ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ
«РОСАТОМ»

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИМЕНИ АКАДЕМИКА
А.А. БОЧВАРА»
(АО «ВНИИНМ»)

КРЫЛОВА МАРИЯ ВЛАДИМИРОВНА

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ КОНСТРУКЦИИ И РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ Nb_3Sn СВЕРХПРОВОДНИКОВ ДЛЯ СОВРЕМЕННЫХ УСКОРИТЕЛЕЙ

Специальность 2.6.1 –
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
Кандидат технических наук
Дергунова Елена Александровна
Научный консультант
Кандидат технических наук
Абдюханов Ильдар Мансурович

Москва – 2022

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Прошло более 110 лет с момента открытия сверхпроводимости и более 65 лет с момента обнаружения сверхпроводящих свойств у химического соединения Nb_3Sn. Не смотря на открытие других материалов с более высокими критическими характеристиками, Nb_3Sn до сих пор остается лучшим сверхпроводящим материалом для области высоких магнитных полей (12 Тл и выше).

Одним из основных применений технических сверхпроводников на основе Nb_3Sn сегодня является физика высоких энергий: магнитные системы термоядерной и ускорительной техники, к материалам которых предъявляются все более высокие требования.

Масштабной задачей последних лет является разработка Nb_3Sn сверхпроводников для модернизации Большого Адронного Коллайдера (БАК) - *High-Luminosity Large Hydron Collider (HL-LHC)* и строительства Кольцевого Коллайдера Будущего *(Future Circle Collider - FCC*). Основной проблемой изготовления Nb_3Sn сверхпроводников для этих проектов является сложность достижения сочетания повышенной плотности критического тока (J_c) при высоком уровне стабилизирующих свойств медной оболочки.

Сверхпроводник представляет собой сложный композит, состоящий из нескольких основных компонентов (Nb, Sn, Cu) и дополнительных легирующих элементов (Ti, Ta, Zr и др.). Сверхпроводящее соединение Nb_3Sn образуется в процессе реакционной термообработки (далее РТО) готового провода. Расчет, оптимизация размерных соотношений конструктивных элементов и разработка оптимальных режимов многостадийной термообработки при получении сверхпроводников являются основными задачами, которые необходимо решать для повышения их токонесущей способности и других электрофизических характеристик.

Степень разработанности. Существенный вклад в изучение влияния конструкционных параметров и режимов РТО на свойства Nb_3Sn сверхпроводников, получаемые методом внутреннего источника подпитки оловом (далее ВИП), внесли работы В. Я. Филькина, В. И. Панцырного, A. Godeke, S. Mattafirri, X. Xu, X. Peng, I. Pong, PeterJ. Lee, David C. Larbalestier, Charlie Sanabria, M. T. Naus, E. Barzi, S. C. Hopkins.

Анализ монографической и периодической литературы по проблематике диссертации показал, что имеющиеся результаты научных публикаций недостаточны и часто противоречивы. Нет полного понимания влияния размерного фактора, соотношения компонентов и режимов РТО на процесс образования и структуру Nb_3Sn слоя. Данные по влиянию Cu разделителей на формирование крупно- и мелкозеренной структуры Nb_3Sn фазы отсутствуют.

Цель работы. Разработка конструкции и режимов термообработки Nb_3Sn сверхпроводников с повышенной токонесущей способностью для магнитной

системы *HL-LHC* (модернизированного Большого Адронного Коллайдера с повышенной светимостью).

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Уточнен механизм формирования сверхпроводящей Nb_3Sn фазы в сверхпроводниках, получаемых методом внутреннего источника подпитки оловом (ВИП), в процессе реакционной термообработки (РТО).
2. Изучена взаимосвязь конструкционных параметров и режимов РТО со структурой сверхпроводящей фазы и электрофизическими свойствами Nb_3Sn сверхпроводников, изготовленных различными вариантами метода ВИП (трубным, с общим диффузионным барьером, с распределенным диффузионным барьером).
3. Разработаны рекомендации по оптимизации конструкции и режимов РТО Nb_3Sn сверхпроводников, получаемых методом ВИП, нового поколения с повышенной токонесущей способностью (величиной плотности критического тока – J_c) при сохранении высокого значения относительного остаточного электросопротивления (*RRR - Residual- resistivity ratio*) медной стабилизации.
4. Изготовлены партии Nb_3Sn сверхпроводников в промышленных условиях для магнитной системы *HL-LHC* и определены их сверхпроводящие свойства.

Научная новизна.

1. Получены новые данные о закономерностях процессов фазообразования на стадиях РТО в Nb_3Sn сверхпроводниках, изготовленных методом ВИП различных конструкций: трубный, с общим и с распределенным диффузионными барьерами.
2. Получены новые данные о влиянии режимов РТО (температуры, длительности выдержки, количества промежуточных стадий) на структуру и свойства Nb_3Sn сверхпроводников нового поколения.
3. Определена взаимосвязь конструкционных параметров (размера волокна, толщины медной прослойки, соотношения элементов в композите Cu/Sn/Nb) и структуры сверхпроводящей фазы со свойствами Nb_3Sn сверхпроводников.
4. Изучен механизм фазообразования на промежуточных стадиях РТО на экспериментальных образцах Nb_3Sn сверхпроводников в области радиальных медных разделителей.

Практическая значимость работы.

1. Обоснованы конструкционные параметры Nb_3Sn сверхпроводника (размеры и соотношение входящих в его состав компонентов: волокон, медных прослоек и диффузионных барьеров) с повышенной токонесущей способностью при сохранении требуемого уровня стабилизации.
2. Оптимизированы режимы РТО, позволившие повысить токонесущую способность Nb_3Sn сверхпроводников в соответствии с

требованиями к материалам для магнитной системы *HL-LHC* при сохранении высоких стабилизирующих свойств медной оболочки.

3. Впервые в отечественной практике изготовлены экспериментальные и опытно-промышленные партии Nb_3Sn сверхпроводников, на которых достигнуты рекордные в России значения плотности критического тока до 2707 А/мм^2 (при температуре 4,2 К, в магнитном поле 12 Тл).

Положения, выносимые на защиту:

1. Особенности диффузии и реакционного взаимодействия в системе Cu-Sn-Nb в процессе РТО Nb_3Sn сверхпроводников различных конструкций, полученных методом ВИП.

2. Взаимосвязь структуры и состава сверхпроводящей фазы с электрофизическими характеристиками (J_c, *RRR*) Nb_3Sn сверхпроводников.

3. Зависимости структуры и состава сверхпроводящей фазы от режимов реакционной термообработки и конструкционных параметров Nb_3Sn сверхпроводников.

4. Рекомендации по оптимизации режимов РТО и конструкционных параметров Nb_3Sn сверхпроводников для *HL-LHC* при сохранении требуемых стабилизирующих свойств медной оболочки.

Степень достоверности. Достоверность результатов подтверждается воспроизводимостью результатов, получением в промышленных условиях экспериментальных партий ВИП сверхпроводников на основе Nb_3Sn с высокой токонесущей способностью для магнитной системы HL-LHC и их поставкой в ЦЕРН.

Личный вклад автора. Автор принимала непосредственное участие в разработке конструкций, технологии получения и режимов термообработки Nb_3Sn сверхпроводников, изготовленных методом ВИП. Самостоятельно планировала, проводила эксперименты и анализировала их результаты. Проводила подготовку образцов ко всем видам исследований при комнатной (~300 К) и криогенных (~ 4,2 К) температурах. Принимала непосредственное участие в исследованиях микроструктуры и состава Nb_3Sn сверхпроводников с применением современных методов металлографического анализа (оптическая, сканирующая, просвечивающая электронная микроскопия, микрорентгеноструктурный и фрактографический анализы). Приняла участие во внедрении оптимизированной технологии получения Nb_3Sn сверхпроводников и в авторском сопровождении процесса изготовления опытно-промышленных партий на заводе АО «ЧМЗ» (г. Глазов) для программы модернизации магнитной системы Большого Адронного Коллайдера (*High-Luminosity Large Hadron Collider*).

Методология и методы исследования. Для достижения сформулированной цели и решения поставленных задач, в работе применялись физические и электрофизические методы исследования, в частности, методы электронной и просвечивающей микроскопии для исследования структуры

Nb_3Sn слоя, а также методы определения критических характеристик (плотности критического тока, относительного остаточного сопротивления).

Апробация результатов работы. Результаты работы представлены в виде докладов на научно – прикладных конференциях и конкурсах: Международная научно-техническая конференция «Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике» ("МНТК ФТИ-2016"), г. Москва, 2016 г.; Международная научно-техническая конференция "Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике" ("МНТК ФТИ-2017"), г. Москва, 2017 г.; IX Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат», ВИАМ, г. Москва, 2017 г.; Конференция «Материалы атомной науки и техники» (МАЯТ-2017), АО «ВНИИНМ», г. Москва, 2017 г.; Всероссийская молодежная научно-техническая конференция «Современное материаловедение: традиции отечественных научных школ и инновационный подход». Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов, г. Геленджик. 2017 г.; *FCC week*, г. Амстердам, 2018 г.; Новое в магнетизме и магнитных материалах, НМММ-23, г. Москва, 2018 г.; Российская конференция по электронной микроскопии, РКЭМ – 23, г. Черноголовка, 2018 г.; *27th International Cryogenics Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference, ICEC-ICMC*, г. Оксфорд, 2018 г.; 33-й Бочваровский конкурс, АО «ВНИИНМ», г. Москва, 2018 г.; Российская научно-техническая конференция с международным участием. «Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике» («МНТК ФТИ-2019»), г. Москва. 2019 г.; Открытая научно-техническая конференция, АО ЧМЗ, г. Глазов, 2019 г.; Конференция «Материалы атомной науки и техники (МАЯТ-2019)», АО «ВНИИНМ», г. Москва, 2019 г.; Молодежный конкурс «Инновационный лидер атомной отрасли – 2019», г. Москва, 2019 г.

