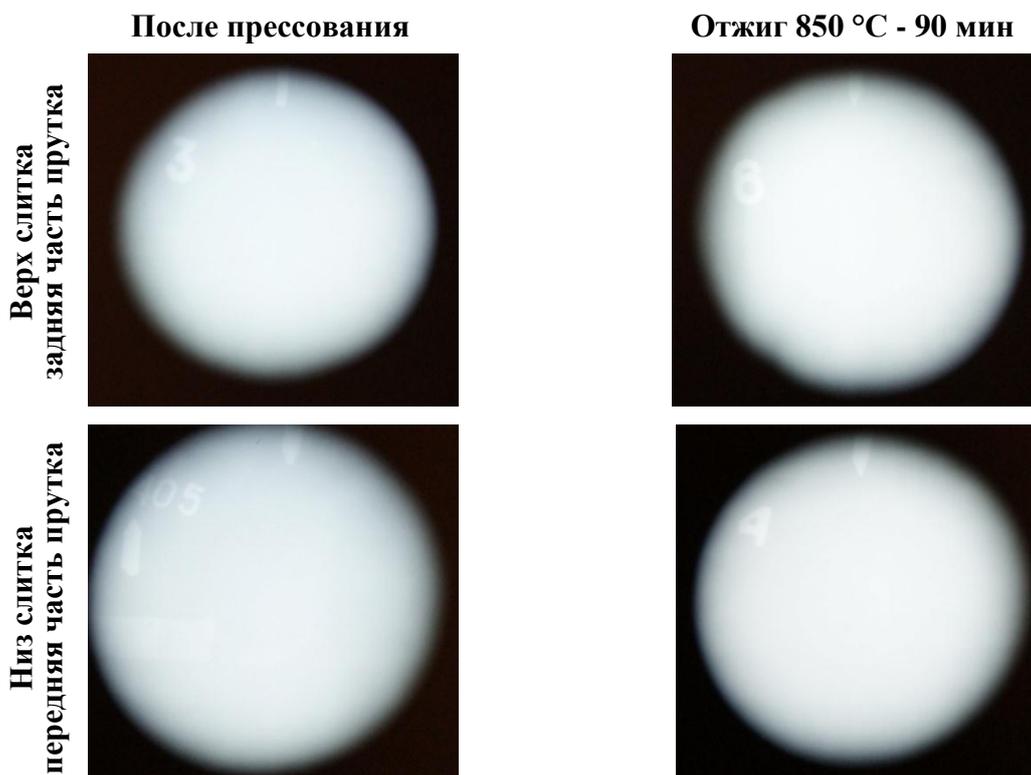


Рисунок 3.8 – Радиографические снимки темплетов прессованного прутка диаметром 89 мм, изготовленного из слитка слава НТ-47 диаметром 320 мм ВДП-ВДГП-ВДП.

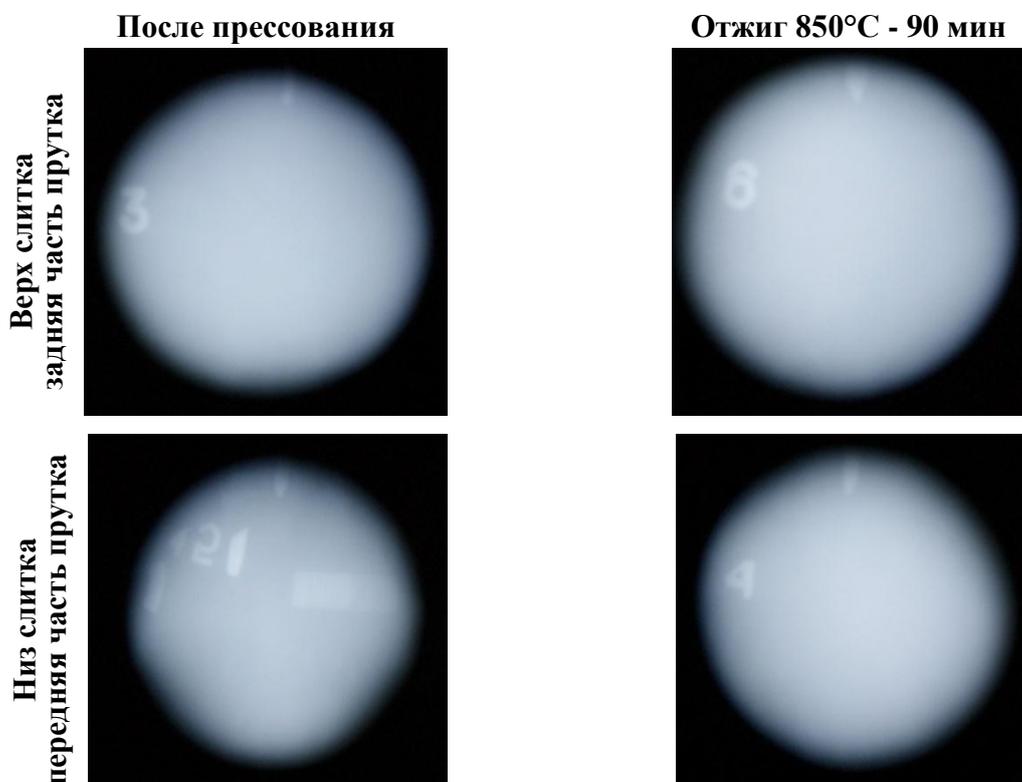


Рисунок 3.9 – Радиографические снимки темплетов прессованного прутка диаметром 89 мм, изготовленного из слитка слава НТ-47 диаметром 320 мм ВДГП-ВДП.

Результаты радиографических исследований говорят о том, что качество материала, унаследованное от исходных /обточенных слитков диаметром 320 мм / 297 мм слава НТ-47, выплавленных по способам ВДП-ВДГП-ВДП и ВДГП-ВДП, в процессе деформационного передела не изменяется.

Для примера на рисунке 3.10 представлены результаты радиографического контроля темплетов от слитка ВДГП-ВДП-ВДП диаметром 360 мм, выплавленного по не оптимальному режиму – с большой скоростью плавки, и изготовленного из него прутка диаметром 80 мм с типичными дефектами в виде «канальных сегрегаций» («темных точечных пятен») и «дендритных колец».

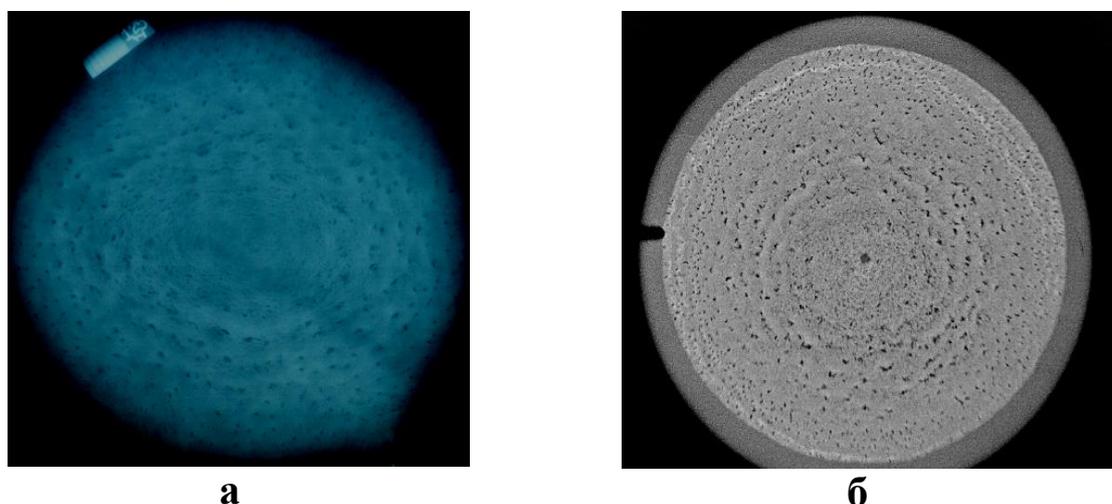


Рисунок 3.10 – Радиографические снимки темплетов сплава НТ-47 ВДГП-ВДП-ВДП с дефектами в виде «темных точечных пятен» и «дендритных колец»: а – слиток диаметром 360 мм, б – пруток в медной оболочке диаметром 80 мм

Структурное состояние прутка сплава НТ-47 диаметром 108 мм послековки обточенного слитка диаметром 297 мм ВДП-ВДГП-ВДП в интервале температур 1050 °С и 900 °С и последующего отжига при температуре 850 °С в течение 90 мин с охлаждением в воду представлено на рисунке 3.11.

Металлографические исследования образцов, отобранных от передней и задней частей прутка показывают, что увеличение пространства деформации за счет увеличения размера слитка приводит к полной проработке материала в процессе его передела. Во всем сечении прутка следы деформируемой структуры отсутствуют, формируется полностью рекристаллизованная структура.

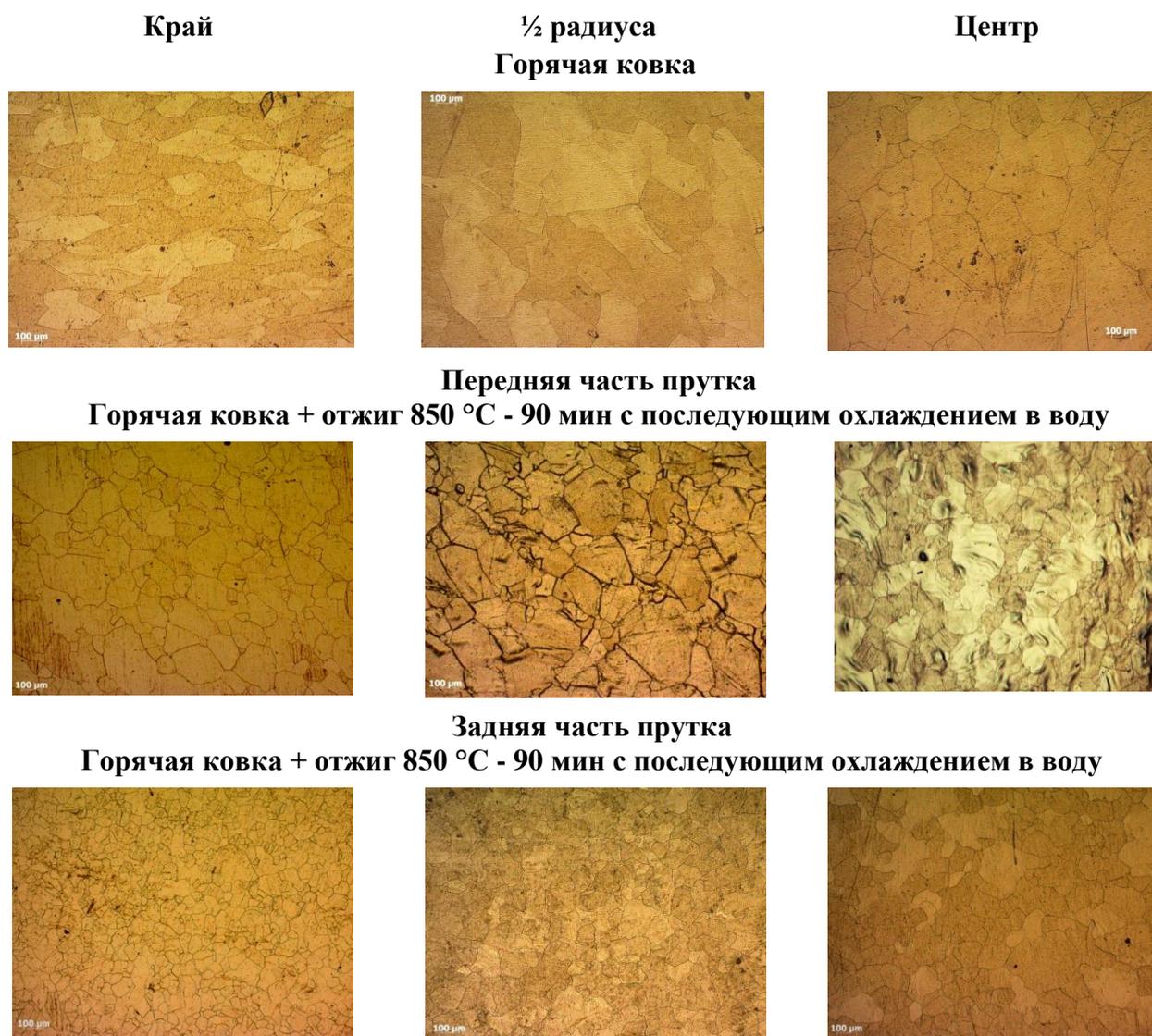


Рисунок 3.11 – Микроструктура кованного прутка диаметром 108 мм, изготовленного из слитка слава НТ-47 диаметром 297 мм ВДП-ВДГП-ВДП.

В задней части прутка большая часть зерен имеет мелкозеренную рекристаллизованную структуру со средним размером зерна 76 мкм, и лишь в центре заготовки видны зерна большего размера. В передней части прутка средний размер зерна по темплету составляет 94 мкм, проявляется рост рекристаллизованных зерен и наблюдаются начальные стадии собирательной рекристаллизации. Последнее связано с тем, что в передней части прутка процессы рекристаллизации начинают развиваться уже во время охлаждения прутка после ковки – до проведения рекристаллизационного отжига. Для выравнивания структуры в передней и задней частях прутка на последней стадии ковки была снижена температура начала и окончания ковки до 900 °С и 700 °С

соответственно, что обеспечивает формирование однородной рекристаллизованной структуры со средним размером зерна 60 мкм во всем сечении передней и задней частей прутка.

Металлографические исследования прутка диаметром 89 мм, изготовленного с применением операции прессования из обточенного слитка слава НТ-47 диаметром 297 мм ВДП-ВДГП-ВДП, подтверждают, что использованный подход в увеличении размера слитка и разработанные режимы его переработки приводят к полной проработке материала (см. рисунок 3.12).

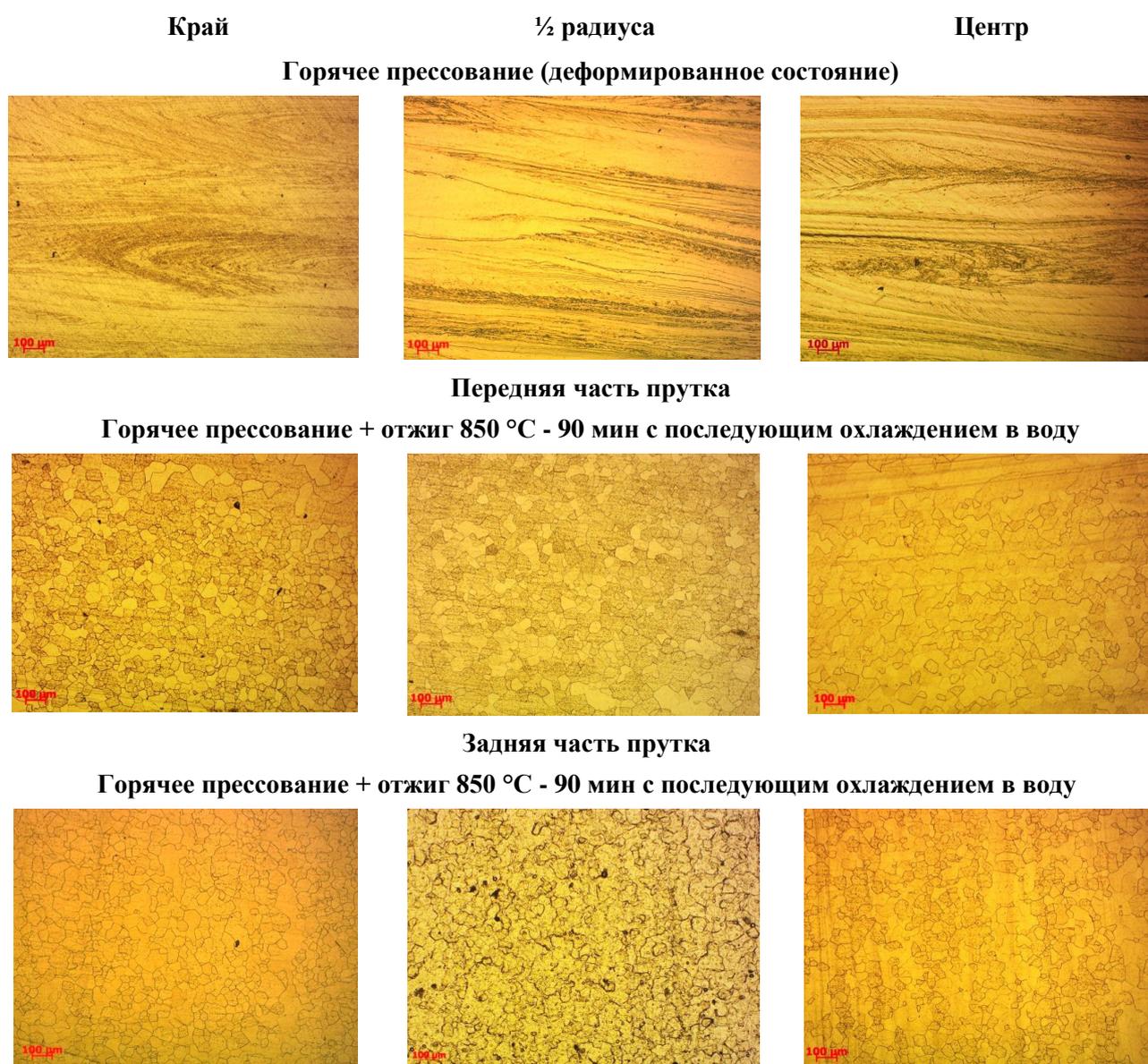


Рисунок 3.12 – Микроструктура прессованного прутка диаметром 89 мм, изготовленного из опытного слитка диаметром 297 мм слава НТ-47, выплавленного по способу ВДП-ВДГП-ВДП.

После отжига при температуре 850 °С в течение 90 мин с охлаждением в воду наблюдается рекристаллизованная структура по всему сечению прутка со средним размером зерна 50 мкм.

Такая же микроструктура наблюдается и в прутке диаметром 89 мм, изготовленном с применением операции прессования из обточенного слитка сплава НТ-47 диаметром 297 мм, выплавленного по способу ВДГП-ВДП.

Результаты измерения твердости по Виккерсу исследованных образцов приведены на рисунке 3.13. Из результатов измерений твердости следует, что на всех полученных прутках значения твердости существенно ниже допустимого значения 170 кг/мм² (HV10).

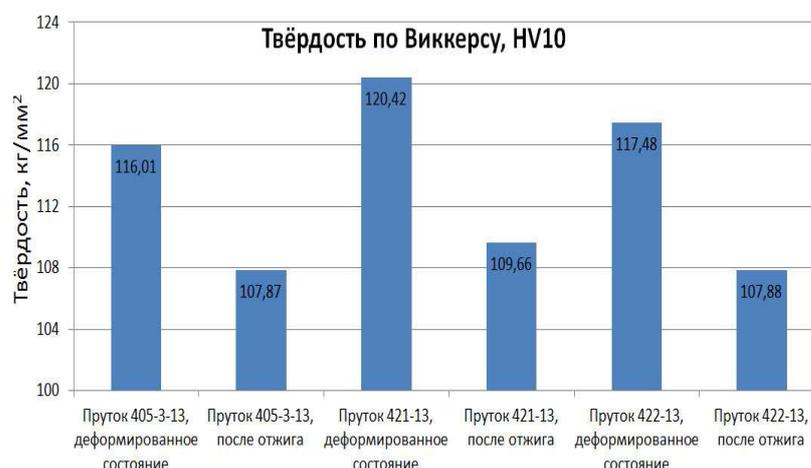


Рисунок 3.13 – Твёрдость прутков диаметром 89 мм, изготовленных из слитков сплава НТ-47 диаметром 320 мм: 405-3-13 (ВДП-ВДГП-ВДП); 422-13 (ВДГП-ВДП)

В завершение данного раздела следует сказать, что прутки диаметрами 108 мм и 89 мм, полученные из опытных слитков диаметром 320 мм сплава НТ-47 по разработанным схемам (рисунок 3.14) с применением операции ковки на ковочном комплексе OFL-12 MN (1) и с применением операции прессования на прессе усилием 6000 т.с. (2), представляют собой однородный, гомогенный материал, со структурой и твёрдостью, удовлетворяющими требованиям к материалам, используемым в технологии изготовления сверхпроводящих NbTi проводов. Кроме того, полученные прутки по структурному состоянию

превосходят прутки диаметром 89 мм, изготавливаемые по штатной схеме (см. рисунок 1.19) для производства стрендов по проекту ИТЭР.

Выход годного при изготовлении прутков диаметром 85-89 мм с применением операции прессования из цилиндрических заготовок размером $\varnothing 297 \times 700-760$ мм – слитков после обточки на 4-5 % выше, чем при изготовлении из штатного конического слитка размером $\varnothing 180 \times \varnothing 197 \times 600$ мм. При этом производительность процесса выше в 2,5-3 раза.

Наличие прутка сплава НТ-47 диаметром 108 мм с регламентированной структурой обеспечивает возможность изготовления триметаллического прутка Cu/Nb/NbTi из заготовки большего размера – $\varnothing 130 \times 490$ мм, что приводит к повышению производительности процесса в 1,4 раза.

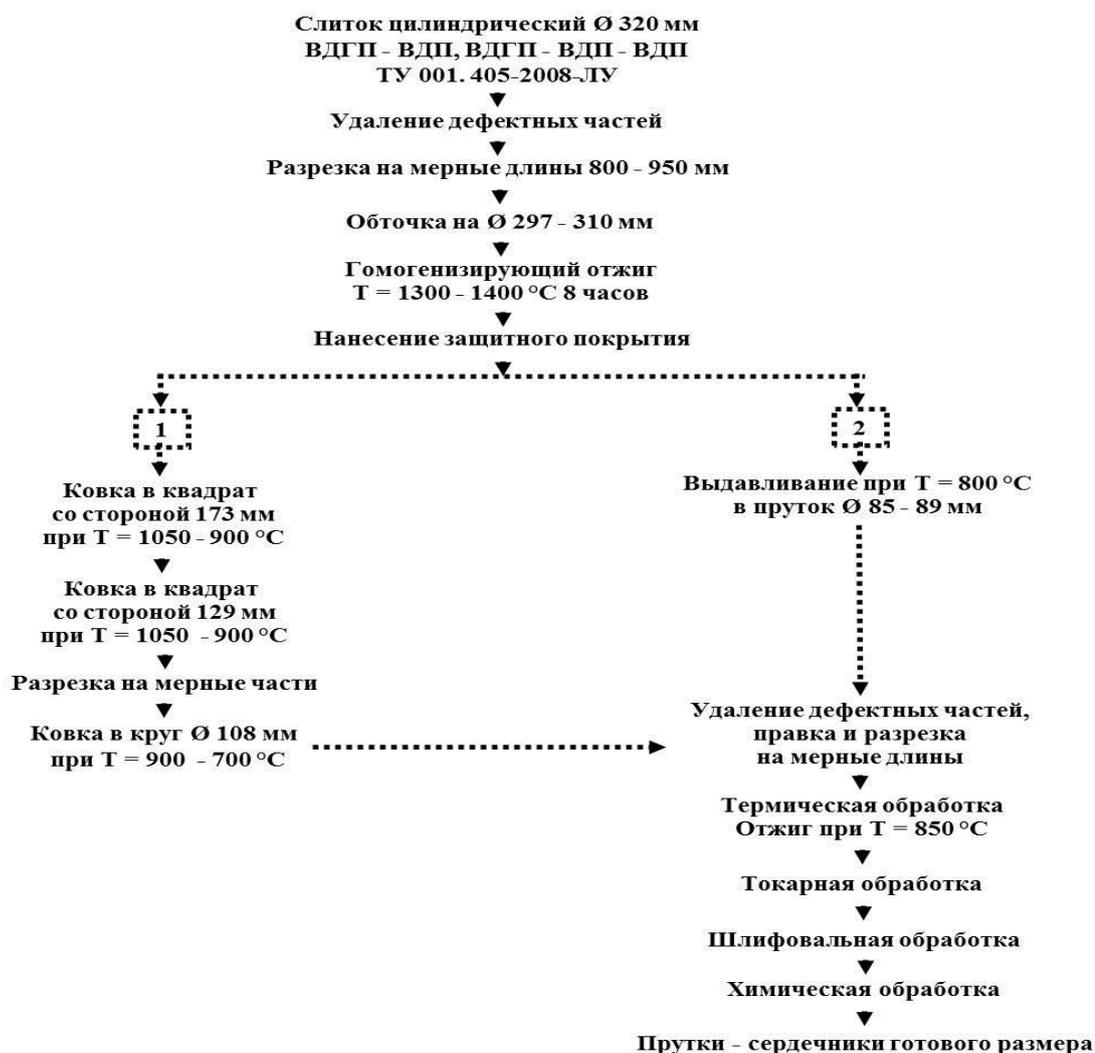


Рисунок 3.14 – Принципиальные технологические схемы получения прутков сплава НТ-47 из слитков диаметром 320 мм

3.4. Исследование свойств тонколистового ниобия, предназначенного для изготовления многослойного диффузионного барьера

Начиная с толщины $\sim 0,3$ мм листы из ниобия обладают необходимой технологичностью при их скрутке на диаметр ~ 70 мм. Длина ~ 1500 мм позволяет сформировать тонкостенный многослойный барьер различной толщины: 0,6 мм; 0,9 мм; 1,2 мм вплоть до 1,5 мм для триметаллической заготовки диаметром 100 мм. На рисунке 3.15 показаны листы из тонколистового ниобия толщиной 0,26 мм с высоким качеством поверхности и желаемой кривизной, полученные в опытном цехе АО «ВНИИНМ», для изготовления многослойного диффузионного барьера.

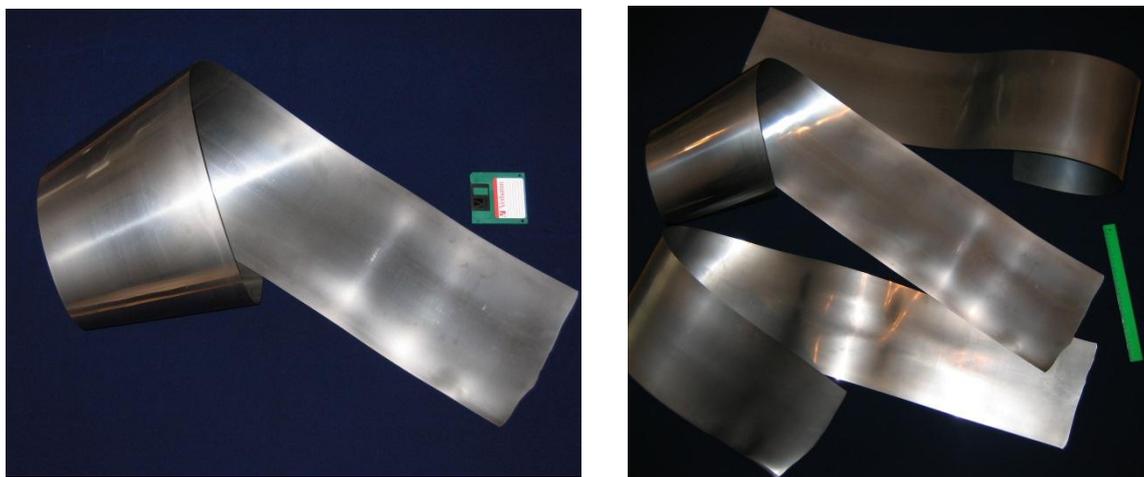


Рисунок 3.15 – Листы из ниобия толщиной 0,26 мм, размером 240×1500 мм

Исследования микротвердости образцов, отобранных от изготовленных листов и отожженных при разных температурах, представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 Микротвердость ниобиевого листа толщиной 0,26 мм в отожженном состоянии

№ образцов п/п	H _{μ,ср} при нагрузке 100 г после отжига в течение 1 ч					
	900 °С	950 °С	1000 °С ч	1050 °С	1100 °С	1150 °С
1 край	128 ± 1,0	123 ± 2,6	121 ± 1,0	98± 12	98±1,5	90±1,0
2 середина	87 ± 0,3	110 ± 7,3	104 ± 1,0	98±2,0	99±1,0	87±2,2
3 центр	88 ± 1,0	120 ± 1,7	114 ± 5,3	97±1,2	88±0,7	90±1,5
4 середина	128 ± 5,6	125 ± 0,5	117 ± 5,0	98±2,2	88±2,0	87±1,7
5 край	126 ± 0,5	120 ± 0,6	109 ± 1,3	96±2,3	91±2,2	91±1,2

Как следует из таблицы заметное снижение и высокая однородность микротвердости происходит после отжига при температуре 1050 °С.

Структурное состояние образцов, отожженных в вакууме при температурах 950; 1000; 1050 и 1100 °С в течение 1 часа представлено на рисунке 3.16.

