

УСОВЕРШЕНСТВОВАННАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННОЙ ДЛИННОМЕРНОЙ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ ЛЕНТЫ НА ОСНОВЕ Nb₃Sn

Б.Г. Лазарев *Б.В. Борц, П.А. Куценко, О.П. Леденёв, Е.Ю. Роскошная, В.И. Соколенко*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: vsokol@kipt.kharkov.ua

Приведено описание усовершенствованной установки для получения длинномерной сверхпроводящей ленты на основе Nb₃Sn. Создание данной установки позволило изготовить ленту с рекордными значениями плотности критического тока в магнитных полях 10 Тл и выше. Высокой токонесущей способности удалось достичь в результате оптимизации технологического процесса синтеза Nb₃Sn и увеличения толщины слоя сверхпроводника, обладающего однородными свойствами.

ВВЕДЕНИЕ

Сверхпроводящие композиты с кристаллической структурой A15 характеризуются высокими значениями критических сверхпроводящих свойств (критической температуры T_c, второго критического поля H_{c2}, плотности критического тока J_c) [1], что позволяет с успехом использовать их для изготовления лабораторных соленоидов и сложных магнитных систем различного назначения [2], сохраняющих свою работоспособность в высоких магнитных полях. В семействе сверхпроводников типа A15 в наибольшей мере изучено соединение Nb₃Sn. К настоящему времени развит ряд жидкофазных и твердофазных технологий получения ленточных и многожильных проволочных сверхпроводящих композитов на основе Nb₃Sn (см., например, [1,3,4]). В ННЦ ХФТИ был получен композиционный ленточный сверхпроводник на основе Nb₃Sn с рекордным значением плотности критического тока J_c ~ 3 · 10⁻² · J₀, где J₀ = 1,8 · 10⁸ А · см⁻² – предельное значение плотности критического тока, соответствующее достижению электронами сверхпроводящего конденсата критической скорости [5]. Согласно [5] формирование токонесущей микроструктуры в Nb₃Sn является спонтанным процессом самоорганизации этой структуры.

Достижение столь высоких значений J_c стало возможным при получении длинномерной ленты со слоем Nb₃Sn, у которой плотность критического тока не зависит от толщины слоя при большой ее величине. Такая лента была получена на специально разработанной, изготовленной и эффективно действующей установке с использованием жидкофазного метода формирования фазы Nb₃Sn.

Слой Nb₃Sn, обладающий улучшенными сверхпроводящими характеристиками, образовывался на тонкой ленте из чистого ниобия или ниобия, легированного ~1,5 ат.% циркония (НЦ-1,5), в результате термодиффузионного процесса. При этом исходная лента взаимодействовала с расплавами олова или сплава олово-медь, проходила термообработку и процесс окисления (для НЦ-1,5). В соответствии с диаграммой фазового состояния системы ниобий-олово и на основании подробных измерений зави-

симости критического тока от температурного режима получения ленты была найдена оптимальная температура для образования сверхпроводящего слоя.

Создание установки решало задачу оптимизации процесса получения ленты с термодиффузионным слоем Nb₃Sn улучшенного качества с высокой плотностью критического тока в больших магнитных полях (10 Тл и более). Основная задача состояла в том, чтобы подбором температурных полей в установке добиться сокращения образования сопутствующих несверхпроводящих интерметаллических фаз Nb₆Sn₅ и NbSn₂ системы ниобий-олово. Эти фазы синтезировались соответственно при температурах, не превышающих 906 и 860 °С. Как выяснилось, при достаточно длительных экспозициях пребывания залуженной ленты при этих температурах указанные интерметаллиды синтезируются в виде тонких прослоек между зёрнами Nb₃Sn, что приводит к ограничению критического тока. Для подавления образования несверхпроводящих фаз температурное поле печи, расположенной в камере, имело специальную конфигурацию.

В настоящей работе представлено описание усовершенствованной установки для получения длинномерной сверхпроводящей ленты на основе соединения Nb₃Sn.