Публикации.

По теме диссертации опубликовано 6 статей в журналах, включенных в текущий перечень ВАК, базы данных Web of Science/Scopus; 5 статей, включенных в ядро РИНЦ; 1 патент на изобретение; 3 заявки на изобретение.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 8 глав, заключения, списка литературы из 210 наименований. Материал работы изложен на 189 страницах печатного текста, включает 116 рисунков и 23 таблицы.

Работа проводилась в рамках «Соглашения о сотрудничестве в области научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ между Европейской Организацией по Ядерным Исследованиям («ЦЕРН») и Высокотехнологическим научно-исследовательским институтом неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара (АО «ВНИИНМ») 2015 - 2020 гг.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи исследования, определены научная новизна и практическая значимость работы, перечислены положения, выносимые на защиту.

Глава 1. Литературный обзор. Содержит анализ публикаций по теме диссертации. Описаны фундаментальные и критические свойства Nb_3Sn сверхпроводников.

Представлена ретроспектива исследований этого материала с 1954 г. по настоящее время. Приведены требования к Nb_3Sn сверхпроводникам (Таблица 1) и основные факторы (особенности морфологии зеренной структуры, содержание олова, соотношение Nb/Sn, соотношение Cu/Nb, параметр *LAR – Local Area Ratio*, соотношение площадей компонентов, доля балласта (площадь сечения компонентов сердечника, не участвующих в переносе тока), деформация, внутренние напряжения и т.д.), влияющие на их свойства.

Таблица 1 - Основные требования к Nb_3Sn сверхпроводникам для проекта HL-LHC

Параметр	Значение
Диаметр, мм	~1
Cu/non Cu (соотношение объемных долей медной оболочки и сердечника сверхпроводника)	~1
J_c (12 Тл, 4,2 К), А/мм^2	≥ 2450
RRR - отношение электрического сопротивления образца при комнатной и криогенной температуре (R_{273K}/R_{20K})	≥ 150
D_{eff} - электрофизический параметр, определяемый через соотношение ширины петли намагниченности ΔM к J_c по формуле $d_{eff}(B) = \frac{3\pi \cdot \Delta M(B)}{4\mu_0 \cdot J_{c_e}(B)}$, где μ_0 – магнитная постоянная, связанная с размером субэлемента	≤ 50

Рассмотрены особенности диаграмм состояний Cu-Sn, Nb-Sn, Nb-Sn-Cu. Приведен анализ имеющихся сведений по кинетике и механизму фазообразования Nb_3Sn. Приведено современное понимание влияния режимов РТО на структуру получаемой Nb_3Sn фазы. Рассмотрено влияние различных легирующих добавок на свойства Nb_3Sn сверхпроводников. Проанализированы основные тенденции современного рынка сверхпроводников и обосновано место Nb_3Sn сверхпроводников в коммерческих и научных проектах.

На основе проведенного обзора сформулированы задачи и основные направления исследовательской работы.

Глава 2. Методическая часть. Приведено описание трех вариантов процесса получения образцов методом ВИП: трубного, с общим и распределенным диффузионными барьерами. Оптическая микроскопия проведена на инвертированном микроскопе *Leica DMi8A*. Сканирующая микроскопия и фрактографический анализ поверхности излома проведены с использованием растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss Nvision* 40; электронно-ионного микроскопа *Helios Nanolab* 600i; двухлучевого

электронного микроскопа *Versa 3D FEI* (*Thermofisher)*. Съемка проводилась с помощью детекторов *ETD(SE), CDEM(SE), CBS(BSE*). Качественный и количественный микрорентгеноспектральный анализ проводили с помощью системы микроанализа *Oxford* с кремниевым детектором дрейфа X-*Max Carl Zeiss Nvision* 40, а также приставкой *EDXS (EDAX,* США) и *Versa 3D FEI* (*Thermofisher)*. Просвечивающий электронно - микроскопический анализ проводили на ПЭМ *TITAN80-300*. Отдельно, с помощью ПЭМ, получали двумерные электронограммы. Приведена методика обработки цифровых изображений в графическом редакторе случайными и взаимно-перпендикулярными секущими, расчетов зеренных структур (средний размер зерна, распределение размера зерна, коэффициент столбчатости) и морфологических областей (доля крупных и мелких равноосных зерен, доля столбчатых зерен, а также области их расположения). Измерения критического тока I_c и электросопротивления проведены четырехконтактным методом в криостате с использованием жидкого гелия и его паров. Статистическая обработка полученных результатов проведена посредством определения стандартного отклонения с доверительным интервалом 0,95.

Глава 3. Исследуемые образцы и режимы термообработки. Исследованы образцы Nb_3Sn сверхпроводников трех типов (диаметром от 1 до 0,36 мм) от экспериментальных и опытно-промышленных партий, изготовленных в АО «ВНИИНМ» и АО «ЧМЗ» методом ВИП (Рисунок 1).

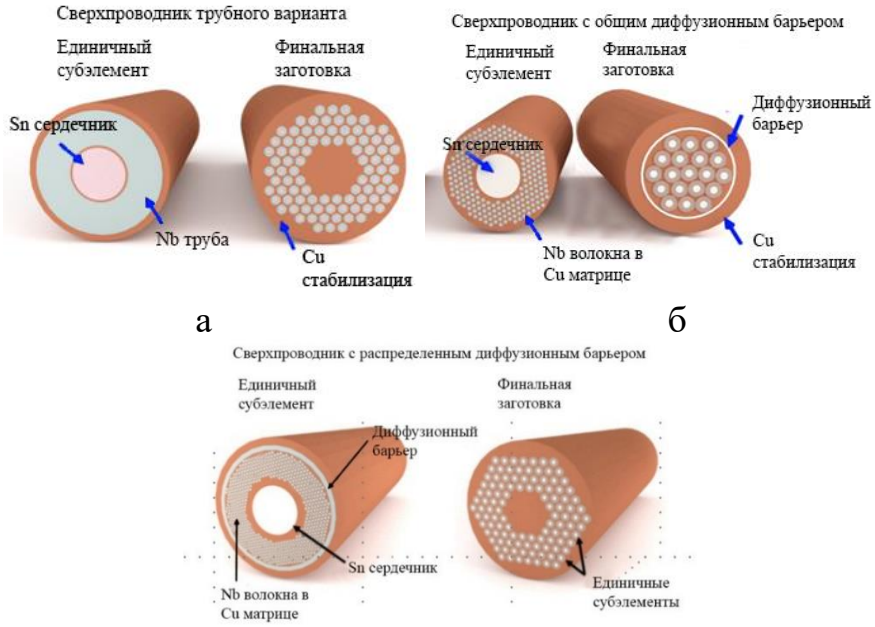


Рисунок 1 - Схематичное изображение конструкций композитов и соответствующих субэлементов трех типов: а – трубный вариант, б – вариант с общим диффузионным барьером, в - вариант с распределенным барьером

Трубный вариант. Образец упрощенной конструкции, где каждый источник олова окружен трубным ниобиевым барьером.

Вариант с общим диффузионным барьером. Рассмотрены образцы от 8 экспериментальных партий Nb_3Sn стрендов, отличающихся конструкцией и материалом диффузионного барьера: Ta; Ta с дополнительным внешним композиционным Cu-Nb упрочнением; Nb; композиционный Nb-Ta. Количество субэлементов варьировалось от 7 до 37. В центре каждого субэлемента был расположен Sn сердечник, окруженный Nb волокнами в Cu матрице. Nb волокна были разделены в каждом субэлементе на секторы Cu разделителями.

Распределенный барьер. Образцы третьего варианта отличались от второго тем, что диффузионный барьер был размещен вокруг каждого субэлемента.

Представлено 11 модификаций данного типа конструкции, отличающихся количеством субэлементов (от 19 до 54), их расположением, соотношением составляющих (Nb:Sn:Cu), а также использованием разделителей внутри волоконной области и материалом разделителей.

Образцы были подвергнуты РТО в вакууме по 6 режимам с разным количеством ступеней. Для выявления механизма и динамики фазообразующих процессов исследованы образцы на промежуточных и заключительных стадиях РТО (Рисунок 2).

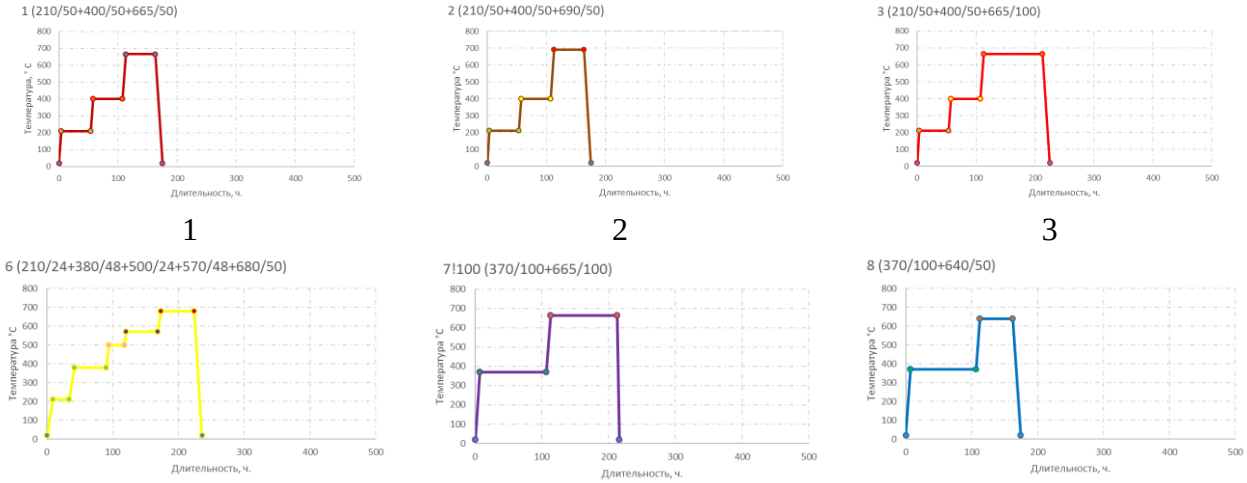


Рисунок 2 – Примеры режимов ступенчатых РТО Nb_3Sn сверхпроводников

Глава 4. Особенности фазообразования в системе Nb-Sn-Cu сверхпроводников, полученных трубным методом. Этот вариант считается наиболее экономичным, благодаря упрощенной, по сравнению с другими вариантами, конструкции и технологии получения проводника.