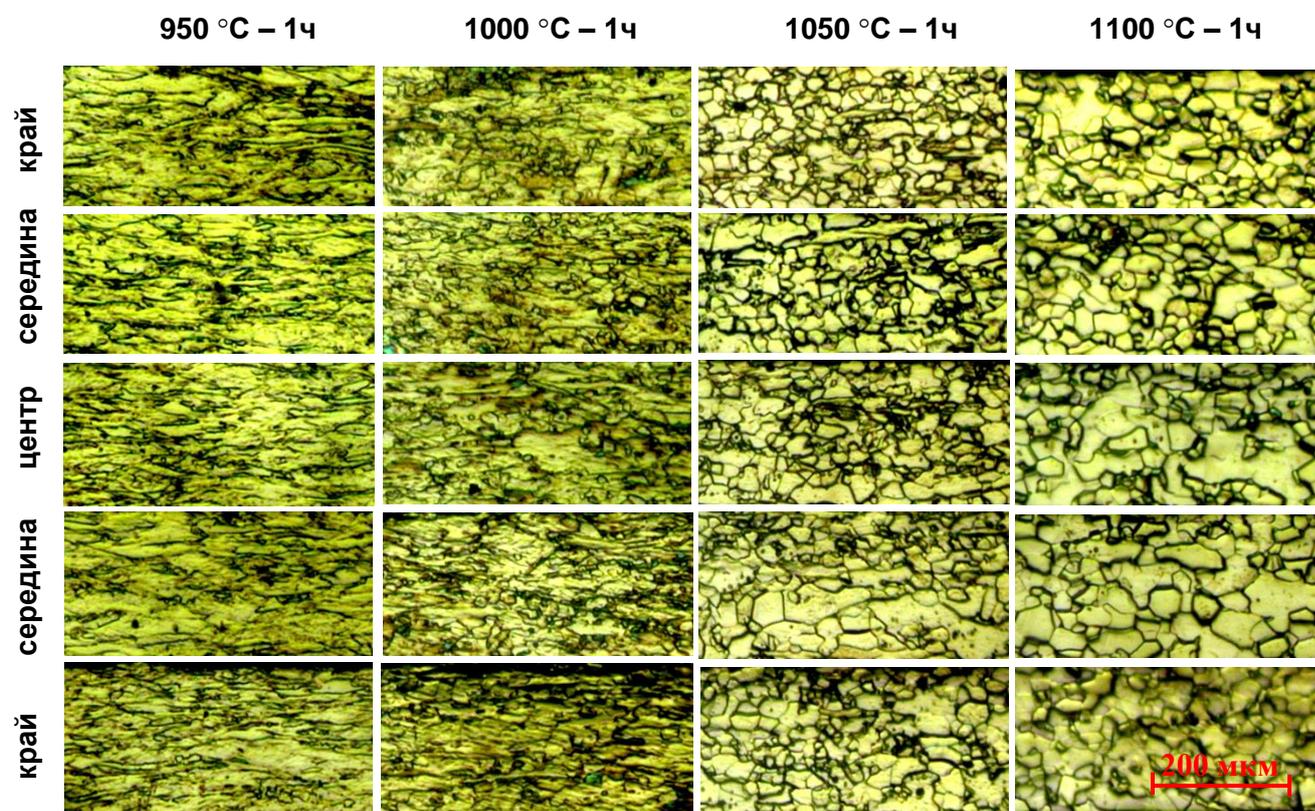


Рисунок 3.16 – Микроструктура образцов ниобиевого листа толщиной 0,26 мм в отожженном состоянии

Начало рекристаллизации происходит уже при температуре 950 °С. При температуре отжига 1000 °С по всему объему шлифа старые деформированные зерна постепенно начинают исчезать, появляются равноосные зерна и при температуре отжига 1050 °С большая часть зерен имеет мелкозеренную рекристаллизованную структуру, т.е. происходит стадия полной рекристаллизации. Дальнейшее увеличение температуры отжига до 1100-1150 °С приводит к росту зерен по всему объему образца, наблюдаются начальные стадии собирательной рекристаллизации.

Механические характеристики листа в деформированном состоянии и после отжига при разных температурах приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Результаты механических испытаний плоских образцов, изготовленных из ниобиевого листа толщиной 0,26 мм вдоль направления прокатки

№ п/п	Режим отжига	$\sigma_{\text{в}}$, кгс/мм ²	$\sigma_{0,2}$, кгс/мм ²	$\sigma_{\text{т.в}}$, кгс/мм ²	$\sigma_{\text{т.н}}$, кгс/мм ²	δ , %
1	деформ. сост.	46,4	44,2	-	-	8,0
2	деформ. сост.	45,2	43,1	-	-	7,0
3	900 °С - 1 час	39,1	-	34,2	34,1	23,5
4	900 °С - 1 час	38,6	-	33,2	33,2	24,0
5	950 °С - 1 час	36,9	-	31,4	31,3	21,5
6	950 °С - 1 час	36,8	-	31,4	31,1	22
7	1000 °С - 1 час	34	-	30,0	28,3	27
8	1000 °С - 1 час	34,9	-	29,8	29,2	25
9	1050 °С - 1 час	29,0	-	25,8	23,6	35,5
10	1050 °С - 1 час	29,3	-	25,3	24,1	36,5
11	1100 °С - 1 час	27,3	-	22,3	21,2	43,0
12	1100 °С - 1 час	27,2	-	23,6	21,6	43,5
13	1150 °С - 1 час	26,3	-	23,0	21,5	45,5
14	1150 °С - 1 час	26,7	-	23,2	21,5	45,0

В деформированных образцах на кривой растяжения определяли условный предел текучести (рисунок 3.17 а). В отожженных образцах на кривой растяжения характерно образование зуба и площадки текучести (рисунок 3.17 б), определяемые, так называемыми, верхним и нижним пределами текучести ($\sigma_{\text{т.в}}$ и $\sigma_{\text{т.н}}$). Относительное удлинение монотонно возрастает с увеличением температуры отжига.

Из сложившегося опыта изготовления NbTi сверхпроводников относительное удлинение ниобиевого барьера должно быть не менее 25 %. Этому критерию удовлетворяют все образцы, отожженные при температурах ≥ 1000 °С.

Оптимальное сочетание структурных и механических характеристик: полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерна 28 мкм, однородная микротвердость по сечению листа при нагрузке 100 г на уровне 98 единиц, предел текучести $\sigma_{\text{т}} = 231,3$ МПа, временное сопротивление разрушению $\sigma_{\text{в}} = 284,2$ МПа и относительное остаточное сопротивление $\delta = 36$ %

в листе из ниобия толщиной 0,26 мм обеспечивается после отжига при температуре 1050 °С в течение 1 часа.

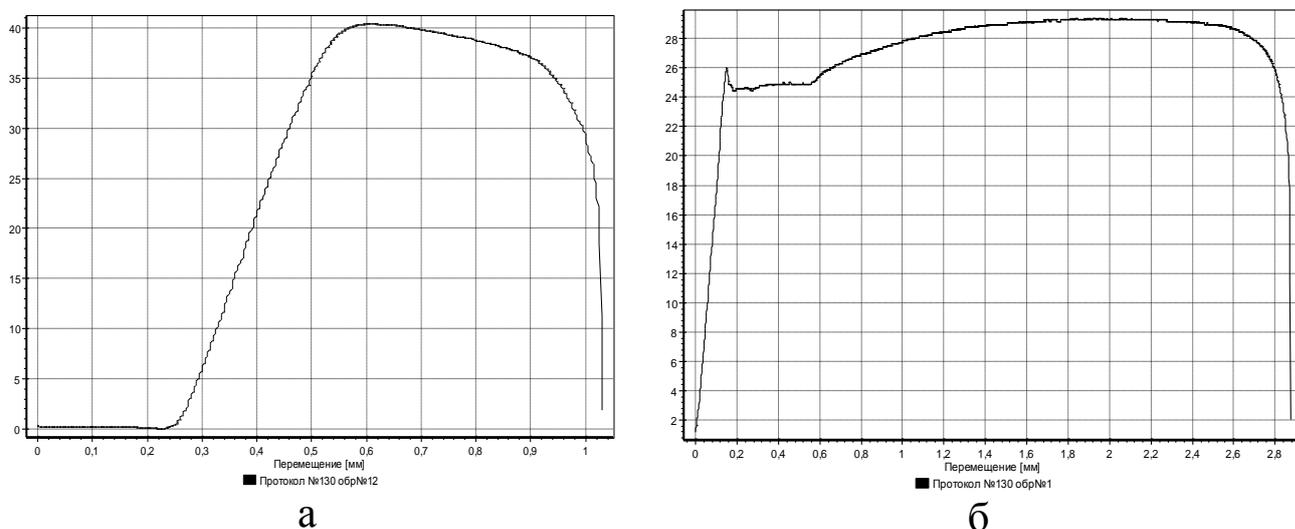


Рисунок 3.17 – Вид кривых растяжения образцов, изготовленных из ниобиевого листа толщиной 0,26 мм: а – в деформированном состоянии, б – после отжига 1050 °С – 1 ч

Увеличение пространства деформации при изготовлении многослойного диффузионного барьера из ниобия и разработанные режимы его изготовления обеспечивают временное сопротивление и предел текучести в полученном материале выше, чем для используемых в настоящее время диффузионных ниобиевых барьеров в виде обечаек из листа толщиной 1,0-1,2 мм (после отжига 1150 °С – 1 ч σ_B и $\sigma_{0,2}$ для него соответственно составляют 200-240 МПа и 130-180 МПа) и трубного барьера размером $\varnothing 87,35/\varnothing 85,2$ мм, толщиной 1,0 мм (после отжига 1100 °С – 1 ч. σ_B и $\sigma_{0,2}$ для него соответственно составляют 220 МПа и 123 МПа, а $\delta = 34 \%$).

По пределу текучести полученный материал гораздо ближе к $\sigma_{0,2}$ NbTi сплава, что позволяет рассчитывать на его более однородную деформацию в процессе изготовления сверхпроводящего провода.

С применением полученных листов из ниобия толщиной 0,26 мм – многослойного диффузионного барьера по разным вариантам были отработаны приёмы сборки триметаллических заготовок Cu/Nb/NbTi. Как методом простого натяжения листа (барьера) при обертывании сердечника из

сплава НТ-47 (рисунок 3.18), так и путем фиксации точечной сваркой первого слоя барьера с торца сердечника из сплава НТ-47 с последующим натяжением других слоев барьера и дальнейшем введением в медный чехол. Третий вариант сборки заключается в предварительной футеровке медного чехла многослойным барьером и последующим помещением сердечника из сплава НТ-47.



Рисунок 3.18 – Отработка приёмов сборки триметаллических заготовок Cu/Nb/NbTi с многослойным диффузионным барьером из ниобия: а – вид пятислойных барьеров перед сборкой, б – обертывание сердечника из сплава НТ-47 барьером методом простого натяжения

Используя полученный опыт, были изготовлены триметаллические заготовки Cu-0,5 Mn/Nb/NbTi и после предварительного обжата в гидростате отпрессованы при температуре 650 °С в триметаллические прутки диаметром 26 мм, на которых провели оценку состояния многослойного диффузионного барьера после «тёплой» деформации – прессования. Фрагменты поперечного и продольного сечений прессованного триметаллического прутка Cu-0,5 Mn/Nb/NbTi представлены на рисунке 3.19.

В триметаллических прутках после прессования при температуре 650 °С с вытяжкой 13 обеспечивается сварка слоев многослойного диффузионного барьера. Каких-либо пор, расслоений, окислов, крупных неметаллических включений и других дефектов на границах слоёв не выявлено. Как видно, границы барьера между сплавом NbTi и сплавом Cu-0,5 Mn чистые, ровные, четко

выраженные. Границ раздела между слоями ниобиевого барьера не удается выявить даже глубоким травлением, что говорит о качественной сварке между ними.

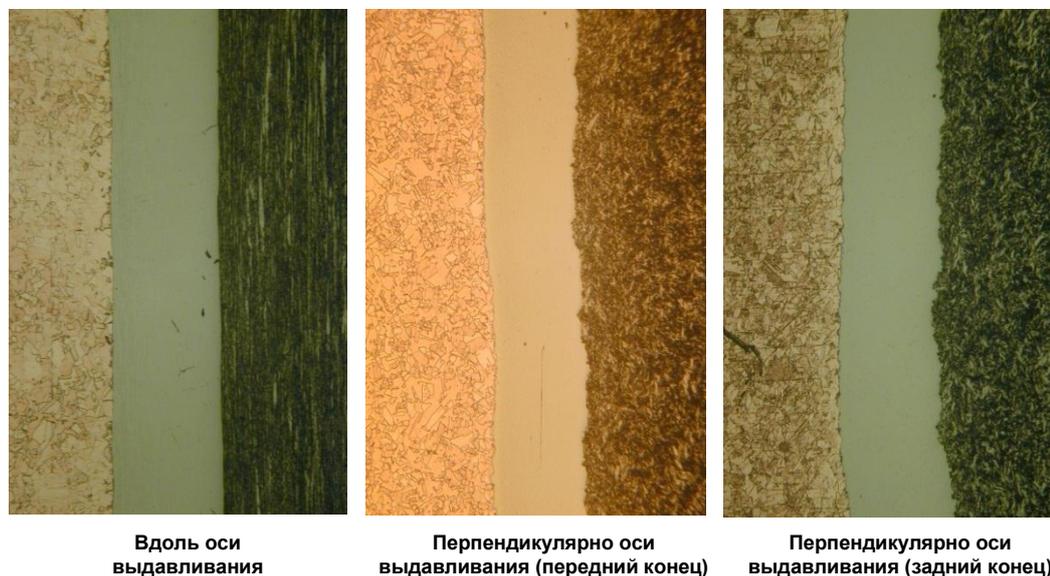


Рисунок 3.19 – Вид многослойного диффузионного барьера в триметаллических прутках Cu-0,5 Mn/Nb/NbTi диаметром 26 мм.

С использованием полученных триметаллических прутков в АО ЧМЗ изготовлена партия NbTi провода диаметром 0,8 мм конструкции 379×114 Вариант 1 в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для прототипа однослойного изогнутого дипольного магнита синхротрона SIS 100 ускорителя ФАИР.

3.5. Исследование структуры, механических и электрофизических свойств сплава Cu-0,5 Mn

Поскольку резистивный сплав Cu-0,5 Mn в промышленных условиях не выпускается, то перед использованием этого нового материала в производстве сверхпроводников были исследованы его механические и электрофизические свойства.

Исследование содержания Mn в слитке показывает 0,48 % по массе в верхней и нижней его частях.

Плотность выплавленного сплава Cu-0,5 Mn составляет $8,91 \text{ г/см}^3$. Для сравнения, плотность бескислородной меди при температуре $20 \text{ }^\circ\text{C}$ в рекристаллизованном состоянии лежит в диапазоне $8,45\text{-}8,90 \text{ г/см}^3$, в деформированном состоянии плотность меди изменяется от $8,7$ до $8,94 \text{ г/см}^3$ [58].

Чтобы более полно охарактеризовать однородность выплавленного слитка сплава Cu-0,5 Mn проведены металлографические исследования макроструктуры слитка и микрогетогенности распределения Mn в сплаве.

Фрагменты макроструктуры темплетов верхней и нижней частей слитка в продольном сечении представлены на рисунке 3.20.

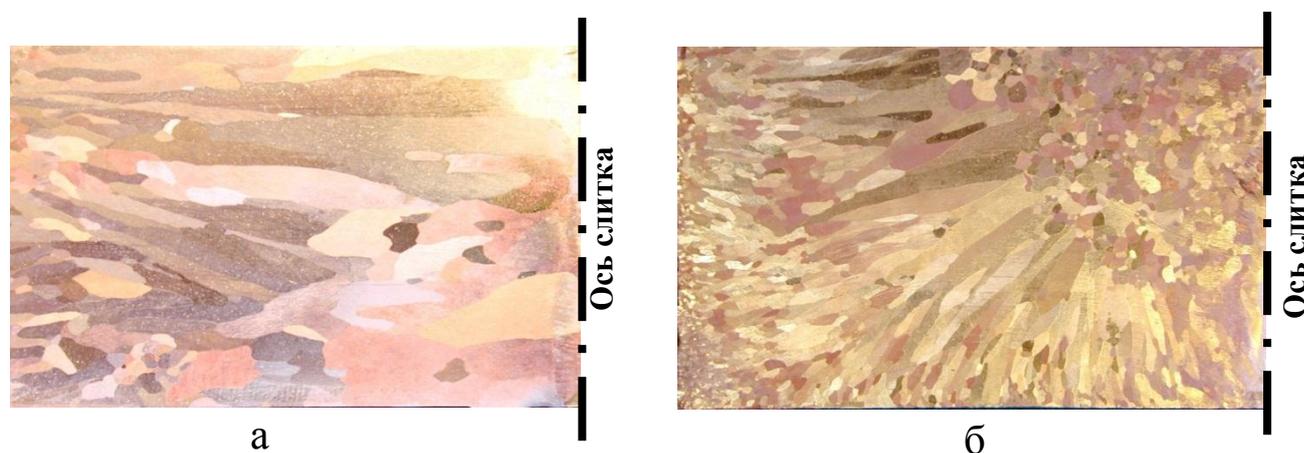


Рисунок 3.20 – Макроструктура слитка сплава Cu-0,5 Mn в продольном сечении $\times 1,5$:
а – темплет из верхней части слитка, б – темплет из нижней части слитка.

Видно, что слиток имеет классическую макроструктуру: равноосные зерна в центре и на периферии слитка и вытянутые зерна в зоне на половине радиуса. Дефектов, таких как крупные поры, трещины, включения и т. п. на поверхностях макрошлифов выявлено не было.

Профили микроконцентраций Mn в слитке представлены на рисунке 3.21. Исследования показывают, что в верхней и нижней частях слитка на периферии распределение марганца заметно более равномерно, с малыми отклонениями локальных значений концентраций Mn от средней величины в отличие от центральной области. Такой разброс микроконцентрации свидетельствует о более

заметном ликвационном процессе при затвердевании в центральной части, чем на периферии.

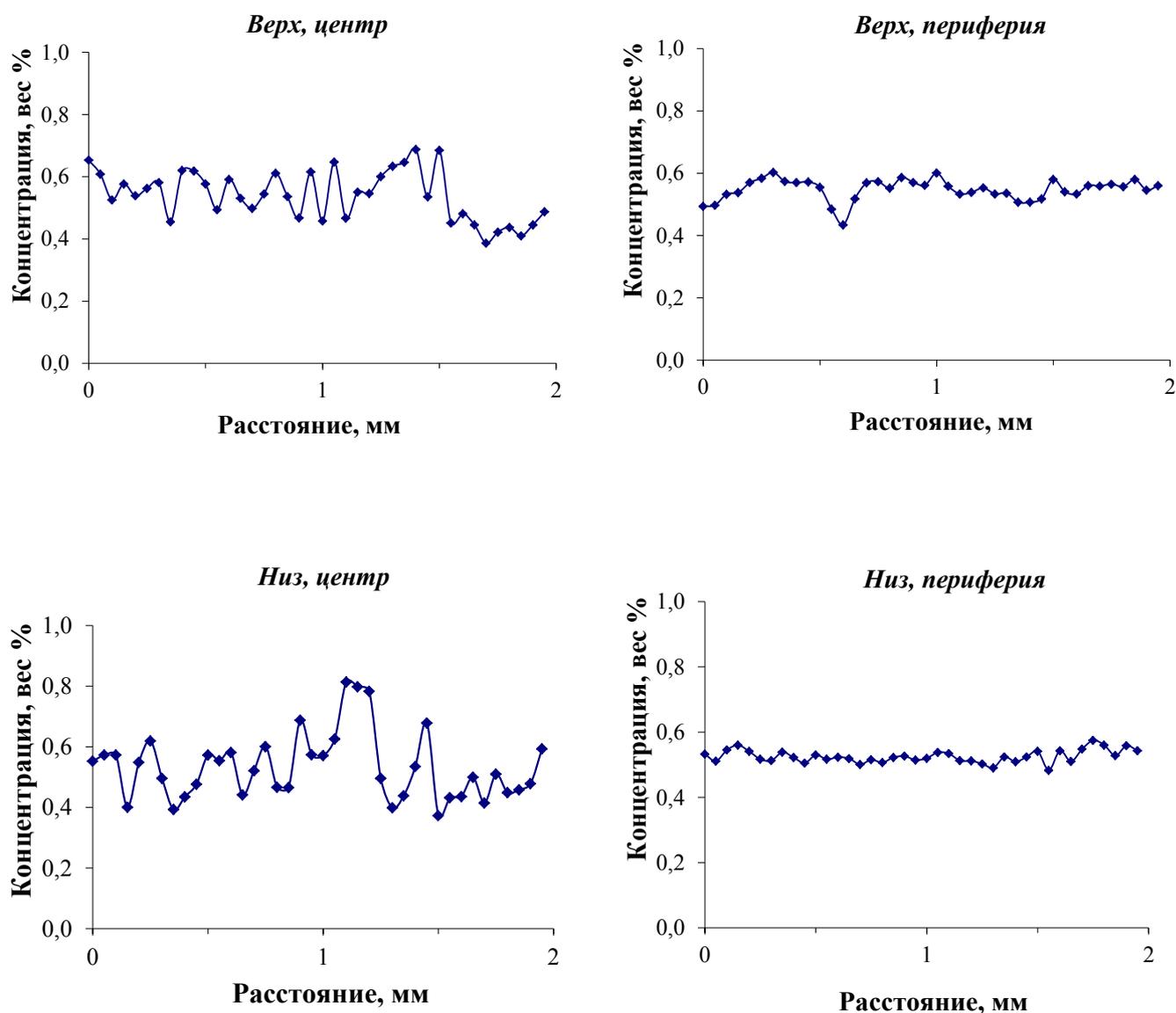


Рисунок 3.21 – Профили микроконцентраций Mn в верхней и нижней частях слитка

Изменение структуры сплава Cu-0,5 Mn и его прочностных характеристик от температуры отжига представлено на рисунках 3.22 и 3.23.

Холоднодеформированная структура сплава характеризуется волокнистым строением с нечёткими границами между раздробленными и вытянутыми кристаллами вдоль направления деформации, значение временного сопротивления сплава при комнатной температуре составляет 448 МПа.

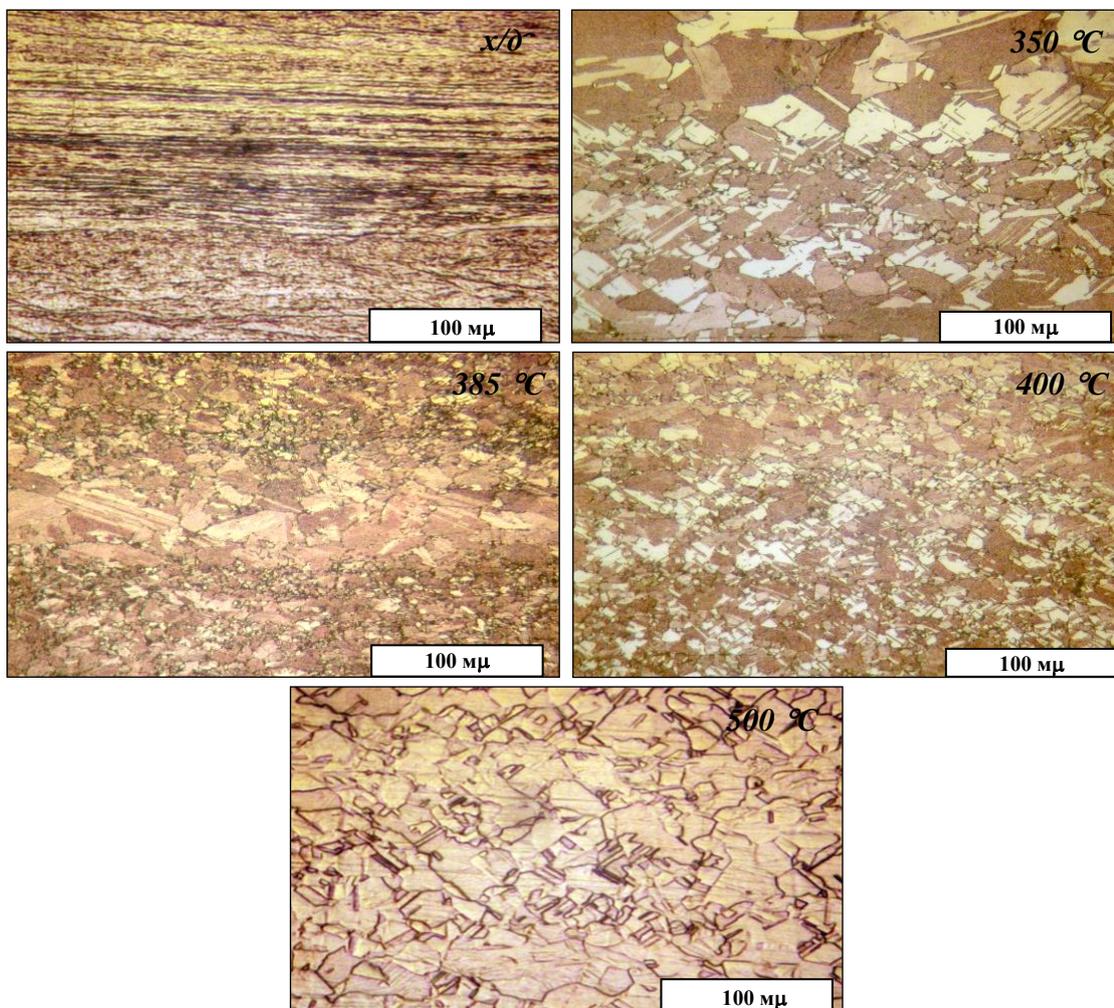


Рисунок 3.22 – Эволюция микроструктуры сплава Cu-0,5 Mn после проведения отжигов

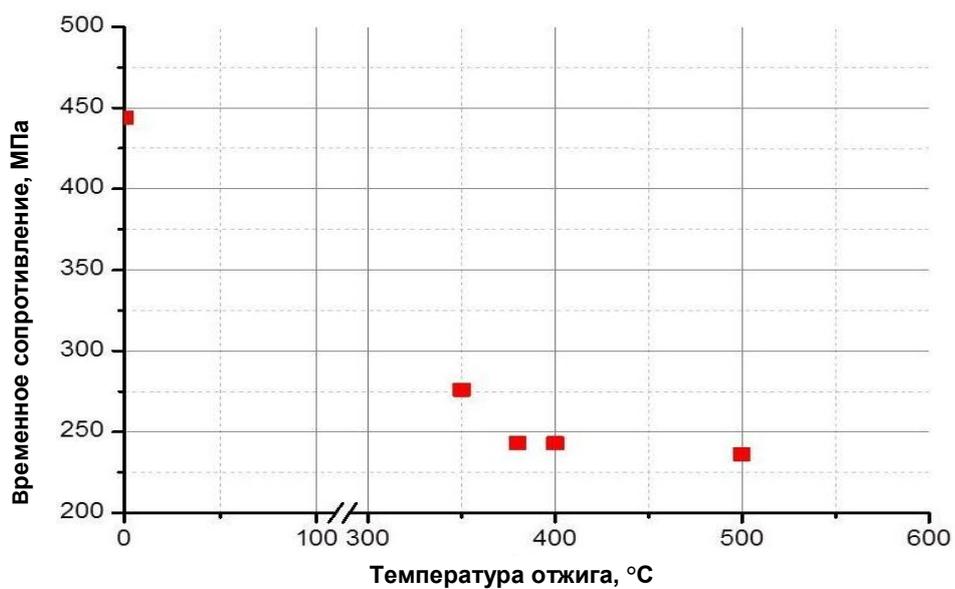


Рисунок 3.23 – Изменение временного сопротивления резистивного сплава Cu-0,5 Mn от температуры отжига

При температуре отжига 350 °С длительностью 1 час происходит исчезновение вытянутых деформируемых зёрен и образование новых зёрен, и временное сопротивление снижается до 275 МПа, т.е. более чем в 1,6 раза. При этом волокнистая структура холоднодеформированного состояния сменяется структурой, соответствующей неполной рекристаллизации. При температуре 385 °С в центре присутствует зона разнонаправленных многогранных зёрен, а на периферии образца постепенно образуются мелкозеренные равноосные зерна. Увеличение температуры до 400 °С приводит к развитию рекристаллизационного процесса, т.е. большую часть площади занимают мелкозеренные многогранные зёрна, и незначительно снижается значение временного сопротивления до 240 МПа. После отжига 500 °С происходит практически полная рекристаллизация сплава – как в центре, так и на периферии наблюдается полиэдрическая структура, временное сопротивление при этом достигает 235 МПа. Следует отметить, что в исследуемом интервале температур от 350 °С до 500 °С в сплаве образуется множество двойников отжига.

По сравнению с высокочистой бескислородной медью в деформированном (437 МПа) и отожжённом (225 МПа) состояниях добавление 0,5 мас. % марганца незначительно увеличивает временное сопротивление медно-марганцевого сплава, как в холоднодеформированном состоянии (444 МПа), так и отожжённом (235 МПа) при температуре 500 °С.

Зависимость прочностных характеристик резистивного сплава Cu-0,5 Mn и бескислородной меди от температуры испытания представлена на рисунке 3.24, из которого видно, что временное сопротивление и предел текучести меди и сплава Cu-0,5 Mn в интервале температур от 550 °С до 650 С практически совпадают.

Таким образом, по своим механическим свойствам сплав Cu-0,5 Mn практически не отличается от свойств бескислородной меди и его использование при производстве сверхпроводящего композитного провода не должно вносить серьезных изменений в технологию изготовления композитов.

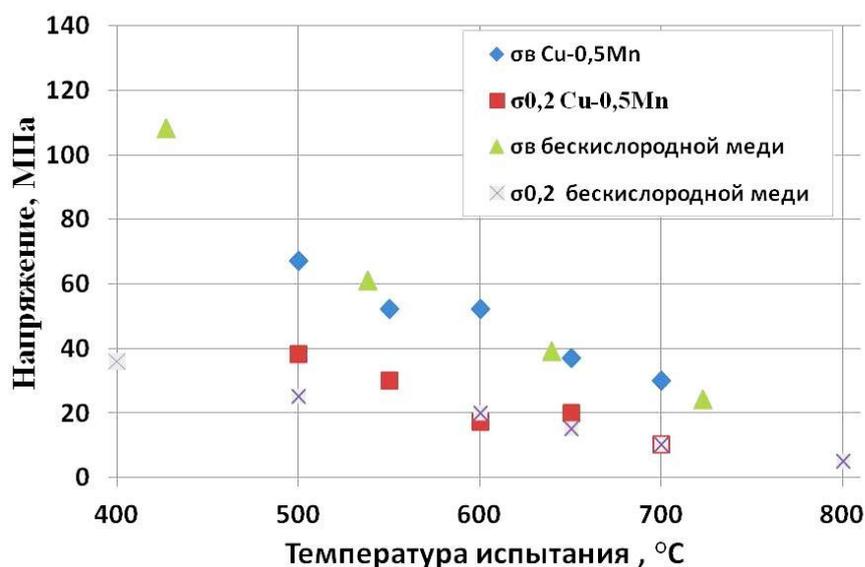


Рисунок 3.24 – Зависимость прочностных характеристик резистивного сплава Cu-0,5 Mn и бескислородной меди от температуры испытания

В соответствии с правилом Матиссена удельное сопротивление металлов представляют в виде:

$$\rho = \rho_{ид}(t) + \rho_{ост}, \quad (3.1)$$

где $\rho_{ид}(t)$ - идеальное электросопротивление, зависящее от температуры, которое для меди при $t = 20$ °С составляет $1,68 \text{ мкОм} \times \text{см}$;

$\rho_{ост}$ - остаточное электросопротивление, определяемое рассеянием электронов проводимости на кристаллографических дефектах.

