



отзыв ведущей организации

на диссертацию **Крыловой Марии Владимировны** «*Экспериментальное обоснование конструкции и режимов термообработки Nb_3Sn сверхпроводников для современных ускорителей*», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

С развитием экспериментальной физики высоких энергий требуется ускорители все большей мощности. Этот факт обуславливает повышение требований к техническим характеристикам сверхпроводниковых магнитных систем. Так провода обмотки должны обладать высокой токонесущей способностью и стабильностью работы, при низком уровне энергетических потерь, минимальной стоимости и достаточной длине единичного куска и т.д. При этом улучшение одного параметра в той или иной степени порой приводит к ухудшению других. Рассматриваемая работа посвящена разработке технологии Nb_3Sn сверхпроводников, удовлетворяющих современным высоким требованиям, что и обуславливает **актуальность работы**. Целью работы заявлена разработка конструкции и режимов термообработки Nb_3Sn сверхпроводников с повышенной токонесущей способностью для магнитной системы *HL-LHC* (модернизированного Большого Адронного Коллайдера с повышенной светимостью).

Диссертация Крыловой М.В. изложена на 189 страницах. Она состоит из введения, 8 глав, заключения и списка литературы из 210 наименований.

Первая глава посвящена обзору литературы. Рассмотрены структура и свойства Nb_3Sn фазы, а также технические требования, выдвигаемые к Nb_3Sn сверхпроводникам. В качестве примера приведены требования, выдвигавшиеся при модернизации Большого Адронного Коллайдера (LH-LHC). Далее обсуждаются основные факторы, влияющие на величину критического тока Nb_3Sn сверхпроводников. Отмечается, что с одной стороны хорошо установлено, что пиннинг осуществляется на границах Nb_3Sn зерен, с другой стороны, начиная с некоторого размера уменьшение размера зерна, т.е. увеличение концентрации центров пиннинга, не приводит к увеличению объёмной силы пиннинга в области высоких магнитных полей. Это означает что повышение токонесущей способности в этой области возможно только через увеличение поля необратимости,

которое в свою очередь чувствительно к химическому составу Nb_3Sn фазы и величине механических напряжений, которым подвергается Nb_3Sn в составе композитного провода.

Далее рассматриваются особенности фазообразования в тройной системе $\text{Nb} - \text{Sn} - \text{Cu}$ и обсуждаются существующие технологии промышленного получения сверхпроводников на основе Nb_3Sn . Подробно рассмотрены три варианта технологии: 1-трубный, 2- с общим барьером и 3- с распределенным барьером. Завершается глава разделом «выводы», в котором резюмируются существующие подходы для достижения требуемого набора характеристик, акцентируется внимание на недостаточно проясненных вопросах технологии Nb_3Sn сверхпроводников, и ставится цель рассматриваемой работы.

Во второй главе описаны использованные экспериментальные методики: сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, микрорентгеноспектральный анализ, металлографический анализ, определение электрофизических характеристик. Сравнительные таблицы конструкций образцов и примененные режимы реакционной термообработки приведены в **третьей главе**.

Четвертая глава посвящена исследованию образцов, полученных трубным методом. Показано, что двукратное уменьшение диаметра с 0,7 мм до 0,36 мм благоприятно сказывается на величине плотности критического тока (J_c), под которым подразумевается критический ток, отнесенный к площади поперечного сечения, исключая площадь стабилизирующей медной оболочки. На основе данных полученных по двум режимам реакционной термообработки, отличающихся температурой финальной ступени (665 °C и 690 °C), делается заключение о принципиальной достижимости плотности критического тока в 700 А/мм² (12 Тл, 4,2 К).

В пятой главе приведены экспериментальные результаты, полученные на образцах с общим диффузионным барьером. Рассмотрено 8 конструкций на различных диаметрах, подвергнутых 6 режимам термообработки. Отмечается, что уменьшение диаметра способствует увеличению плотности критического тока. Кроме того, на достижение максимального значения J_c в большей степени влияет увеличение длительности последней стадии термообработки с 25 до 100 часов, чем повышение её температуры с 640 °C до 690 °C. Максимальное полученное значение J_c - 2400 А/мм² (12 Тл, 4,2 К).