На образцах Ø 0,7 мм и 0,36 мм проведен качественный и количественный анализ структуры сверхпроводящей фазы в зависимости от температуры РТО (режимы 1 и 2). Зеренная структура состояла из трех зон: столбчатые зерна, вблизи барьера, равноосные мелкодисперсные в центральной области и равноосные крупные в области, прилегающей к источнику олова (Рисунок 3).

Повышение температуры последней стадии РТО с 665 до 690 °C обеспечивает более полную проработку ниобия (что характеризуется

уменьшением количества остаточного олова в сердечнике с 11,9 до 7,2 масс.%), снижает долю крупных зерен с 37 до 20 % и, в результате, приводит к повышению J_c (12 Тл, 4,2 К) на 13 % (с 594 до 669 А/мм^2) (Рисунок 4).

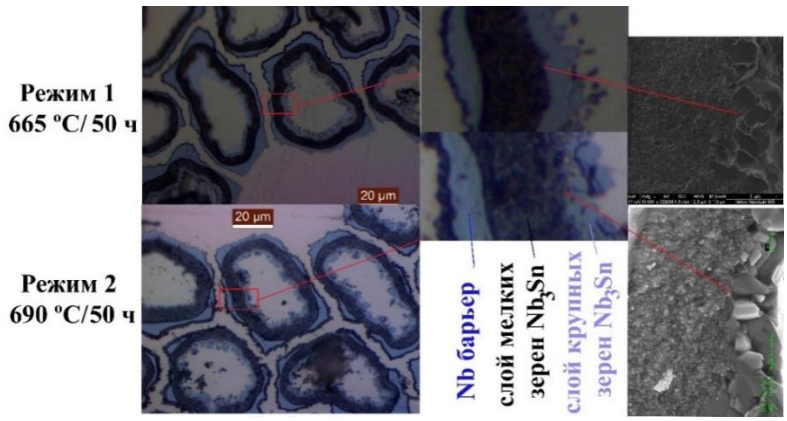
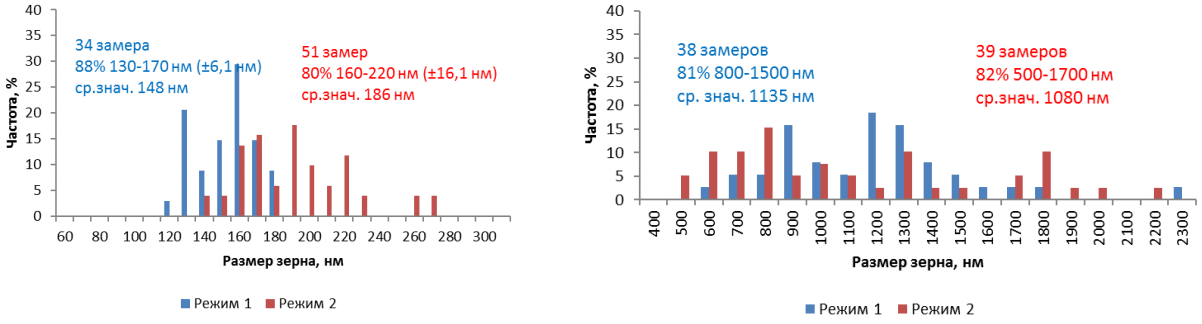
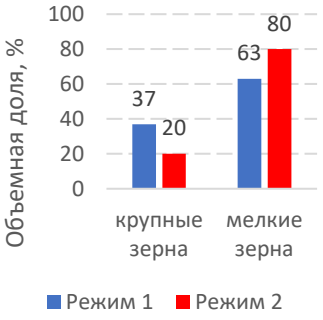


Рисунок 3 - Зеренная структура Nb_3Sn фазы образца трубного варианта Ø 0,7 мм после РТО по режимам №1, №2

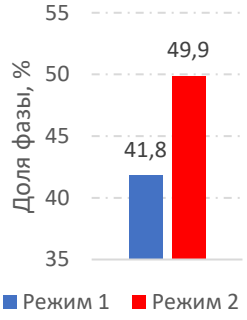


а

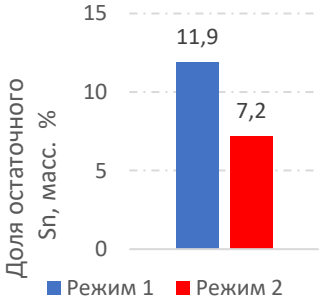
б



в



г



д

Рисунок 4 – Результаты количественного анализа зеренной структуры Nb_3Sn фазы образца трубного варианта Ø 0,7 мм после РТО №1 и №2: а – распределение равноосных мелкодисперсных зерен, б – распределение крупных зерен, в – объемная доля крупных и мелких зерен, г – доля сверхпроводящей фазы по отношению к площади субэлементов, г - содержание остаточного Sn

Уменьшение размера субэлемента в 2 раза с 50 до 25 мкм (при сравнении образцов на Ø 0,7 и 0,36 мм после РТО №1) на 5 % увеличивает количество фазы, на 5 % уменьшает долю крупных зерен, существенно в 2 раза снижает величину остаточного олова и приводит к повышению J_c (12 Тл, 4,2 К) на 19 % (с 594 до 705 А/мм^2) (Рисунок 5).

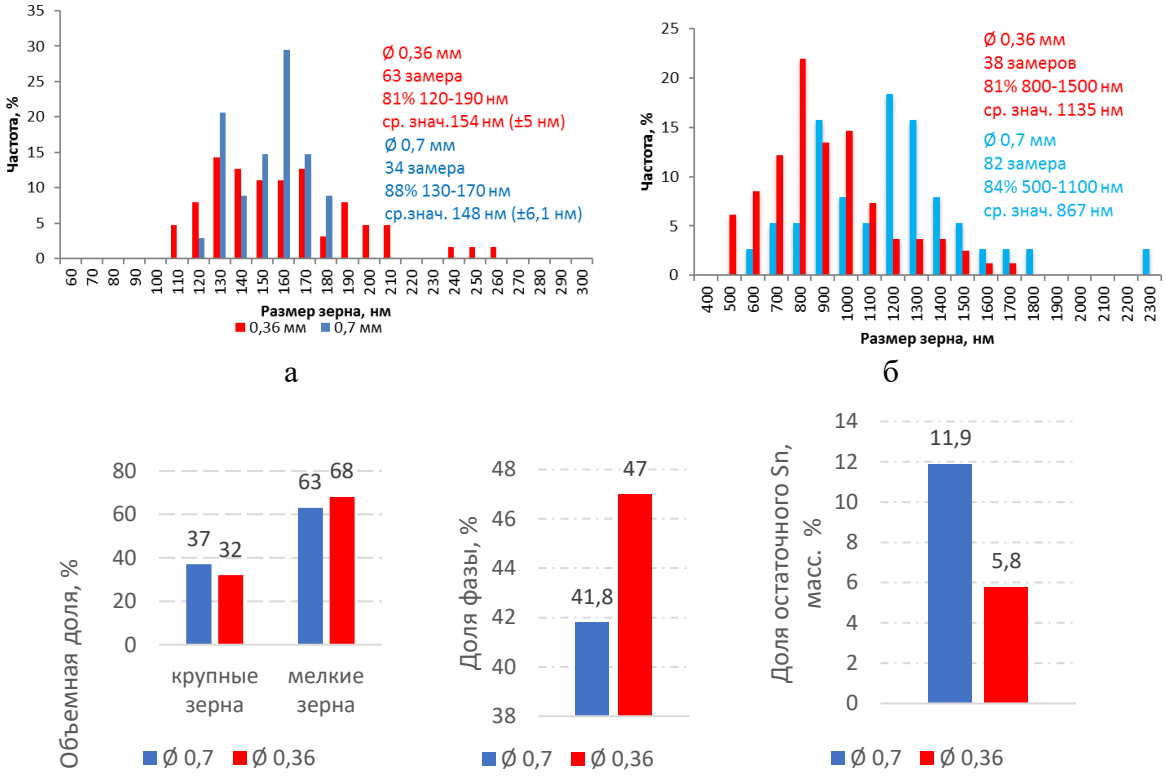


Рисунок 5 - Результаты количественного анализа зеренной структуры Nb_3Sn фазы образцов трубного варианта Ø 0,7 мм и Ø 0,36 мм после РТО №1: а – распределение равноосных мелкодисперсных зерен, б – распределение крупных зерен, в – объемная доля крупных и мелких зерен, г – доля сверхпроводящей фазы по отношению к площади субэлементов, д - доля остаточного олова

Таким образом, показана принципиальная возможность достижения J_c ~ 700 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К) в Nb_3Sn сверхпроводниках трубной конструкции при оптимизации размера субэлемента или режима РТО, что связано с получением большего количества фазы с повышенной долей мелких зерен (68-80 %). Отличием фазообразования в таких сверхпроводниках является диффузия олова через сплошной слой Nb_3Sn кольца, что снижает скорость его образования. Поэтому рекомендован режим РТО с достаточно высокой температурой (690°С – режим 2) на верхней ступени. Но необходимо учитывать, что это приводит к укрупнению зерна Nb_3Sn ~ 200 нм, что, в свою очередь препятствует дальнейшему повышению J_c (более 700 А/мм^2, 12 Тл, 4,2 К).

