



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
H01B 12/00 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2017141688, 30.11.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.11.2017

Дата регистрации:
15.11.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.11.2017

(43) Дата публикации заявки: 30.05.2019 Бюл. № 16

(45) Опубликовано: 15.11.2019 Бюл. № 32

Адрес для переписки:

119991, Москва, В-333, ГСП-1, Ленинский пр-кт, 53, ФГБУН Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Патентный отдел

(72) Автор(ы):

Никулин Валерий Яковлевич (RU),
Перегудова Елена Нинелевна (RU),
Силин Павел Викторович (RU),
Михайлов Борис Петрович (RU),
Михайлова Александра Борисовна (RU),
Цаплева Анастасия Сергеевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, (ФИАН) (RU),
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, (ИМЕТ РАН) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: H.L. Zheng, Z.M. Yu, X.M. Xiong et al. Effect of precursor powder on microstructure and critical current density of (Bi, Pb)-2223 tapes. Physica C, 386, (2003), p. 138-141. J.E. Kunzler / Rev. Mod. Phys., 1961, v. 33, p. 501. RU 2290708 C2, 27.12.2006. RU 171955 U1, 22.06.2017. US 6957480 B2, 25.10.2005.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ИЗДЕЛИЙ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к металлургическим способам изготовления сверхпроводящих изделий. Его использование позволяет изготавливать сверхпроводящие изделия с повышенной токонесущей способностью. Для достижения этого результата предложен способ получения сверхпроводящих изделий, в котором формируют заготовку путем

заполнения металлической оболочки порошком из размолотой смеси магния и бора, осуществляют холодную деформацию сформированной заготовки до заданной толщины, подвергают холоднодеформированную заготовку кратковременной ударно-волновой обработке на установке типа «плазменный фокус». 9 з.п. ф-лы.

RU 2 706 214 C2

RU 2 706 214 C2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
H01B 12/00 (2019.08)

(21)(22) Application: **2017141688, 30.11.2017**

(24) Effective date for property rights:
30.11.2017

Registration date:
15.11.2019

Priority:

(22) Date of filing: **30.11.2017**

(43) Application published: **30.05.2019** Bull. № 16

(45) Date of publication: **15.11.2019** Bull. № 32

Mail address:

**119991, Moskva, V-333, GSP-1, Leninskij pr-kt,
53, FGBUN Fizicheskij institut im. P.N. Lebedeva
RAN, Patentnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Nikulin Valerij Yakovlevich (RU),
Peregudova Elena Ninelevna (RU),
Silin Pavel Viktorovich (RU),
Mikhajlov Boris Petrovich (RU),
Mikhajlova Aleksandra Borisovna (RU),
Tsapleva Anastasiya Sergeevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
uchrezhdenie nauki Fizicheskij institut im. P.N.
Lebedeva Rossijskoj akademii nauk, (FIAN)
(RU),
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i
materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj
akademii nauk, (IMET RAN) (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING SUPERCONDUCTING ARTICLES**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: present invention relates to metallurgical methods of manufacturing superconducting articles. To achieve this result, disclosed is a method of producing superconducting articles, in which a workpiece is formed by filling a metal shell with powder from a ground mixture of magnesium and boron, method includes cold

deformation of formed workpiece to preset thickness, cold-deformed blank is subject to short-term impact-wave processing at plasma-focus installation.

EFFECT: use of invention makes it possible to manufacture superconducting products with high current-carrying capacity.

10 cl

C 2
2 7 0 6 2 1 4
R U

R U
2 7 0 6 2 1 4
C 2

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к металлургическим способам изготовления сверхпроводящих изделий.