Медь марки М0б (ГОСТ 859-2001), взятая при выплавке сплава в качестве основы, при температуре 20 °С имеет удельное электросопротивление $0,01706 \text{ мкОм} \times \text{м}$, т.е. $\rho_{ост}$ в исходной меди находится на уровне не менее $0,026 \text{ мкОм} \times \text{см}$.

Согласно закону Нордгейма для твёрдых растворов изменение $\rho_{ост}$ в зависимости от состава хорошо описывается параболической зависимостью вида:

$$\rho_{ост} = C X_a X_b = C X_b (1 - X_b), \quad (3.2)$$

где C - константа, зависящая от природы сплава; X_a и X_b атомные доли компонентов в сплаве.

Представив возрастающую ветвь параболы в виде прямой, как для разбавленных растворов, с удовлетворительной точностью получим:

$$\rho_{ост} \approx C X_b, \quad (3.3)$$

где константа C характеризует изменение остаточного сопротивления $\Delta\rho_{ост}$ на 1 ат. % легирующего компонента, т.е. в данном случае марганца.

Учитывая, что значения коэффициента C для Mn равно 2,9 мкОм×см/ат. %, а концентрация Mn составляет 0,48 мас. % или 0,56 ат. %, то прирост остаточного сопротивления, связанный с введением в твердый раствор данного количества Mn составит 1,624 мкОм×см. Это значение примерно соответствует удельному сопротивлению образцов сплава при температуре 4,2 К ($\rho_{ост} = \rho_{4,2\text{ К}}$), и приводит к увеличению удельного сопротивления при комнатной температуре на ту же величину, в соответствии с формулой (1), т.е.:

$$\rho_{20\text{ }^\circ\text{C}} = \rho_{уд}(t) + \rho_{ост} = 1,68 + 0,026 + 1,624 = 3,33 \text{ мкОм}\times\text{см}.$$

Измеренные и расчётные значения удельного электрического сопротивления резистивного сплава Cu-0,5 Mn приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Удельное электросопротивление сплава Cu-0,5 Mn

Температура	Удельное сопротивление ρ (мкОм×см)	
	вакуумный отжиг 500 °С в течение 1 ч	Расчёт
293 К	3,42	3,33
4,2 К	1,70	1,65

Из полученных слитков резистивного сплава Cu-0,5 Mn размером Ø180×385 мм были изготовлены чехлы под триметаллические заготовки для изготовления NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для прототипов магнитов синхротронов SIS 300 и SIS 100 ускорителя ФАИР.

Слитки сначала были переработаны в штампованные трубные заготовки путём обратного выдавливания на гидравлическом вертикальном прессе с усилием 700 т.с. при температуре 850 °С, а затем последовательно в прессованные трубные заготовки путём прямого выдавливания на гидравлическом вертикальном прессе с усилием 1600 т.с. при температуре 650 °С и в трубные втулки путём механической обработки. Моменты изготовления трубных втулок из слитков Ø180 мм резистивного сплава Cu-0,5 Mn представлены на рисунке 3.25. Из трубных втулок точением изготавливались трубные чехлы готового размера.

Это свидетельствует о том, что качество полученного материала и разработанные режимы его переработки позволяют изготавливать из сплава Cu-0,5 Mn требуемые полуфабрикаты и изделия.



Рисунок 3.25 – Моменты изготовления трубных втулок из резистивного сплава Cu-0,5 Mn: а – штампованные трубные заготовки после обточке и обрезки дна, б – прессованные трубные заготовки, в – трубные втулки после обрезки прессостатка и токарной обработки

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

1. Проведено исследование деформационного упрочнения сверхпроводящего сплава НТ-47 на впервые обработанных заготовках размером $\text{Ø}32 \times 60$ мм с применением интенсивной пластической деформации – методом РКУП и изучение трансформации структуры, как при деформировании после последовательных ходов прессования 1, 2, 4, 6 и 8 соответствующих истинным степеням деформации 1,15; 2,30; 4,60; 6,90 и 9,20, так и при последующем отжиге в интервале температур 400-700 °С.

В процессе обработки РКУП растрескиваний и расслоений сплава НТ-47 не выявлено. Деформационное упрочнение происходит интенсивно при увеличении деформации до 2,30. Микротвердость возрастает с 115 кг/мм² до 154 кг/мм². Дальнейшее увеличение деформации до 9,20 приводит к незначительному увеличению микротвердости до 165 кг/мм².

Установлено, что в сплаве НТ-47 после шести ходов (деформация 6,90) и отжига при температуре 600 °С во всем сечении заготовки формируется однородная полностью рекристаллизованная структура с размером зерна до ≤ 1 мкм, который в 50 раз меньше по сравнению с исходным состоянием. При температуре отжига 700 °С после всех ходов прессования во всем сечении заготовки наблюдается структура рекристаллизации с размером зерна в интервале 3-10 мкм.

2. Исследовано структурное состояние прутка сплава НТ-47 диаметром 89 мм, полученного из конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм по разработанной усовершенствованной схеме с использованием операции осадки слитка на сферическую шайбу. После отжига при температуре 850 °С в течение 90 мин следы деформируемой структуры полностью исчезают. За счет выравнивания деформации в центральных и периферийных слоях прессуемой заготовки улучшается однородность проработки на всей длине и в поперечном сечении материала большая часть зерен (> 80 %) имеет мелкозеренную рекристаллизованную структуру со средним размером зерна ~ 40 мкм на

$\frac{1}{2}$ радиуса прутка. В прутках, получаемых по штатной технологической схеме, мелкозеренная рекристаллизованная структура формируется только на $\frac{1}{4}$ радиуса.

3. Исследованы гомогенность впервые выплавленных цилиндрических слитков сплава НТ-47 диаметром 320 мм трехкратного ВДП-ВДГП-ВДП и двухкратного ВДГП-ВДП переплавов и структура, изготовленных из них прутков диаметрами 108 мм и 89 мм по разработанным технологическим схемам соответственно с применением операцийковки и прессования.

Исследованиями гомогенности радиографическим методом – просвечиванием всего сечения темплетов, как от слитков сплава НТ-47 диаметром 320 мм трехкратного ВДП-ВДГП-ВДП и двухкратного ВДГП-ВДП переплавов, так и от изготовленных из них прутков диаметрами 108 мм и 89 мм показано, что плотность потемнения на всех темплетах по всему радиографическому снимку постоянна – соответствует однородному гомогенному материалу.

Металлографическими исследованиями показано, что увеличение размера слитка и разработанные режимы их деформации в прутки диаметром 108 мм и 89 мм соответственно с применением операцииковки и прессования приводят к полной проработки получаемого материала и после отжига при температуре 850 °С во всем сечении прутков формируется полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерна 40-50 мкм во всех частях прутка диаметром 89 мм и 94 мкм и 76 мкм соответственно в передней и задней частях прутка диаметром 108 мм. Для уменьшения размера зерна в прутке диаметром 108 мм оптимизирован режимковки, в частности снижена температураковки для последних переходов.

4. Исследованы свойства впервые выпущенных в условиях АО «ВНИИНМ» листов из ниобия толщиной 0,26 мм для изготовления многослойного диффузионного барьера. Увеличение пространства деформации и используемые режимы деформации с промежуточными отжигами делают возможным получение полностью рекристаллизованной структуры и однородной микротвердости во всем сечении листа.

Определен режим рекристаллизационного отжига $1050\text{ }^{\circ}\text{C} - 1\text{ час}$, обеспечивающий в листах из ниобия толщиной $0,26\text{ мм}$ оптимальное сочетание механических и структурных характеристик: полностью рекристаллизованную структуру со средним размером зерна 28 мкм , однородную микротвердость по сечению листа при нагрузке 100 г на уровне 98 единиц, $\sigma_T = 231,3\text{ МПа}$, $\sigma_B = 284,2\text{ МПа}$ и $\delta = 36\text{ \%}$.

По структурному состоянию и прочностным характеристикам изготовленные листы из ниобия толщиной $0,26\text{ мм}$ превосходят лист толщиной $1,0-1,2\text{ мм}$ и трубу толщиной $1,0\text{ мм}$, используемые в качестве диффузионных барьеров.

Из полученных листов ниобия толщиной $0,26\text{ мм}$ изготовлен многослойный (5-ти слойный) диффузионный барьер и проведены металлографические исследования его состояния в прессованном триметаллическом прутке $\text{Cu}-0,5\text{ Mn/Nb/NbTi}$ диаметром 26 мм . Границы барьера чистые, ровные, четко выраженные. Границ раздела между слоями не выявлено даже после глубокого травления, что свидетельствует об образовании качественной сварке между ними.

5. Проведены исследования свойств резистивного сплава $\text{Cu}-0,5\text{ Mn}$. По результатам исследований показано, что:

- плотность сплава $\text{Cu}-0,5\text{ Mn}$ в литом состоянии составляет $8,91\text{ г/мм}^3$;
- полученный сплав $\text{Cu}-0,5\text{ Mn}$ имеет высокую однородность распределения марганца с малыми отклонениями локальных значений концентраций Mn от средней величины;
- в сплаве $\text{Cu}-0,5\text{ Mn}$ после отжига $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходит практически полная рекристаллизация с образованием полиэдрической структуры с множеством двойников отжига;
- введение $0,5\text{ мас. \%}$ марганца в медную матрицу незначительно увеличивает временное сопротивление, как в холоднодеформированном, так и отожжённом при температуре $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ состояниях.

- временное сопротивление и предел текучести образцов меди и сплава Cu-0,5 Mn при испытаниях в интервале температур от 550 °С до 650 °С практически совпадают;

- удельное электросопротивление резистивного сплава Cu-0,5 Mn при температуре 293 К и при температуре 4,2 К составляет соответственно 3,42 мкОм×см и 1,70 мкОм×см. Удельное сопротивления при криогенной температуре сплава выше чем у исходной меди примерно на два порядка.

Полученный сплав Cu-0,5 Mn по структурному состоянию, по механическим и физическим свойствам удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалу для межволоконной матрицы в композитном сверхпроводящем проводе.

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ NbTi СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ПРОВОДОВ С НИЗКИМИ ПОТЕРЯМИ ДЛЯ МАГНИТОВ УСКОРИТЕЛЯ ФАИР

При разработке конструкции и технологии изготовления проводов нового класса для ускорителя ФАИР предстояло определить достигаемый комплекс свойств, включая уровень критической плотности тока, потерь энергии, шаг твистирования и другие параметры.

Согласно предварительным требованиям к проводу для ускорителя ФАИР (таблица 1.2) было заявлено, что провод диаметром 0,50-0,65 мм с диаметром волокна ~ 3,5 мкм, плотностью критического тока на уровне 3000 А/мм² (5 Тл; 4,2 К) и минимальными потерями должен быть изготовлен в медной матрице.

Для обеспечения запрашиваемой плотности критического тока 3000 А/мм² (5 Тл; 4,2 К), находящейся практически на верхнем пределе промышленных возможностей, в сверхпроводящем проводе на основе ниобий-титанового сплава в медной матрице должны быть выполнены по крайней мере два условия. Во-первых, в ниобий-титановых волокнах должна быть обеспечена оптимальная микроструктура без образования частиц интерметаллического соединения на поверхности волокон. Во-вторых, композиционный проводник должен быть изготовлен с высокой геометрической однородностью сечения волокон по длине проводника.

Первое условие может быть обеспечено соответствующим сочетанием холодной деформации и промежуточных термообработок, а также введением ниобиевого диффузионного барьера. Однако стоит иметь в виду, что для обеспечения своих защитных свойств (предотвращения образования интерметаллидов на основе соединения Ti-Cu за счет диффузии меди через барьер) в конструкции провода с конечным диаметром волокна 6 мкм ниобиевый барьер занимает ~ 3-5 % от площади волокна. При конечном диаметре волокна 2,5 мкм ниобиевый барьер по той же причине занимает уже ~ 8-12 % от площади

волокна, потерьной для сверхпроводящего сплава [59, 60], что при прочих равных условиях приводит к снижению критической плотности тока.

Для выполнения второго условия композитный проводник должен быть изготовлен по методу однократной сборки с высоким локальным коэффициентом заполнения ($KZ_{\text{лок}}$) 75-80 % в волоконной области. Это означает, что отношение межволоконного расстояния (s) к диаметру волокна (d) должно быть на уровне $0,12 \div 0,16$. Так как $KZ_{\text{лок}}$ в проводе связан с отношением межволоконного расстояния к диаметру волокна (s/d) выражением: $KZ_{\text{лок}} = 1/(1+s/d)^2$, то при соблюдении заданного соотношения s/d в проводе с уменьшением диаметра волокна расстояние между волокнами тоже должно уменьшаться. В таблице 4.1 приведено изменение межволоконного расстояния от диаметра волокна для соотношения $s/d = 0,15$.

Таблица 4.1 Межволоконное расстояние для разных значений диаметра волокна

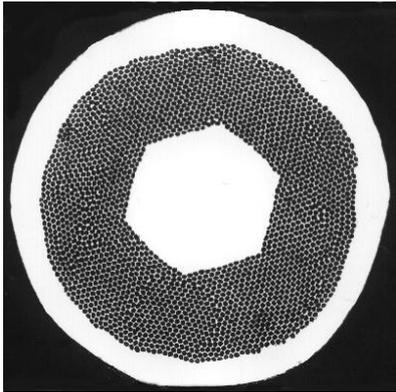
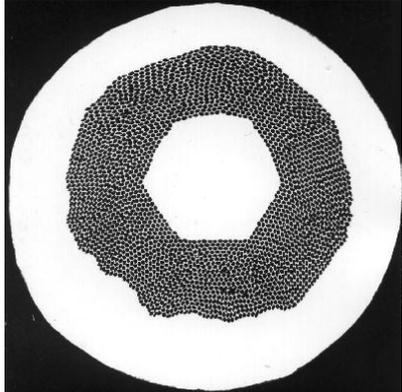
$s/d = 0,15$					
d, мкм	2,5	3,5	4,5	5,5	6,5
s, мкм	0,375	0,525	0,675	0,875	0,975

Для волокна диаметром 3,5 мкм межволоконное расстояние должно быть не более 0,53 мкм. Межволоконное расстояние, при котором не возникает электромагнитного взаимодействия между волокнами, составляет, в соответствии с формулой 1.6 (глава 1), не менее двух характеристических длин - ξ , и, в случае матрицы из меди, должно быть не менее 0,9 мкм. Из чего следует, что выполнение требования по диаметру волокна 3,5 мкм и соответствующего ему межволоконного расстояния 0,53 мкм, необходимого для обеспечения высокой токнесущей способности, приведет к росту гистерезисных потерь.

Поэтому, прежде чем приступить к разработке конструкций и технологии изготовления проводов для ускорителя ФАИР были проведены собственные исследования по влиянию межволоконного расстояния, диаметра волокна, шага скрутки на токовые характеристики и общие энергетические потери на модельных образцах NbTi проводов в медной матрице с межволоконным расстоянием

большим, меньшим и равным ~ 1 мкм, параметры и геометрия поперечного сечения которых приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 Параметры модельных образцов NbTi проводов в медной матрице

Параметры	Образец № 1 провод для катушки - вставки ИТЭР	Образец № 2 перетянутый провод для катушки - вставки ИТЭР	Образец № 3. из композита для катушки - вставки ИТЭР с наложением меди
Поперечное сечение			
Диаметр провода, мм	0,73	0,5	0,5
Диаметр волокна - d, мкм	9,8	6,7	5,2
Расстояние между волокнами - s, мкм	1,50	1,03	0,80
Отношение s/d	0,15	0,15	0,15
Число волокон	2346	2346	2346
Отношение Cu/не Cu (расчетный КЗ)	1,39 (0,417)	1,39 (0,417)	3,00 (0,25)
Шаг скрутки, мм	6,5	2,2; 3,6; 4	4
Метод сборки	Однократная		

Поскольку все образцы изготавливали из одного 2344-волоконного композиционного прутка с медной матрицей, поперечное сечение которого представлено в главе 2 на рисунке 2.6, то с уменьшением диаметра волокна в образцах уменьшалось расстояние между волокнами, но отношение межволоконного расстояния к диаметру волокна не изменялось и укладывалось в эмпирическое отношение $s/d = 0,15 \pm 0,02$, обеспечивающее получение качественного композиционного проводника [15].

За счет наложения меди при изготовлении образца № 3 в его сечении площадь центральной меди уменьшилась, а наружной увеличилась на 4 % и 10 % , по отношению к образцам № 1 и № 2.

4.1. Исследование влияние параметров провода на токовые характеристики и энергетические потери в модельных образцах NbTi проводов в медной матрице

На рисунке 4.1 показаны полевые зависимости критического тока, критической плотности тока и параметра нарастания «n» образца NbTi провода в медной матрице диаметром 0,73 мм № 1 и двух образцов диаметром 0,5 мм № 2 (с шагом твиста 4 мм) и № 3.

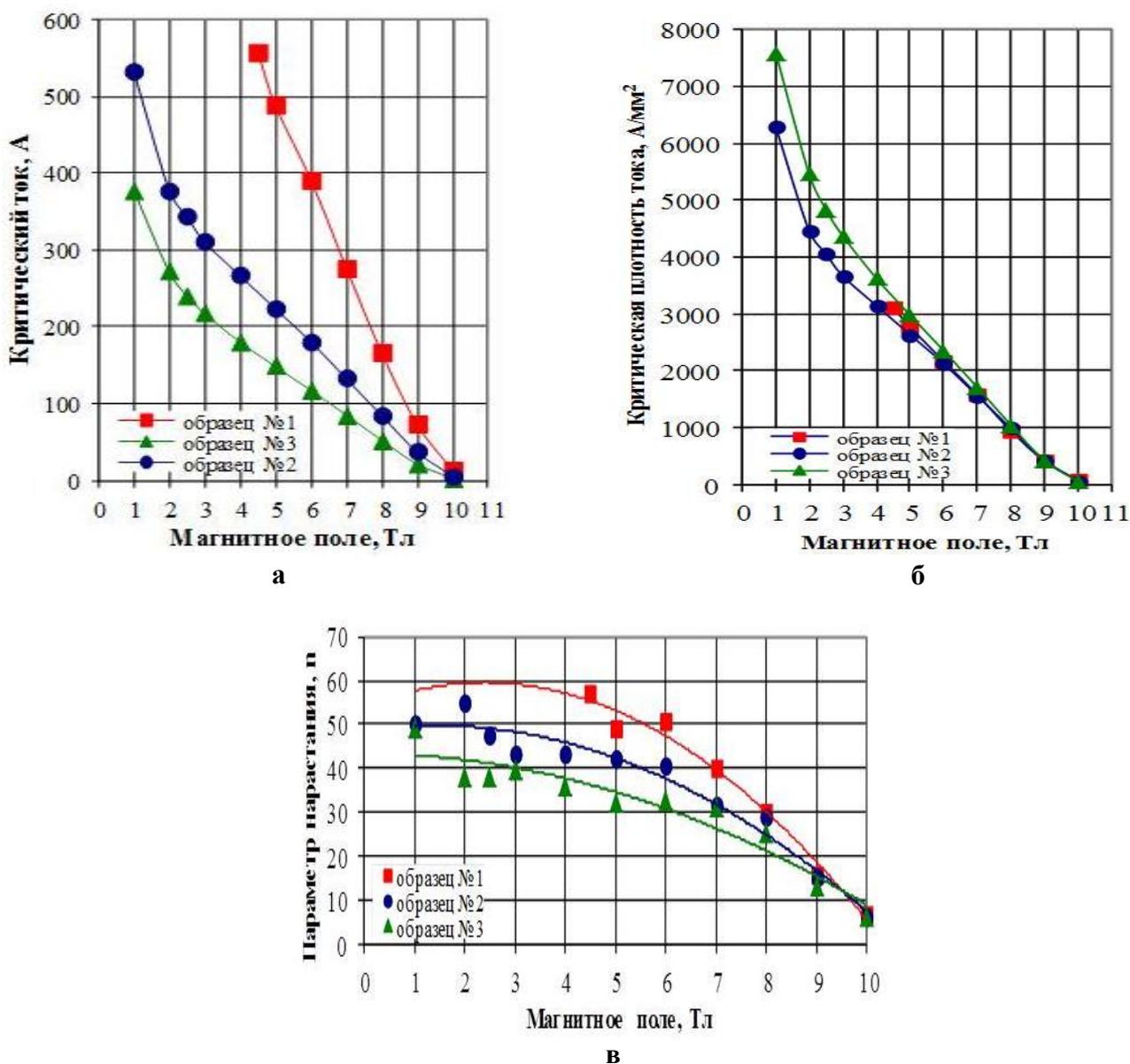


Рисунок 4.1 – Полевые зависимости токонесущей способности и параметра нарастания «n» модельных образцов NbTi проводов в медной матрице: а – критического тока, б – критической плотности тока, в – параметра нарастания «n»

В магнитном поле 5 Тл при $T = 4,2$ К и $E = 0,1$ мкВ/см величины критического тока образцов № 1, № 2 и № 3 составляют соответственно 487 А, 217 А и 136 А. При этом разработанные режимы термической обработки, несмотря на различие конструктивных параметров (таблица 4.2) обеспечивают в образцах получение близких значений критической плотности тока, которые в магнитном поле 5 Тл при $T = 4,2$ К и $E = 0,1$ мкВ/см соответственно составляют 2771 А/мм^2 , 2638 А/мм^2 и 2773 А/мм^2 .

Зависимости параметра нарастания «n», для образцов № 1, № 2 и № 3 (рисунок 4.1 в) похожи, и при изменении магнитного поля от 1 до 10 Тл параметр «n» уменьшается до 7 единиц. С уменьшением величины магнитной индукции, разница в параметре «n» в образцах увеличивается, и в низких полях 1-3 Тл параметр «n» для образцов № 1, № 2 и № 3 соответственно составляет 60, 50 и 40 единиц. Наблюдаемая разница в значениях параметра «n», исследуемых образцов, связана с уменьшением в них диаметра волокна (таблица 4.2). При этом все образцы имеют значения «n» более 30 в поле 5 Тл, что указывает на хорошее качество модельных проводов [20, 48].

В таблице 4.3 представлены результаты экспериментального определения гистерезисных потерь образцов № 1, № 2 и № 3 при амплитудах поля от 0,5 до 3 Тл по площадям петель намагниченности, снятых при скорости изменения магнитного поля 0,39 Тл/с.

Таблица 4.3 Гистерезисные потери в модельных образцах NbTi проводов в медной матрице

Образец	Шаг скрутки, мм	Диаметр волокна, $D_{\text{вол}}$, мкм	Гистерезисные потери на провод, кДж/м ³			
			0,5 Тл	1 Тл	2 Тл	3 Тл
№1	6,5	9,8	32,5	54	88	106
№2	2,2	6,7	28,5	38	57	72
№2	3,6	6,7	30	42	59,5	74
№2	4	6,7	29,5	40,5	58,5	74
№3	4	5,2	36,5	54	69	86

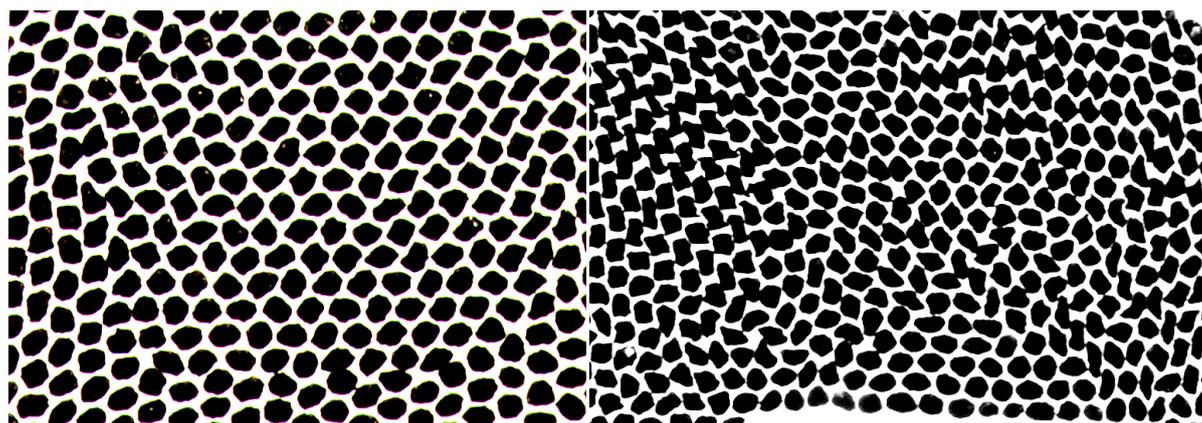
Из таблицы 4.3 видно, что в интервале полей 0,5-3 Тл самые большие потери имеет образец № 1 с диаметром волокна 9,8 мкм. Для образца № 2

с диаметром волокна 6,7 мкм гистерезисные потери уменьшаются пропорционально уменьшению диаметра волокна и практически одинаковы для всех шагов скрутки. Последнее подтверждает, что шаг скрутки не влияет на гистерезисные потери. В образце № 3, несмотря на уменьшение диаметра волокна до 5,2 мкм, потери выше, чем в образце № 2 с диаметром волокна 6,7 мкм.

Это говорит о том, что в образце № 3 имеет место спаривание волокон за счет эффекта близости. Данный вывод подтверждается результатами расчета эффективного диаметра волокна по величине магнитного момента ΔM , приведенными в таблице 4.4 и металлографическими исследованиями, представленными на рисунке 4.2.

Таблица 4.4 Эффективный диаметр волокна в модельных образцах NbTi проводов в медной матрице

Образец	Диаметр волокна, $D_{\text{вол}}$, мкм	Шаг скрутки, мм	Эффективный диаметр, D_{eff} , мкм			$D_{\text{eff}}/D_{\text{вол}}$ (3 Тл)
			1 Тл	2 Тл	3 Тл	
№1	9,8	6,5	-	-	12	1,22
№2	6,7	2,2	9,4	7,8	7,8	1,16
№2	6,7	3,6	9,6	8,1	8,1	1,21
№2	6,7	4	9,6	8,1	8	1,19
№3	5,2	4	15,7	12,5	12	2,31



а

б

Рисунок 4.2 – Фрагменты поперечного сечения модельных образцов NbTi проводов в медной матрице: а – образец №2 ($\times 500$), б – образец № 3 ($\times 500$)

В образцах № 1 и № 2 в магнитном поле 3 Тл эффективный диаметр больше расчетного диаметра волокна в $\sim 1,2$ раза. Такое увеличение эффективного диаметра связано с тем, что композит, изготовленный из круглых триметаллических прутков, характеризуется заметной неоднородностью межволоконных расстояний (рисунок 4.2 а), что приводит к образованию мостиковых связей между отдельными волокнами уже при расчетном межволоконном расстоянии равным 1,03 мкм.

В образце № 3, с расчетным расстоянием между волокнами 0,80 мкм, в магнитном поле 3 Тл эффективный диаметр более чем в два раза превышает расчетный диаметр волокна, т.е. из-за недостаточного расстояния между волокнами за счет эффекта близости в этом образце объединены каждые два волокна (рисунок 4.2 б). С понижением магнитного поля отношение $D_{\text{eff}}/D_{\text{вол}}$ увеличивается и в магнитном поле 1 Тл для образца № 3 эффективный диаметр превышает расчетный уже в три раза. Снижение магнитного поля ниже 1 Тл приведет к дальнейшему увеличению отношения $D_{\text{eff}}/D_{\text{вол}}$ и, как следствие, к существенному увеличению гистерезисных потерь.

Исследования намагниченности ниобий-титановых проводов в медной матрице с отношением $s/d = 0,15$ в интервале полей менее 1 Тл, представлены в работе [61] (рисунок 4.3).

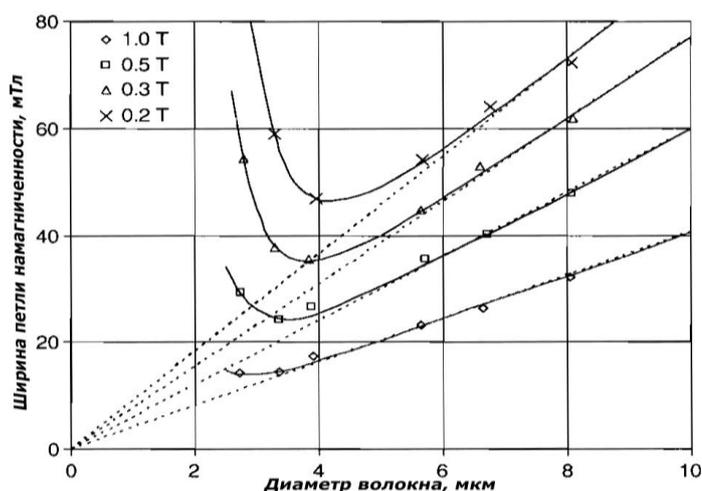


Рисунок 4.3 – Намагниченность ниобий-титановых проводов в медной матрице с отношением $s/d = 0,15$ в виде функции диаметра волокон [61]

Показано, что с уменьшением диаметра волокон намагниченность уменьшается пропорционально их диаметру до некоторого значения ~ 6 мкм. Далее происходит отклонение от пропорциональности и тем интенсивнее, чем меньше приложенное поле. Такое отклонение связано с уменьшением расстояния между волокнами, приводящим к эффекту близости, который, увеличивает эффективный диаметр волокон и, следовательно, гистерезисные потери.

Следовательно, при выполнении отношения $s/d = 0,15$ уменьшение диаметра волокна меньше 6 мкм приводит к уменьшению межволоконного расстояния менее чем 0,9 мкм (см. таблицу 4.1) и, как следствие, к увеличению гистерезисных потерь.

Сохраняя расстояние между волокнами 0,9 мкм, обеспечивающее распаривание волокон в проводах с медной матрицей, при диаметре волокна 3,5 мкм отношение s/d составит 0,26, при котором ухудшается взаимный подпор волокон в композите, что в свою очередь приведет к образованию так называемой «сосисочности» волокон, снижению показателя « n » и критической плотности тока.

Таким образом, использование медной матрицы между волокнами для проводов ускорителя ФАИР неприемлемо.

Для определения того, какие из потерь будут преобладать в условиях работы ускорителя ФАИР провели оценку динамических характеристик в модельных образцах NbTi проводов в медной матрице по половине петли намагниченности (положительная ветвь), поскольку магниты ускорителя ФАИР будут работать в режиме изменяющегося поля без изменения полярности.

Результаты расчета общих потерь на цикл со скоростью изменения поля до 3,5 Тл/с при амплитудах поля 3 Тл и 4 Тл для образцов № 1, № 2 и № 3 представлены на рисунке 4.4.