Параметр RRR при этом находится на низком уровне (3-11 единиц) и для его повышения рекомендуется корректировка конструкции: увеличение толщины ниобиевого барьера на 30 %.

Глава 5. Особенности фазообразования в системе Nb-Sn-Cu в сверхпроводниках с общим диффузионным барьером. Такая конструкция считается наиболее предпочтительной с точки зрения стабилизации сверхпроводника. Поскольку общий барьер более надежно предотвращает диффузию Sn из центральной области в Cu оболочку. С другой стороны, барьер и межсубэлементная Cu, являясь балластными, отнимают значительную часть

поперечного сечения сверхпроводящего сердечника, сокращая площадь сверхпроводящей фазы и снижают J_c. Основной задачей при расчете такой конструкции для получения большего количества мелкозеренной Nb_3Sn фазы являлась оптимизация соотношений размеров составляющих элементов и режимов РТО. Ее решение позволило снизить долю балласта с 47 до 38%, что привело к существенному увеличению J_c с 1365 до 1997 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К) после РТО по 7 режиму.

Анализ зависимости J_c от размера единичного волокна (Рисунок 6 а) показал, что уменьшение размера волокна с 5,5 до 3 мкм и применение РТО по режиму 7 позволило увеличить J_c с 1226 до 1541 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К). А уменьшение размера волокна с 3,8 до 3 мкм после термообработки по режиму 3 – позволило еще повысить J_c с 1473 до 1645 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К).

Пример изображения волоконной области с участками остаточного ниобия после РТО приведен ниже (Рисунок 6 б).

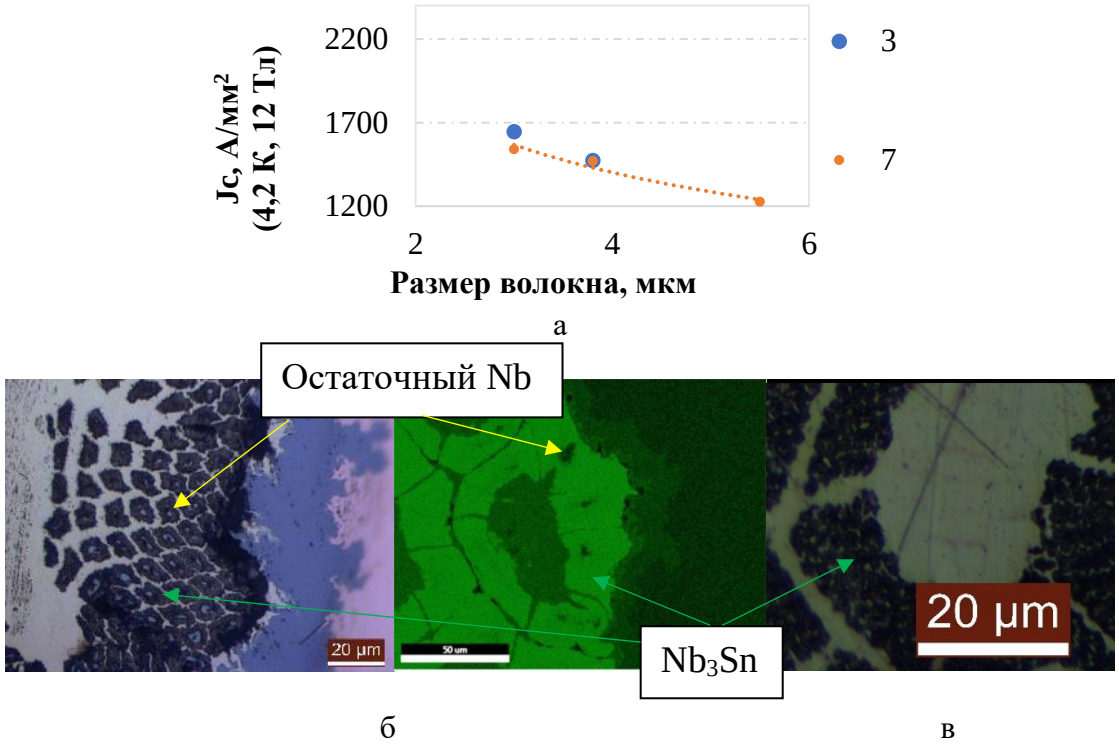


Рисунок 6 - Графики зависимости J_c в образцах с общим диффузионным барьером после РТО по режимам 3 и 7 от доли балласта (а), б –пример изображений участков с остаточным ниобием, в - с полной проработкой

Как видно выше (Рисунок 6 а) уменьшение диаметра волокна приводит к повышению J_c, что связано более полной проработкой ниобия (Рисунок 6 в).

На основе анализа гистограмм распределения величины J_c в зависимости от режимов РТО было установлено, что в основном, для конструкций с общим диффузионным барьером, увеличение выдержки (с 25 до 100 ч) и температуры последней стадии РТО (с 665 до 690 ^{0}C) приводит к повышению J_c (до 40 %).

Для изучения влияния размерного фактора, температуры и длительности РТО на структуру сверхпроводящей фазы был проведен подробный количественный анализ состава и зеренной структуры образцов разных партий.

В результате анализа гистограмм распределения параметров структуры в зависимости от режимов РТО и размеров волокна было установлено, что с уменьшением размера волокна снижается содержание остаточного Sn (с 13 до 10 масс. %), средний размер зерна (с 135 до 98 нм) и коэффициент столбчатости (до 1,02), что в сумме приводит к повышению J_c с 1298 до 1786 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К).

Увеличение температуры с 665 до 690 °С оказывает существенное влияние на морфологию зеренной структуры (повышение среднего размера зерна и коэффициента столбчатости) образцов с крупными волокнами (~ 5,5 мкм) и практически не влияет на образцы с малым размером волокна (< 3 мкм).

Наибольшая величина J_c (2400 А/мм^2, 12 Тл, 4,2 К) была получена на образце оптимизированной конструкции, после РТО по режиму № 7, что связано с совокупностью следующих факторов: достижением оптимального размера волокна (1,5 мкм), сокращением доли балласта (35 %), снижением доли олова в составе композита для достижения оптимального атомного соотношения Nb/Sn - 2,8. Правильность расчета соотношения Nb/Sn подтверждается относительно низким содержанием остаточного олова (4,5 масс. %), а об оптимизации данного режима РТО свидетельствует образование мелкозеренной структуры сверхпроводящей фазы (ср. ~ 70,6 нм).

Глава 6. Особенности фазообразования в системе Nb-Sn-Cu в сверхпроводниках с распределенным диффузионным барьером. В данных конструкциях удается достичь высокой J_c за счет снижения (в 1,5-2 раза) площади, занимаемой балластным материалом. При этом известно, что электрофизические свойства данных сверхпроводников более чувствительны к деформации и режимам РТО. Это связано с особенностями конструкции, где при недостаточной толщине индивидуальных диффузионных барьеров Sn может диффундировать в Cu оболочку, что приведет к значительному снижению ее стабилизирующих свойств. Аналогичное влияние оказывает применение неоптимальных режимов РТО, когда Nb барьер, полностью преобразовавшись в Nb_3Sn, перестает быть препятствием для диффузии Sn.

Анализ зависимости J_c от диаметра единичного волокна (Рисунок 7) показал, что уменьшение диаметра волокна с ~ 4 до 1,5 мкм и применение РТО по режиму 3 позволило увеличить J_c на 15 % с 1900 до 2200 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К). А уменьшение диаметра волокна с ~2 до 1,3 мкм после РТО по режиму 7 - с 2077 до ~2500 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К). Это можно связать со значительно более короткими путями диффузии, что позволило при РТО получить более качественную мелкозеренную фазу Nb_3Sn.