Уровень техники

5 Большинство известных на сегодня высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) являются хрупкими веществами, и поэтому для изготовления из них проводов и лент наиболее широко применяется так называемый метод «PIT» («powder-in-tube», порошок в трубе). Впервые этот метод применительно к соединению Nb_3Sn был применен
10 Кунцлером в 1961 г. [J.E. Kunzler / Rev. Mod. Phys., 1961, v. 33, p. 501]. Согласно этому методу ниобиевую трубку или трубку из монель-металла в стехиометрическом соотношении (3:1) заполняют смесью порошков ниобия и олова или смесью порошков соединения Nb_3Sn и чистого олова (9:1). Затем труба с обеих сторон закрывается и в
15 дальнейшем подвергается волочению через фильеры до заданного диаметра (0,38-0,5 мм). На завершающей стадии в процессе термообработки (970-1400°C) в сердечнике трубы образуется сверхпроводящая фаза Nb_3Sn . При этом впервые были получены сверхпроводящие Nb_3Sn провода с $T_c=17,8^\circ K$ и токонесущей способностью $1,5 \cdot 10^5 A/cm^2$ в магнитном поле 88 кЭ. Методом Кунцлера в ванадиевой оболочке также получены
20 проволоки со сверхпроводящей сердцевиной из V_3Si и V_3Ga . Именно это прорывное достижение явилось началом бурного развития исследований сверхпроводников. Основным недостатком сверхпроводящих композитов, получаемых методом Кунцлера, заключается в их высокой хрупкости после отжига и, как следствие, невозможности повторного использования.

25 Позднее в связи с открытием в 1986 г. ВТСП соединений со значениями T_c выше $77^\circ K$ этот метод получил дальнейшее развитие и применение. Наиболее близким к предлагаемому способу является способ, описанный в работе [H.L. Zheng, Z.M. Yu, X.M. Xiong et al. Effect of precursor powder on microstructure and critical current density of (Bi, Pb)-2223 tapes. Physica C, 386, (2003), p. 138-141]. При этом в трубу, сделанную чаще всего
30 из серебра, закладывают различные составы ВТСП соединений (либо ингредиентов, из которых в процессе термообработки будет образован ВТСП). Затем концы трубы с порошком опрессовывают и деформируют трубу различными способами (прокаткой, волочением, прессованием и др.) до заданного геометрического размера. На завершающем этапе лента или проволока подвергаются длительной (до 100 часов и
35 более) термообработке.

Аналогичная технология используется при изготовлении многослойных проводов и лент MgB_2 . Сверхпроводящее соединение MgB_2 с температурой сверхпроводящего
перехода около $40^\circ K$ открыто в 2001 году [J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, J. Akimitsu. Nature, 2001, 410, 63]. Это соединение представляет большой интерес
40 и имеет перспективы широкого применения, что связано с более простой, по сравнению с известными ВТСП, кристаллической решеткой, дешевизной и доступностью исходных компонентов, отсутствием сильной анизотропии тока и малой зависимостью критического тока в магнитных полях до 5 Т. Синтез этого соединения проводится
45 методами порошковой металлургии [Grasso G., Malagoli A., Ferdeghini C. et al. Appl. Phys. Lett., 2001, 79, 230]. Проводники в виде многослойных композиционных лент изготавливают методом холодной прокатки и термообработки смеси порошков магния и бора в металлической оболочке, содержащей железо, никель и медь. Для синтеза соединения MgB_2 необходим длительный высокотемпературный ($650-900^\circ C$) отжиг в

инертной атмосфере (аргоне).

Указанный способ наряду с определенными преимуществами, к примеру, относительной простотой осуществления, имеет ряд существенных недостатков:

- 5 - в процессе деформационной обработки в Mg-B керне из-за недостаточной равномерности по плотности засыпаемого порошка возникают пережимы, разрывы - проявляется так называемый «сосисочный эффект»; а также наблюдаются трещины, поры и неравномерная плотность;
- не удается получить равномерного сечения жил из MgB_2 как в поперечном, так и в продольном сечении;
- 10 - в процессе длительной термообработки в аргоне, как правило, содержащем определенное количество влаги и кислорода, происходит окисление сверхпроводящей фазы, а это приводит, соответственно, к снижению сверхпроводящих параметров.

Раскрытие изобретения

15 Таким образом, настоящее изобретение направлено на создание способа изготовления сверхпроводящих изделий с повышенными значениями токонесущей способности во внешнем магнитном поле до 4-5 Т при использовании кратковременного ударно-волнового воздействия плазмы.