Для образца № 1 с диаметром волокна 9,8 мкм и шагом твистирования 6,5 мм общие потери на цикл при изменении скорости поля возрастают значительно резче, а сами потери много больше, чем в образцах № 2 и № 3.

В образце № 2 для проводов, отличающихся шагом скрутки, видно, что с уменьшением шага скрутки зависимость $Q = f(dB/dt)$ становится более полой, т.е. сокращение шага твистирования с 4 до 2,2 мм благотворно влияет на уменьшение кооперативных потерь.

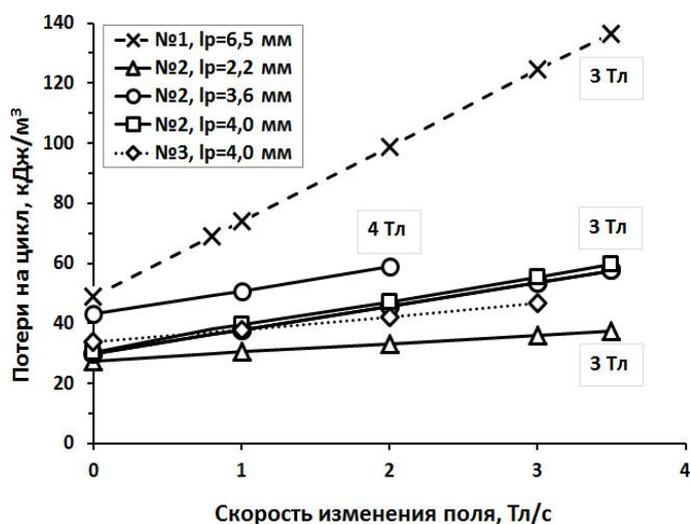


Рисунок 4.4 – Зависимость потерь на цикл от скорости изменения магнитного поля для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице.

Обращает на себя внимание то, что для образцов № 2 и №3, имеющих одинаковый шаг скрутки 4 мм, наклоны зависимости потерь от скорости изменения поля различаются. Для образца № 3 зависимость $Q = F(dB/dt)$ имеет меньший угол наклона, чем для образца № 2. Такую особенность можно связать с изменением конструкции провода №3, уменьшением доли центральной медной составляющей за счет увеличения доли медной составляющей в периферийной части при наложении медной оболочки. Это подтверждается расчетами по методу Турка постоянной времени - τ , которой при прочих равных условиях пропорциональны кооперативные потери. Для образца № 3 постоянная времени на 10 % меньше, чем для образца № 2 (см. таблицу 4.5).

Так, по сравнению с образцом № 2, уменьшение площади центрального медного сердечника в 1,4 раза в образце № 3 привело к снижению кооперативных потерь в 1,8 раза и 1,4 раза при скорости изменения поля 1 Тл/с и 4 Тл/с соответственно.

Таблица 4.5 Расчетное значение постоянной времени
для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице

Образец	Шаг скрутки, мм	Постоянная времени, мс			
		центральной зоны, t_c	волоконной зоны, t_f	оболочки, t_s	суммарная, t_p
№ 3	4	0,274	0,224	0,517	1,02
№ 2	4	0,394	0,307	0,427	1,13
	3,6	0,319	0,249	0,346	0,914
	2,2	0,119	0,093	0,129	0,341

На рисунке 4.5 приведена диаграмма, характеризующая вклад кооперативных потерь в общие для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице при скорости изменения магнитного поля от 1 до 4 Тл/с.

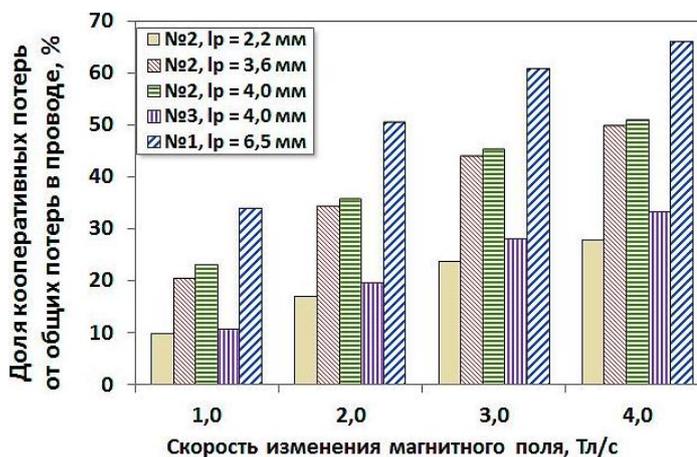


Рисунок 4.5 – Вклад кооперативных потерь в общие для модельных образцов NbTi проводов в медной матрице при амплитуде поля 3 Тл

При скорости изменения поля 1 Тл/с, соответствующей условиям работы магнитов синхротрона SIS 300, во всех образцах преобладают гистерезисные потери, доля кооперативных потерь не превышает ~ 30 %. С увеличением скорости изменения поля доля кооперативных потерь возрастает. При скорости изменения поля 4 Тл/с, соответствующей условиям работы магнитов синхротрона SIS 100, доля кооперативных потерь для образцов № 2 и № 1 с шагом скрутки 4 мм и 6,5 мм соответственно составляет ~ 50 % и 65 % .

Следовательно, для снижения энергетических потерь в условиях работы со скоростью изменения поля 1 Тл/с приоритетным является уменьшение

диаметра волокна, а со скоростью изменения поля 4 Тл/с одинаковое значение имеет, как уменьшение диаметра волокна, так и шага скрутки.

С позиции технологичности композита приемлемым является шаг скрутки, равный ≥ 10 диаметров провода, поэтому для снижения потерь в первую очередь стоит ориентироваться на максимально возможное снижение диаметра волокна.

4.2. Разработка и исследование NbTi провода диаметром 0,65 мм однократной сборки в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице

Принимая во внимание результаты исследования модельных образцов NbTi проводов в медной матрице и на основании анализа имеющихся теоретических и практических знаний, разработчиками магнитной системы GSI были уточнены предварительные требования к проводу диаметром 0,65 мм для модельного магнита ускорителя ФАИР, которые представлены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 Уточненные требования к проводу диаметром 0,65 мм для модельного магнита ускорителя ФАИР

№, п/п	Параметр провода	Значение
1	Диаметр провода, мм	0,65
2	Отношение Cu/поп Cu	1,8
3	Диаметр волокон, мкм	2,5 - 3,5
4	Шаг скрутки *, мм	Min
5	Критическая плотность тока в поле 5 Тл при температуре 4,2 К, А/мм ²	≥ 2700
6	RRR готового провода	≥ 38
7	Гистерезисные и кооперативные потери	Min
8	Стоимость провода	Min

*- минимальный шаг скрутки не приводящий к деградации критического тока

В уточненных требованиях разработчики магнитной системы ФАИР ограничили требования по диаметру волокна величиной $\leq 3,5$ мкм и установили требования по плотности критического тока ≥ 2700 А/мм² в магнитном поле 5 Тл и температуре 4,2 К при минимальном шаге скрутки. Заданное значение RRR ≥ 38 предусматривает использование в волоконной зоне провода слаборезистивной

матрицы, доля которой увеличивается с уменьшением диаметра волокна и как следствие с увеличением их количества.

Основываясь на результатах исследования модельных образцов NbTi проводов в медной матрице, в соответствии с требованиями, представленными в таблице 4.6, было проведено целенаправленное конструирование провода диаметром 0,65 мм применительно к условиям работы ускорителя ФАИР.

Для получения качественного композита с диаметром волокна 3,5 мкм согласно расчетам (таблица 4.1), расстояние между волокнами должно быть не больше 0,525 мкм. Проведенный в предыдущей главе анализ результатов исследования намагниченности проводов в медной матрице показывает, что при межволоконном расстоянии 0,8 мкм уже в магнитном поле 3 Тл резко увеличиваются гистерезисные потери и эффективный диаметр превышает расчетный более чем в два раза из-за спаривания волокон за счет «эффекта близости».

Влияние межволоконного расстояния на «эффект близости», обуславливается длиной когерентности Куперовской пары в нормальном металле (ξ_n), которая определяется по формуле 1.6 (глава 1), и зависит от физических констант и удельного электрического сопротивления материала (ρ). Таким образом, формула (1.6) может быть представлена в следующем виде:

$$\xi_n = \text{const} \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho}}. \quad (4.1)$$

Исходя из данного выражения, во избежание спаривания волокон в проводе с межволоконным расстоянием 0,525 мкм, необходимо повысить резистивность матрицы, по крайней мере, в четыре раза по сравнению с матрицей из чистой меди. Такое повышение достигается путем легирования медной матрицы, например никелем. Удельное сопротивление медной матрицы при температуре 273 К составляет $\rho_{\text{Cu}} = 1,55 \times 10^{-8}$ Ом·м. Чтобы обеспечить резистивность матрицы больше $4\rho_{\text{Cu}} = 6,2 \times 10^{-8}$ Ом·м, необходимо добавить ~ 4 ат. % Ni,

т.к. в соответствии с данными работы [62], растворение 1 ат. % Ni в меди приводит к увеличению сопротивления на $1,1 \times 10^{-8}$ Ом \times м/ат. % Ni. В массовых процентах это составляет 3,7 мас. % Ni. Учитывая несовершенство композита и увеличение эффективного диаметра за счет неоднородности межволоконных расстояний (см. раздел 4.1), следует еще немного увеличить содержание никеля в резистивном сплаве до 4-5 мас. % Ni.

Принимая во внимание требование по минимальной стоимости провода, в качестве материала межволоконной матрицы - оболочки триметаллической заготовки целесообразно использовать медно-никелевый сплав МН 95-5 (Cu-5 мас. % Ni), который в России выпускается в промышленном масштабе в соответствии с ГОСТ 492 - 2006. Удельное электросопротивление сплава МН 95-5 составляет 8×10^{-8} Ом \times м.

Учитывая сказанное, была разработана конструкция сотового типа (см. рисунок 4.6) для изготовления из заготовки промышленного масштаба по методу однократной сборки NbTi провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице, основные параметры которого приведены в таблице 4.7.

Конструкция провода содержит 11988 NbTi волокон с расчетным диаметром 3,46 мкм, каждое из которых окружено барьером из Nb и матрицей из слаболегированного медного сплава МН 95-5.

В сечении заготовки волоконная зона расположена между наборным сердечником и чехлом из меди таким образом, что площадь центрального медного сердечника составляет 7 % от площади сечения.

Волоконная зона сформирована из 324 шестигранных медных трубок, каждая из которых содержит 37 триметаллических шестигранных прутков NbTi/Nb/ сплав МН 95-5 размером под ключ $S = 1,5$ мм. Для придания волоконной зоне круглой формы по периферии – между сформированным цветком из составных шестигранных композиционных элементов и чехлом из меди размещается 738 шестигранных прутков NbTi/Nb/ сплав МН 95-5.

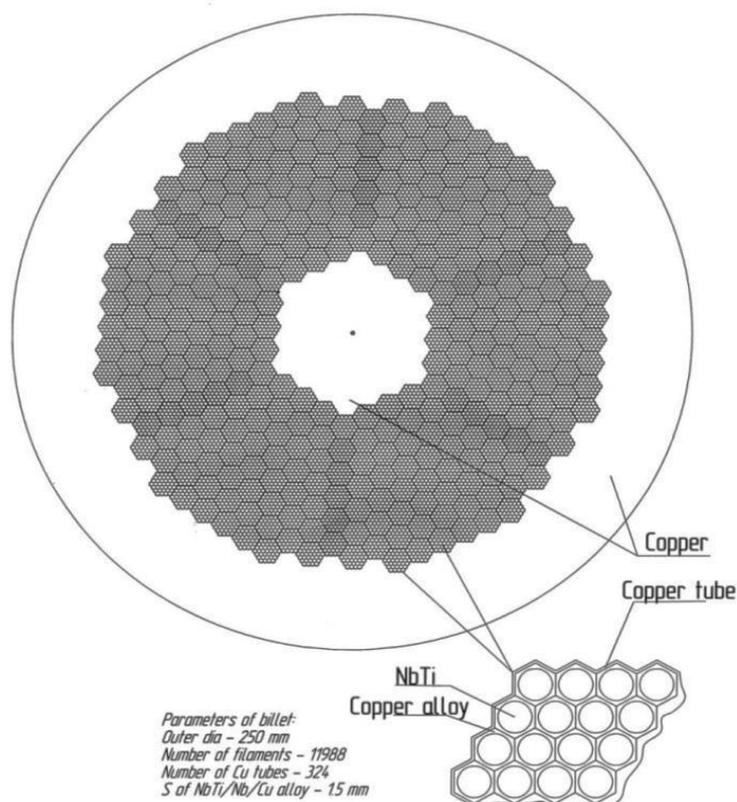


Рисунок 4.6 – Конструкция NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице при изготовлении из заготовки диаметром 250 мм

Таблица 4.7 Расчетные параметры NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице при изготовлении из заготовки диаметром 250 мм

№,п/п	Параметр провода	Значение
1	Диаметр провода, мм	0,65
2	Расчетный диаметр волокна, мкм	3,46
3	Отношение Cu/поп Cu (КЗ)	1,8 (0,36)
4	Число волокон, шт.	11988
5	Расчетное межволоконное расстояние, мкм	0,496
6	Материал матрицы в волоконной зоне	Cu-5 мас. % Ni
Параметры заготовки		Значение
7	Диаметр заготовки, мм	250
8	Число триметаллических элементов S = 1,5 мм, шт.	11988
9	Число композиционных элементов S = 10,2 мм, шт.	324×37
10	Число центральных медных прутков S = 10,2 мм, шт.	37

Использование шестигранных медных трубок при изготовлении провода по методу однократной сборки позволяет реализовать сборку многоволоконной заготовки с большим количеством одноволоконных триметаллических прутков и

достаточно малым размером под «ключ» $S = 1,5$ мм и, кроме того, повышает стабилизацию волоконной зоны провода за счет увеличения прослоек для отвода тепла.

Центральный сердечник, чехол и шестигранные трубки должны быть выполнены из меди с относительным остаточным электросопротивлением $R_{273K}/R_{10K} \geq 250$.

Во избежание рисков при изготовлении провода такого класса в промышленных условиях необходимо было разработать и подтвердить технологический процесс его получения и достижения в нем требуемых свойств. Для чего в лабораторных условиях из заготовки диаметром 135 мм был изготовлен модельный NbTi провод диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице, конструкция и параметры которого приведены на рисунке 4.7 и в таблице 4.8.

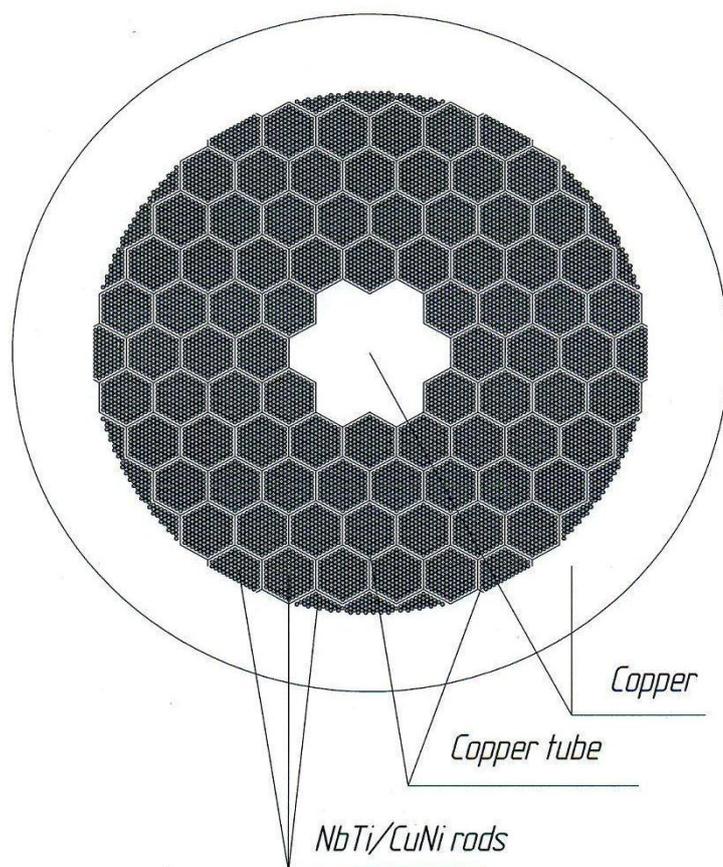


Рисунок 4.7 – Конструкция модельного NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице при изготовлении из заготовки диаметром 135 мм

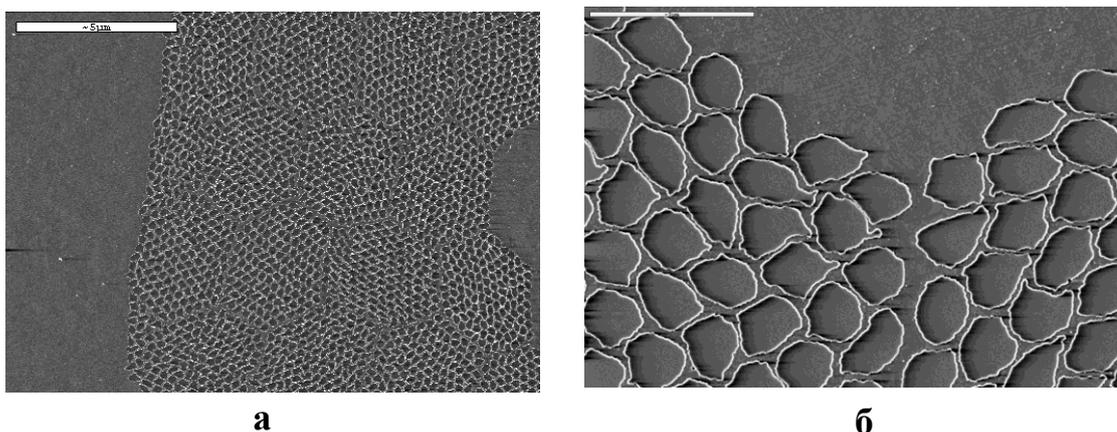
Таблица 4.8 Расчетные параметры модельного NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице при изготовлении из заготовки диаметром 135 мм

№,п/п	Параметр провода	Значение
1	Диаметр провода, мм	0,65
2	Расчетный диаметр волокна, мкм	3,5
3	Отношение Cu/nop Cu (КЗ)	1,8 (0,36)
4	Число волокон, шт.	10644
5	Расчетное межволоконное расстояние, мкм	0,5
6	Материал матрицы в волоконной зоне	Cu-5 мас. % Ni
Параметры заготовки		Значение
7	Диаметр заготовки, мм	135
8	Число триметаллических элементов Ø 0,83 мм, шт.	10644
9	Число композиционных элементов S = 10,2 мм, шт.	78×127
10	Число центральных медных прутков S = 10,2 мм, шт.	7

Конструкция модельного провода имеет такое же отношение Cu/nop Cu и близкие значения диаметра NbTi волокон и расстояния между ними, что и конструкция провода для его изготовления в промышленных условиях. При этом в конструкции модельного провода уменьшено количество NbTi волокон и шестигранных композиционных элементов на 1344 шт. и на 246 шт. соответственно. В шестигранных композиционных элементах увеличено с 37 шт. до 127 шт. количество триметаллических элементов, которые изготавливаются в виде круглых одноволоконных прутков NbTi/Nb/ сплав МН 95-5 диаметром 0,83 мм, а не в виде шестигранных прутков с размером под ключ S = 1,5 мм.

Фрагменты поперечного сечения провода однократной сборки конструкции сотового типа, изготовленного из заготовки диаметром 135 мм представлены на рисунке 4.8.

Провод имеет геометрию, характерную для композита, изготавливаемого с использованием круглых триметаллических прутков. Основными особенностями геометрии сечения являются неоднородность межволоконных расстояний и неоднородность формы волокон. Это связано с достаточно большим количеством пустот в составной многоволоконной заготовке при ее изготовлении с использованием круглых триметаллических прутков.



а

б

Рисунок 4.8 – Фрагменты поперечного сечения модельного провода диаметром 0,65 мм:

а – вид волоконной области; б – вид волокон

Исследования глубины диффузии элементов межволоконной матрицы Ni и Cu в сверхпроводящее волокно, при нагреве под выдавливание, самом выдавливании и промежуточных отжигах (ПО), выполненные микрорентгеноспектральным методом (рисунок 4.9), показывают, что проникновения Ni и Cu не происходит даже после 6-ти отжигов при температуре 375 °С в течение 24 часов.

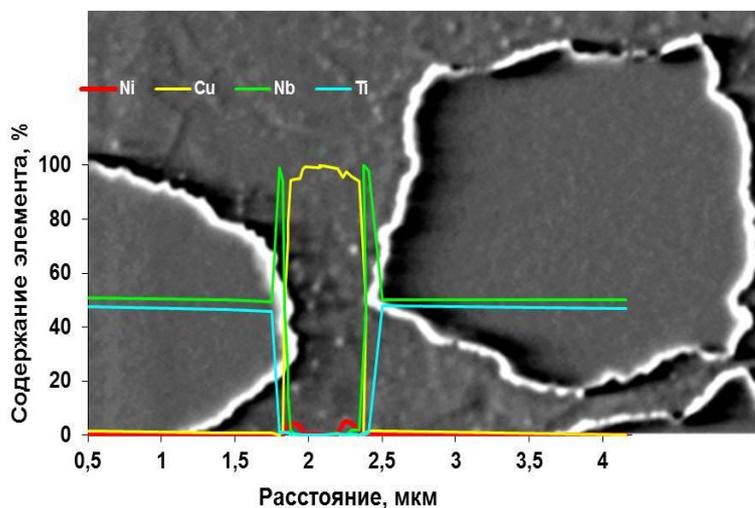


Рисунок 4.9 – Концентрационные профили элементов в волоконной зоне модельного провода диаметром 0,65 мм, отожженного по самому жесткому режиму с 6-ю термообработками

Последнее подтверждается электронно-микроскопическими исследованиями волокон, выделенных из провода диаметром 0,65 мм в

холодно-деформированном состоянии и отожженного по режиму с 6-ю промежуточными отжигами (см. рисунок 4.10 а и 4.10 б).

Изображения волокон, как в холодно-деформированном состоянии, так и после отжига не отличаются, поверхность волокон относительно чистая, ровная и признаки образования интерметаллических соединений отсутствуют, т.е. при используемых технологической схеме и режимах изготовления модельного провода диаметром 0,65 мм, ниобиевый барьер толщиной 1,5 мм сдерживает, или практически предотвращает проникновение элементов межволоконной матрицы в сверхпроводящее волокно.

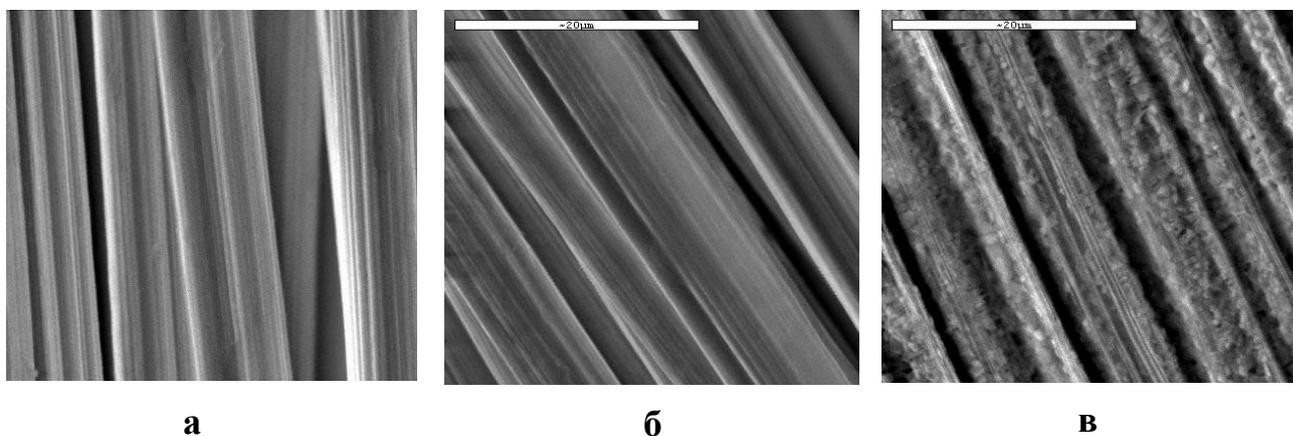


Рисунок 4.10 – Состояние волокон, выделенных из модельного провода диаметром 0,65 мм: а – холодно-деформированное состояние, б – 6 ПО + отжиг при температуре 250 °С в течение 1 часа, в – 6 ПО + отжиг при температуре 600 °С в течение 1 часа

Для сравнения на рисунке 4.10 в приведено изображение волокон после проведения дополнительного специального (агрессивного) отжига на конечном диаметре при температуре 600 °С в течение 1 часа. На поверхности волокон уже выявляются многочисленные частицы интерметаллида.

Исследования влияния режимов ПО на критический ток и критическую плотность тока, проведенные на проводе в не твистированном состоянии в интервале полей 1-8 Тл и в поле 5 Тл при температуре 4,2 К для 0,1 мкВ/см соответственно представлены на рисунке 4.11 и в таблице 4.9.

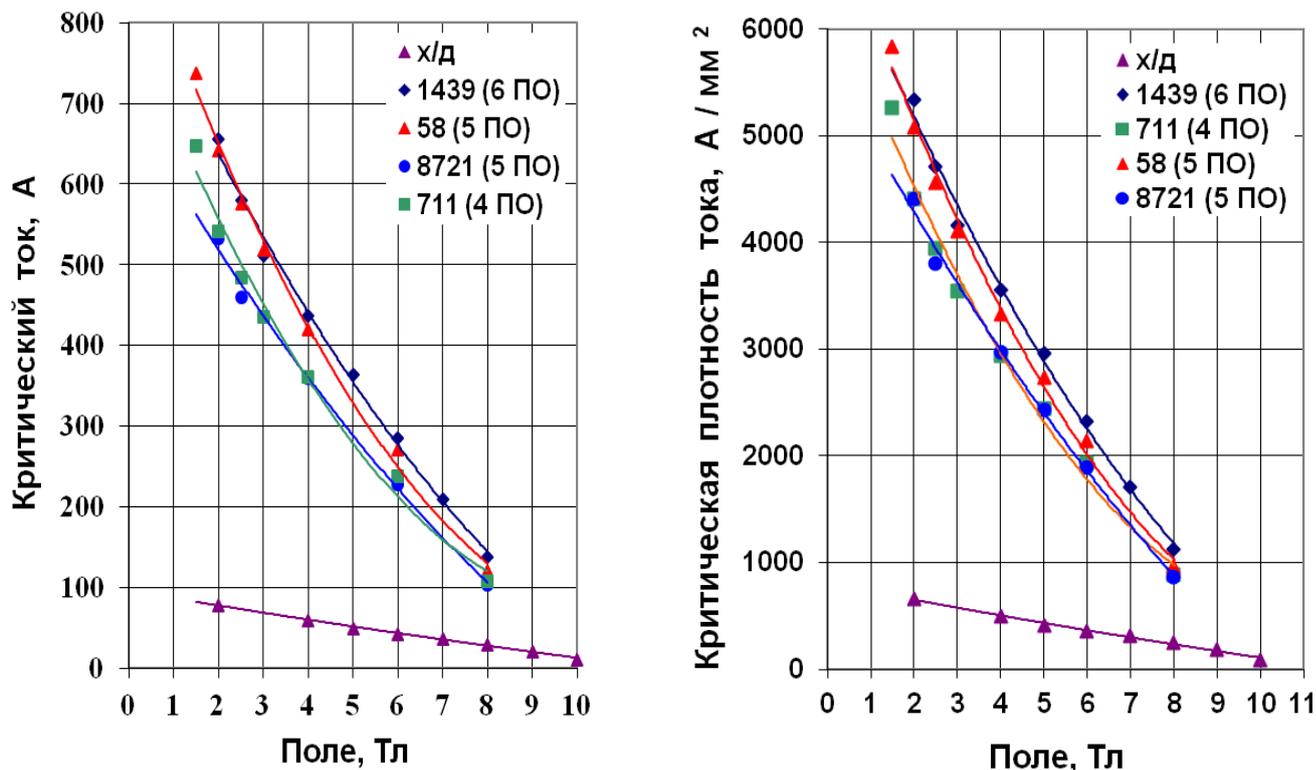


Рисунок 4.11 – Полевые зависимости критического тока и критической плотности модельного провода диаметром 0,65 мм

Таблица 4.9 Изменение критической плотности тока нетвистированного модельного провода диаметром 0,65 мм в зависимости от режимов термообработки

№ образца	Число ПО	$\mu_{\text{закл}}$	$\ln \mu_{\text{закл}}$	$J_c(5 \text{ Тл}), \text{ А/мм}^2$	$J_c(\text{по})/J_c(\text{х/д})$
711	4	128	4,9	2437	5,9
8721	5	128	4,9	2432	5,9
58	5	59	4	2734	6,6
1439	6	59	4	2940	7,1

Критический ток и критическая плотность тока увеличиваются с увеличением числа отжигов. Кроме того на повышение критической плотности тока существенное влияние оказывает и заключительная вытяжка - $\mu_{\text{закл}}$.

После термообработок по режимам с 4-мя и 5-ю ПО, с заключительной вытяжкой 128 (соответственно образцы провода № 711 и № 8721) в интервале полей 3-8 Тл полевые зависимости критического тока и критической плотности тока практически совпадают, токовые характеристики находятся на одном уровне, а в интервале полей 1-3 Тл расходятся и термообработка по режиму с 5-ю ПО проигрывает термообработке с 4-мя ПО.

Уменьшение заключительной вытяжки после термообработки по режиму с 5-ю ПО с 128 (образец провода № 8721) до 59 (образец провода № 58) приводит к увеличению угла наклона полевых зависимостей критического тока и критической плотности за счет преимущественного повышения токовых характеристик в области низких полей и увеличению критической плотности тока ~ 11 % и ~ 20 % соответственно в полях 5 Тл и 2 Тл. Введение 6-го ПО при заключительной вытяжке 59 (образец провода № 1439) приводит к увеличению токовых характеристик на ~ 20 % во всем интервале полей.

Заданный уровень критической плотности тока обеспечивается после термообработок по режимам с 5-ю и 6-ю ПО и составляет 2734 А/мм² (образец № 58) и 2940 А/мм² (образец № 1439) соответственно.