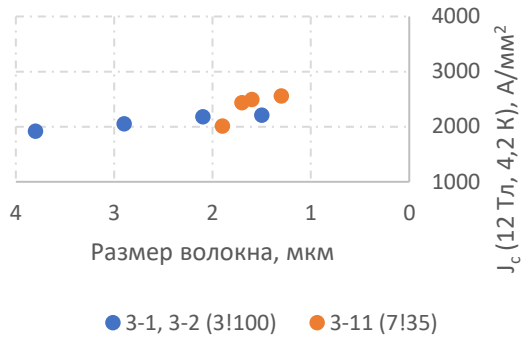
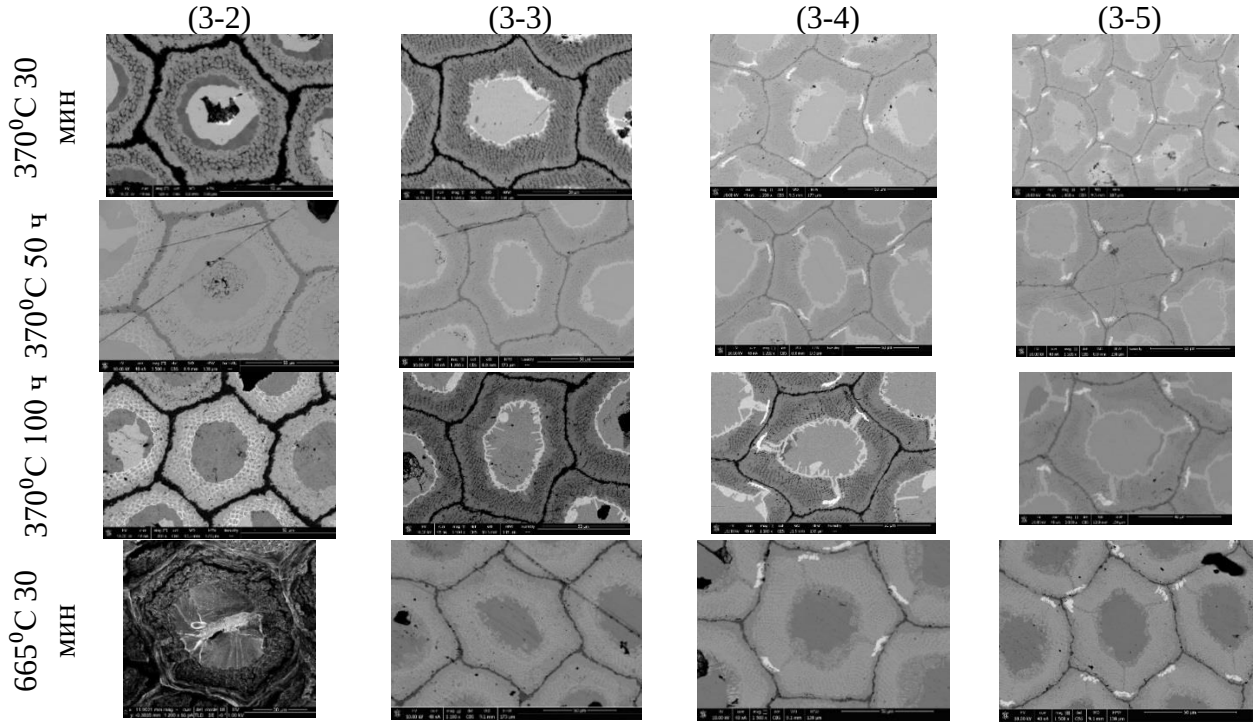


Рисунок 7 - Зависимость J_c от размера волокна в образцах сверхпроводников с распределенным диффузионным барьером

Анализ зависимости полученных J_c и *RRR* от режимов РТО показал, что с увеличением длительности РТО с 25 до 100 ч (при 665° С) J_c возрастает незначительно (до 9 %), однако RRR падает в 5 раз. С увеличением температуры последней стадии с 640 до 665 °С при длительности 50 ч J_c возрастает не более, чем на 12 %, но при этом *RRR* снижается в 4 раза.

Увеличение длительности и температуры РТО на промежуточной стадии практически не влияет на величину J_c образцов с распределенным диффузионным барьером (увеличение на 1-1,5 %), но приводит к значительному, более чем в 4 раза, снижению *RRR*.

Для изучения процессов, протекающих на различных стадиях РТО, была исследована структура и состав образующихся фаз. Выявлены следующие особенности механизма и динамики промежуточного фазообразования в системе Nb-Sn-Cu на образцах диаметром 0,7 мм в процессе нагрева от 20 до 665 ^{0}С по режимам №3, №6, №7/100 (Рисунок 8):



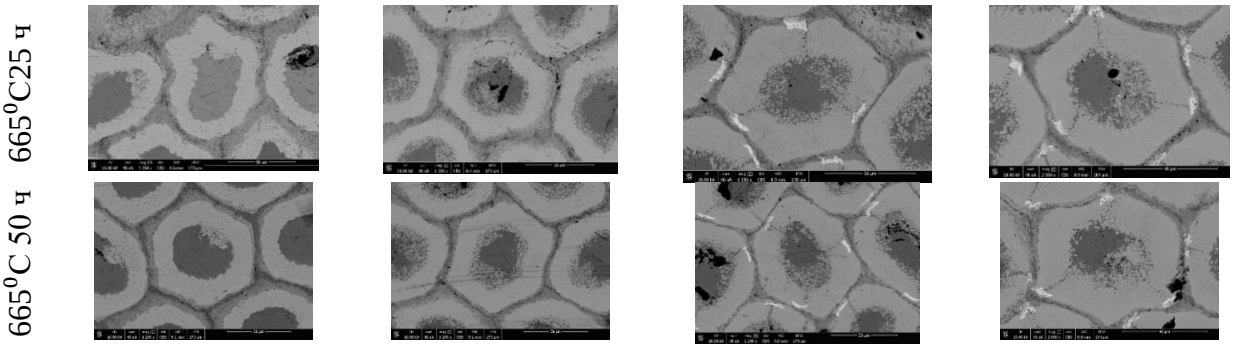


Рисунок 8–Характерные стадии преобразований в зоне субэлементов на промежуточных этапах РТО по режиму 7 на образцах Ø 0,7 мм (распределенный барьер)

При нагреве до 210 °С (ниже $T_{пл}$ Sn) начинается твердофазное взаимодействие Sn с окружающей Cu с образованием богатой по Sn фазы η - Cu_6Sn_5 и богатой по Cu фазы ε - Cu_3Sn, при выдержке наблюдается рост η и ε фаз, а также смещение области этих фаз к первому ряду Nb волокон.

При повышении температуры до 370 – 400 °С и выдержке 30 мин зона чистого Sn исчезает и полностью преобразуется в η и ε фазы, которые занимают уже практически всю площадь субэлемента: η фаза, в основном, расположена в центральной области, а ε фаза в зоне ниобиевых волокон. На этой стадии образуются поры Киркендалла, что связано с разницей в скоростях диффузии Cu и Sn. При увеличении времени выдержки до 48÷100 ч происходит постепенное преобразование η в ε фазу. В первых рядах Nb волокон обнаруживаются прослойки тройного соединения Cu-Sn-Nb (т.н. фаза «наусит»).

Повышение температуры до 665 ^{0}С при выдержке 30 мин приводит к образованию тонкого слоя Nb_3Sn на периферии каждого волокна, при этом бронзовая матрица обедняется по Sn с частичным преобразованием η в ε фаз в α - фазу. Выдержка 25-100 ч приводит к полному превращению всех Nb волокон в Nb_3Sn, бронзовая матрица обедняется по Sn и преимущественно преобразовывается в α-фазу. Отмечено, что при выдержке более 25 ч, в отдельных участках Nb барьера может происходить его полное преобразование в Nb_3Sn и диффузия Sn во внешнюю Cu оболочку образца.

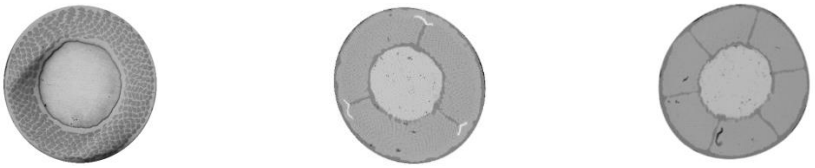
Обнаружено, что на промежуточных стадиях в образцах с различной долей меди в субэлементной области отличается характер фазообразования в первом от центра ряду Nb волокон (Рисунок 8). При увеличенной доле меди (атомном соотношении Cu/Sn 2,86 на образце 3-2), после РТО на стадии при 370°С, богатая по олову тройная фаза Cu-Sn-Nb формируется во всем межволоконном пространстве. С уменьшением ее долив 2 раза (атомным соотношением Cu/Sn ≤ 1,26) эта фаза формируется не только перед первым рядом Nb волокон, но и в зоне радиальных прослоек (для образцов 3-3, 3-4, 3-5). Установлено, что использование большей доли меди приводит к формированию на месте богатых по Sn фаз промежуточных соединений Nb_6Sn_5 и $NbSn_2$, которые на заключительной стадии РТО преобразуются в нежелательные крупные Nb_3Sn зерна вокруг всех волокон, а в случае меньшей доли меди только в первом ряду Nb волокон.

Обнаружена корреляция размера зерна и содержания остаточного Sn с размером волокна. С уменьшением диаметра волокна в 2 раза (с 3,8 до 1,9 мкм, а также с 1,7 до 0,9 мкм) размер зерна снижался на 10%, а содержание остаточного олова снижалось в 1,8 и 1,3 раза соответственно. При этом в слое формировались практически равноосные зерна (коэффициент столбчатости близок к 1).

Наибольшее значение J_c (2707 А/мм^2 ,12 Тл, 4,2 К) при RRR 269 было получено на опытно-промышленном образце, изготовленном на АО ЧМЗ в результате оптимизации конструкции и режима РТО (№ 7/35), что связано с совокупностью следующих факторов: оптимальный размер волокна (до 2,0 мкм), сокращение доли балласта (< 27 %), высокая доля олова при атомном соотношении Nb/Sn 2,4, что позволило снизить средний размер Nb_3Sn зерна до ~ 79 нм.

Анализ полученных данных показал, что содержание остаточного Sn при соотношении Nb/Sn 2,4 составляло ~ 9 масс. %, что свидетельствует о возможности оптимизации конструкции за счет повышения соотношения Nb/Sn до 2,5÷2,7.