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА УСТАНОВКИ

Основным исходным материалом для получения композиционной длинномерной ленты Nb₃Sn являлась лента из чистого ниобия толщиной 12...14 мкм или ниобия, легированного 1,6...1,7 ат.% Zr толщиной 17...20 мкм. Изготовление такой ленты включало ряд предварительных операций, каждая из которых проводилась на специально разработанных и изготовленных установках для резки, ультразвуковой очистки и промывки. После подготовительных этапов проводилось нанесение слоя олова или сплава олово-медь, что осуществлялось на установке, общий вид которой показан на рис. 1, 2.

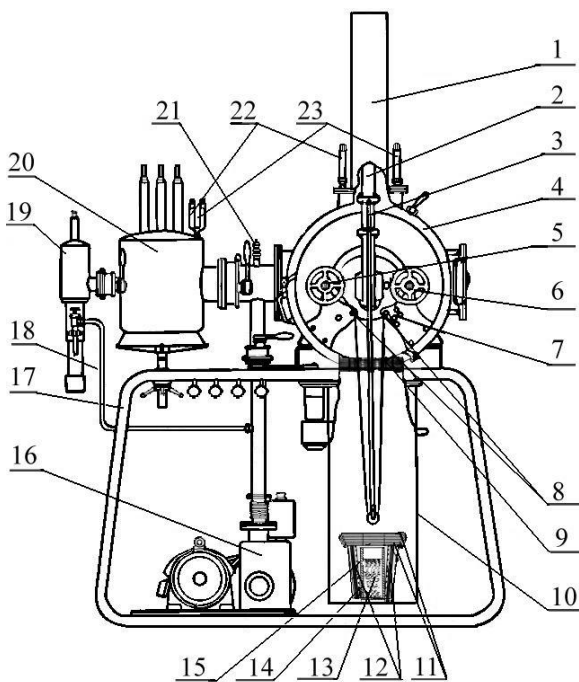


Рис. 1. Схема установки для получения сверхпроводящей ленты со слоем Nb_3Sn (вид сбоку): 1 – крышка верхней камеры; 2 – направляющая опускания и подъема кварцевого штока с роликом; 3 – кварцевый шток с кварцевым рожек; 4 – верхняя часть рабочей камеры; 5 – подающая катушка с чистой ниобиевой лентой; 6 – приемная катушка залуженной ленты; 7 – система роликов перематки ленты; 8 – направляющие ролики; 9 – система экранов для уменьшения тепловых потерь; 10 – нижняя часть рабочей камеры; 11 – теплозащитные (верхние и боковые) экраны печи; 12 – молибденовый нагреватель печи; 13 – расплавленное олово; 14 – кварцевый стакан, в котором находится расплавленное олово; 15 – печь для плавления олова; 16 – механический вакуумный насос ВН-2МГ; 17 – труба для охлаждения установки; 18 – вакуумный трубопровод для откачки диффузионного насоса ММ-40 (19) механическим вакуумным насосом ВН-2МГ (16); 19 – диффузионный масляный насос ММ-40 с вакуумной ловушкой; 20 – высоковакуумный адсорбционный насос; 21 – вакуумный кран-напекатель; 22 – манометрические лампы ЛТ-2; 23 – манометрические лампы ЛМ-2

Установка (см. рис.1) состоит из вакуумной камеры с размещенным в ней оборудованием и откачивающей системы. Она работает автоматически и рассчитана на использование лент шириной 10 мм. Откачивающая система состоит из: механического вакуумного насоса типа ВН-2МГ, предельный вакуум которого составляет $3 \cdot 10^{-3}$ Торр (16), обеспечивающего предварительную откачку камеры до форвакуума, а также откачку диффузионного масляного насоса ММ-40 (19) и адсорбционного насоса (20), охлаждаемого жидким водородом, который позволяет откачивать газовые примеси, включая водород, выделяющиеся при залуживании ниобиевой или ниобий-циркониевой лент.