Для образца с максимальной критической плотностью тока (№ 1439), проведена оценка деградации критического тока и критической плотности тока с уменьшением шага скрутки, результаты которой приведены на рисунке 4.12 и в таблице 4.10.

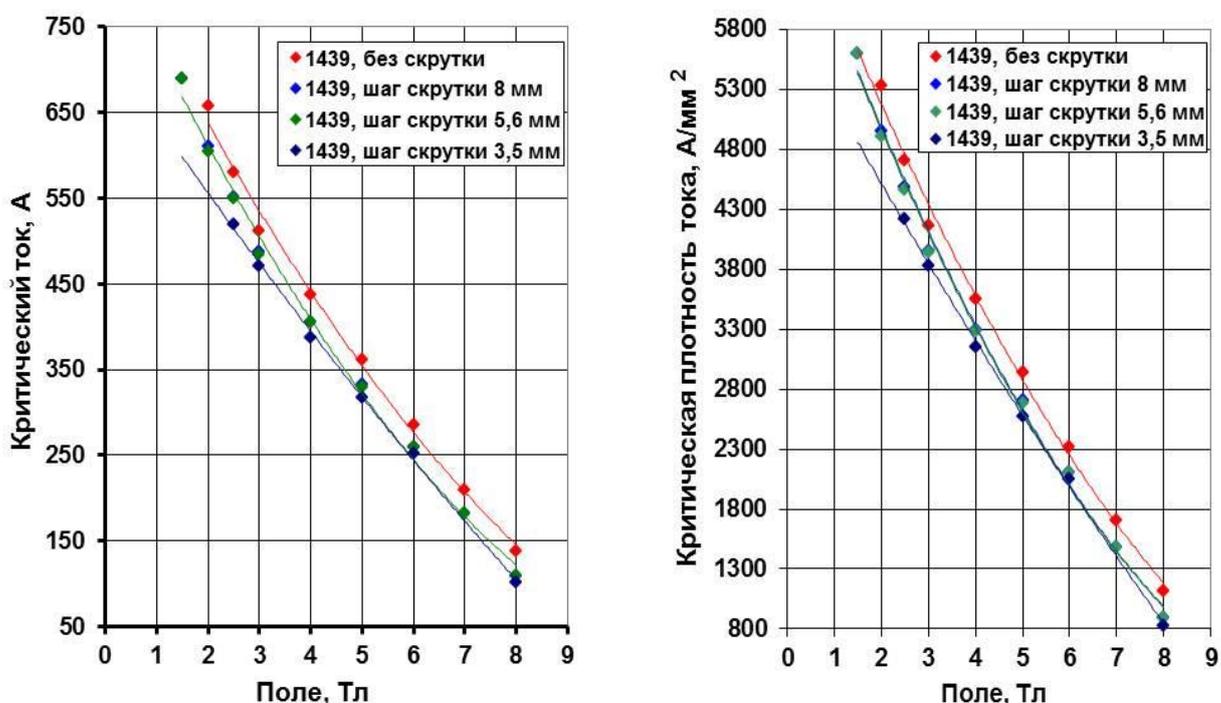


Рисунок 4.12 – Полевые зависимости критического тока и критической плотности тока для модельного провода диаметром 0,65 мм

Таблица 4.10 Изменение критической плотности тока от шага скрутки в модельном проводе диаметром 0,65 мм в поле 5 Тл при $T = 4,2$ К для 0,1 мкв/см

Диаметр провода, мм	Шаг скрутки, мм	nD	J_c , А/мм ²	Деградация J_c , %
Образец № 1439				
0,65	без твиста		2959	-
	8	12 D	2705	8
	5,6	9 D	2680	9
	3,5	5 D	2575	13

После твистирования происходит снижение критического тока и критической плотности тока. По сравнению с нетвистированным состоянием при шаге скрутки, соответствующим интервалу от 12 D до 9 D, деградация критической плотности тока в поле 5 Тл составляет менее 10 %, а с шагом, соответствующим 5 D – уже 13 % (2575 А/мм²).

Несмотря на деградацию критической плотности тока параметр нарастания «n», характеризующий целостность и однородность волокон, остается на высоком уровне (см. рисунок 4.13).

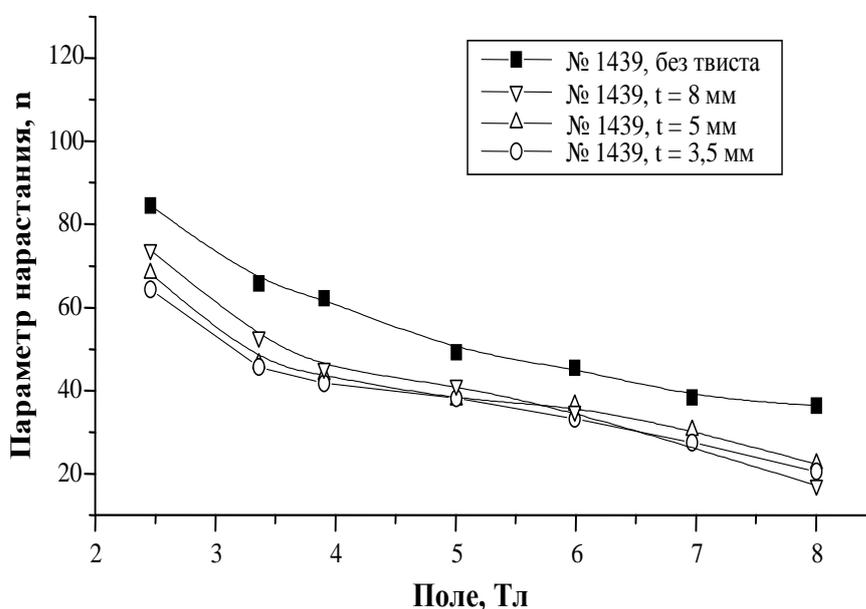


Рисунок 4.13 – Полевая зависимость параметра нарастания «n» для образца № 1439 модельного провода диаметром 0,65 мм, твистированного с разным шагом скрутки

В поле 5 Тл параметр нарастания «n» составляет 55 единиц для не скрученного провода и более 40 для провода с шагом скрутки 8 мм, 5,6 мм и 3,5 мм. Такой уровень параметра нарастания «n» соответствует современным требованиям к проводам для ускорительной техники.

Замечено, что в процессе скрутки с шагом менее 9 D снижается технологичность провода и возрастает число обрывов. Поэтому для промышленного изготовления этого провода можно рекомендовать шаг скрутки ~ 8 мм, при котором еще сохраняется его технологичность и обеспечивается требуемая критическая плотность тока. С точки зрения снижения кооперативных потерь это решение нежелательно, однако разработка любого проводника предполагает компромисс между техническими задачами и технологическими возможностями.

На рисунке 4.14 для примера приведены вольтамперные характеристики для образца провода № 1439 диаметром 0,65 мм с шагом скрутки 8 мм.

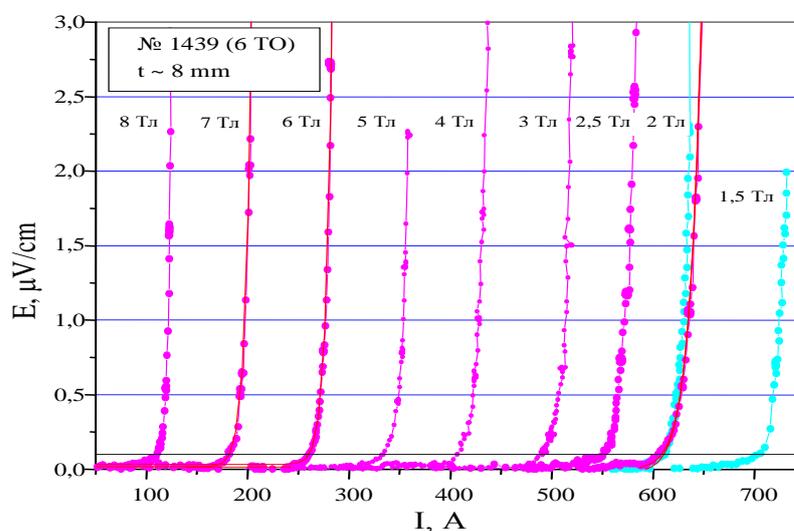


Рисунок 4.14 – Вольтамперные характеристики в интервала полей от 1,5-8 Тл при $T = 4,2$ К для образца модельного провода № 1439

Из приведенных ВАХ следует, что во всем диапазоне магнитных полей достигается без срывов уровень электрического поля 2-3 мкВ/см, что превышает критерий для определения значения плотности критического тока в несколько раз и свидетельствует о высокой стабильности модельного провода. Величина

параметра RRR модельного провода составляет 190-210 единиц, что намного превышает заданное значение – 38 единиц и подтверждает высокую стабилизацию провода.

Одним из основных требований к проводу является минимизация гистерезисных потерь. Для образцов провода, отожженных по режимам с 5-ю и 6-ю ПО и скрученных с шагом скрутки 8 мм и 3,5 мм в таблице 4.11 приведены результаты расчета гистерезисных потерь для амплитуд магнитного поля 0,5; 1; 2 и 3 Тл, которые находятся на приемлемо низком уровне. Небольшое различие в величине гистерезисных потерь в образцах, полученных по разным режимам термообработки, обусловлено разницей в величине критической плотности тока (см. таблицу 4.9).

Таблица 4.11 Гистерезисные потери в модельном проводе диаметром 0,65 мм

№ п/п	№ образца	Число ПО	Шаг скрутки, мм	Гистерезисные потери, кДж/м ³			
				0,5 Тл	1 Тл	2 Тл	3 Тл
1	1439	6	8	20	30	42	50
2			3,5	18,2	32	46	55
3	58	5	8	18,6	27,2	36	40
4			3,5	-	26	37	43

В таблицах 4.12 и 4.13 приведены результаты расчета гистерезисных потерь и эффективного диаметра волокна для образца провода в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице № 1439 (строка 1) в сравнении с модельными проводами в медной матрице, исследуемыми в предыдущем разделе.

Таблица 4.12 Гистерезисные потери в проводах с CuNi и медной межволоконной матрицей

№ п/п	Диаметр провода, мм	Диаметр волокна, мкм	Cu/nonCu (КЗ)	Jc 5 Тл, А/мм ²	Матрица	s, мкм	Гистерезисные потери на провод/ на NbTi, кДж/м ³							
							0,5 Тл		1 Тл		2 Тл		3 Тл	
1	0,65	3,5	1,8 (0,36)	2705	Cu/CuNi	0,5	20	53	32	89	44	122	51	144
2	0,73	9,8	1,4 (0,42)	2771	медь	1,5	33	76	54	126	88	205	106	247
3	0,5	6,7	1,4 (0,42)	2638	медь	1,0	30	72	42	100	60	143	74	177

Таблица 4.13 Эффективный диаметр в проводах с CuNi и медной межволоконной матрицей

№ п/п	Cu/nonCu (КЗ)	s, мкм	Матрица	Расчетный диаметр волокна, $D_{вол}$, мкм	Эффективный диаметр, $D_{эфф}$, (3 Т), мкм	$D_{эфф}/D_{вол}$, (3 Т)
1	1,8 (0,36)	0,5	Cu/CuNi	3,5	5,2	1,5
2	1,4 (0,42)	1,5	Медь	9,8	12,2	1,2
3	1,4 (0,42)	1,0	Медь	6,7	8	1,2

В проводе с комбинированной Cu/Cu-Ni матрицей и с расчетным диаметром волокна 3,5 мкм гистерезисные потери при амплитудах магнитного поля 0,5; 1; 2 и 3 Тл существенно ниже, чем в проводах в медной матрице и при амплитуде магнитного поля 3 Тл на объем сверхпроводника составляют 144 кДж/м³.

Оценка эффективного диаметра волокна (таблица 4.13) и SEM исследования (рисунок 4.8) показывают возможность дальнейшего снижения гистерезисных потерь за счет совершенствования формы волокна. Значение эффективного диаметра волокна ($D_{эфф}$) составляет 5,2 мкм, при расчетном диаметре волокна ($D_{вол}$) 3,5 мкм. Отношение эффективного диаметра к расчетному диаметру волокна составляет 1,5. Увеличение отношения $D_{эфф}/D_{вол}$ для модельного провода связано с асимметрией формы волокон (рисунок 4.8), которая характерна для проводов, изготавливаемых из заготовок, собранных из круглых триметаллических элементов, из-за недостаточной плотности составной заготовки. Последнее может быть улучшено при изготовлении провода из сборки промышленного масштаба в условиях современного производства на АО ЧМЗ, благодаря возможности применения шестигранных триметаллических элементов большего размера и операции газостатического обжатия составной многоволоконной заготовки для повышения ее плотности.

На рисунке 4.15 приведена зависимость общих потерь от скорости изменения поля при амплитуде $B_m \pm 3$ Тл для образца провода № 58, отожженного по режиму с 5-ю ПО и твистированного с шагом скрутки 8 мм и 3,5 мм. Для скоростей изменения поля до 2 Тл/с при обоих шагах скрутки кооперативные потери вносят меньший вклад в общие потери, чем гистерезисные потери. Причем при шаге скрутки 3,5 мм эта тенденция сохраняется до скорости изменения поля 4 Тл/с.

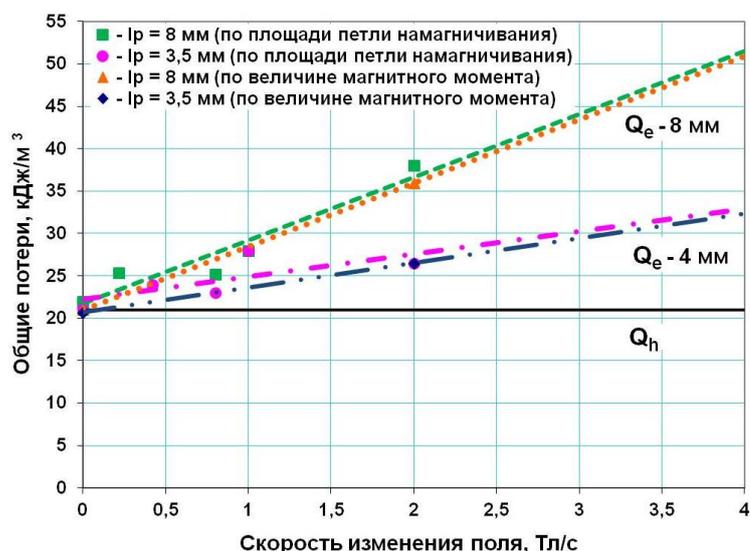


Рисунок 4.15 – Зависимость общих потерь от скорости изменения магнитного поля для модельного провода диаметром 0,65 мм (образец № 58) с шагом скрутки 8 мм и 3,5 мм (Q_e - кооперативные потери, Q_h - гистерезисные потери)

Таким образом, результаты исследований модельного NbTi провода диаметром 0,65 мм однократной сборки сотового типа в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице с расчётным диаметром волокна 3,5 мкм, расчётным межволоконным расстоянием 0,5 мкм и отношением Cu/nom Cu - 1,8 показывают, что он соответствует всем заданным требованиям (таблица 4.6), предъявляемым к проводу для модельного магнита ускорителя ФАИР, и позволяют рекомендовать провод такого типа для использования в магнитных системах, работающих в магнитных полях, изменяющихся со скоростью до 4 Тл/с.

4.3. Разработка и исследование NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице

С целью повышения температурного запаса сверхпроводящих обмоток, разработчики магнитов ускорителя FAIR ещё раз пересмотрели требования к сверхпроводящим проводам, и, в частности, решили увеличить критический ток проводов за счет увеличения их диаметра с 0,65 мм до 0,8 мм и 0,825 мм для магнитов SIS 100 и SIS 300 соответственно, сохранив требования к диаметру волокна на уровне ~ 2,5-3,5 мкм. При этом в качестве межволоконной матрицы было рекомендовано использовать медно-марганцевый сплав Cu-0,5 Mn,

применение которого обусловлено его большей эффективностью с точки зрения предотвращения электромагнитной связи волокон.

Увеличение диаметра проводов на 0,150 мм и 0,175 мм при сохранении малого диаметра волокон ~ 2,5-3,5 мкм приводит к резкому усложнению сборки составных многоволоконных заготовок, используемых для получения проводов. В этом случае при применении метода однократной сборки потребуется собрать заготовку из ~ 40000 элементов с размером «под ключ» 1,16 мм и менее. Мировая промышленность пока не готова к изготовлению проводов методом однократной сборки из заготовок, собираемых с такими размерами шестигранных элементов и таким числом элементов. Поэтому были проведены экспериментальные работы по получению проводов такого класса более удобным для промышленности способом – методом двукратной сборки.

4.3.1. Экспериментальные NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице

Следует ещё раз отметить, что при прочих равных условиях провода двукратной сборки по качеству уступают проводам однократной сборки. Кроме того, увеличение диаметра проводов приводит к уменьшению пространства деформации и, как следствие, к ограничению в достижении высоких значений критической плотности. Во избежание рисков при проведении экспериментов по изготовлению проводов такого класса в опытно-промышленных и промышленных условиях необходимо было определить на образцах проводов, какой реальный уровень свойств может быть достигнут в них и оценить их технологичность. В связи с этим в условиях АО «ВНИИНМ» опробовано несколько вариантов конструкций изготовления экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице, основные параметры и схематическое представление получения которых представлены в таблице 4.14 и на рисунке 2.8 в разделе 2.1.

Таблица 4.14 Расчетные параметры экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице

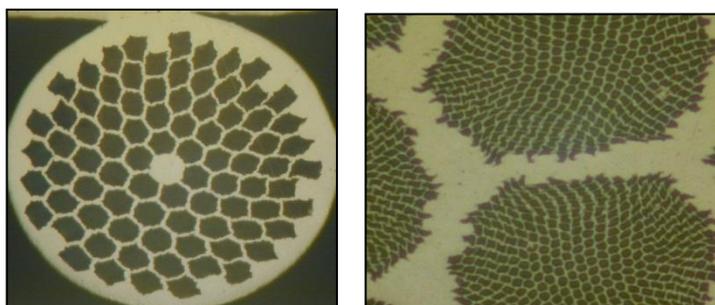
Провод	Диаметр провода, мм	Обозначение конструкции (Вариант)	Число волокон, шт	Диаметр волокна, мкм	Отношение Cu/не Cu	Расстояние между волокнами, мкм	Расстояние между кластерами **, мкм
Двукратная сборка							
№ 1	0,825	379×84 (Вариант 1)	31836	2,9	1,64-1,3/1	0,35-0,44	6,47
№ 2	0,8		31836	2,8			
№ 3	0,825	3132×5 (Вариант 2)	15660	4,2			
№ 4	0,8		15660	4,1			
№ 5	0,5	379×27 (Вариант 1)	10233	3,1	1,63/1	0,35-0,44	8,21
№ 6	0,825	3132×7 (Вариант 2)	21924	3,5			
№ 7	0,8		21924	3,4			
Однократная сборка							
№ 8*	0,24	3132	3132	3,4	0,54/1	0,35-0,44	-

* - модельный провод, изготовленный из 3132 - волоконного прутка – кластера

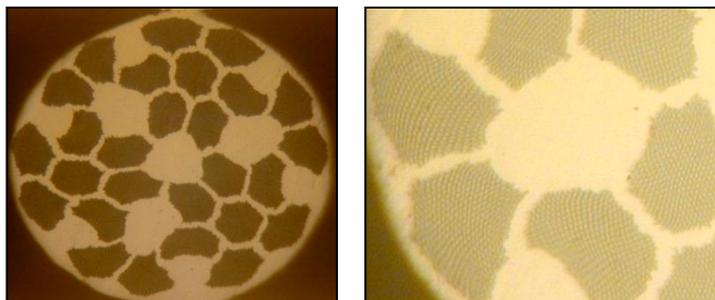
** - минимальное расстояние между группами волокон в сечении провода

Установлено, что волочение экспериментальных проводов № 1, № 2 и № 5, поперечные сечения которых приведены на рисунке 4.16, проходит без особых проблем. Структура проводов имеет характерный вид для проводов, изготавливаемых по способу классической горячей двукратной сборки. В каждом многоволоконном кластере присутствуют 2 зоны: в центре – зона относительно равноосных волокон, на периферии – зона искаженных волокон.

Провода № 6 и № 7 семикластерной конструкции, поперечное сечение которых представлено на рисунке 4.17 а, начинают разрушаться при волочении с диаметра ~ 1,5 мм, что не позволяет получить длинномерные образцы требуемых диаметров. Анализ обрывности показывает, что разрушение зарождается в области центрального кластера из-за не достаточной пластичности волоконной зоны. Для исключения выявленного недостатка центральный многоволоконный кластер был заменен на менее прочный сердечник из меди, а для обеспечения необходимого коэффициента заполнения при получении провода с применением изготовленного 3132 волоконного прутка изменили конструкцию на пятикластерную и увеличили размер поперечного сечения многоволоконного элемента – кластера.

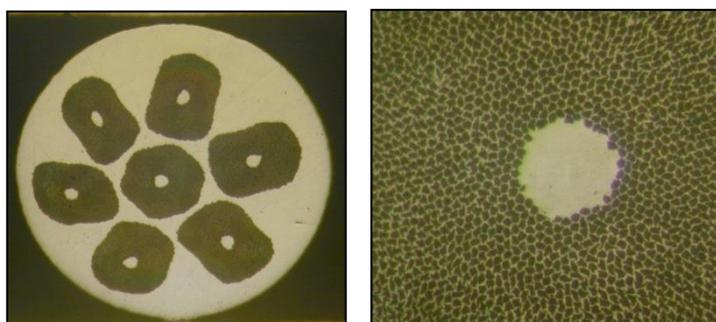


а

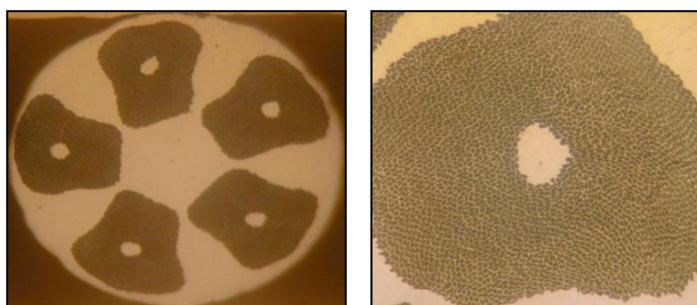


б

Рисунок 4.16 – Поперечное сечение и фрагмент сечения проводов, изготовленных по Варианту 1: а - провода № 1 и № 2 диаметром 0,825 мм и 0,8 мм конструкции 379×84 ;
б - провод № 5 диаметром 0,5 мм конструкции 379×27



а



б

Рисунок 4.17 – Поперечное сечение и фрагмент сечения проводов, изготовленных по Варианту 2: а – провода № 6, № 7, № 8 и № 9 диаметром 1,5 мм конструкции 3132×7;
б – провода № 3 и № 4 диаметром 0,825 мм и 0,8 мм конструкции 3132×5

В результате введения медной составляющей в центральную часть конструкции была устранена обрывность при волочении и изготовлены длинномерные образцы проводов № 3 и № 4 пятикластерной конструкции с разным шагом скрутки, поперечное сечение которых представлено на рисунке 4.17 б.

Вследствие использования многоволоконных элементов большего размера, расчетный диаметр волокна в проводах № 3 и № 4 увеличился до 4,2 и 4,1 мкм.

В проводах как семикластерной, так и пятикластерной конструкций во всем сечении кластеров геометрия волокон имеет наследственное искажение, образовавшееся при изготовлении первой 3132 волоконной заготовки из-за излишней пористости, возникающей при сборке 3132 прутков с размером под «ключ» 1,54 мм. На фоне присутствующего искажения волокон различия в искажении центральных и периферийных волокон не выявлено.

Наследственность в искажении геометрии волокон подтверждается геометрией поперечного сечения модельного провода № 8 (рисунок 4.18). Однако, несмотря на искажение геометрии волокон, межволоконные прослойки из резистивного сплава Cu-0,5% Mn в проводе № 8 более однородны, чем из сплава Cu-5% Ni в модельном 10644 волоконном проводе однократной сборки диаметром 0,65 мм, изготовленном с применением круглых триметаллических прутков диаметром 0,83 мм и шестигранных медных трубок (см. рисунок 4.8).

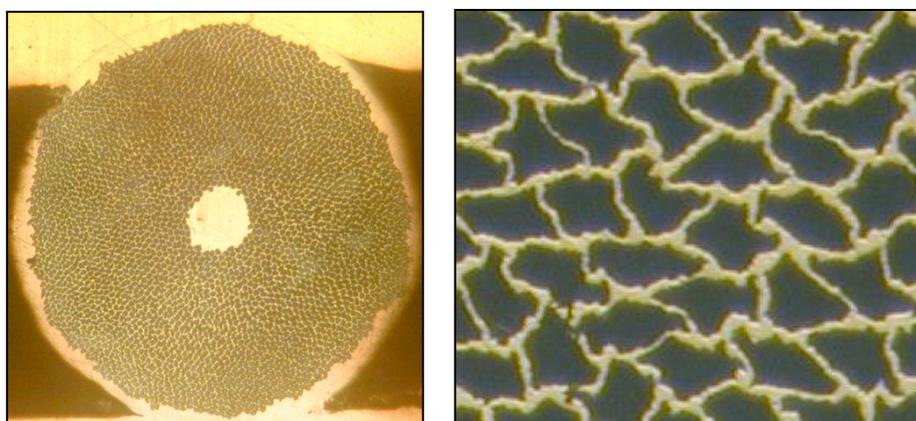


Рисунок 4.18 – Поперечное сечение и фрагмент сечения модельного провода № 8 диаметром 0,24 мм однократной 3132 волоконной сборки

Результаты исследования токовых характеристик экспериментальных проводов двукратной сборки в сравнении с модельным проводом однократной сборки № 8 представлены в таблице 4.15.

Таблица 4.15 – Токовые характеристики экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице

Провод	Диаметр провода, Мм	Обозначение конструкции (Вариант)	Диаметр волокна, Мкм	КЗ	Отношение Cu/не Cu	Шаг скрутки, мм	Критическая плотность тока (5 Тл; 0,1 мкВ/см), А/мм ²	Параметр «n»
Двукратная сборка								
№ 1	0,825	379×84 (Вариант 1)	2,9	41,0	1,44	11	2548 (4 ПО**)	44
						11	2632 (5 ПО**)	-
						8	2552 (4 ПО**)	37
						6	2561 (4 ПО**)	44
№ 2	0,8		2,8	40,0	1,50	8	2307 (4 ПО**)	33
№ 3	0,825	3132×5 (Вариант 2)	4,2	42,0	1,38	12	2450 (4 ПО**)	34
						8	2108 (4 ПО**)	28
№ 4	0,8		4,1	40,0	1,50	8	2373 (4 ПО**)	30
№ 5	0,5	379×27 (Вариант 1)	3,1	39,7	1,52	8	2631 (4 ПО**)	33
Однократная сборка								
№ 8*	0,24	3132	3,4	64,9	0,54	без твиста	2804 (5 ПО**)	38
						7	2626 (5 ПО**)	33
						4	2553 (5 ПО**)	25
						2	1950 (5 ПО**)	19

* - модельный провод, изготовленный из 3132 - волоконного прутка – кластера

** - количество ПО, проведенных в процессе изготовления провода

Критическая плотность тока в проводе № 8 монотонно снижается с 2804 А/мм² в не твистированном состоянии до 2553 А/мм² при шаге скрутки 4 мм. Понижение критической плотности тока сопровождается снижением величины параметра «n», что говорит о повреждении волокон при твистировании провода. Обращает на себя внимание резкое снижение критической плотности тока и параметра «n» при шаге скрутки 2 мм (~ 10 диаметров провода).

В проводе № 3 также происходит заметное снижение критической плотности тока с 2399 А/мм² при шаге скрутки 12 мм до 2108 А/мм² при шаге скрутки 8 мм (~ 10 диаметров провода).

В проводе № 1 в отличие от проводов № 8 и № 3, критическая плотность тока практически не снижается при уменьшении шага скрутки с 11 мм до 6 мм (~ 7 диаметров провода) и сохраняется на уровне выше 2500 А/мм².

Провода № 2 и № 4 диаметром 0,8 мм при шаге скрутки 8 мм (~ 10 диаметров провода) имеют критическую плотность тока несколько ниже (между 2300 и 2400 А/мм² в 5 Тл), чем провода аналогичных конструкций № 1 и № 3 большего диаметра 0,825 мм.

Относительно высокую критическую плотность тока 2631 А/мм² при шаге скрутки 8 мм имеет образец провода № 5, что обусловлено увеличением пространства деформации при его изготовлении.

Таким образом, наименее чувствительными к операции твистирования, важной с точки зрения снижения кооперативных потерь, оказываются провода двукратной сборки № 1, № 2 и № 5, изготавливаемые по Варианту 1, т.е. классическим методом двукратной сборки.

Исследование влияния 4-х и 5-ти ПО при температуре 375 °С соответственно общей длительностью 96 часов и 120 часов на токовые характеристики провода № 1 с шагом скрутки 11 мм показывает, что введение 5-го ПО дает незначительное возрастание критической плотности тока с 2548 А/мм² до 2632 А/мм² в 5 Тл.

Результаты испытаний на растяжение проводов № 1 и № 3 в сравнении с проводом однократной сборки диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Ni матрице (см. раздел 4.2) представлены в таблице 4.16.

Прочностные характеристики проводов № 1 и № 3 в холодно-деформированном состоянии находятся на одном уровне.

ПО приводят к существенному повышению прочностных характеристик. При этом прочностные характеристики провода № 1 практически на 50 МПа выше, чем у провода № 3.

Увеличение числа ПО с 4-х до 5-ти при изготовлении провода № 1 приводит к незначительному повышению временного сопротивления разрушению и более заметному повышению предела текучести (более чем на 40 МПа).