Глава 7. Изучение взаимосвязи количества Cu разделителей, используемых в конструкции Nb_3Sn сверхпроводников, со структурой формирующейся фазы. В готовых сверхпроводниках Ø 1÷0,7 мм субэлементы и их структурные составляющие имеют микронные размеры. Диффузионные процессы в них происходят очень быстро и изучить их особенности достаточно сложно. Поэтому детальное исследование процессов фазообразования в субэлементах отличающихся конструкций проводили на модельных образцах Ø 1 мм с разным количеством радиальных Cu разделителей (3, 6 и без них), в которых структурные составляющие были на порядок больше (Рисунок 9).



а – Образец №1 (С3-ВИП3) без медных вставок

б – Образец №2 (2-С3-11-1-16) три медных вставки

в – Образец №3 (2-С3-9-2-17) шесть медных вставок

Рисунок 9 – Поперечное сечение субэлементов диаметром 1 мм с различным количеством радиальных медных разделителей

РТО провели по режимам: 370 ˚С/100ч + 665 ˚С/(10, 20, 30, 60 мин, 25 ч (Рисунок 9). На первой стадии РТО (370˚С/100 ч) наблюдалось более интенсивное образование ε-фазы Cu_3Sn и η-фазы Cu_6Sn_5 в зоне Cu разделителей, чем в области межволоконного пространства. На границе первого ряда Nb волокон во всех трех типах образцов обнаружен слой богатой по олову *наусит* -фазы (10 ат. % Cu, 18-22 ат. % Nb, 68-72 ат. % Sn (Рисунок 10).

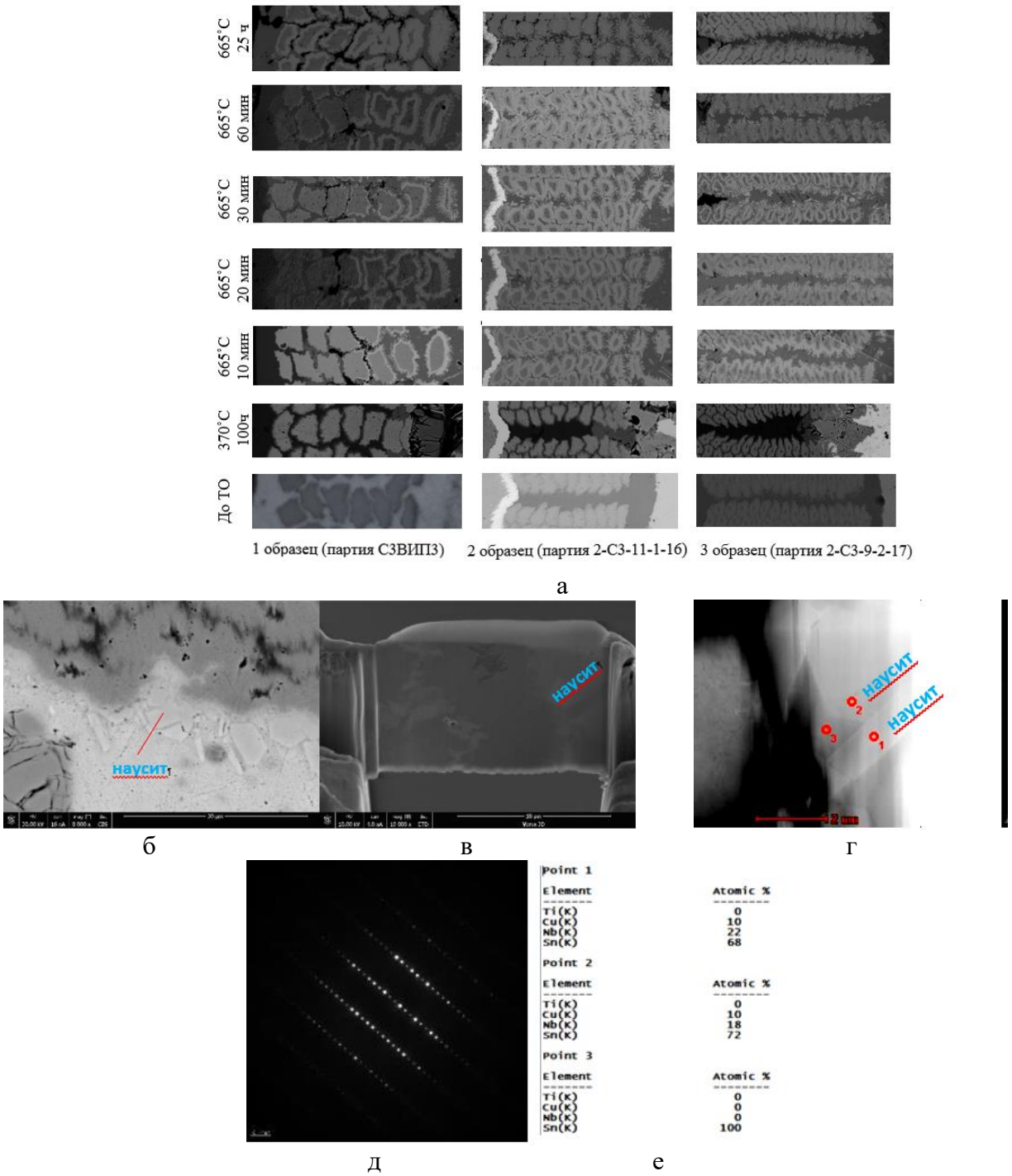
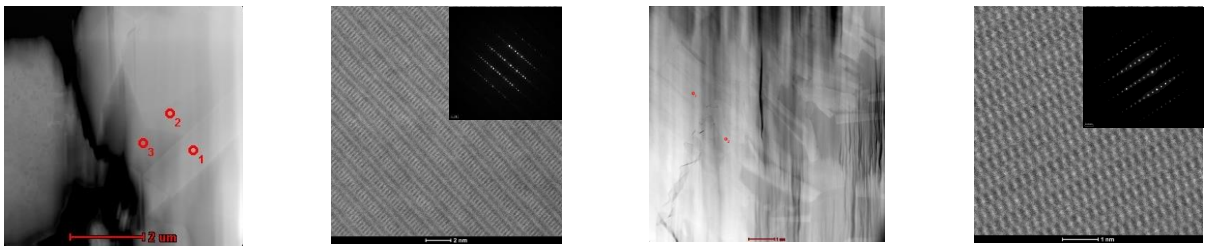


Рисунок 10 – Фрагменты структуры (СЭМ) поперечного сечения образцов Ø 1 мм после различных стадий РТО (а), фрагмент поперечного сечения после 370 ˚С/100ч (б), ламель (в), исследуемые по составу области (г), электронограмма (д), состав *наусит* фазы (е) на образце

На второй стадии (370˚С/100ч + 665˚С/10 мин) на волокнах, примыкающих к зоне источника Sn и Cu разделителям, образуется Nb_6Sn_5 в виде зерен вытянутой формы с орторомбической кристаллической сингонией (Рисунок 11),

которая формируется на периферии и имеет состав: ~ 48 ат. % Nb, 47 ат. % Sn, 5 ат.% Cu.



а б в г

Рисунок 11 – ПЭМ изображения фрагмента образца сверхпроводника в волоконной зоне около источника олова после РТО (370˚С/100 ч + 665 ˚С/10 мин): МРС – анализ (а), атомная решетка и электронограмма (б) тройной фазы «наусит»; МРС – анализ (в), атомная решетка и электронограмма (г) фазы Nb_6Sn_5

В центральной части волокна образуется соединение $NbSn_2$ (~ Nb - 31,3 ат. %, Sn - 62 ат. %, Cu-6,5 ат. %, Ti - 0,2 ат. %). Было установлено, что формирование этих богатых по олову фаз связано с частичным растворением ниобия при 370 ˚С/100 ч в «наусит» фазе. Тонкий слой Nb_3Sn формируется только в волокнах, расположенных на расстоянии более 30 мкм от первого ряда волокон.

При увеличении выдержки при 665 ˚С с 20 мин до 25 ч наблюдается постепенное увеличение толщины Nb_3Sn слоя (на 2-2,5 мкм) и среднего размера зерна (с 70 до 115 нм). При этом нестабильная фаза Nb_6Sn_5 после 60 мин выдержки преобразуется в Nb_3Sn с крупными зернами округлой формы размером 0,4-2 мкм, что приводит к снижению J_c.

Наблюдалось заметное отставание фазообразования на периферийном ряде волокон по сравнению с зоной на первых от источника Sn рядах. При этом Cu разделители быстро насыщались Sn и становились дополнительными его источниками для Nb волокон, расположенных на периферии. После 20 мин выдержки разница по толщине слоя первого и крайнего ряда волокон достигала уже 50-90 %, а после 60 мин – 25-50 %. В то же время для образцов без Cu разделителей, даже после 60 мин выдержки эта разница составляет 80 %.

Отмечено, что имеются общие тенденции на образцах с 3 и 6 разделителями: интенсивное образование Nb_6Sn_5 в области Cu разделителей, схлопывание Cu разделителей из-за смещения волокон в этой зоне и более медленное образование Nb_3Sn на периферийных волокнах.

Глава 8. Влияние экспериментальных режимов РТО на структуру и свойства получаемой Nb_3Sn фазы. Изучение кинетики фазообразующих процессов проведено на образцах с распределенным ниобиевым барьером с наиболее высокой J_c (образец 3-11, Ø 0,9 мм). Результаты исследования влияния режимов промежуточных стадий РТО на структуру и свойства образцов,

отличающихся режимами на промежуточной (Э0, Э1, 7/35) и высокотемпературной на ступенях (Э3, Э4, Э5) представлены ниже (Рисунок 12).