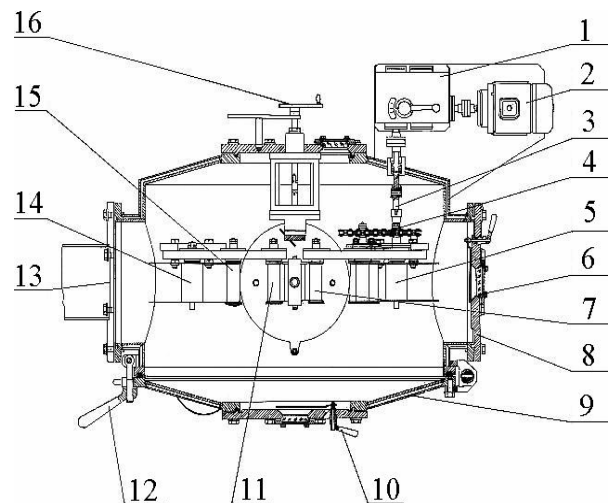


Рис. 2. Схема установки (вид сверху): 1 – редуктор; 2 – электродвигатель типа АОЛ-012/4; 3 – ось редуктора; 4 – цепь, приводящая в движение тянущий механизм; 5 – приемная катушка с залуженной лентой; 6 – смотровое окно; 7 – направляющий ролик; 8 – боковой фланец; 9 – корпус верхней части рабочей камеры; 10 – ручка защитного экрана смотрового окна; 11 – направляющий ролик; 12 – болт для закрывания откидной крышки верхней части рабочей камеры; 13 – фланец для подсоединения к вакуумной системе; 14 – подающая катушка с ниобиевой лентой; 15 – направляющий ролик; 16 – механизм опускания штока

Рабочая камера состоит из верхней (4) и нижней (10) частей. Она выполнена в виде цилиндра из нержавеющей стали. Фланец рабочей камеры с левой стороны служит для подсоединения к откачивающей системе. На этом же фланце находится вакуумный кран-напекатель (21), через который осуществляется напуск воздуха в камеру.

В центре нижней камеры (10) установлена печь (15) для плавления олова или оловянно-медного сплава, которая в верхней своей части имеет систему экранов (11), уменьшающих тепловое излучение печи. Нагреватель печи (12) изготовлен из молибденовой проволоки диаметром 1,5 мм, которая намотана на алундовую трубу конусообразного вида, с уменьшением диаметра к низу печи.

Температура печи и расплава измеряется двумя термопарами хромель-алюмель. Первая термопара расположена в области между кварцевым стаканом (14) и печью (15) в специальной кварцевой трубке изогнутой формы, предотвращающей попадание залуживающего сплава на термопару. Вторая термопара, помещенная в кварцевой трубке штока (3), позволяет измерять температуру в непосредственной близости от места соприкосновения ниобиевой ленты с кварцевым роликом, находящимся в расплаве.

Камера (10), в которой находится печь, при помощи механического домкрата может быть опущена вниз, а затем отведена в сторону для осуществления заправки в печь кварцевого стакана с расплавом, при его выемке после работы или для других технологических операций.

Верхняя часть камеры (4) закрывается откидной крышкой с расположенным на ней смотровым окном, защищенным экраном. Крышка закрывается при помощи трех накидных болтов. В этой части рабочей камеры находится подающая катушка с очищенной лентой (5), приемная катушка с залуженной лентой (6), тянущие ролики (7), направляющие ролики (8).

Верхняя часть рабочей камеры (см. рис. 2) (вид сверху) имеет три смотровых окна, защищенных экранами, что позволяет осуществлять наблюдение за процессом движения ленты.

Залуживаемая лента опускается в расплав олова или олово-медь при помощи штока (3) (см. рис. 1), на конце которого помещается кварцевый ролик. Верхний конец штока закреплен на механизме, скользящем по направляющей, расположенной в верхней части камеры. Движение кварцевого штока обеспечивается при помощи механизма с зубчатой передачей, имеющего круговую шкалу, позволяющую точно опускать на нужную глубину кварцевую трубку с залуживаемой лентой (см. рис. 2, (16)).