Таблица 4.16 – Механические характеристики экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице

Провод	Диаметр провода, Мм	Обозначение конструкции (вариант)	Диаметр волокна, мкм	КЗ (Cu/не Cu)	Состояние	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Примечание
Метод 1 - горячая двукратная сборка (ГДС)									
№ 1	0,825	379×84 (вариант 1)	2,9	41,0 (1,44)	Х/Д	746	572	1,6	Оценка влияния режима ТО
					4 ПО*	868	773	1,9	
					5 ПО*	883	823	1,79	
№ 3	0,825	3132×5 (вариант 2)	4,2	42,0 (1,38)	Х/Д	743	576	2,1	Оценка влияния режима ТО
					5 ПО*	836	775	-	
	0,5		2,5		5 ПО*	840	723	1,87	Оценка влияния деформации
Модельный провод горячей однократной сборки									
Разд. 4.2	0,65	10644	3,5	36,0 (1,80)	6 ПО**	890	600	1,9	Для сравнения

* - количество ПО, проведенных в процессе изготовления провода

Увеличение заключительной вытяжки (деформации) после последней термообработки за счет перетяжки провода № 3 диаметром 0,825 мм на диаметр 0,5 мм практически не оказывает влияния на временное сопротивление разрушению, но приводит к заметному снижению предела текучести – более чем на 50 МПа меньше, чем в исходном проводе № 3.

Провод № 1 и провод диаметром 0,65 мм однократной сборки в комбинированной Cu/Ni матрице конструкции сотового типа имеют близкие значения временного сопротивления разрушению, но при этом последний имеет более низкий предел текучести, который ниже на ~ 200 МПа.

Относительное удлинение для всех исследуемых проводов находится практически на одном уровне, из-за разрушения образцов вне расчетного участка, какой-либо корреляции между относительным удлинением образцов не выявлено.

Из представленного сравнения механических характеристик проводов следует, что увеличение числа волокон в проводе и, как следствие, увеличение доли межволоконной матрицы, а также использование в качестве ее материала сплава Cu/Cu-0,5 Mn приводит к существенному повышению предела текучести многоволоконного композита.

Гистерезисные потери и эффективный диаметр волокна в экспериментальных проводах приведены в таблице 4.17. Для сравнения в таблице представлены данные по потерям в модельном проводе № 8 и в проводе

однократной сборки диаметром 0,65 мм с межволоконной матрицей из сплава Cu-5% Ni (см.разделе 4.2), а также в проводе УНК, из которого изготавливали первые прототипы магнитов для SIS 300 [63].

Таблица 4.17 Гистерезисные потери и эффективный диаметр волокна в экспериментальных NbTi проводах двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице

Провод*	Диаметр провода, мм	Обозначение конструкции (вариант)	D _{расч} диаметр волокна, мкм	Гистерезисные потери, мДж/см ³				D _{eff} диаметр волокна (± 3,0 Тл), мкм	D _{eff} /D _{расч}
				± 0,5 Тл	± 1,0 Тл	± 1,5 Тл	± 3,0 Тл		
Двукратная сборка									
№ 1	0,825	379×84 (Вариант 1)	2,9	21,2	30,4	37	50,6	4,68	1,61
№ 2	0,8		2,8	-	-	-	30,38	4,7	1,68
№ 3	0,825	3132×5 (Вариант 2)	4,2	28,2	42	52,2	71,4	7,1	1,69
№ 4	0,8		4,1	-	-	-	44,08	6,4	1,56
№ 5	0,5	379×27 (Вариант 1)	3,1	-	-	-	29,08	3,8	1,23
УНК	0,85	55×162 (Вариант 1)	5,84	48	66	79	106	12,4	2,12
Однократная сборка									
№ 8*	0,24	3132	3,4	36,1	53,5	65,2	88,3	5,2	1,53
Разд. 4.2	0,65	10644	3,5	20	32	-	51	5,2	1,49

* - модельный провод, изготовленный из 3132 - волоконного прутка – кластера

Минимальные потери и отношение $D_{eff}/D_{расч} = 1,23$ имеет провод № 5 диаметром 0,5 мм с расчетным диаметром волокна 3,1 мкм и с самой высокой плотностью тока.

Среди проводов диаметром 0,825 мм, наименьшие потери 50,6 мДж/см³ (± 3 Тл) имеет провод № 1. Ожидая характерное для проводов двукратной сборки высокое соотношение $D_{eff}/D_{расч}$ (1,61 для провода № 1) изначально расчетный диаметр волокна в этом проводе был уменьшен до 2,9 мкм, что позволило получить уровень потерь не выше, чем в ранее изготовленном модельном проводе однократной сборки диаметром 0,65 мм с расчетным диаметром волокна 3,5 мкм (51 мДж/см³ в поле ± 3 Тл).

Высокий уровень гистерезисных потерь в проводе № 3 конструкции 3132×5 диаметром 0,825 мм связан не только с большим расчетным диаметром волокна 4,2 мкм, но и с наследственной неоднородностью геометрии волокон.

В модельном проводе № 8 гистерезисные потери также находятся на достаточно высоком уровне $88,3 \text{ мДж/см}^3$ в поле $\pm 3 \text{ Тл}$ при отношении $D_{\text{eff}}/D_{\text{расч}} = 1,53$, из-за вытянутости волокон в поперечном сечении.

Сравнивая гистерезисные потери и отношение $D_{\text{eff}}/D_{\text{расч}}$ экспериментальных проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице с проводом двукратной сборки для УНК в медной матрице, который имеет потери 106 мДж/см^3 в поле $\pm 3,0 \text{ Тл}$ и большое отношение $D_{\text{eff}}/D_{\text{расч}} = 2,12$, свидетельствующее о крайне неоднородной геометрии волокна и об электромагнитном взаимодействии волокон через медную межволоконную матрицу, можно заключить, что применение резистивной матрицы между волокнами в проводах для магнитной системы ускорителя ФАИР вполне оправданно.

На рисунке 4.19 представлены динамические потери в проводах № 1 и № 3 с шагом скрутки 11 и 12 мм соответственно.

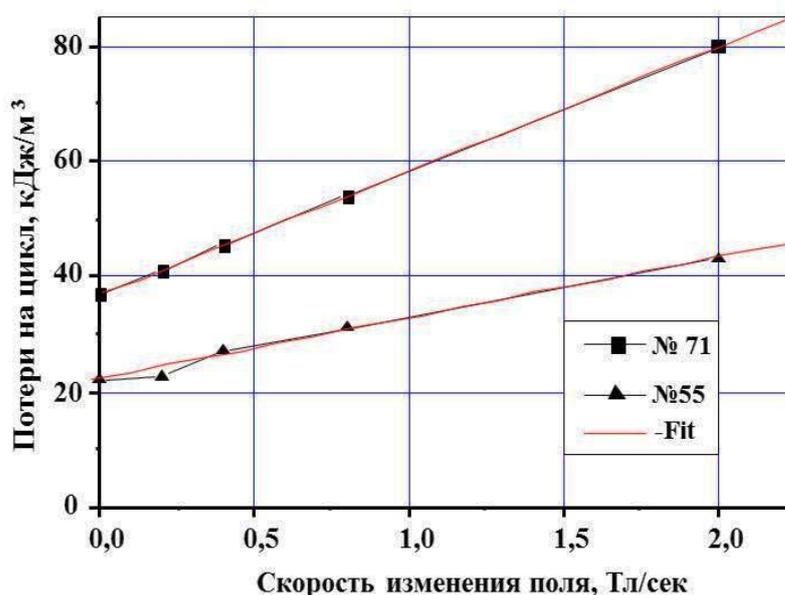


Рисунок 4.19 – Потери переменного тока в зависимости от скорости изменения поля при амплитуде поля 3 Тл: ▲ – провод № 1; ■ – провод № 3

Общие потери в проводе № 1 меньше чем в проводе № 3. Крутые скоростные зависимости общих потерь в проводах можно связать с большим шагом скрутки. При скорости изменения поля 1 Тл/с (условия работы

синхротронов SIS 300) в обоих проводах основной вклад в общие потери вносят гистерезисные потери, кооперативные потери составляют ~ 35 %. При скорости изменения поля 4 Тл/с (условия работы синхротронов SIS 300) будут преобладать кооперативные потери.

Дальнейшее снижение энергетических потерь в проводах возможно за счет уменьшения шага скрутки провода, что может быть реализовано при использовании новых подходов и современного оборудования в условиях производства АО ЧМЗ.

В результате проведенных исследований на экспериментальных проводах продемонстрирована возможность изготовления сверхпроводящих NbTi проводов диаметрами 0,8 мм и 0,825 мм с диаметром волокна ~ 2,5-3,5 мкм, содержащих сплав Cu-0,5 Mn между волокнами методом горячей двукратной сборки по Варианту 1 и Варианту 2 с приемлемым уровнем критической плотности тока 2450-2600 А/мм² (5Т; 4,2 К) и низкими гистерезисными потерями < 50 кДж/м³ (\pm 3 Тл).

С точки зрения технической реализуемости и адаптации для серийного производства наиболее доступными являются провода, изготавливаемые по Варианту 1, основным преимуществом которых является простота сборки композиционных заготовок вследствие довольно больших значений размеров под ключ шестигранных прутков, собираемых в первую и вторую композиционные заготовки. Такие прутки могут быть качественно выправлены, чтобы обеспечить хорошее исходное заполнение пространства заготовок при сборке.

С позиции достижения наименьших потерь, наибольший интерес представляют провода, изготавливаемые по Варианту 2, позволяющему уменьшить долю межкластерных областей во второй заготовке и, как следствие, привести к меньшему числу искаженных волокон при её выдавливании. Поэтому при доработке конструкции, несмотря на некоторые сложности при изготовлении первой многоволоконной заготовки, которые могут быть сведены к минимуму при увеличении её размера, провода Варианта 2 будут весьма перспективны для массового производства в промышленных условиях.

4.3.2. NbTi провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР

По результатам исследований экспериментальных NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице совместно с разработчиками магнитов для синхротрона SIS 300 (типа «cos θ») и SIS 100 (типа «нуклотрон») были сформулированы новые (окончательные) требования к проводам диаметрами 0,825 мм и 0,8 мм соответственно (см. таблицу 4.18).

Таблица 4.18 Требования к NbTi проводам диаметрами 0,8 мм и 0,825 мм для быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР

Параметр провода	Прототип квадрупольного магнита синхротрона SIS 300 (ИФВЭ, Протвино)	Прототип дипольного магнита синхротрона SIS 100 (GSI, Германия)
Диаметр провода, мм	0,825 ^{+0,005}	0,8 ^{+0,005}
Диаметр волокна, мкм	< 3,5	2,4 ÷ 3,4
Шаг скрутки, мм	< 12	6÷7
Материал матрицы между волокнами	Cu-0,5 мас. % Mn	Cu-0,5 мас. % Mn
Материал матрицы на оболочке и в центре	Cu	Cu
Отношение Cu/nonCu	1,38 ^{+0,1}	1,4 ^{+0,1}
Критический ток (5 Тл, 4,2 К, 0,1 мкВ/см), А	> 500	-
Критический ток (2 Тл, 4,2 К, 0,1 мкВ/см), А	-	> 913
Параметр нарастания напряжения (5 Тл, 4,2 К)	n ≥ 30	
Параметр нарастания Напряжения (2 Тл, 4,2 К)	-	n ≥ 30
Отношение RRR	≥ 100	≥ 75*
Длина единичного куска, м	> 55	> 260

* В спецификации на провод для прототипа магнита синхротрона SIS100 требование по RRR отсутствует. Имеются требования по сопротивлению единичной длины провода при температурах 293 К и 10 К. Согласно которому, так называемое, линейное сопротивление при температуре 293 К должно находиться в пределах от 64 до 74 мОм/м, а при температуре 10 К - в пределах от 0,258 до 0,86 мОм/м. В этом случае минимально допустимое значение относительного остаточного сопротивления (RRR) составляет 75.

В проводах для синхротронов SIS 300 и SIS 100 требования по критическому току установлены для магнитного поля 5 Тл и 2 Тл соответственно.

Шаг скрутки в проводе для SIS 300 ограничен на уровне 12 мм, а в проводе для SIS 100 с целью снижения кооперативных потерь уменьшен до 6-7 мм.

Последнее означает, что провод для SIS 100 необходимо твистировать с шагом скрутки < 10 диаметров провода, при котором создаются условия для обрывности NbTi волокон, что может привести к деградации токовых характеристик и потери технологичности.

Сравнивая требования к проводам для SIS 300 и SIS 100 целесообразно было бы изготовить провод для SIS 100, путём перетяжки провода для SIS 300.

Однако при удовлетворительном критическом токе, превышающим на 7 % минимальное требуемое значение критического тока 913 А в магнитном поле 2 Тл, это оказалось невозможным. Поскольку другой не менее важный параметр – гистерезисные потери возрастают более чем на 20 % во всех полях от $\pm 0,5$ Тл до ± 3 Тл, несмотря на уменьшение диаметра волокон. Последнее объясняется тем, что при уменьшении диаметра провода, кроме уменьшения диаметра волокон, происходит уменьшение межволоконных расстояний, и начинает проявляться, «эффект близости».

Принимая во внимание полученные результаты и положительный опыт изготовления экспериментальных проводов получение проводов в соответствии с требованиями, представленными в таблице 4.18, проводили в следующей последовательности. Вначале были разработаны и изготовлены провода диаметрами 0,825 мм и 0,8 мм оптимизированных конструкций Варианта 1, а затем провод диаметром 0,8 мм усовершенствованной конструкции Варианта 2, расчетные параметры и конструкции которых представлены в таблице 4.19 и на рисунке 4.20.

Для сокращения стоимости, в основу разработки оптимизированных конструкций двукратной сборки 439×78 и 379×114 Варианта 1 из заготовок диаметром 110 мм и 130 мм применительно к серийному производству заложен принцип использования имеющихся в наличии инструмента и оборудования.

В основу разработки усовершенствованной конструкции двукратной сборки 1735×17 Варианта 2 из заготовок диаметром 250 мм и 200 мм применительно к массовому производству в условиях АО ЧМЗ заложен принцип использования прутков сплава НТ-47, получаемых из слитков диаметром 320 мм

по новым технологическим схемам (см. раздел 3.3) и полуфабрикатов, применяемых при изготовлении проводов по проекту ИТЭР, что существенно унифицирует процесс производства NbTi проводов и позволяет максимально использовать возможности существующего производства.

Так, конструкция триметаллической заготовки ориентирована на используемый в технологии изготовления NbTi провода для ИТЭР контейнер диаметром 110 мм и отличается от штатной заготовки для ИТЭР наличием втулки из сплава CuMn.

Конструкция первой многоволоконной заготовки ориентирована на контейнер диаметром 250 мм и предполагает использование штатного медного чехла, штатных комплектующих – триметаллических прутков с размером под «ключ» $S = 2,48\text{мм}$, штатных режимов подготовки и обработки, применяемых при изготовлении NbTi провода для ИТЭР.

Конструкция второй многоволоконной заготовки ориентирована на контейнер диаметром 200 мм с использованием медного трубного полуфабриката, применяемого при изготовлении Nb₃Sn провода для ИТЭР.

Таблица 4.19 Расчетные параметры NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 300 и SIS 100

Параметр провода	Провод SIS 300 Вариант 1	Провод SIS 100 Вариант 1	Провод SIS 100 Вариант 2
Тип сборки	двукратная		
Конструкция	439×78	379×114	1735×17
Диаметр одноволоконной заготовки	100	100	110
Диаметр первой многоволоконной заготовки	130	130	250
Диаметр второй многоволоконной заготовки	110	110	200
Диаметр провода, мм	0,825	0,800	0,800
Количество волокон, шт.	34242	43206	29495
Коэффициент заполнения по сверхпроводнику	0,41	0,416	0,39
Отношение Cu/nonCu	1,453	1,404	1,549
Диаметр волокна, мкм	2,846	2,559	2,936
Минимальное межволоконное расстояние, мкм	0,28	0,304	0,328
Коэффициент заполнения по CuMn сплаву	0,13	0,158	0,142
Коэффициент заполнения по центральной меди	0,06	0,043	0,084
Коэффициент заполнения по межкластерной меди	0,09	0,119	0,215
Коэффициент заполнения по наружной меди	0,31	0,264	0,167

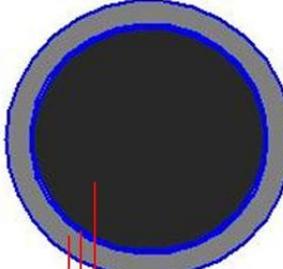
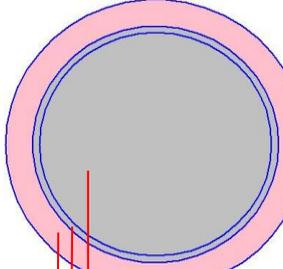
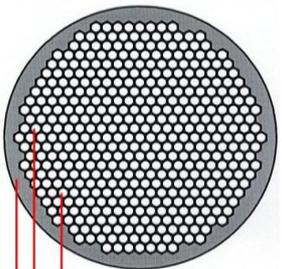
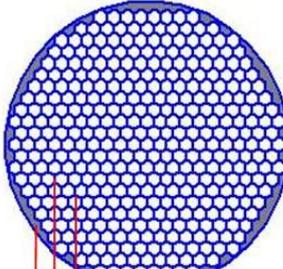
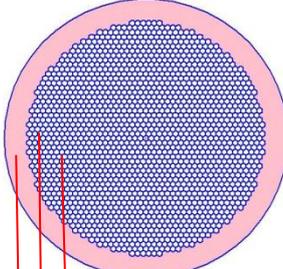
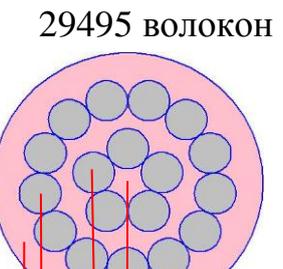
Тип заготовки	Провод SIS 300 Вариант 1	Провод SIS 100 Вариант 1	Провод SIS 100 Вариант 2
Одноволоконная	Диаметр 100 мм  <ul style="list-style-type: none"> NbTi пруток Nb барьер Оболочка из CuMn сплава 	Диаметр 100 мм  <ul style="list-style-type: none"> NbTi стержень Nb барьер Оболочка из CuMn сплава 	Диаметр 110 мм  <ul style="list-style-type: none"> NbTi стержень Nb барьер Оболочка из CuMn сплава
	439 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Триметаллические прутки Медная оболочка 	379 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Триметаллические прутки Медная оболочка 	1735 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Триметаллические прутки Медная оболочка
	439×78 34248 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Медный сердечник Многоволоконные прутки Межкластерная медь Медная матрица 	379×114 43206 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Медный сердечник Многоволоконные прутки Медная оболочка 	1735×17 29495 волокон  <ul style="list-style-type: none"> Медный Многоволоконные прутки Медная оболочка

Рисунок 4.20 – Конструкции составных композиционных заготовок для изготовления NbTi проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 300 и SIS 100

Помимо принципов технической реализуемости при разработке оптимизированных конструкций Варианта 1 и усовершенствованной конструкции Варианта 2 исходили из того, что уровень гистерезисных потерь в изготовленных проводах для SIS 300 и SIS 100, выпущенных в опытнопромышленных и промышленных условиях, не должен быть выше, чем в экспериментальных проводах.

В связи с этим, по сравнению с экспериментальными проводами в оптимизированных конструкциях 439×78 и 379×114 проводов Варианта 1 для SIS 300 диаметром 0,825 мм и для SIS 100 диаметром 0,8 мм расчетный диаметр волокна уменьшен с 2,9 мкм до 2,846 мкм и 2,559 мкм соответственно. Как следствие увеличено количество волокон до 34242 шт. и 43206 шт. При этом в проводе для SIS 300 на 60 шт. увеличено и на 6 шт. уменьшено, а в проводе для SIS 100 оставлено на прежнем уровне и на 30 шт. увеличено количество триметаллических и многоволоконных прутков соответственно.

В усовершенствованной конструкции 1735×17 провода Варианта 2 для SIS 100 диаметром 0,8 мм расчетный диаметр волокна уменьшен с 3,5 мкм до 3 мкм, а количество волокон увеличено до 29495 шт.

К тому же во второй многоволоконной заготовке введен второй ряд из двенадцати кластеров и как следствие уменьшено количество триметаллических прутков и увеличен их размер под «ключ» $S = 2,48$ мм в первой многоволоконной заготовке, что привело к повышению качества ее сборки.

Учитывая требования по критическому току, а также то, что за счет увеличения размера заготовок вытяжка при изготовлении проводов увеличивается, толщина барьера из ниобия была увеличена до 1,20 мм для провода диаметром 0,825 мм и до 1,30 мм для проводов диаметром 0,8 мм. Кроме того для изготовления провода диаметром 0,8 мм конструкции 379×114 Вариант 1 применен многослойной барьер из тонколистового ниобия с прочностными характеристиками, превышающими характеристики барьеров из ниобия в виде обечайки и трубы, использованных в проводах диаметрами 0,825 мм конструкции 439×78 Вариант 1 и 0,8 мм конструкции 1735×17 Вариант 2.

Провод диаметром 0,825 мм Вариант 1 для SIS 300 изготовлен в опытно-промышленном цехе АО «ВНИИНМ», с применением увеличенного размера полуфабрикатов, используемых при изготовлении экспериментальных проводов, за исключением прутков сплава НТ-47, изготовленных с применением операции осадки слитка (см. раздел 3.2).

Провода диаметром 0,800 мм Вариант 1 и Вариант 2 для SIS 100 изготовлены в кооперации АО «ВНИИНМ» и АО ЧМЗ, с применением полуфабрикатов производства АО ЧМЗ, используемых при производстве проводов для проекта ИТЭР, за исключением следующих полуфабрикатов, изготовленных в АО «ВНИИНМ»:

- триметаллические прутки Cu-0,5 Mn/Nb/NbTi диаметром 26 мм, полученные с использованием прутков сердечников сплава НТ-47 (изготовленных с применением операции осадки слитка см. раздел 3.2) и многослойного барьера из ниобия (см. раздел 3.4), для провода конструкции 379×114 Вариант 1;

- трубные втулки из сплава Cu-0,5 Mn (см. раздел 3.5) для провода конструкции 1735×17 Варианта 2.

На рисунках 4.21 и 4.22 представлены многоволоконные заготовки, для изготовления проводов диаметром 0,800 мм Вариант 1 и Вариант 2 для SIS 100 в условиях АО ЧМЗ.

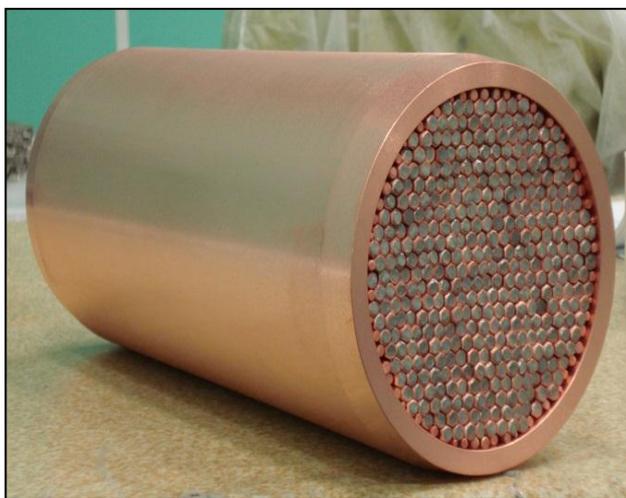
Для повышения технологичности многоволоконного композита при изготовлении проводов диаметром 0,8 мм для SIS 100 в АО ЧМЗ за счёт использования современного оборудования реализованы следующие предложения:

- вместо операции обжатие в контейнере пресса введена операция газостатического обжатия для лучшего и равномерного уплотнения многоволоконных заготовок перед их прессованием;

- введена операция бесцентровой обточки в бухтах на малых диаметрах медных прутков, композиционных одноволоконных и многоволоконных прутков для удаления загрязненного поверхностного слоя, образующегося в процессе

волочения и термообработок, а также для корректировки отношения медь/не медь;

- вместо классической операции однократного твистирования (скрутки) провода разработана и внедрена технология скрутки провода за два прохода.

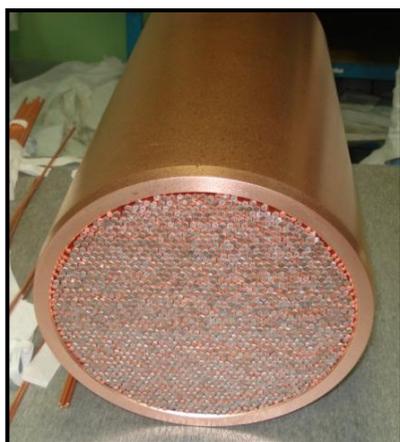


а



б

Рисунок 4.21 – Вид многоволоконных заготовок в сборе для изготовления провода диаметром 0,8 мм для SIS 100 конструкции 379×114 Вариант 1: а – первая 379 - волоконная заготовка диаметром 130 мм, б – вторая 43206 - волоконная заготовка диаметром 110 мм



а



б

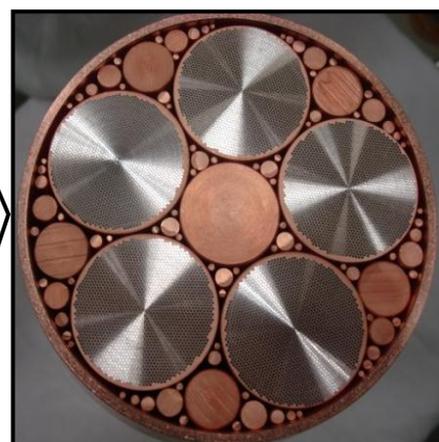


Рисунок 4.22 – Вид многоволоконных заготовок в сборе для изготовления провода диаметром 0,8 мм для SIS 100 конструкции 1735×17 Вариант 2: а – первая 1735- волоконная заготовка диаметром 250 мм, б – вторая составная 29495 - волоконная заготовка диаметром 200 мм.

На рисунках 4.23-4.25 представлены общий вид и фрагменты поперечных сечений изготовленных проводов двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице для магнитов сикротронов SIS 300 и SIS 100.

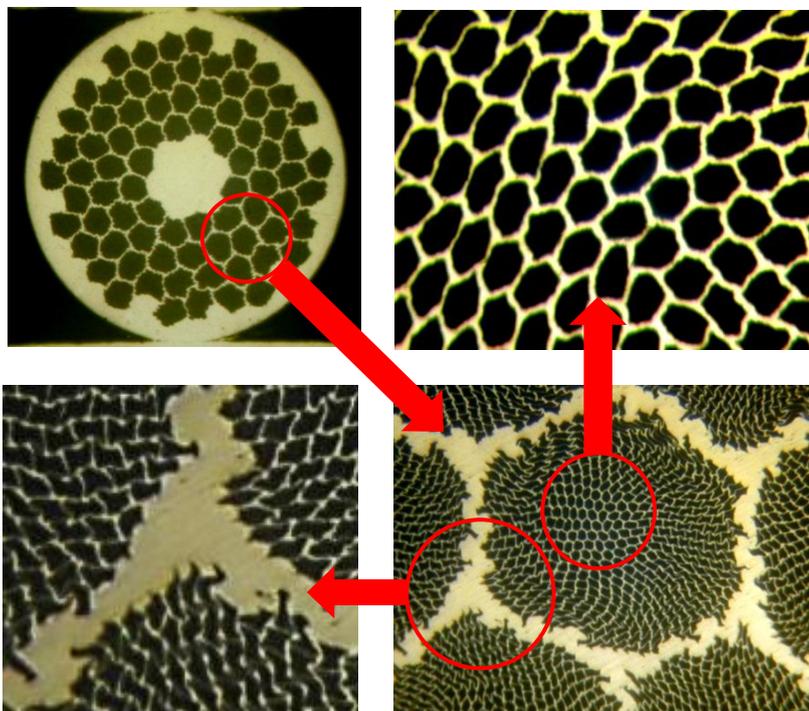


Рисунок 4.23 – NbTi провод диаметром 0,825 мм для SIS 300, конструкция 439×78 Вариант 1

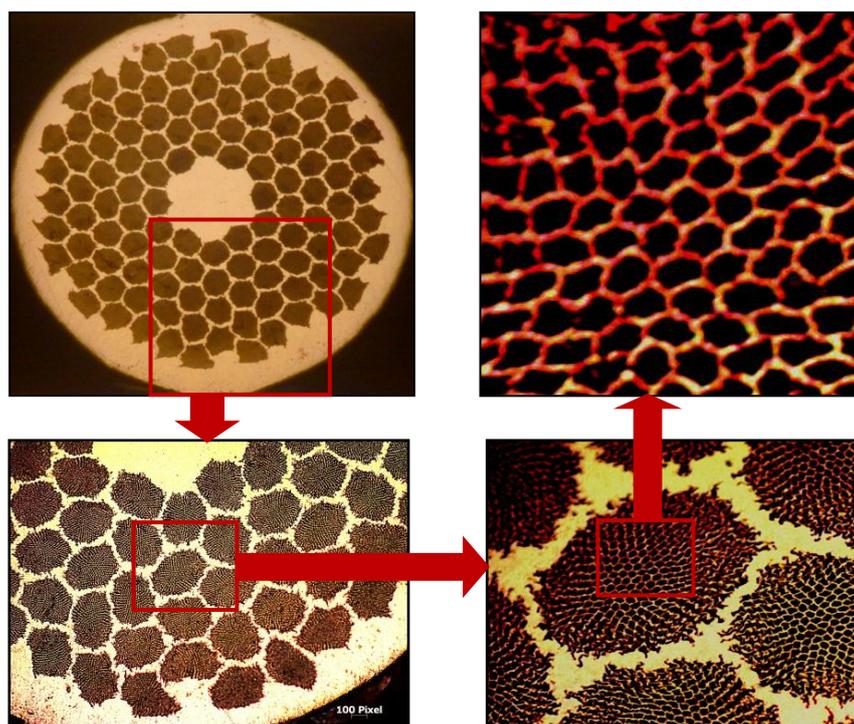


Рисунок 4.24 – NbTi провод диаметром 0,8 мм для SIS 100, конструкция 379×114 Вариант 1

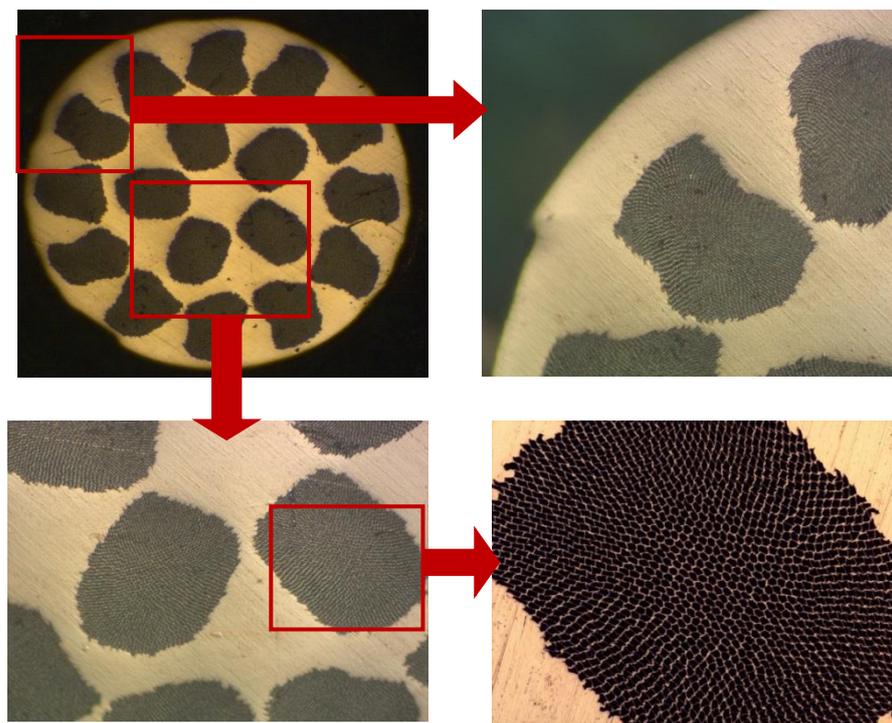


Рисунок 4.25 – NbTi провод диаметром 0,8 мм для SIS 100, конструкция 1735×17 Вариант 2

В NbTi проводах, изготовленных по Варианту 1, в межкластерной области наблюдается повышенное искажение волокон (около 30-40 % периферийных волокон в рамках каждого кластера), свойственное классическим проводам, изготавливаемым по методу двукратной сборки. Это является следствием профилирования прутка первой многоволоконной заготовки и неоднородной деформации центральных и периферийных слоев многоволоконных кластеров в процессе выдавливания второй составной многоволоконной заготовки.

