**Савчук Ярослав Михайлович. Закономірності синтезу та спікання надпровідних матеріалів на основі MgB2 під високим тиском: дис... канд. техн. наук: 05.02.01 / НАН України; Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М.Бакуля. - К., 2004**

|  |  |
| --- | --- |
| |  | | --- | | **Савчук Я.М. Закономірності синтезу та спікання надпровідних матеріалів на основі MgB2під високим тиском. – Рукопис.**  Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.02.01 – меріалознавство. Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, Київ, 2004.  Дисертацію присвячено вивчення закономірностей структуроутворення при синтезі і спіканні MgB2під високим тиском, тиском гарячого пресування та атмосферним тиском, дослідженню впливу легування добавками Та або Ті на фазовий склад, надпровідні та механічні властивості матеріалів на основі MgB2. Розроблено спосіб виготовлення високощільного (до 98 %) наноструктурного надпровідного матеріалу з найвищими, у порівнянні з літературними, значеннями густини критичного струму: *jc*100 кА/см2 в полях до 3 Тл, та *jc*10 кА/см2 в полях до 5 Тл.  Вперше встановлено позитивний вплив додавання Та або Ті на jc при синтезі під високим тиском і показано, що збільшення jc відбувається за рахунок зв’язування домішкового водню, з утворенням Ta2H, TaH чи TiH2. Показано, що присутність водню веде до погіршення надпровідних властивостей матеріалів на основі MgB2 одержаних в умовах високих тисків. Дослідження механічних властивостей показало, що додавання Та веде до майже двократного збільшення тріщиностійкості зразків спечених в умовах високих тисків, при цьому їх твердість практично не змінювалась (при навантаженні 148,9 Н тріщиностійкість зразків до яких додавалось 10% Та досягала 7,6 МПам1/2, твердість 10 ГПа). На основі результатів наноіндентування (визначення нанотвердості та модуля Юнга включень Mg-B (MgB2)) показано, що MgB2 можна віднести до класу надтвердих матеріалів. Одержаний в умовах високого тиску матеріал на основі MgB2 перспективний для використання в надпровідних пристроях, що працюють на принципі левітації (електромоторах, генераторах, насосах для перекачування рідких газів, магнітних підшипниках, тощо.) | |
| |  | | --- | | У роботі вирішена актуальна науково-технічна задача, яка полягає у встановлені закономірностей зміни надпровідних та механічних властивостей MgB2в залежності від структури матеріалу, технологічних параметрів синтезу і спікання.  В результаті проведеного комплексу досліджень із вивчення закономірностей структуроутворення у матеріалах на основі MgB2 отримані наступні результати:   1. Розроблено спосіб виготовлення високощільного (до 98 %) наноструктурного надпровідного матеріалу, який передбачає синтез порошкоподібної суміші вихідних компонентів Mg, B та Ti при високих тисках 2 ГПа і температурах 800-900 оС з *jc*100 кА/см2 в полях до 3 Тл, та *jc*10 кА/см2 в полях до 5 Тл. 2. Вперше показано, що зразки, синтезовані під високим тиском з елементів Mg та B або спечені з промислових порошків MgB2 в умовах високих тисків, які за даними рентгенофазового аналізу є практично однофазними MgB2 з незначною (5-7%) кількістю домішки MgO, виявились багатофазними наноструктурними матеріалами, структуру яких можна визначити, як надпровідну “матрицю” Mg-B-O (у якій співвідношення між Mg та B істотно відрізняються від стехіометрії MgB2 у бік переважної кількості Mg) з розміщеними в ній (“матриці”) дрібнодисперсними надпровідними включеннями Mg-B, що складаються з Mg та B, співвідношення між якими близьке до стехіометрії MgB2. Це, пояснюється тим, що входження невеликої кількості кисню в структуру MgB2 істотно не впливає на розміри елементарної комірки. 3. Встановлено, що *jc* зразків на основі MgB2, особливо у магнітних полях, істотно залежить від кількості включень, що вміщують Mg та B (у співвідношенні близькому до MgB2) і, як правило, зростає із збільшенням кількості таких включень у “матриці”. 