Узел перемотки и натяжения ленты представляет собой следующую систему (см. рис. 2). В левой части камеры помещается подающая катушка с исходной лентой, которая надевается на подшипники для уменьшения трения, а степень поджатия катушки задается пружиной, закрепляемой двумя гайками. Рядом с подающей катушкой на одной станине находится направляющий ролик. Этот ролик вращается на подшипниках. Лента, проходя через этот ролик, верхние защитные экраны, экраны печи, кварцевый ролик, помещенный в залуживающий расплав, попадает на ролик (7) приемной части механизма протяжки. После этого залуженная лента проходит через систему, состоящую из четырех роликов, вращающихся с постоянной скоростью и обеспечивающих зацепление с ней. Эти ролики приводятся в движение при помощи редуктора (3), ось которого вводится в камеру через вакуумное уплотнение. Редуктор приводится в движение электродвигателем типа АОЛ-012/4. На редукторе установлен переключатель, позволяющий осуществлять протяжку ленты со скоростью 5,2; 10 и 15 м/ч.

Лента, покрытая расплавом, пройдя через систему из четырех роликов, попадает на приемную катушку, которая вращается от цепной передачи, соединяющей данную катушку с системой тянущих роликов. Вращение приемной катушки осуществляется «на проскальзывание» для уменьшения натяжения залуженной ленты. Для подачи напряжения на нагреватель печи и вывода термпар из нижней и верхней части камеры применяются вакуумированные электровводы. Вакуумное уплотнение всех вводов осуществляется через резиновые прокладки, а электрическая изоляция - при помощи фторопластовых втулок. Для защиты вакуумных уплотнений от перегрева рабочая камера имеет двойную стенку, внутри которой прокачивается охлаждающая вода.

Питающее напряжение 220 В с распределительного щита подается на стабилизатор, а затем на автотрансформатор типа АОСК-10/09, к которому подключена электрическая печь установки.

Установка характеризуется следующим параметрами. Объемы верхней и нижней камер составляют 154 и 125 дм³ соответственно. Полное подготовительное время от включения вакуумных насосов до начала работы – 1,5 ч. Мощность печи при температуре 1000 °С – 3,5 кВт. Приемная катушка вмещает до 400 м залуженной ленты шириной 10 мм при толщине 40 мкм. В комплект установки входят сменные катушки для лент шириной 40 и 80 мм.

Последующая термообработка залуженной ленты проводится на отдельной установке со специальной конфигурацией температурного поля, что минимизирует продолжительность нахождения ленты в области указанных выше температур, при которых образуются интерметаллиды Nb₆Sn₅ и NbSn₂, оказывающие негативное влияние на токонесущие свойства. Эти и другие меры в комплексе позволили получить на поверхности ленты достаточно толстый однородный по свойствам слой Nb₃Sn с рекордной плотностью критического тока.

На рис. 3 показаны измеренные зависимости величины критического тока ленты при T=4,2 К в поле 6 Тл от температуры оловянного расплава, измеренные после ее залуживания, а также после термообработки при T=905 °С в течение 20 ч.

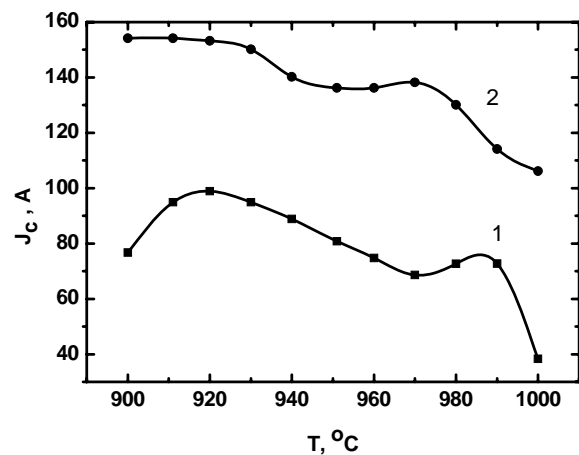


Рис. 3. Зависимость величины критического тока сверхпроводящей ленты (отнесенная к 1 см ее ширины) от температуры расплава олова: 1 – исходная залуженная ниобиевая лента со слоем Nb₃Sn; 2 – термообработанная ниобиевая лента со слоем Nb₃Sn

Видно, что оптимальный температурный режим залуживания приходится на диапазон температур 900...920 °С, что дает возможность получить сверхпроводящую ленту из Nb₃Sn с высокими характеристиками, позволяющими использовать ее в производстве соленоидов для работы в полях свыше 10 Тл.