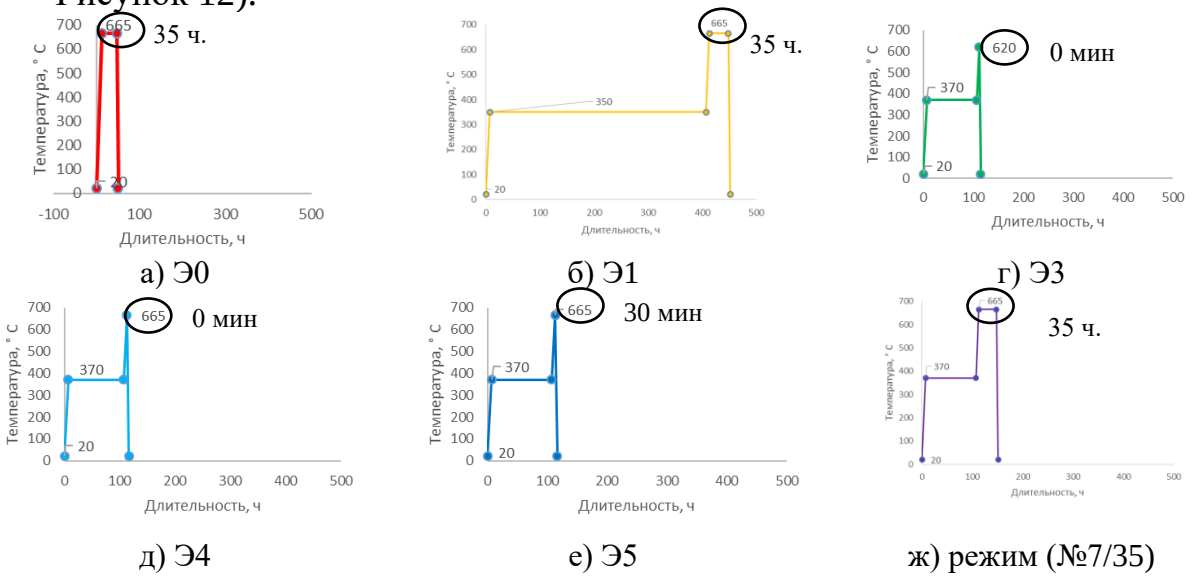
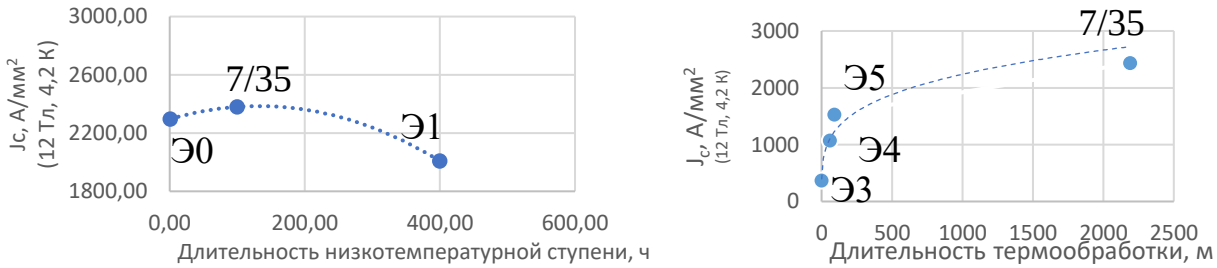


Рисунок 12 – Графики режимов термообработки исследуемых Nb_3Sn сверхпроводников

Влияние длительности низкотемпературной ступени РТО (режимы Э0, Э1, 7/35) на J_c (Рисунок 13 а).Наибольшая J_c= 2435 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К) была достигнута после режима (7/35) с промежуточной ступенью 370°С/100 ч. При отсутствии данной ступени (режим Э0) J_c (12 Тл, 4,2 К) снижается менее, чем на 100 А/мм^2, но при этом общая длительность РТО сокращается в 3 раза (по сравнению с режимом 7/35), а увеличение выдержки до 400 ч (режим Э1) приводит к снижению на 371 А/мм^2.

Влияние длительности высокотемпературной ступени РТО (режимы Э3, Э4, Э5, 7/35) на J_c. Как видно на графике (Рисунок 13 б), в момент выхода на высокотемпературную стадию 665 ºС (Э4) наблюдается самая высокая скорость фазообразования, а увеличение выдержки до 35 ч (7/35) приводит к постепенному росту J_c за счет полной проработки Nb и выравнивания состава фазы.



а б

Рисунок 13 – J_c образца 3-11 после различных режимов отжига (Э0, Э1, 7/35) (а) и на разных этапах отжига 7/35 (Э3, Э4, Э5, финишная стадия) (б)

Влияние режима отжига на морфологию зеренной структуры. В работе были проведены измерения площади различных групп зерен (Рисунок 14), доли и распределения размеров зерен после различных РТО (Таблица 2, Таблица 3)

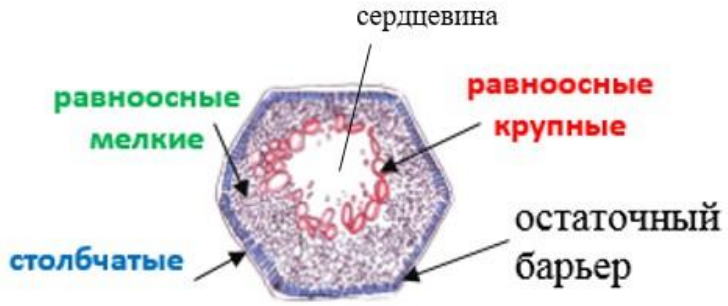


Рисунок 14 – Схематичное изображение расположения типов зерен в теле субэлемента

Таблица 2 – Характеристики зерен, отличающихся по размеру и форме после различных режимов РТО

	Режим термообработки					
Расчетный параметр в среднем на субэлемент	Э0	Э1	Э3	Э4	Э5	7/35
Средняя площадь остаточного барьера, мкм^2	919	689	1289	1244	1022	1012
Толщина столбчатых зерен, нм	2082	1500	400	640	778	3000
Средняя площадь крупных зерен, мкм^2	1340	1418	1412	1146	1153	1284
Средняя площадь мелких зерен, мкм^2	4840	5042	2351	3321	4086	5445
Средняя площадь остаточного Nb, мкм^2	0	0	1595	937	544	0

Таблица 3 - Доли различных групп зерен после термообработки

	Режим термообработки					
	Э0	Э1	Э3	Э4	Э5	7/35
Крупные зерна, %	22±0,2	22±0,2	38±0,2	26±0,2	22±0,2	19±0,2
Мелкие зерна, %	78±0,2	78±0,2	62±0,2	74±0,2	78±0,2	81±0,2

Максимальное количество сверхпроводящей фазы (5445 мкм^2), содержащей наибольшую долю мелких зерен (81%), было получено по режиму 7/35, чему соответствует и достижение максимальной J_c = 2435 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К). После режимов Э3, Э4, Э5 количество крупнозеренной фазы больше по сравнению с финальной стадией (7/35), за счет снижения доли крупнозеренной фазы с 38 до 22 % при повышении температуры и длительности выдержки.

Изучение структуры сверхпроводящей фазы после режимов с разной длительностью низкотемпературной ступени (режимы Э0, Э1, 7/35), показало, что доля крупнозеренной фазы находится на одном уровне (19-22 %), но размер зерен в ней значительно отличается. Изменение режима промежуточной ступени РТО (350 °С/400 ч для Э1) может приводить к значительному измельчению крупных зерен (~ в 2 раза).

Установлено, что как полное отсутствие, так и увеличение длительности промежуточной ступени РТО (Э0 и Э1) приводит к уменьшению площади мелкозеренной зоны (по сравнению с 7/35).

Нагрев образца до 620°С (Э3) приводил к началу образования мелкозеренного слоя сверхпроводящей фазы с достаточно небольшим средним размером зерна - 64 нм. Повышение температуры до 665˚С (Э4) привело к резкому росту зерна (ср.80 нм), а после 35 ч выдержки (7/35) структура становится более однородной с более узким диапазоном значений размера зерна: 80% зерен имеют размер 70-90 нм (ср. 79 нм).

Увеличение выдержки при 350 °С от 100 до 400 ч (Э1) приводит к заметному увеличению размера зерна (ср. 111 нм). Отсутствие же промежуточной ступени (Э0) позволяет снизить средний размер зерна до 73 нм.

Влияние режимов РТО на площадь остаточного барьерного Nb и толщину столбчатых зерен. Отмечено, что площадь остаточного барьерного Nb заметно зависит от режимов РТО. С увеличением температуры до 665 °С при выдержке 30 мин (Э5) его доля снижается с 16 до 12,5 % (от объема субэлемента), а при увеличении выдержки до 35ч (7/35) его площадь практически не меняется (12,1%). Удлинение промежуточной стадии до 400 ч (350 ^{0}С, Э1) приводит к уменьшению доли остаточного барьерного Nb до 8,4 %.

Заключение

Выявлено, что расчетное соотношение Cu/Sn влияет на структуру образующегося соединения Nb_3Sn. В образцах с атомным соотношением Cu/Sn≤ 1,27 в субэлементах образцов формируется два сплошных кольцевых слоя Nb_3Sn с крупным (более 200 нм) и мелким зерном (менее 200 нм), при атомном соотношении > 1,27 формируется мелкозеренная структура с отдельными участками увеличенных зерен Nb_3Sn на периферии каждого волокна.