В NbTi проводе, изготовленном по Варианту 2, все 17 кластеров из 1735 волокон несколько вытянуты в радиальном направлении. Соотношение максимального и минимального размеров по осям составляет $\sim 1,4$. Несмотря на присутствующую вытянутость кластеров изменение формы волокон внутри кластеров незначительно. Оно ближе к изменению формы волокон проводов однократных сборок, чем к изменению формы волокон проводов классической двукратной сборки. Доля искаженных волокон в периферийной области кластеров намного ниже, чем в проводах Варианта 1 диаметром 0,825 мм конструкции 439×78 и диаметром 0,8 мм конструкции 379×114.

Характеристики разработанных проводов приведены в таблице 4.20.

Таблица 4.20 – Технические и электрофизические характеристики NbTi проводов двукратной сборки в Cu/Cu-Mn матрице для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 300 и SIS 100

Параметр Провода	Прототип квадрупольного магнита синхротрона SIS 300 (ИФВЭ, Протвино)		Прототип однослойного изогнутого дипольного магнита синхротрона SIS 100 (GSI Германия)		
	Требование	Результат	Требование	Результат	
Вариант конструкции	-	Вариант 1	-	Вариант 1	Вариант 2
Тип сборки	Двукратная	Двукратная 439×78	Двукратная	Двукратная 379×114	Двукратная 1735×17
Диаметр провода, мм	0,825 ^{+0,005}	0,828	0,8 ^{+0,005}	0,802	0,803
Диаметр волокна, мкм	< 3,5	2,91	2,4÷3,4	2,5	3,0
Шаг скрутки, мм	< 12	8	≤ 8	7	7
Количество волокон, шт.	-	34242	-	43206	29495
Направление скрутки	Правая	Правая	Правая	Правая	Правая
Материал матрицы между волокнами	Cu-Mn	Cu-0,5мас.%Mn	Cu-Mn	Cu-0,5мас.%Mn	Cu-0,5мас.%Mn
Материал матрицы на оболочке и в центре	Cu	Cu	Cu	Cu	Cu
Отношение Cu/nCu	1,38 ^{±0,1}	1,31 - 1,37	1,4 ^{±0,1}	1,42 - 1,44	1,50 - 1,57
Критический ток, А (5 Тл; 4,2 К; 0,1 мкВ/см)	> 500	529 - 591	-	503 - 511	497 - 512
Критический ток, А (2 Тл; 4,2 К; 0,1 мкВ/см)	-	-	> 913	960 - 970	946 - 976
Параметр нарастания напряжения (5 Тл, 4,2 К)	n > 30	43 - 54	-	40 - 43	45 - 55
Гистерезисные потери, мДж/см ³ (± 3,0 Тл)	-	49 - 54	-	35 - 40	32 - 34
Эффективный диаметр волокна, мкм (± 3,0 Тл)	-	4,7 - 5,4	-	3,5 - 4,2	3,7 - 3,8
Отношение D _{эфф} /D _{расчет}	-	1,61 - 1,85	-	1,40 - 1,68	1,23 - 1,27
Отношение RRR	≥ 100	130 - 143	≥ 75	97 - 116	141 - 160
Длина единичного куска, м	> 500	540 - 700	> 260	800 - 1000	800 - 1000

Качество изготовленных проводов, несмотря на выявленное при металлографическом исследовании искажение волокон, является достаточно высоким. О высоком качестве свидетельствуют приведенные в таблице 4.27 значения параметра «n», величина которого находится в интервале 40-55. Такие значения соответствуют композиционным проводам с целыми волокнами. Целостность волокон подтверждается даже при твистировании провода с шагом 7 мм (см. Рисунок 4.26).

Более того, целостность волокон не нарушается при испытании провода на острый изгиб. На рисунке 4.27 для примера представлено изображение провода после изгиба на пластину толщиной 1,5 мм и последующего удаления

комбинированной Cu/Cu-Mn матрицы. Ни нарушений сплошности матрицы, ни массового разрыва волокон не выявлено.

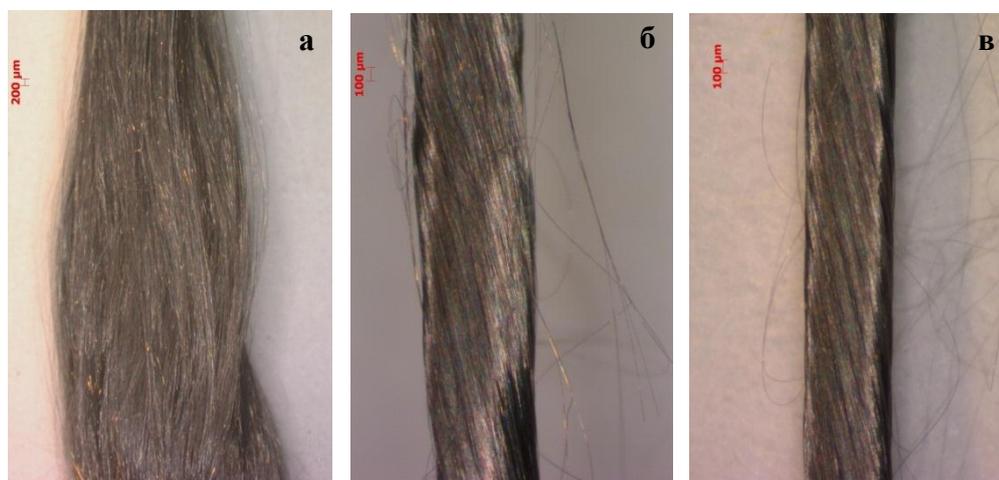


Рисунок 4.26 – Вид волокон в проводе диаметром 0,8 мм двукратной сборки конструкции 1735×17 Вариант 2 после удаления Cu/Cu-Mn матрицы: а – не твистированное состояние, б – шаг скрутки 10 мм, в – шаг скрутки 7 мм

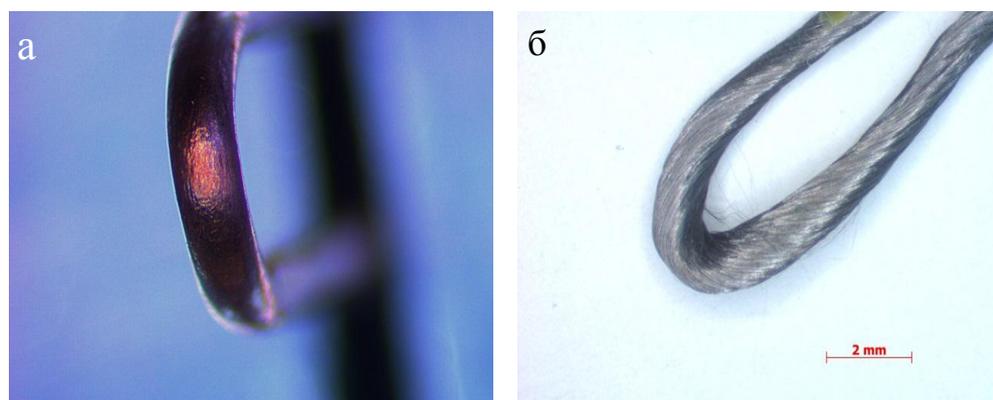


Рисунок 4.27 – Испытание провода диаметром 0,8 мм конструкции 379×114 Вариант 1 на острый изгиб: а – вид изогнутого провода, б – вид изогнутого провода после удаления Cu/Cu-Mn матрицы

Введение операции скрутки провода за два прохода и разработанные режимы скрутки, позволили минимизировать шаг скрутки в изготовленных проводах до 7-8 мм, не вызывая заметной деградации токонесущей способности и снижения технологичности.

Зависимость критической плотности тока от шага скрутки провода конструкции 1735×17 приведенная на рисунке 4.28, показывает слабую деградацию тока. Критическая плотность тока снижается на ~ 8 % при шаге скрутки 6 мм.

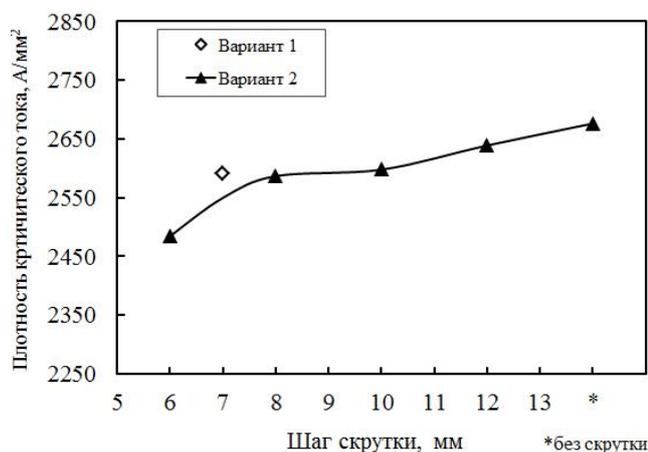


Рисунок 4.28 – Изменение критической плотности тока от шага скрутки в проводе двукратной сборки в Cu/Cu-Mn матрице диаметром 0,8 мм конструкции 1735×17 Вариант 2 для SIS 100

Несмотря на слабую зависимость этой характеристики от шага скрутки, к внедрению шага скрутки < 6,5 мм при массовом выпуске следует относиться осторожно, поскольку это может привести к увеличению обрывности и, как следствие, к сокращению длины единичного куска провода.

Критический ток проводов для SIS 300 и SIS 100 превышает заданные значения на ~ 5 % и более. В проводе Варианта 1 для SIS 100 значения критического тока немного выше, чем в проводе Варианта 2, что обусловлено меньшим отношением медь/не медь (более высоким КЗ по сверхпроводнику).

Относительное остаточное сопротивление RRR во всех проводах превышает заданные значения более чем на 20 %. При этом значение RRR для проводов SIS 300 Вариант 1 и SIS 100 Вариант 2 в 1,5 раза выше, чем для провода SIS 100 Вариант 1. Это связано с особенностями конструкций. Как видно из рисунков 4.23-4.25, медные межкластерные составляющие (прослойки) в проводе для SIS 100 Вариант 2 намного толще. Наличие медных прослоек с поперечными размерами, превышающими длину свободного пробега электрона в меди при

низкой температуре ($\lambda \sim 10$ мкм) обеспечивает более высокие значения параметра RRR [64, 65]. В проводе для SIS 300 Вариант 1 за счет большего диаметра провода, большего коэффициента заполнения по наружной меди и меньшего коэффициента заполнения по CuMn сплаву, т.е. за счет большей площади меди в сечении провода.

Гистерезисные потери для всех изготовленных проводов находятся на приемлемо низком уровне. Они более чем в два раза ниже, чем в проводе двукратной сборки в медной матрице с диаметром волокна 6 мкм для УНК, из которого изготавливали первые прототипы магнитов для SIS 300, и существенно ниже, чем в современных проводах однократной сборки в медной матрице с диаметром волокна 6-7 мкм (см. рисунок 4.29).

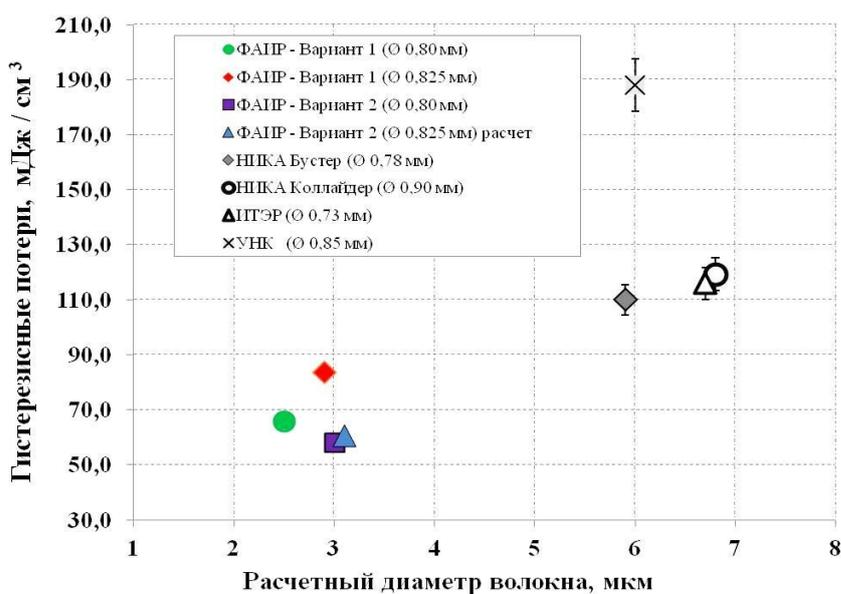


Рисунок 4.29 – Гистерезисные потери ($\pm 1,5$ Тл) в волокнах NbTi проводов в Cu/Cu-Mn матрице для SIS 300 и SIS 10 в сравнении с NbTi проводами в медной матрице для УНК, ИТЭР и НИКА

При этом гистерезисные потери в проводах Варианта 1 и Варианта 2 диаметром 0,8 мм для SIS 100 отличаются, минимальные потери ~ 60 мДж/см³ в пересчете на NbTi имеет провод Варианта 2. Темным треугольником на рисунке 4.29 показана расчётная величина гистерезисных потерь в проводе для SIS 300 диаметром 0,825 мм при его изготовлении по Варианту 2. Разница в

диаметрах (0,800 мм и 0,825 мм) приводит к незначительному увеличению расчетного диаметра волокна (с 3 мкм до 3,1 мкм) в проводе Варианта 2 для SIS 300, а также незначительному увеличению гистерезисных потерь. При этом потери на ~ 20 мДж/см³ ниже, чем в проводе диаметром 0,825 мм с расчетным диаметром волокна 2,846 мкм, изготовленном по Варианту 1. Следовательно, провод для SIS 300 диаметром 0,825 мм при массовом выпуске целесообразно изготавливать по Варианту 2.

Гистерезисные потери в проводе для SIS 100 диаметром 0,8 мм Варианта 2 также ниже, чем в Варианте 1, и для амплитуд магнитного поля $\pm 1,5$ Тл и $\pm 3,0$ Тл они составляют ~ 25 и $\sim 32\div 34$ мДж/см³ соответственно (см. рисунок 4.30).

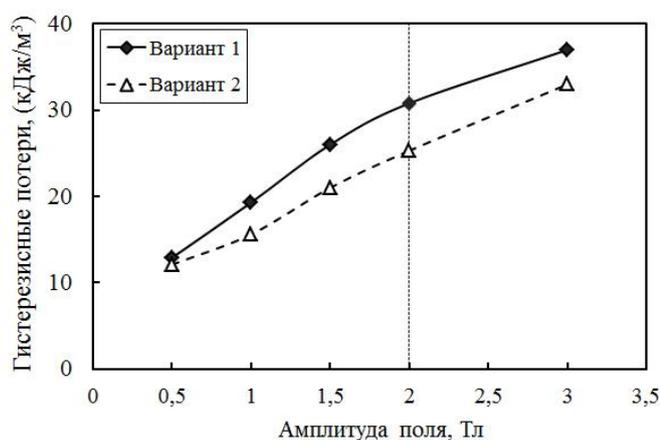


Рисунок 4.30 – Зависимость потерь от амплитуды магнитного поля для проводов SIS 100 диаметром 0,8 мм конструкций 379×114 Вариант 1 и 1735×17 Вариант 2

Следует обратить внимание, что расчетный диаметр волокна в проводе для SIS 100 конструкции 379×114 Вариант 1 равен 2,5 мкм, а отношение эффективного диаметра к расчетному составляет 1,40-1,68, что выше, чем в проводе конструкции 1735×17 Вариант 2 – 1,23-1,27 при расчетном диаметре волокна 3 мкм.

В NbTi проводе диаметром 0,73 мм, изготовленном на АО ЧМЗ по методу однократной сборки для магнитной системы ИТЭР [66] при расчетном диаметре волокна 6,7 мкм эффективный диаметр волокна и его отношение к расчетному составляют соответственно 7,7 мкм ($\pm 3,0$ Тл) и 1,12.

Таким образом, отношение эффективного диаметра волокна к расчетному в проводе для SIS 100 конструкции 1735×17 Вариант 2 намного ближе к значениям, получаемым в проводах однократной сборки, что свидетельствует о меньшем искажении волокон в этом проводе.

Зависимости общих потерь от амплитуды поля при разных скоростях изменения поля и от скорости изменения поля при разных амплитудах поля для проводов SIS 100 диаметром 0,8 мм Вариант 1 и Вариант 2 представлены на рисунках 4.31 и 4.32. На них пунктирными линиями приведены данные для поля с амплитудой 2 Тл, определенные экстраполяцией.

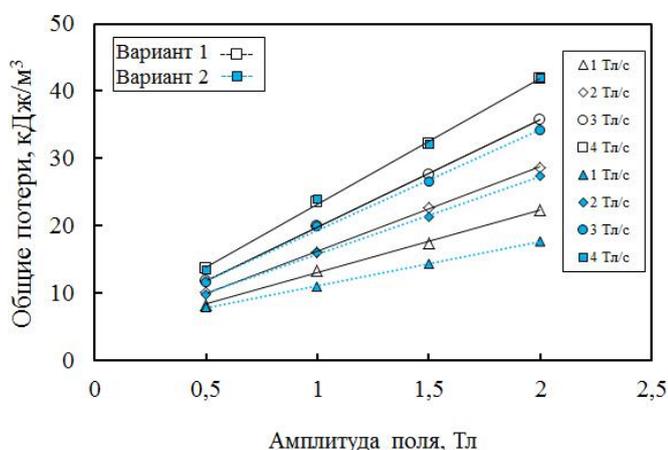


Рисунок 4.31 – Зависимость общих потерь от амплитуды поля при разных скоростях изменения поля для проводов SIS 100 диаметром 0,8 мм конструкций 379×114 Вариант 1 и 1735×17 Вариант 2

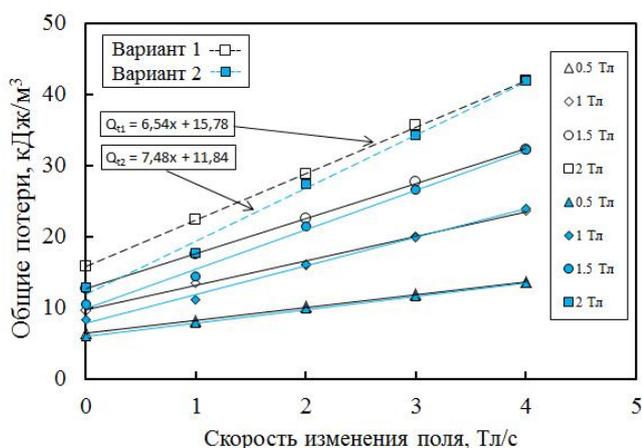


Рисунок 4.32 – Зависимость общих потерь от скорости изменения поля при разных амплитудах поля для проводов SIS 100 диаметром 0,8 мм конструкций 379×114 Вариант 1 и 1735×17 Вариант 2

Видно, что провод конструкции 1735×17 Вариант 2 более чувствителен к скорости изменения поля, вероятно, из-за наличия довольно больших площадей меди между кластерами волокон. Это особенно заметно при максимальной амплитуде поля 2 Тл. С уменьшением скорости изменения поля и увеличением его амплитуды разница в уменьшении величины общих потерь возрастает по сравнению с проводом конструкции 379×114 Вариант 1.

Для амплитуды поля 2 Тл и скорости изменения поля 4 Т/с, близких к рабочему режиму магнитов SIS 100 ускорителя FAIR, зависимости общих потерь могут быть представлены как $Q_t = 6,54x + 15,78 \text{ dB/dt}$ для провода конструкции 379×114 Вариант 1 и $Q_t = 7,48x + 11,84 \text{ dB/dt}$ для провода конструкции 1735×17 Вариант 2. С повышением амплитуды поля разница в величине потерь уменьшается и при амплитуде поля 2 Тл и $\text{dB/dt} = 4 \text{ Т/с}$ оба провода имеют одинаково низкие значения общих потерь. При этом, из-за более стабильной геометрии волокна и, как следствие, меньшей величины гистерезисных потерь, а также меньших затрат на производство выбор конструкции 1735×17 Вариант 2 для массового выпуска проводов вполне оправдан.

Таким образом, результаты проведенных исследований показывают, что провода двукратной сборки в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице диаметром 0,800 мм конструкций 379×114 Вариант 1 и 1735×17 Вариант 2 и диаметром 0,825 мм конструкции 439×78 Вариант 1 полностью соответствуют требованиям, предъявляемым к проводам нового класса с высокими токовыми характеристиками и низкими потерями для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300 ускорительного комплекса ФАИР.

Также необходимо указать, что характеристики разработанного и выпущенного NbTi провода диаметром 0,8 мм конструкции 1735×17 Вариант 2 соответствуют всем требованиям (таблица 4.21), предъявляемым к проводу нового класса для высокопольного быстроциклирующего модельного магнита типа «cos θ » для модернизации суперпротонного синхротрона (Super Proton Synchrotron – SPS) в ЦЕРНе (Швейцария).

Таблица 4.21 Требования к NbTi проводу для высокопольного быстроциклирующего модельного магнита типа «cos θ » для SPS

Характеристика провода		Значение
Диаметр, мм		0,70÷0,90
Диаметр волокна, мкм		~ 3,5÷5,0
Отношение медь/ не медь		1,35 ± 0,1
Межволоконная матрица		медно-резистивная
Шаг скрутки, мм		6÷10
Гистерезисные потери, мДж/см ³		≤ 50
J _c , А/мм ²	(7 Тл; T = 1,9 К)	> 1500
	(5 Тл; T = 4,2 К)	-
RRR		> 100

Разработанная технология изготовления проводов позволяет обеспечить стабильный комплекс свойств, необходимый для работы в быстроциклирующих магнитах синхротронов SIS 300 и SIS 100 ускорительного комплекса ФАИР и модельного магнита SPS, что подтверждено выпуском в опытно-промышленных и промышленных условиях NbTi проводов, представленных в таблице 4.22.

Таблица 4.22 NbTi провода в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn для быстроциклирующих магнитов ускорительной техники

Назначение провода	Диаметр провода, мм	Обозначение конструкции	Количество волокон, шт.	Диаметр волокна, мкм	Отношение Cu/не Cu	I, А (4,2 К; 0,1 мкВ/см)	$P_{гист} \pm 3,0$ Тл, мДж/см ³	n (5 Тл, 4,2 К; 0,1 мкВ/см),	RRR	Количество, км
SIS 300	0,828	439×78	34242	2,91	1,32	580 (5 Тл)	45	43	130	6
SIS 100	0,802	379×114	43206	2,50	1,44	963 (2 Тл)	40	43	116	7
SIS 100 SPS	0,803	1735×17	29495	3,00	1,55	957 (2 Тл)	32	55	140	15

Из NbTi проводов диаметром 0,828 мм конструкции 439×78 и диаметром 0,802 мм конструкции 379×114 в ИФВЭ (Протвино, Россия) и в GSI (Германия) изготовлены и успешно испытаны соответственно прототип быстроциклирующего квадрупольного магнита типа «cos θ » для синхротрона

SIS 300 и прототип бистоциклирующего однослойного изогнутого дипольного магнита типа «нуклотрон» для синхротрона SIS 100.

NbTi провод диаметром 0,803 мм конструкции 1735×17 направлен в ОИЯИ (Дубна, Россия) для изготовления модельного магнита SPS.

На основании результатов разработки провода конструкции 1735×17 создан патент РФ на полезную модель № 149395 «Сверхпроводящий провод с низкими энергетическими потерями».

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4

1. На модельных образцах NbTi проводов в медной матрице с диаметром волокна 9,8 мкм; 6,7 мкм; 5,2 мкм и отношением межволоконного расстояния к диаметру волокна $s/d = 0,15$, гарантирующим получение качественного композита без «сосисочности» волокон, электрофизическими и металлографическими исследованиями подтверждено, что:

- при диаметре волокна менее 6 мкм межволоконная матрица из чистой меди не предотвращает электромагнитного взаимодействия волокон, которое приводит к значительному увеличению гистерезисных потерь не только в интервале полей до 1 Тл, но и выше;

- для подавления электромагнитного взаимодействия волокон в NbTi проводах с диаметром волокна менее 6 мкм и в частности для ускорителя ФАИР с диаметром волокна менее 3,5 мкм необходимо введение межволоконной матрицы из слаборезистивного сплава на основе меди;

- основной вклад в энергетические потери в условиях работы бистоциклирующих магнитов синхротрона SIS 300 вносят гистерезисные потери ~ 70 %, а синхротрона SIS 100 – гистерезисные и кооперативные потери в равных долях;

- помимо уменьшения шага скрутки кооперативные потери могут быть существенно снижены за счёт уменьшения центральной медной составляющей.

2. На основе результатов исследования модельных образцов NbTi проводов в медной матрице уточнены предварительные требования к проводу диаметром

0,65 мм для модельного магнита ускорителя ФАИР и проведено его направленное конструирование.

3. Разработаны конструкции промышленной и модельной составных заготовок сотового типа для изготовления по методу однократной сборки NbTi провода диаметром 0,65 мм с отношением Cu/non Cu - 1,8, диаметром NbTi волокон ~ 3,5 мкм и расстоянием между ними ~ 0,5 мкм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице с использованием в волоконной зоне резистивного сплава МН 95-5.

4. Разработана технология изготовления NbTi провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и подтверждена ее реализуемость на примере впервые изготовленного модельного провода. В результате этого было показано, что:

- использование в волоконной зоне резистивного сплава МН 95-5 в условиях разработанных режимов изготовления не приводит к образованию на поверхности NbTi волокон интерметаллидных соединений и предотвращает образование электромагнитной связи волокон при расчетном диаметре волокон ~ 3-3,5 мкм и межволоконном расстоянии 0,5-0,7 мкм для провода диаметром ~ 0,65-0,80 мм;

- разработанные режимы изготовления, включающие 6 промежуточных отжигов при температуре 375 °С в течение 24 часов, заключительную деформацию волочением с вытяжкой 59, скрутку с шагом 8 мм и заключительный отжиг при температуре 250 °С в течение 1 часа обеспечивают в проводе с отношением Cu/non Cu - 1,8 требуемые свойства: критическую плотность тока 2700 А/мм² (5Тл; 4,2 К), гистерезисные потери ≤ 50 кДж/м³ (± 3 Тл) и RRR ≥ 190.

- изготовленный модельный провод соответствует предварительным требованиям ФАИР и может быть использован для работы в условиях изменяющегося магнитного поля со скоростью до 4 Тл/с.

5. На примере впервые разработанных и изготовленных методом двукратной сборки по двум вариантам экспериментальных NbTi проводов увеличенного диаметра 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице показано, что:

- использование в качестве материала межволоконной матрицы резистивного сплава Cu-0,5 Mn в условиях разработанных режимов изготовления предотвращает образование электромагнитной связи волокон при расчетном диаметре волокон ~ 2,5-3,5 мкм и межволоконном расстоянии 0,5-0,7 мкм для провода диаметром ~ 0,8 мм;

- разработанные режимы изготовления, включающие 4 и 5 промежуточных отжига при температуре 375 °С общей длительностью соответственно 96 и 120 часов, скрутку с последующей калибровкой, обеспечивающие на конечном диаметре шаг 8 мм, и заключительный отжиг при температуре 250 °С в течение 1 часа обеспечивают в проводах с отношением Cu/non Cu – 1,38-1,44 приемлемый комплекс свойств: критическую плотность тока 2400-2600 А/мм² (5Тл; 4,2 К), гистерезисные потери < 50 кДж/м³ (± 3 Тл) и RRR ≥ 100.

6. На основании результатов разработки и исследования образцов экспериментальных NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице сформулированы новые требования к проводам для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300, разработаны два варианта конструкций и промышленная технология изготовления по методу двукратной сборки NbTi проводов диаметрами 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице с диаметром волокна ≤ 3,5 мкм.

7. По разработанной технологии в опытно-промышленных и промышленных условиях впервые выпущены партии NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице нового класса с высокими токовыми характеристиками и низкими потерями для работы в условиях изменяющегося магнитного поля со скоростью до 4 Т/с. Изготовленные провода соответствуют новым – окончательным требованиям, предъявляемым к проводам для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300, и требованиям, предъявляемым к проводу для модельного быстроциклирующего магнита SPS.