Использование ниобий-циркониевой ленты и оловянно-медного расплава для ее залуживания обеспечило после оптимизации технологического процесса, включая процесс окисления циркония, существенное повышение плотности критического тока для сверхпроводника Nb₃Sn до рекордного значения J_c=10⁶ А·см⁻² в поле 10 Тл.

ВЫВОДЫ

Создание данной технологической установки позволило получить композиционную длинномерную ленту из сверхпроводника Nb_3Sn с рекордными значениями плотности критического тока в магнитных полях свыше 10 Тл при гелиевых температурах. Высокой токнесущей способности удалось достичь в результате оптимизации технологического процесса, включающего нанесение оловянного или оловомедного расплава на поверхность исходной ленты и термодиффузионный синтез слоев сверхпроводника Nb_3Sn толщиной до 6 мкм с каждой стороны ленты, обладающих высокой однородностью свойств. Полученная сверхпроводящая лента была использована для создания серии лабораторных соленоидов с высокими магнитными полями (>10 Тл).

На различных этапах конструирования и создания установки принимали участие Л.С. Лазарева, В.А. Полтавец, А.Л. Донде, механики криогенной лаборатории под руководством А.П. Шейнина, которым авторы благодарны за их помощь.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.М. Пан, В.Г. Прохоров, А.С. Шпигель. *Металлофизика сверхпроводников*. К: «Наукова думка», 1984, 189 с.

2. М. Уилсон. *Сверхпроводящие магниты*. М.: «Мир», 1985, 407 с.

3. Б.Г. Лазарев, В.М. Пан. О перспективах повышения критических параметров сверхпроводников // *Металлофизика*. 1979, т.1, в. 1, с. 52-62.

4. В.П. Коржов. Способы получения сверхпроводящих материалов на основе интерметаллических соединений со структурой $A-15$: Обзор // *Вопросы технической сверхпроводимости*, Черногловка, 1984, с.5-43.

5. Б.Г. Лазарев, П.А. Куценко, Л.С. Лазарева, Б.К. Прядкин, Н.А. Черняк. О природе предельной плотности критического тока слоев Nb_3Sn // *Металлофизика*. 1990, т.12, №3, с.18-24.

Статья поступила в редакцию 21.08.2009 г.

ВДОСКОНАЛЕНА УСТАНОВКА ДЛЯ ОДЕРЖУВАННЯ КОМПОЗИЦІЙНОЇ ДОВГОМІРНОЇ НАДПРОВІДНОЇ СТРІЧКИ НА ОСНОВІ Nb_3Sn

Б.Г. Лазарев, **Б.В. Бори**, **П.А. Куценко**, **О.П. Леденьов**, **О.Ю. Роскошная**, **В.І. Соколенко**

Приведено опис вдосконаленої установки для одержання композиційної довгомірної надпровідної стрічки на основі Nb_3Sn . Створення даної установки дозволило виготовити стрічку з рекордними значеннями щільності критичного струму в магнітних полях понад 10 Тл. Високої струмопровідної здатності удалось досягти в результаті оптимізації технологічного процесу синтезу Nb_3Sn і збільшення товщини шару надпровідника, що характеризується однорідними властивостями.

THE ADVANCED PLANT FOR OBTAINING COMPOSITE LONG-LENGTH SUPERCONDUCTING TAPE ON THE BASIS OF Nb_3Sn

B.G. Lazarev, **B.V. Borts**, **P.A. Kutsenko**, **O.P. Ledenyov**, **E.Yu. Roskoshnaya**, **V.I. Sokolenko**

The description of advanced plant for obtaining composite long-length superconducting tape on the basis of Nb_3Sn is presented. Making the plant has allowed to produce a tape with record values of density of a critical current in magnetic fields higher, then 10 T. High current carrying ability managed to be reached as a result of optimization of technological process of synthesis Nb_3Sn and magnification of a thickness of a stratum of the superconductor characterized by the homogeneous properties.