Установлено, что формирование крупных зерен (>200 нм) в соединении Nb_3Sn, снижающих токонесущую способность, происходит при взаимодействии Nb волокон с богатыми по Sn фазами: тройным соединением «наусит» $CuNb_2Sn_7$ и Cu_6Sn_5. При повышении температуры до 665°С в результате растворения Nb формируются фазы $NbSn_2$ и Nb_6Sn_5 с орторомбической кристаллической сингонией, образуя зерна игольчатой формы, а при выдержке более 60 мин эти фазы распадаются, превращаясь в Nb_3Sn с укрупненными зернами. При этом формирование мелких зерен Nb_3Sn фазы (до 200 нм), повышающих токонесущую способность, наблюдается в случае взаимодействия Nb волокон с бедными по Sn фазами: Cu_3Sn и α-фазой.

Установлена зависимость механизма фазообразования от наличия Cu разделителей в конструкции сверхпроводника. Показано, что с одной стороны, их присутствие интенсифицирует диффузию Sn и ускоряет образование Nb_3Sn, а с другой, способствует увеличению доли крупных зерен и нарушению порядка расположения волокон Nb, что приводит к снижению J_c.

Обнаружено, что большая часть Nb_3Sn фазы (~ 80 %) формируется в процессе нагрева с 620 до 665 °С (в течение 1 ч со скоростью 50 °С/ч), что позволяет получить уже на этой стадии J_c=1075А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К). Увеличение выдержки до 35 ч приводит к полной проработке Nb волокон, при этом величина J_c повышается до 2435А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К).

Показано, что увеличение длительности РТО на заключительной ступени (с 50 до 100 ч) значительно повышает J_c (до 40 %) в сверхпроводниках с общим диффузионным барьером. В то время как в сверхпроводниках с распределенным диффузионным барьером с увеличением длительности отжига с 25 до 100 ч J_c возрастает незначительно (не более чем на 9 %).

Установлено, что повышение температуры заключительной стадии РТО до 690 ^{0}С и уменьшение размера субэлемента в 2 раза до 25 мкм в нелегированных Nb_3Sn сверхпроводниках, получаемых трубным методом, приводит к повышению J_c (12 Тл, 4,2 К) на 13-19 % до ~ 700 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К).

Показано, что оптимизация конструкции сверхпроводников с общим диффузионным барьером путем уменьшения доли балласта (до 35 %), размера волокна (до 1,5 мкм) и достижения атомного соотношения Nb/Sn до ~ 2,8, позволяет повысить J_c в 2 раза и достичь уровня 2400 А/мм^2(12 Тл, 4,2 К) при RRR~ 250.

Показано, что оптимизация конструкции сверхпроводников с распределенным диффузионным барьером путем уменьшения доли балласта (<27 %), размера волокна до 1,9 мкм и достижения атомного соотношения Nb/Sn ~ 2,4, приводит к повышению J_c в 1,5 раза (до 2707 А/мм^2 (12 Тл, 4,2 К)) при RRR> 150.

Впервые в России в промышленных условиях получена партия Nb_3Sn сверхпроводника с распределенными источниками олова и длиной единичного куска более 1,5 км (общей длиной 12 км) со значением J_c > 2450 А/мм^2 (при 12 Тл и 4,2 К) для магнитной системы HL-LHC и поставлена в ЦЕРН.

По теме диссертации опубликованы следующие работы:

в рецензируемых научных изданиях, включенных в текущий перечень ВАК, базы данных Web of Science/Scopus,

1. COMPOSITE TECHNICAL SUPERCONDUCTORS / Abdyukhanov I.M., Potapenko M.M., Alekseev M.V., Tsapleva A.S., Kurilkin M.O., Zubok E.A., Dergunova E.A., Mareev K.A., Krylova M.V., Drobyshev V.A., Karasev Y.V., Gubkin I.N., Salunin N.I., Korpusov V.Y., Rakov D.N., Belotelova Y.N., Borisov A.V., Kotova E.V., Kravtsova M.V., Mal'chenkov A.V. et al. / Atomic Energy. 2016. Т. 119. № 5. С. 319-325.

2. ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ НА ПАРАМЕТР RRR NB_3SN СТРЕНДОВ С ВНУТРЕННИМ ИСТОЧНИКОМ ОЛОВА / Новосилова Д.С., Поликарпова М.В., Лукьянов П.А., Крылова М.В., Цаплева А.С., Алексеев М.В., Абдюханов И.М., Панцырный В.И. / Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2018. № 2 (93). С. 49-61.

3. ИЗУЧЕНИЕ ГЕОМЕТРИИ NB-CU-SN КОМПОЗИТА НА РАЗНЫХ ЭТАПАХ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ NB_3SN СВЕРХПРОВОДНИКОВ / Крылова М.В., Петрова И.В., Глагазина Н.Ю., Цаплева А.С., Алиев Р.Т., Алексеев М.В., Абдюханов И.М., Фигуровский Д.К. / Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2018. № 1 (92). С. 41-48.

4. Реализация программ по исследованию сверхпроводящих материалов в лаборатории высоких магнитных полей в Гренобле /Лукьянов П.А., Абдюханов И.М., Панцырный В.И., Поликарпова М.В., Гурьев В.В., Панащук И.А., Ермолаев И.Е., Алексеев М.В., Насибулин М.Н., Мареев К.А., Потапенко М.М., Цаплева А.С., Коновалова Н.В., Савельев И.И., Крылова М.В./Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2019. № 4 (100). С. 160-171.

5. STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITE SEMIFINISHED PRODUCTS FOR NB3SN SUPERCONDUCTORS / Abdyukhanov I.M., Tsapleva A.S., Alekseev M.V., Dergunova E.A., Krylova M.V., Mareev K.A., Figurovskii D.K., Morosanov A.V. Inorganic Materials: Applied Research. 2020. Т. 11. № 1. С. 208-212.

6. SUPERCONDUCTING PROPERTIES OF NB3SN SUPERCONDUCTORS, DOPED WITH TI, ZR AND TI, TI AND TA / Abdyukhanov I.M., Pantsyrny V., Tsapleva A., Lukyanov P., Konovalova N., Mareev K., Novosilova D., Drobyshev V., Kravtsova M., Krylova M., Savel Ev I., Potapenko M., Alekseev M., Silaev A., Zernov S.M., Shljahov M.J., Eseneev A.V., Kropachev A.S. / IEEE Transactions on Applied Superconductivity. 2020. Т. 30. № 4. С. 9070176.

в научных изданиях, включенных в ядро РИНЦ:

1. ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ ФАЗЫ В РОССИЙСКИХ NB_3SN СВЕРХПРОВОДНИКАХ С ПОВЫШЕННОЙ ТОКОНЕСУЩЕЙ СПОСОБНОСТЬЮ / Крылова М.В., Фигуровский Д.К., Дергунова Е.А., Алиев Р.Т., Зубок Е.А., Алексеев М.В., Абдюханов И.М., Цаплева А.С. / В сборнике: Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике. сборник научных трудов международной научно-технической конференции. Московский технологический университет, Физико-технологический институт. 2016. С. 292-297.

2. Фазообразование интерметаллического соединения Nb_3Sn в сверхпроводниках с повышенной токонесущей способностью / Крылова М.В. [и др.] В сборнике: Международная научно-техническая конференция "Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике" ("МНТК ФТИ-2017") Сборник научных трудов. Под редакцией Булатова М.Ф. 2017. С. 380-386.

3. Разработка и оптимизация конструкций Nb_3Sn сверхпроводников для проекта HL-LHC / Крылова М.В. [и др.] В сборнике: Современное материаловедение: традиции отечественных научных школ и инновационный

подход сборник докладов всероссийской молодежной научно-технической конференции. Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов. 2017. С. 7-16.

4. The microstructure of Nb_3Sn superconductors differing in the number of copper inserts at various stages of heat treatment/ Krylova M.V. [идр.] В сборнике: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 27. Сер. "27th International Cryogenics Engineering Conference and International Cryogenic Materials Conference 2018, ICEC-ICMC 2018" 2019. С. 012174.

5. ФОРМИРОВАНИЕ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ГРУПП СЛОЕВ В NB3SN СВЕРХПРОВОДНИКАХ ДЛЯ УСКОРИТЕЛЕЙ / Крылова М.В., Абдюханов И.М., Фигуровский Д.К. / В сборнике: Российская научно-техническая конференция с международным участием. Информатика и технологии. Инновационные технологии в промышленности и информатике. Сборник докладов конференции. 2019. С. 362-369.

патент на изобретение:

1. ЗАГОТОВКА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО КОМПОЗИЦИОННОГО ПРОВОДА НА ОСНОВЕ NB3SN / Абдюханов И.М., Алексеев М.В., Цаплева А.С., Алиев Р.Т., Зубок Е.А., Крылова М.В., Панцырный В.И., Силаев А.Г., Зернов С.М. / Патент на изобретение 2741783 С1, 28.01.2021. Заявка № 2020119806 от 28.12.2017.

заявки на патент:

1. Сверхпроводящий композиционный провод на основе Nb_3Sn / Алиев Р.Т., Крылова М.В., Абдюханов И.М., Зернов С.М., Панцырный В.И., Алексеев М.В., Силаев А.Г., Цаплева А.С., Зубок Е.А. / заявка на изобретение от 25.06.2018

2. Заготовка для получения длинномерного сверхпроводящего провода на основе Nb_3Sn / Абдюханов И.М., Алексеев М.В., Силаев А.Г., Панцырный В.И., Мареев К.А., Крылова М.В., Цаплева А.С., Коновалов П.В., Зернов С.М. / заявка на изобретение, дата поступления в ФИПС 26.12.19 г.

3. Способ изготовления сверхпроводящего композиционного провода на основе Nb_3Sn / Абдюханов И.М., Алексеев М.В., Силаев А.Г., Панцырный В.И., Мареев К.А., Крылова М.В., Цаплева А.С., Лукьянов П.А., Зернов С.М./ заявка на изобретение, дата поступления в ФИПС 26.12.19