8. На основе изготовленных NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице нового класса изготовлены и успешно испытаны прототип

быстроциклирующего квадрупольного магнита типа « $\cos \theta$ » для синхротрона SIS 300 и прототип быстроциклирующего однослойного изогнутого дипольного магнита типа «нуклотрон» для синхротрона SIS 100, и в ближайшее время будет изготовлен и испытан быстроциклирующий модельный магнит типа « $\cos \theta$ » для SPS.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации представлены результаты разработок и исследований, направленные на совершенствование технологического процесса изготовления сверхпроводящих проводов на основе NbTi сплава, а также результаты, полученные при разработке технологии изготовления и исследовании NbTi проводов нового класса, предназначенных для работы в быстроциклирующих магнитах синхротронов SIS 300 и SIS 100 ускорительного комплекса ФАИР:

1. Исследована интенсивная пластическая деформация заготовок из сверхпроводящего сплава НТ-47 размером $\text{Ø}32 \times 60$ мм, проведенная методом РКУП. Показано, что при комнатной температуре заготовка из сплава НТ-47 выдерживает до восьми последовательных ходов РКУП без изменения её геометрических параметров, что соответствует теоретической истинной степени деформации $e = 9,20$. Размер зерна во всем сечении заготовки после истинной деформации 6,90 и рекристаллизационного отжига при температуре 600 °С составляет ≤ 1 мкм.

2. Проведены исследования по получению однородной мелкозеренной структуры в прутках-сердечниках, изготовленных в промышленных условиях из слитков сплава НТ-47 разного размера и формы. Показано, что:

- интенсификация деформации за счет введения операции осадки слитка на сферическую шайбу перед гомогенизирующим отжигом при изготовлении прутков диаметром 89 мм из конического слитка размером $\text{Ø}150 \times \text{Ø}178 \times 450$ мм обеспечивает в процессе прессования более глубокую проработку материала, что приводит после рекристаллизационного отжига к формированию более однородной структуры со средним размером зерна 40 мкм на $\frac{1}{2}$ радиуса прутка.

- интенсификация деформации за счет увеличения диаметра цилиндрических слитков сплава НТ-47 до 320 мм и переработки их в прутки диаметром 108 мм и 89 мм с применением операцийковки и прессования, после отжига – рекристаллизации обеспечивает в прутках более однородную структуру со средним размером зерна 64 мкм и 50 мкм соответственно. Прутки, получаемые в условиях АО ЧМЗ из слитков диаметром 320 мм по новым технологическим

схемам, превосходят по структурному состоянию прутки диаметром 89 мм, изготавливаемые по штатной технологии.

3. Проведены исследования, направленные на совершенствование структуры диффузионного барьера из ниобия за счет интенсификации деформации при его получении. Предложен новый тип барьера – многослойный барьер из тонколистового ниобия толщиной 0,26 мм. Разработана технологическая схема и режимы получения тонкостенного многослойного барьера, обеспечивающие после рекристаллизационного отжига при температуре 1050°С в течение 1 часа оптимальное сочетание механических и структурных характеристик: средний размер зерна 28 мкм, однородная микротвердость по сечению листа при нагрузке 100 г на уровне 98 единиц, $\sigma_T = 231,3$ МПа, $\sigma_B = 284,2$ МПа и $\delta = 36$ %, что превосходит характеристики применяемых барьеров из ниобия в виде обечайки и трубы.

4. Исследовано влияние диаметра волокон и межволоконного расстояния на электрофизические характеристики модельных образцов NbTi проводов в медной матрице. Показано, что в проводах с диаметром волокон менее 3,5 мкм для ускорителя ФАИР во избежание электромагнитного взаимодействия, приводящего к росту энергетических потерь, в волоконной зоне вместо медной матрицы следует использовать сплавы меди с никелем или марганцем, которые при близких механических свойствах имеют более высокое электрическое сопротивление, чем медь.

5. Исследованы свойства резистивного медно-марганцевого сплава Cu-0,5 Mn. Показано, что полученный сплав по структурному состоянию, механическим и физическим свойствам удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалу для межволоконной матрицы в композитном сверхпроводящем проводе для быстроциклирующих магнитов.

6. Разработана конструкция NbTi провода диаметром 0,65 мм в комбинированной Cu/Cu-Ni матрице и технология его получения из заготовки промышленного масштаба по методу однократной сборки с использованием в волоконной зоне резистивного сплава МН 95-5. Изготовлен модельный провод

диаметром 0,65 мм для работы в условиях изменяющегося поля со скоростью до 4 Т/с, имеющий отношение $Cu/nop\ Cu - 1,8$, критическую плотность тока $2700\ A/mm^2$ (5Т; 4,2 К), гистерезисные потери $\leq 50\ кДж/м^3$ ($\pm 3,0$ Тл) и $RRR \geq 190$, что соответствует предварительным требованиям ФАИР.

7. В обеспечение требования по повышению температурного запаса сверхпроводящих обмоток быстроциклирующих магнитов ускорителя ФАИР, рассчитаны конструкции и изготовлены по методу двукратной сборки экспериментальные NbTi провода увеличенного диаметра (± 3 Тл) 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице, при сохранении диаметра волокна $< 3,5$ мкм. Получены данные по критической плотности тока, механическим характеристикам, энергетическим потерям и технологичности проводов, на основании которых сформулированы новые требования к проводам для быстроциклирующих магнитов синхротронов SIS 100 и SIS 300.

8. Разработаны два варианта конструкций и промышленная технология изготовления по методу двукратной сборки NbTi проводов диаметрами 0,8 мм и 0,825 мм в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице с диаметром волокна $< 3,5$ мкм, отвечающие новым требованиям по токонесущей способности и уровню энергетических потерь.

9. Впервые в опытно-промышленных и промышленных условиях выпущены партии NbTi проводов в комбинированной Cu/Cu-0,5 Mn матрице, соответствующие требованиям, предъявляемым к NbTi проводам для быстроциклирующих магнитов, работающих в условиях изменяющегося магнитного поля со скоростью до 4 Т/с.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. Hansen, E. L. Kamen, H. D. Kessler, and D. J. McPerson, Systems Titanium-Molybdenum and Titanium-Columbium, *J. of Metals*, 3, pp. 881-888, 1951.
2. L. Kaufman and H. Bernstein, *Computer calculations of phase diagrams*, Academic Press, New York, 1970.
3. D. L. Moffat and U. R. Kattner, The stable and metastable Ti-Nb phase diagram, *Metallurgical Transactions*, 19A, pp. 2389-2397, 1988.
4. D. L. Moffat and D. C. Larbalestier, The competition between martensite and omega in quenched Ti-Nb alloys, *Metallurgical Transactions*, 19A, pp. 1677-1686, 1988.
5. Martin Wilson Lecture «Pulsed Superconducting Magnets», CERN Academic Training May 2006.
6. Martin Wilson Lecture «Superconducting Wires and Cables», CERN Technical Training Apr 2005.
7. H. Muller, The upper critical field of niobium-titanium, Ph.D. thesis, University of Wisconsin-Madison, 1990.
8. C. Meingast, P. J. Lee and D. C. Larbalestier, Quantitative description of a high J_c Nb-Ti superconductor during its final optimization strain: I. Microstructure, T_c , H_{c2} and resistivity, *J. Appl. Phys.*, 66, pp. 5962-5970, 1989.
9. P. J. Lee, J. C. McKinnell, and D. C. Larbalestier, Restricted Novel Heat Treatments for Obtaining High J_c in Nb-46.5 wt % Ti, *Advances in Cryogenic Engineering (Materials)*, 36, pp. 287-294, 1990.
10. O. V. Chernyj, G. F. Tikhinskij, G. E. Storozhilov, M. B. Lazareva, L. A. Kornienko, N. F. Andrievskaya, V. V. Slezov, V. V. Sagalovich, Ya. D. Starodubov and S. I. Savchenko, Nb-Ti superconductors of a high current-carrying capacity, *Superconductor Science and Technology*, 4, pp. 318-323, 1991.
11. P. J. Lee and D. C. Larbalestier, An examination of the properties of SSC Phase II R&D strands, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 3, pp. 833-841, 1993.

12. Материалы сверхпроводниковые. Термины и определения. ГОСТ 23869-79.

13. Губкин И. Н. Разработка режимов термомеханической обработки, обеспечивающих повышение токонесущей способности многоволоконных проводов одократной сборки на основе сплава НТ-50 с диаметром волокон 10...100 мкм: дис. канд. тех. наук / Ордена Ленина всесоюзный научно-исследовательский институт неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара. М., 1988. стр.28.

14. Дергунова Е. А., Потанина Л. В., Губкин И. Н. Основы материаловедения NbTi сверхпроводников. Применение сверхпроводников. Учебное пособие. - М.: МИФИ, 2009. - 48с. стр. 19.

15. Gregory E., Kreilick T.S., Wong J., Ghosh A.K., Sampson W.B. «Importance of Spacing in the Development of High current densities in multifilamentary superconductors» // Cryogenics, (1987), Vol.27, N4, p.178-182.

16. Kreilick T.S., Gregory E., Wong J. «Influence of Filament Spacing and Matrix Material on the Attainment of High Quality Uncoupled Nb-Ti Fine Filaments» // IEEE Trans.Magn., (1988), Vol. MAG.24, p.1033-1036.

17. Gregory E. «Recent Ddevelopments in Multifilamentary Nb-Ti Superconductors» // Cryogenics, (1987), Vol.27, N6, p.290-297.

18. Gregory E. «Conductor Development for the Superconducting Super Collider (SSC)» // Adv.Cryo.Eng., (1988), Vol.34, p.933-942.

19. Garber M., Sampson W.B., Tannenbaum M.J. «Critical Current Measurements on Superconductor Cables»// IEEE Trans. Magn., (1983), Vol. MAG.19, p.720.

20. Garber M., Suenaga M., Sampson W.B., Sabatini R.I. «Critical Current Studies on Fine Filamentary Nb-Ti Accelerator Wires» Adv.Cryog.Eng., (1986), Vol.32, p.707-714.

21. Garber M., Suenaga M., Sampson W.B., Sabatini R.I. «Effect of NbTi Accelerator Magnet Wire» // IEEE Trans.Nucl.Sci., (1985), NS-32, N5, p. 3681-3683.

22. D. C. Larbalestier, A. W. West, W. Starch, W. Warnes, P. Lee, W. K. McDonald, P. O'Larey, K. Hemachalam, B. Zeitlin, R. Scanlan and C. Taylor, High critical current densities in industrial scale composites made from high homogeneity Nb46.5 T, IEEE Trans. Magn., 21, pp. 269-272, 1985.

23. D.C. Larbalestier and A.W. West «New perspectives on flux pinning in niobium-titanium composite superconductors», Acta Metall. Vol. 32, No 11, 1984, pp.1871-1881.

24. Потанина Л.В. Исследование качества двойных NbTi и тройных NbTiTa сплавов и разработка сверхпроводников на их основе для различных технических применений: дис. канд. тех. наук / Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара. М., 2006. 175 с.

25. Valaris P., Kreilick T.S., Gregory E., Wong J. «Refinements in Billet Design for SSC Strand» // IEEE Trans. Magn.(1989), Mag 25, p.1937-1939.

26. Gregory E., Kreilick T.S., Wong J. «Fine Filament Materials for Accelerator Dipoles and Quadropoles» Proc. ICFA Workshop, p.85-88, P.Dahl Ed. Brookhaven National Laboratory, 1986.

27. RHIC Bulletin. Brookhaven National Laboratory, (1990), Vol.1, N3, p.6.

28. Nb-Ti Superconducting Wire for SSC Dipole Magnets (Inner). Spec. N SSC-Mag-M-4145, 1990.

29. Nb-Ti Superconducting Wire for SSC Dipole Magnets (Outer). Spec. N SSC-Mag-M-4146, 1990.

30. Зеленский Г.К., Богданова Л.Д., Васильев В.А., Гоголя В.Ф., Голубь А.П., Губкин И.Н., Дмитревский Ю.П., Злобин А.В., Косенко В.П., Кутний В.Е., Никуленков Е.В., Никулин А.Д., Никулин А.И., Слабодчиков П.И., Филькин В.Я., Царюк Л.В. «Композиционный сверхпроводник на основе сплава НТ-50 для импульсных диполей ускорительно-накопительного комплекса (УНК)»: Препринт ВНИИНМ 1(42),: М. ЦНИИатоминформ, 1986, 10с.

31. Kreilick T.S., Gregory E., Wong J. «Fine Filamentary Nb-Ti Superconducting Wires" // Adv.Cryog.Eng., (1986), Vol.32,, p.739-744.

32. Dubots P., Fevrier A., Renard J.C., Tavergnier J.P., Goyer J., Ky H.G. «NbTi Wire with Ultra-fine Filaments for 50-60Hz Use: Influence of the Filament Diameter upon Losses» // IEEE Trans.Magn., (1985), Vol. Mag.21, N2, p.177-180.

33. G. P. Vedernikov, I. N. Gubkin, G. K. Zelenskiy, V. Yu. Korpusov, E. V. Nikulenkov, E. I. Plashkin, V. Ya. Filkin, NbTi Superconductors Designed for AC Operation, IEEE Transactions on magnetics, vol. 32, No. 4, July, 1996.

34. P. Valaris, H. C. Kanithi, R. Macri and B. A. Zeitlin, A statistical evaluation of recent SSC conductors produced at IGC/ASI, IEEE-Trans. Magnetics, 27(2.3), pp.1752-1754, 1991.

35 M. I. Buckett and D. C. Larbalestier, Precipitation at low strains in Nb46.5wt%Ti, IEEE Trans. Mag., 23, pp. 1638-1641, 1987.

36 P. J. Lee, J. C. McKinnell, and D. C. Larbalestier, Microstructure Control in High Ti NbTi Alloys, IEEE Trans. on Magnetics, MAG-25, pp. 1918-1924, 1989.

37 P. J. Lee, J. C. McKinnell, and D. C. Larbalestier, Progress in the understanding and manipulation in high Jc Nb-Ti alloy composites, Proc. of New Developments in Applied Superconductivity, ed. Y. Murakami, World Scientific Press, pp. 357-362, 1989.

38 C. Meingast and D. C. Larbalestier, Quantitative description of a very high critical current density Nb-Ti superconductor during its final optimization strain: II. Flux pinning mechanisms, *J. Appl. Phys.*, 66, pp.5971-5983, 1989.

39 D. C. Larbalestier and P. J. Lee Applied, New Developments In Niobium Titanium Superconductors, Superconductivity Center, University Of Wisconsin-Madison, Madison, WI 53706 USA.

40 P J. Lee and D. C. Larbalestier, Niobium-Titanium Superconducting Wires: Nanostructures by Extrusion and Wire Drawing invited presentation at Interwire 2001, Atlanta, GA, May 16th 2001.

41. Lance Cooley, Peter Lee, and David Larbalestier, Ed. David A Cardwell and David S Ginley, «Handbook of Superconducting Materials» Chapter 3.3: Conductor Processing of Low-Tc Materials: The Alloy Nb-Ti, IOP, p. 611, 2003.

42. Valiev R. Z., Langdon T. G. Principles of equal – channel angular pressing as a processing tool grain refinement // Prog. Mater. Sci. 2006. V. 51. P. 881-987.

43. Mathaudhu S. N., Hartwig K. T., Barber R. E., Pyon T. Tantalum sheet for superconductor diffusion barrier applications // Advances in Cryogenic Engineering (Materials) V. 52B. 2005. P. 590.

44. Hartwig K. T., Wang J., Baars D.C., Bieler T. R., Mathaudhu S. N., Barber R. E., Microstructural refinement of niobium for superconducting RF cavities // IEEE Transactions on Applied Superconductivity V.17. NO 21. 2007. P. 1305.

45. Florin Buta, Edward W. Collings, Michael D. Sumption, et al. «Superconducting properties and Microstructure of Nb-Ti-Ta Alloys with Enhanced Upper Critical Fields at 2K» - доклад на Конференции по прикладной сверхпроводимости ASC'06 (США, Сиэтл, 2006 г).

46. Агеев А.И., Богданов И.В., Воробьева А.Е., Губкин И.Н., Зинченко С.И., Зубко В.В., Каштанов Е.М., Козуб С.С., Панцырный В.И., Потанина Л.В., Салунин Н.И., Слабодчиков П.И., Сытник В.В., Ткаченко Л.М., Ширшов Л.С., Щербаков П.А. Разработка быстроциклирующих сверхпроводящих магнитов и криогенной системы ускорителя SIS 100: Препринт ИФВЭ 2010-13. – Протвино, 2010. – 27 с., стр.1.

47. Moritz, G., «Superconducting magnets for the «International accelerator facility for beams of ions and antiprotons» at GSI», in IEEE Transaction on Applied Superconductivity, 13-2, 2003, pp. 1329-1334.

48. P. Bruzzone «The index n of the voltage - current curve, in the characterization and specification of technical superconductors», Physica, C 401, pp. 7-14, 2004.

49. E.W. Collings, M.D. Sumption Advanced strand design for precision DC field and ramp field magnets IEEE Trans. Magnetism 28 (1992) no.1, pp. 156-159.

50. А.К. Шиков, Г.П. Ведерников, М.М. Потапенко, Э.И. Плашкин, Л.В. Потанина, В.Ю. Корпусов, Б.В. Яковлев, И.Н. Губкин, Н.И. Салунин, Е.В. Никуленков, А.А. Парфенов, И.Б. Тимошенко, Г.К. Зеленский, Д.В. Соколовский, В.Н. Лебедев, Т.Т. Саттаров, В.Ю. Хренов, В.С. Беляев, Н.И. Козленкова, М.В.

Поликарпова, А.Н. Захаров «Разработка технологии и выпуск опытных партий NbTi сверхпроводников для полоидальных обмоток ИТЭР». Отчет ВНИИНМ № 9639, 2000, 62 с.

51. Контроль неразрушающий. Методика выполнения контроля диаметра провода многоволоконного сверхпроводящего. МВИ 400-428/5-2009. ОАО «ВНИИНМ», 15 с.

52. Методика измерения шага скрутки в стрендах Cu/Nb/NbTi методом раскручивания 533.787.000 МВИ. ОАО «ВНИИНМ», 18 с.

53. Методика выполнения измерений отношения объемов медной и не медной составляющих в композитных многоволоконных сверхпроводящих проводах Cu/Nb/NbTi ОИ 001.659-2008. ОАО «ВНИИНМ», 18 с.

54. Методика измерения критического тока и определения показателей кривизны вольт-амперной характеристики сверхпроводящих проводов на основе сплава Nb-Ti. МВИс 400-423.8-2018. АО «ВНИИНМ», 38 с.

55. Сверхпроводящие NbTi и Nb₃Sn провода круглого сечения. Методика выполнения испытаний для определения относительного остаточного электрического сопротивления МВИ 400-428/3-2009. ОАО «ВНИИНМ», 16 с.

56 И.Н. Губкин «Анализ результатов расчета постоянной времени кооперативных токов в NbTi/Cu проводах с однородным распределением волокон», ВАНТ Сер. Материаловедение и новые материалы, 2001г., Вып. 1(58), с. 36-45.

57. D.Ciazinski, J.L Duchateau, V.Turck «Theoretical and experiment approach of A.C. losses in 40 KA cable for NET»: IEEE Trans. Magn., vol.27, #2, 1991, pp. 2194-2197.

58. Л.С. Ватрушин и др., «Бескислородная медь», Metallurgia, Москва, 1982 г.

59. R. Taillard and J. Foct «Mechanisms of formation of intermetallic compounds at the interfaces of Niobium-shielded filaments», IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 3, No. 1, March 1993, pp. 1346-1349.

60. K.J. Faase, P.J. Lee, J.C. McKinnell and D.C. Larbalestier, Diffusional reaction rates through the Nb Wrap in SSC and other advanced multifilamentary Nb 46.5 wt % Ti composites, *Adv. in Cryo. Eng. Materials*, v. 38, part 2, (1992), pp. 723-730.

61. M.N. Wilson, NbTi superconductors with low ac loss, *Cryogenics* 48 (2008), pp. 381 - 395.

62. E.W. Collings «Stabilizer design considerations in fine – filament Cu/NbTi composites»: *Advances in cryogenic engineering materials*, vol.34, 1988, pp. 867 - 878.

63. А.И. Агеев, И.В. Богданов, С.И. Зинченко, В.В. Зубко, Е.М. Каштанов, С.С. Козуб, П.И. Слабодчиков, В.В. Сытник, Л.М. Ткаченко, Л.С. Ширшов, П.А. Щербаков, А.Е. Воробьева, И.Н. Губкин, В.И. Панцырный, Л.В. Потанина, Н.И. Салунин, «Разработка быстроциклирующих сверхпроводящих магнитов и криогенной системы ускорителя SIS 300», *Атомная энергия*, том 112 вып. 2, февраль 2012, с. 76-84.

64. D.P.Lazar, N.M. Vladimirova, V.M. Drobin, E.I.Dyachkov, I.S. Khukhareva Size and Proximity effects in multifilamentary superconducting wires, *Cryogenics*, 1986, v.26, pp.152-156.

65. Gubkin I.N, Kozlenkova N.I., Nikulin A.D., Polikarpova M.V., Filkin V.Ya. “Experimental Investigation of Copper Matrix Longitudinal Resistance in a Compositional Nb-Ti Wire” *IEEE TRANS. ON MAGNETICS*, V.30 N4, 1994 p. 2372-2374.

66. Состояние разработок технических сверхпроводников АО «ВНИИНМ» Абдюханов И.М., Потапенко М.М., Алексеев М.В., Карасёв Ю.В., Дробышев В.А., Цаплева А. С., Раков Д. Н., сборник трудов III-й национальной конференции по прикладной сверхпроводимости нкпс-2015, НИЦ «Курчатовский институт», 2017 г., с. 59-73.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора-
директор отделения 400
АО «ВНИИНМ»



И.М. Абдюханов

09.10.2018 г.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора
по развитию неядерных бизнесов-
коммерческий директор АО ЧМЗ



Е.Н. Гусев

09.10.2018 г.

АКТ

**промышленного внедрения на предприятии
АО Чепецкий Механический Завод
технологических схем получения прутков сплава НТ-47 из цилиндрических
слитков диаметром 320 мм для производства NbTi сверхпроводников**

Представленные в диссертационной работе Карасёва Ю.В. технологические схемы изготовления прутков из сплава НТ-47 диаметром 85-108 мм с использованием операцииковки и операции прессования из впервые выплавленных цилиндрических слитков диаметром 320 мм опробованы в промышленных условиях АО ЧМЗ.

Выход в годное при изготовлении прутков диаметром 85 мм с применением операции прессования из цилиндрических заготовок (слитков после обточки) размером $\varnothing 297 \times 700-760$ мм на 4 - 5 % выше, чем при изготовлении прутков из штатного конического слитка размером $\varnothing 180 \times \varnothing 200 \times 800$ мм, а производительность процесса выше в 2,5 - 3 раза.

В процессе переработки слитков, их деформации, как с применением операции прессования, так и операцииковки происходит полная проработка материала и после последующего отжига во всём сечении прутков из сплава НТ-47 наблюдается полностью рекристаллизованная структура.

Разработанные технологические схемы применяются в условиях АО ЧМЗ при получении прутков из сплава НТ-47 для изготовления сверхпроводящих стрендов и проводов томографического типа.

Руководитель проекта
по сверхпроводящим
материалам АО ЧМЗ

А.В. Есенеев

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора-
директор отделения 400
АО «ВНИИНМ»



И.М. Абдуханов

Октябрь 2018 г.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора
по развитию ядерных бизнесов-
коммерческий директор АО ЧМЗ



Е.Н. Гусев

Октябрь 2018 г.

АКТ

о промышленном опробовании в АО Чепецкий Механический Завод результатов диссертационной работы Карасёва Юрия Владимировича **«Разработка конструкции и технологии изготовления NbTi сверхпроводников с низкими потерями для быстроциклирующих сверхпроводящих магнитов ускорительной техники»**

Настоящий акт составлен в подтверждение того, что на основе конструкций, технологических схем и режимов изготовления NbTi проводов, представленных в диссертационной работе Карасёва Ю.В., в АО ЧМЗ по способу двукратной сборки выпущены две опытные партии NbTi проводов нового класса в комбинированной Cu/Cu-Mn матрице двух конструкций.

Сверхпроводящий провод конструкции 379×114 имеет характеристики: диаметр 0,802 мм; количество волокон 43206 шт.; расчётный диаметр волокна 2,5 мкм; отношение медь/не медь 1,44; критический ток 960 А (в поле 2 Тл, при T = 4,2 К и 0,1 мкВ/см); параметр нарастания 43 (в поле 5 Тл, при T = 4,2 К); относительное остаточное сопротивление 116; шаг скрутки 6-7 мм; гистерезисные потери 40 мДж/см³ (± 3,0 Тл); эффективный диаметр волокна 4,2 мкм (± 3,0 Тл).

Сверхпроводящий провод конструкции 1735×17 имеет характеристики: диаметр 0,803 мм; количество волокон 29495 шт.; расчётный диаметр волокна 3,0 мкм; отношение медь/не медь 1,55; критический ток 957 А (в поле 2 Тл, при T = 4,2 К и 0,1 мкВ/см); параметр нарастания 55 (в поле 5 Тл, при T = 4,2 К); относительное остаточное сопротивление 140; шаг скрутки 6-7 мм; гистерезисные потери 32 мДж/см³ (± 3,0 Тл); эффективный диаметр волокна 3,7 мкм (± 3,0 Тл).

Изготовленные провода по конструкционным и физическим параметрам соответствуют требованиям, предъявляемым к NbTi проводу для магнитов синхротрона SIS 100 ускорительного комплекса FAIR.

Проведенная апробация опытной технологии показывает возможность выпуска сверхпроводящих NbTi проводов с низкими потерями в условиях АО ЧМЗ. На основе апробированной технологии в АО ЧМЗ может быть поставлена технология изготовления для крупномасштабного производства проводов нового класса с использованием исходных полуфабрикатов производства АО ЧМЗ, в том числе, ранее применяемых при выпуске проводов для проекта ИТЭР, что существенно сократит расходы при организации выпуска проводов нового класса.

Руководитель проекта
по сверхпроводящим
материалам АО ЧМЗ



А.В. Есеев

УТВЕРЖДАЮ

Зам. генерального директора,
директор отделения
АО «ВНИИНМ», к.т.н.



И.М. Абдуханов

2016 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГБУ ГНЦ ИФВЭ,
д.ф.м.н., академик РАН



С.В. Иванов

2016 г.

АКТ

о практическом использовании

результатов диссертационной работы Карасёва Юрия Владимировича
**«Разработка конструкции и технологии изготовления NbTi
сверхпроводников с низкими потерями для быстроциклирующих
сверхпроводящих магнитов ускорительной техники»**

Сверхпроводящие магниты синхротрона SIS 300 ускорительного комплекса FAIR будут работать в режиме изменения магнитного поля со скоростью 1 Тл/с до максимальных амплитуд 4 - 6 Тл. Изменение магнитного поля в магнитах приводит к генерации больших потерь, что вызывает значительный нагрев сверхпроводящей обмотки и приводит к снижению температурного запаса магнитов, а также к существенному увеличению нагрузки на криогенную систему и, как следствие, к повышению эксплуатационных расходов при работе ускорителя. Поэтому, снижение потерь в сверхпроводящей обмотке магнитов при работе в импульсных магнитных полях, является одной из важнейших задач, которую предстоит решить при создании сверхпроводящих быстроциклирующих магнитов.

В тесном сотрудничестве с Центром по исследованию тяжелых ионов (GSI, г. Дармштадт, Германия) ФГБУ ГНЦ ИФВЭ определил требования к новому проводу.

По заказу ФГБУ ГНЦ ИФВЭ в АО «ВНИИНМ им. А.А.Бочвара», в рамках выполнения диссертационной работы Карасёва Ю.В., был разработан не имеющий аналогов среди существующих типов, работающий в условиях переменного магнитного поля сверхпроводящий провод нового класса с малым шагом скрутки и уменьшенным диаметром ниобий-титановых волокон, расположенных в комбинированной медно/медно-марганцевой матрице Cu/Cu-0,5 % Mn. Конструкция и технология изготовления при требуемых строительных длинах обеспечивает получение в проводе сочетания высокой токнесущей способности и минимальных энергетических потерь. Сверхпроводящий провод имеет следующие характеристики: диаметр 0,825 мм, количество волокон 34242 шт., диаметр

волокон 2,91 мкм, отношение медь/не медь 1,32, критический ток 580 А (в поле 5 Тл, при $T = 4,2$ К и 0,1 мкВ/см), параметр нарастания 43 (в поле 5 Тл, при $T = 4,2$ К и 0,1 мкВ/см), относительное остаточное сопротивление 130, шаг скрутки 8 мм, гистерезисные потери 45 мДж/см³ ($\pm 3,0$ Тл), эффективный диаметр волокна 4,9 мкм ($\pm 3,0$ Тл).

На основе конструкции, технологической схемы и режимов изготовления провода, представленных в диссертационной работе Карасёва Ю.В., в АО «ВНИИНМ им. А.А.Бочвара» выпущена опытная партия провода нового класса, из которого в ФГБУ ГНЦ ИФВЭ изготовлен и успешно испытан прототип быстроциклирующего сверхпроводящего квадрупольного магнита синхротрона SIS 300 ускорительного комплекса FAIR.

Ниже представлены основные результаты испытаний прототипа быстроциклирующего сверхпроводящего квадрупольного магнита для синхротрона SIS 300 в сравнении с предыдущей моделью, изготовленной на основе сверхпроводящего провода для УНК:

- при номинальном токе 6,26 кА (градиент поля 45 Тл/м) максимальный ток магнита составил 9,4 кА (градиент 67,6 Тл/м), что обеспечивает 50 % запас по току, что выше, чем в прототипе квадрупольа SIS 300, изготовленном из сверхпроводящего провода для УНК, в котором запас по току составил 39 %;

- при скорости ввода тока 3000 А/с магнит переходит в нормальное состояние при токе около 9400 А, что почти на 1000 А выше, чем у предыдущей модели квадрупольного магнита, изготовленного из сверхпроводящего провода для УНК.

- при амплитуде 3000 А и возрастании скорости изменения тока вплоть до 1000 А/с уровень динамических потерь в треугольных циклах $0-I_{\max}-0$ на ~ 10 % ниже, чем в магните, изготовленном из провода для УНК.

Достигнутые результаты подтверждают преимущества и высокое качество разработанного и изготовленного в АО «ВНИИНМ им. А.А.Бочвара» сверхпроводящего NbTi провода нового класса.

Зам. директора отделения,
начальник опытно-
производственного цеха
АО «ВНИИНМ»

М.М. Потапенко

«28» _____ 2016 г.

Начальник Инженерно-
физического отдела
ФГБУ ГНЦ ИФВЭ, д.ф.-м.н.

С.С. Козуб

«11» _____ 2016 г.