**Свердун Володимир Богданович. Закономірності формування структури надпровідних з'єднань між блоками високотемпературної надпровідної ПТ-YBCO кераміки: дис... канд. техн. наук: 05.02.01 / НАН України; Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М.Бакуля. - К., 2004.**

|  |  |
| --- | --- |
| |  | | --- | | **Свердун В.Б. Закономірності формування структури надпровідних зєднань між блоками високотемпературної надпровідної ПТ-YBCO кераміки. – Рукопис.**  Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – “Матеріалознавство”. Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, Київ, 2004.  Дисертацію присвячено вивченню закономірності формування надпровідних з’єднань між блоками ПТ-YBCO кераміки та розробці на їх основі способів виготовлення з’єднань з рівнем механічних та надпровідних властивостей, що не поступаються властивостям з’єднуваного матеріалу. Вперше показана можливість формування високоякісних надпровідного з’єднання між блоками ПТ-YBCO із застосуванням в якості припою порошкоподібного TmBa2Cu3O7-d (Tm123). Розроблено спосіб одержання надпровідного з’єднання між блоками ПТ-YBCO без деградації з’єднуваного матеріалу з рівнем густини критичного струму 104 А/см2 при 77 К в полях до 1,8 Тл та механічними властивостями, що не поступаються властивостям ПТ-YBCO (з мікротвердістю за Віккерсом у місці шва та матеріалу, 4,57±0,82 і 4,82±0,45 ГПа, відповідно, при навантаженні 1,96 Н та міцністю на згин 28-32 МПа).  Розроблено методи оцінки густини критичного струму через надпровідне з’єднання шляхом вимірювання розподілу захопленого магнітного поля («field-mapping») із застосуванням датчиків Холла у блоках зі з’єднаннями, оцінки локальної сили левітації, що діє на точковий магніт та комплексного вивчення надпровідних характеристик з’єднання і з’єднуваного матеріалу із використанням модельних кілець, що передбачає визначення густини критичного струму на основі вимірювання кривих намагнічування і розподілу захопленого магнітного потоку, а також вивчення однорідності надпровідних властивостей зразків шляхом оптичної магнітометрії і сканування датчиком Холла. | |
| |  | | --- | | У роботі вирішена актуальна науково-технічна задача, яка полягає у встановленні закономірностей технології формування структури надпровідних з’єднань між блоками плавленої текстурованої кераміки на основі YBa2Cu3O7-d (ПТ-YBCO).  1. Вперше показана можливість і досліджені закономірності формування надпровідного з’єднання між блоками ПТ-YBCO із застосовуванням в якості припою порошкоподібного TmBa2Cu3O7-d (Tm123). Доведено, що надпровідні та механічні властивості з’єднання (густина критичного струму 104 А/см2 при 77 К в полях до 1,8 Тл, мікротвердість Hv=4,57±0,82 ГПа, при навантаженні 1,96 Н, міцність на згин 28-32 МПа) відповідають властивостям з’єднуваного матеріалу (густина критичного струму 104 А/см2, при 77 К в полях до 1 Тл, мікротвердість Hv=4,82±0,45 ГПа при навантаженні 1,96 Н, міцність на згин 26-30 МПа), при цьому деградації з’єднуваного матеріалу не відбувається. Розроблений процес виготовлення з’єднань відрізняється стабільністю та є відносно нетривалим (9-10 годин) у той час, як тривалість процесів, запропонованих іншими групами дослідників, становить не менше 60-75 годин.  