Техническим результатом настоящего изобретения является повышение токонесущей способности сверхпроводящих изделий.

20 Для решения поставленной задачи и достижения указанного технического результата в настоящем изобретении предложен способ получения сверхпроводящих изделий, в котором: формируют заготовку путем заполнения металлической оболочки порошком из размолотой смеси магния и бора; осуществляют холодную деформацию сформированной заготовки до заданной толщины; подвергают
25 холоднодеформированную заготовку кратковременной ударно-волновой обработке на установке типа «плазменный фокус».

Особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что ударно-волновую обработку могут выполнять от 3 до 20 раз, каждый длительностью от 10^{-8}
30 до 10^{-6} сек, с пятном удара от 5 до 15 мм при размещении упомянутой заготовки на расстоянии от 20 до 50 мм от плазменного анода в атмосфере аргона. При этом давление аргона может составлять от 1 до 2 Торр.

Другая особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что порошок могут получать размолом и перемешиванием магния и бора в размольной
35 мельнице.

При этом могут использовать магний и бор в стехиометрическом соотношении для получения диборида магния.

Еще одна особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что материал металлической оболочки могут выбирать из группы, включающей по меньшей
40 мере железо, медь, никель и ниобий.

Еще особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что холодную деформацию могут осуществлять методом, выбранным из группы, включающей прокатку, волочение и прессование.

Еще одна особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что
45 холодную деформацию заготовки могут осуществлять для получения круглых проводов или плоских лент.

Наконец, еще одна особенность способа по настоящему изобретению заключается в том, что перед холодной деформацией сформированную заготовку в изолирующей

от жидкости оболочке могут помещать в ультразвуковую ванну для выравнивания плотности порошка, заполняющего эту заготовку.

При этом провода могут иметь диаметр от 0,5 до 1,5 мм, а плоские ленты могут иметь толщину от 0,2 до 1 мм.

5 Подробное описание вариантов осуществления

Способ по настоящему изобретению реализуется так.

Как и в известных способах, для получения заготовки будущего сверхпроводящего изделия используют трубу круглого или плоского сечения, выполненную, например, из железа, меди, никеля или ниобия. Выбор трубы конкретного сечения, выполненной
10 из конкретного материала, определяется тем, какое конкретное изделие и с какими свойствами должно быть получено в результате.

Заготовку формируют путем заполнения выбранной металлической оболочки порошком из размолотой смеси магния и бора. Этот порошок могут получать размолом и перемешиванием магния и бора в размольной мельнице. Однако порошок может
15 быть получен уже готовым (размолотым до нужного размера зерен) от изготовителя такого порошка.

Предпочтительно (хотя и не обязательно) использовать магний и бор в стехиометрическом соотношении для получения диборида магния.

После заполнения выбранной металлической оболочки порошком из смеси магния
20 и бора осуществляют холодную деформацию сформированной заготовки до заданной толщины. При этом холодную деформацию могут осуществлять, например, прокаткой, волочением или прессованием. Специалистам понятно, что концы оболочки после ее заполнения порошком опрессовывают, чтобы предотвратить высыпание порошка.

Далее, в отличие от способа, описанного в выбранном ближайшем аналоге, заготовка
25 - лента или проволока - не подвергаются длительной термообработке (до 100 часов и более). Вместо этого ее подвергают кратковременной ударно-волновой обработке на установке типа «плазменный фокус». Такая установка (установка «Тюльпан») описана в источнике <http://sites.lebedev.ru/ru/DPPL/1024.html>.

Известно использование кратковременной ударно-волновой обработки на установке
30 типа «плазменный фокус» для обработки готовых сверхпроводящих материалов (см., например, патент РФ №2404470, опубл. 20.11.2010). Однако в настоящем изобретении эта ударно-волновая обработка осуществляется не над уже готовыми изделиями, а для получения таких изделий из заготовок, сформированных вышеописанным образом.