4. Присутність водню (гідрогену) в процесі синтезу шкідливо впливає на надпровідні властивості дибориду магнію та матеріалів на його основі оскільки, сприяє формуванню шкідливої домішкової фази MgH2. 5. Додавання гідриду титану TiH2 до суміші Mg та B під час синтезу під високим тиском у кількості 10 % спричиняє зменшення приблизно на два порядки *jc* через те, що розкладаючись, гідрид титану вивільняє велику кількість водню, що перешкоджає формуванню щільної структури при температурах синтезу і призводить до утворення значних пор у матеріалі. 6. Вперше показано, що додавання чи присутність Ta при одержанні матеріалів на основі MgB2 в умовах високих тисків приводить до *jc*та Hirr. У випадку синтезу під високим тиском додавання 2-10 % Ta до суміші Mg та B приводило до збільшення *jc* синтезованого матеріалу при температурі 20 К у 1,3-1,8 рази при збільшенні напруженості магнітного поля від 0 до 6 Тл, відповідно, та при температурі 10 К у 1,3-3,3 рази при збільшенні магнітного поля від 0 до 10 Тл, відповідно). 7. Додавання Ti у кількості 10% при синтезі з елементів під високим тиском приводило до збільшення *jc* при температурі 20 К у 1,5- 4,6 рази при збільшенні напруженості магнітного поля від 0 до 7 Тл, відповідно, та при температурі 10 К у 1,4-4 рази при збільшенні магнітного поля від 0 до 10 Тл, відповідно). При цьому поле необоротності зростало на 1-2 Тл. 8. Встановлено, що вплив добавок Ta або Ti на *jc* досягається за рахунок хемосорбції цими елементами водню з формуванням Ta2H, TaH, TiH2 та збільшення кількості включень Mg-B (MgB2) і, за рахунок того, що адсорбування водню перешкоджає входженню водню в структуру матеріалу. Більш виражений ефект Ti у порівняні з Ta пояснюється більшою адсорбційною активністю Ti по відношенню до водню. 9. При підвищенні температури синтезу від 800 до 950 оС кількість MgH2 в структурі зразків зменшується, але у цей же час зменшується і кількість включень Mg-B, що в цілому приводить до погіршення надпровідних властивостей (*jc*, Hirr). Для одержання матеріалів з високим рівнем надпровідних властивостей процес синтезу в умовах високих тисків краще проводити при температурах 800-900оС з додаванням добавок-адсорбентів водню Ta або Ti, причому вища *jc* в полях до 2 Тл досягається при додаванні 2 % Ti або Ta і температурі синтезу 800 та 900 оС, відповідно, а найвищій рівень *jc* у полях вищих за 2 Тл – при додаванні 10 % Ti або Ta і синтезу при температурі 800 оС. 10. Приналежність включень Mg-B (MgB2), розташованих в “матриці” Mg-B-O, до надтвердих матеріалів підтверджується тим, що їх нанотвердість дещо вища за наноотвердість сапфіру, а модулі Юнга є практично однаковими. Так при навантаженні 60 мН нанотвердість включень Mg-B (MgB2) становить 35,6±0,9 ГПа, а сапфіра 31,1±2,0 ГПа, модуль Юнга включень Mg-B (MgB2) становить 385±14 ГПа і сапфіру – 416±22 ГПа. У той же час нанотвердісь “матриці” Mg-B-O досягає лише 17,4±1,1 ГПа, а модуль Юнга – 213±18 ГПа. 11. Нижчі значення *jc* спечених зразків у порівняні зі зразками, синтезованими під високим тиском, обумовлені нерівномірністю розподілу включень Mg-B (MgB2), що “наслідують” морфологію зерен вихідних порошків MgB2: більше скупчення включень спостерігається по їх границям. Так густина критичного струму при температурі 10 К виявилась вищою у 2,5 – 18 разів у полях від 0 до 8 Тл , відповідно, а при 20 К у 2,9 – 14 разів у полях від 0 до 5 Тл, відповідно, для зразків, синтезованих під високим тиском, у порівнянні зі спеченими. 12. Густина критичного струму зразків, синтезованих при атмосферному тиску та при тиску гарячого пресування поступаються на порядок *jc* зразків, синтезованих при високому тиску, що обумовлюється меншою щільністю матеріалу.   13. З метою вивчення ефективності застосування даного матеріалу у роторах надпровідних електромоторів за оптимальних умов шляхом синтезу з елементів (з Mg та B з додаванням 10 % Ті) виготовлено дослідну партію зразків (35 шт.) розміром 30 мм у діаметрі та висотою 10 мм. | |