2. В результаті вивчення технології одержання з’єднань між блоками ПТ-YBCO встановлено наступні закономірності:  - максимальна температура нагріву при формуванні з’єднання з високими надпровідними характеристиками лежить в діапазоні 990-1010 оС, час витримки при максимальній температурі не перевищує 7-30 хв;  - структура надпровідного з’єднання, що характеризується високим рівнем густини критичного струму (104 А/см2) (аналогічним критичному струму з’єднуваного матеріалу) має наслідувати структуру з’єднуваного матеріалу (двійникову, у тому числі);  - структура шва, сформованого при застосуванні в якості припою Tm123, являє собою матричну фазу (Tm,Y)Ba2Cu3O7-d з включенням дрібнодисперсних частинок (0,5-10 мкм) ненадпровідної фази (Tm,Y)2BaCuO5. Товщина високоякісного шва не перевищує 40-50 мкм;  - при використанні в якості припою порошкоподібного Tm123 присутність ділянки повільного охолодження (так звана ділянка “текстурування при плавленні”) при формуванні надпровідного з’єднання не є необхідною. Проведення процесу одержання з’єднання без цієї ділянки дозволяє в 4-5 разів скоротити час його виготовлення, оскільки присутність цієї ділянки передбачає зниження температури зі швидкістю 0,5 –0,3 град/год в діапазоні температур 25-50 градусів;  - при проведенні процесу формування шва при температурах вищих (>20 оС) за 1010 оС відбувається незворотна деградація структури Y123, надпровідні властивості якої не можна відновити шляхом повторного насичення киснем. Температура 980 оС є недостатньою для формування з’єднання з високою густиною критичного струму.  - по мірі збільшення часу витримки (>15-20 хв) відбувається поступове укрупнення зерен ненадпровідної фази (за рахунок рекристалізації), що обумовлює зниження надпровідних властивостей з’єднання, а при збільшенні часу витримки >30-40 хв на з’єднуваних поверхнях утворюється суцільний рихлий шар з монокристалів ненадпровідної фази, який перешкоджає формуванню з’єднання взагалі.  - при формування надпровідних з’єднань між блоками ПТ-YBCO з монодоменною структурою, без макротріщин, швидкість нагріву матеріалу до максимальної температури може бути досить високою (до 1000 град/год). При формуванні з’єднання між блоками ПТ-YBCO, що містять тріщини, швидкість нагріву має бути не вищою за 100 град/год до температури закінчення фазового переходу (600оС) надпровідної фази Y123 у ненадпровідну, оскільки така температура нагріву, не викликає збільшення кількості тріщин  - охолодження зразків, що з’єднуються від температури максимального нагріву необхідно проводити швидко (шляхом вимикання печі – приблизна швидкість охолодження – 150 град/год), оскільки це не спричиняє більшого розтріскування матеріалу (навіть того, у якому до нагріву тріщини вже були присутні).  - відсутність у складі вихідного припою “зеленої” 211 фази не позначається негативно на рівні надпровідних властивостей сформованого з’єднання; фаза (Tm,Y)2BaCuO5 формується у структурі шва при використанні в якості припою порошкоподібного Tm123.  3. На основі встановлених закономірностей розроблено спосіб одержання надпровідного з’єднання між блоками ПТ-YBCO з рівнем густини критичного струму, що може протікати через нього, більшим за 104 А/см2 при 77 К в полях до 1,8 Тл без деградації властивостей з’єднуваного матеріалу (надпровідних та механічних). Мікротвердість у місці шва становила 4,57±0,82 ГПа, а мікротвердість ПТ-YBCO 4,82±0,45 ГПа при навантаженні на індентор Віккерса 1,96 Н, міцність на згин місця з’єднання і матеріалу становила 28-32 МПа), із застосуванням в якості припою порошкоподібного Tm123.  4. Розроблено нові методи оцінки густини критичного струму через надпровідне з’єднання на основі: (а) - оцінки розподілу захопленого магнітного поля; (б) - вимірювання петель магнітного гістерезису кілець з надпровідними з’єднаннями.  5. Розроблений спосіб одержання надпровідних з’єднань між блоками ПТ-YBCO рекомендований для виготовлення роторів ВТНП електромоторів, деталей накопичувачів енергії типу “махове колесо”, ВТНП генераторів, транспорту на магнітному підвісі, тобто для виготовлення деталей великих розмірів та складних конфігурацій. | |