В шестой главе приведены экспериментальные результаты, полученные на образцах с распределенным барьером. Рассмотрено 11 конструкций на различных диаметрах, подвергнутых 6 режимам термообработки. Как и в случае двух других вариантов ВИП, уменьшение диаметра провода способствует увеличению плотности критического тока. Выявлена взаимосвязь расчетного значения Cu/Sn и структуры образующегося

соединения Nb₃Sn: в образцах с соотношением Cu/Sn $\leq 1,27$ формируется два сплошных кольцевых слоя Nb₃Sn с крупным (более 200 нм) и мелким зерном (менее 200 нм); а при соотношении $> 1,27$ формируется мелкозернистая структура с отдельными участками крупных зерен Nb₃Sn на периферии каждого волокна. Максимальное полученное значение J_c - 2700 А/мм² (12 Тл, 4,2 К)

В седьмой главе проведено исследование взаимосвязи структуры сверхпроводящей фазы с количеством медных разделителей. В многоволоконных сверхпроводниках субэлементы и их структурные составляющие, имеют микронные размеры, что приводит к тому, что диффузионные и реакционные процессы протекают в них слишком быстро. Для того чтобы выявить этапы процессов фазообразования, в данной главе проведено исследование модельных образцов с одним субэлементом, имеющим укрупненные характерные размеры. Конструкции модельных образцов отличались количеством радиальных медных разделителей — шесть, три и без разделителей. В результате установлено, что использование медных разделителей, с одной стороны, интенсифицирует диффузию олова и способствует ускоренному формированию сверхпроводящей фазы, с другой стороны, их присутствие приводит к увеличению доли крупнозернистой Nb₃Sn фазы, нарушению порядка в расположении Nb волокон, что, в конечном счете, может привести к снижению J_c .

В главе 8 приведены результаты влияния расширенного набора реакционных термообработок на свойства Nb₃Sn сверхпроводников с распределенным барьером диаметром 0,9 мм. Установлено, что увеличение времени выдержки на низкотемпературной стадии при 350 °С/400 ч. не приводит к увеличению J_c по сравнению со «стандартным» вариантом низкотемпературной стадии 370 °С/100 ч. Напротив полное исключение низкотемпературной стадии экономит 100 часов термообработки и приводит к уменьшению J_c в пределах 5 %.

Среди **важнейших результатов**, полученных в диссертационной работе следует отметить:

-) установление эмпирического факта слабого влияния низкотемпературных ступеней реакционной термообработки на критический ток Nb₃Sn сверхпроводников с распределенным барьером. Более того для данного варианта технологии, в отличие от варианта с общим барьером, не было установлено сильной зависимости от температуры и продолжительности финальной ступени термообработки;

-) эмпирически установлена граница минимально необходимой для оптимального процесса фазообразования Nb_3Sn концентрации меди: атомарное соотношение $\text{Cu}/\text{Sn} \sim 1.27$.

Достоверность результатов подтверждается успешными испытаниями партий Nb_3Sn сверхпроводников, поставленных в ЦЕРН (Швейцария).

Полученные результаты имеют прямое **практическое применение** для производства Nb_3Sn сверхпроводников с высокой токонесущей способностью.

Вместе с тем к диссертации имеются следующие **замечания**.

1) В формулировке положений выносимых на защиту не достаточно внимания уделено количественным показателям и отсылкам к тексту диссертации, где, можно было бы узнать, например, какие именно «рекомендации по оптимизации режимов РТО» защищает автор. Кроме того, цель диссертации сформулирована таким образом, что, не ясно можно ли считать её достигнутой, поскольку одним из ключевых требований для магнитных систем «*HL – LHC*» являлась минимизация эффективного диаметра (таблица 2), который в рассматриваемой работе не исследовался.

2) В первой главе, посвященной обзору литературы, отмечалось, что на критический ток в высоких магнитных полях влияют в большей степени оптимизация хим. состава и напряженного состояние Nb_3Sn , нежели размер и морфология зерен. В качестве границы, выше которой магнитное поле можно считать высоким приводится значение 14 Тл. При этом для обоснования этой величины не приведены ни эмпирические, ни теоретические аргументы, и не даётся ссылок на подобные исследования. В то же время в исследовательской части диссертации автор в большей степени интересуется размером и формой зёрен, что отражено в выводах к каждой главе. В итоге вопрос о соотношении факторов хим. состава и микронапряжений с одной стороны и размера зерна с другой, в плане влияния на токонесущую способность остался не прояснённым.