Такая ударно-волновая обработка на установке типа «плазменный фокус» может
35 выполняться, например, в режиме от 3 до 20 раз, каждый длительностью от 10^{-8} до 10^{-6} сек, с пятном удара от 5 до 15 мм при размещении заготовки на расстоянии от 20 до 50 мм от плазменного анода в атмосфере аргона. При этом давление аргона может выбираться в пределах от 1 до 2 Торр. Специалистам понятно, что указанные пределы и величины являются лишь ориентировочными, а не ограничивающими.

В качестве конкретного примера можно указать следующее. Смесь порошков магния
40 и бора в стехиометрическом соотношении размалывали и перемешивали в размольной мельнице. После перемешивания порошок помещали в металлическую оболочку из меди, железа или никеля круглого или плоского сечения. Для выравнивания плотности порошка композиционную заготовку помещали в ультразвуковую ванну в изолирующей
45 от жидкости оболочке. Это опционное действие может быть опущено.

Холодную деформацию заготовки проводили при комнатной температуре методами волочения через фильеры до провода диаметром 0,8 мм или прокатки лент толщиной до 0,2-0,3 мм.

Холоднодеформированные заготовки подвергали ударно-волновой обработке на установке «Плазменный фокус». Количество ударов равно 5, диаметр пятна ударов 10 мм, расстояние образца от плазменного анода изменяется от 20 до 45 мм, атмосфера - аргон под давлением 1,5 Торр. Время воздействия на мишень при этом составляет 10^{-7} сек.

В результате в полученных сверхпроводящих изделиях наблюдалось двукратное повышение токонесущей способности лент или проводов из MgB_2 в магнитных полях до 4-5 Т за счет формирования высокоплотных сверхпроводящих прослоек с сегрегированной структурой, улучшающей пиннинг вихрей магнитного потока, при полном исключении термообработки после пластической деформации заготовки.

Таким образом, способ по настоящему изобретению позволяет получать сверхпроводящие изделия с повышенными значениями токонесущей способности во внешнем магнитном поле до 4-5 Т, в том числе, что немаловажно, и длинномерные сверхпроводящие изделия.

(57) Формула изобретения

1. Способ получения сверхпроводящих изделий, в котором:

- формируют заготовку путем заполнения металлической оболочки порошком из размолотой смеси магния и бора;

- осуществляют холодную деформацию сформированной заготовки до заданной толщины;

- подвергают холоднодеформированную заготовку кратковременной ударно-волновой обработке на установке типа «плазменный фокус».

2. Способ по п. 1, в котором упомянутую ударно-волновую обработку выполняют от 3 до 20 раз, каждый длительностью от 10^{-8} до 10^{-6} с, с пятном удара от 5 до 15 мм при размещении упомянутой заготовки на расстоянии от 20 до 50 мм от плазменного анода в атмосфере аргона.

3. Способ по п. 2, в котором давление упомянутого аргона составляет от 1 до 2 Торр.

4. Способ по п. 1, в котором упомянутый порошок получают размолотом и перемешиванием магния и бора в размольной мельнице.

5. Способ по п. 1 или 4, в котором используют магний и бор в стехиометрическом соотношении для получения диборида магния.

6. Способ по п. 1, в котором материал упомянутой металлической оболочки выбирают из группы, включающей, по меньшей мере, железо, медь, никель и ниобий.

7. Способ по п. 1, в котором упомянутую холодную деформацию осуществляют методом, выбранным из группы, включающей прокатку, волочение и прессование.

8. Способ по п. 1 или 7, в котором упомянутую холодную деформацию заготовки осуществляют для получения круглых проводов или плоских лент.

9. Способ по п. 8, в котором упомянутые провода имеют диаметр от 0,5 до 1,5 мм, а упомянутые плоские ленты имеют толщину от 0,2 до 1 мм.

10. Способ по п. 1, в котором перед упомянутой холодной деформацией сформированную заготовку в изолирующей от жидкости оболочке помещают в ультразвуковую ванну для выравнивания плотности порошка, заполняющего упомянутую заготовку.