3) В главах 5 (общий барьер) и 6 (распределенный барьер) приведены эмпирические зависимости, построенные от размера волокна (рис. 78, рис. 82, рис. 99). При этом в одних случаях (главы 4, 6) подразумевается изменение размера волокна с изменением диаметра провода, в других (глава 5) сравнение проводов на одном диаметре, с одинаковыми расчетными соотношениями составляющих $\text{Cu}/\text{Nb}/\text{Sn}$, но с различным количеством (а значит и размером) волокон. По-видимому, в некоторых случаях проводится сравнение образцов отличающихся одновременно и диаметрами проводов и количеством волокон. При этом указанное различие в исходных данных не только не акцентируется, но и не

накопленная деформация при изменении диаметра, или возможное различие в степени искажения периферийных волокон в случае образцов с различным количеством волокон), не вносят существенного вклада.

4) Диссертация содержит ряд ошибочных утверждений и несоответствий полученных данных. Ниже приведено несколько примеров:

А) Стр. 39 заканчивается фразой «Скорость роста слоя новой фазы обратно пропорциональна толщине слоя x (8):» при этом формула (8) демонстрирует прямую пропорциональность: $\frac{dx}{d\tau} = kx$, где k – константа скорости роста слоя, τ – время взаимодействия. На следующей стр. 40 указано, что увеличение толщины слоя x со временем описывается уравнением (10): $x = kt^n$, где k – константа скорости роста слоя, t – время взаимодействия.

Можно видеть, что зависимость (10) не является решением уравнения (8). Константы, в этих формулах – идентичны, но имеют разные размерности. Формулы (8) и (10) противоречат друг другу.

Б) В главе 5 (стр. 105) при сопоставлении образцов со схожей конструкцией и разным количеством субэлементов указано: «разброс J_c при одинаковом размере волокна и одной и той же РТО не превышал 2 %». Однако известно, что для лучших мировых производителей разброс критического тока по длине провода не ниже 5%.

5) Почти нигде не приведены погрешности экспериментально полученных величин и типичный разброс характеристик по длине провода. Там же где ошибки измерений указаны, величины погрешностей вызывают сомнения (см. замечание 4Б). Например, в выводах к главе 8 на стр. 161 отмечено, что, отказ от первой ступени термообработки экономит более четырех суток времени, и приводит к 5 % снижению J_c , что, однако, нельзя считать значительным. В то же время, из приведенных оценок погрешностей доступна только воспроизводимость измерения критического тока (глава 2, стр. 82) – в пределах 1%. Возникают вопросы: почему 5% можно считать незначительным, и какое изменение можно было бы считать значимым?

6) В работе исследованы традиционные варианты технологии: 1- трубный, 2- с общим барьером и 3- с распределенным барьером. Вызывает досаду отсутствие сравнения этих технологий с перечислением их преимуществ и недостатков и влиянием на такие параметры как: получаемые длины, выход в годное, цена за погонный метр, достигаемые токи и стабильность, типичная микроструктура и пр. Сводка таких данных, конечно, трудоемкое аналитическое занятие, однако для разработчиков сверхпроводниковых

систем, подобные сведения крайне ценны, и получить их, например, из открытых литературных источников, крайне сложно.

Значительный объем, проделанный автором экспериментальной работы, существенно нивелирует сделанные замечания.

Рассмотренная диссертационная работа Крыловой М.В. безусловно представляет собой важное оригинальное исследование. Работа отвечает всем требованиям «Положения о присуждении ученых степеней» №842 от 24.09.2013, а ее автор Крылова Мария Владимировна достойна присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Отзыв обсужден на заседании отдела сверхпроводимости Курчатовского комплекса НБИКС-природоподобных технологий 07.07.2022, протокол №4.

Отзыв подготовлен к.т.н., ведущим научным сотрудников отдела сверхпроводимости Курчатовского комплекса НБИКС-природоподобных технологий, Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» Кругловым В.С.



Ведущий научный сотрудник,
к.т.н. Круглов В.С.



Заместитель начальника отдела
сверхпроводимости
к.ф.-м.н., Шавкин С.В.



Главный ученый секретарь НИЦ
«Курчатовский институт»
Сергунова К.А.

Адрес:

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»)
123182, Россия, Москва, пл. Ак. Курчатова 1
Телефон: +7(499)196-95-36
e-mail: nrcki@nrcki.ru