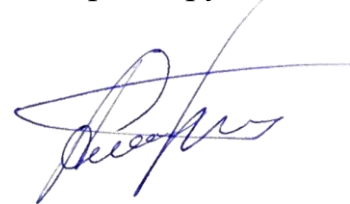


На правах рукописи



Алиев Руслан Теймурович

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННЫХ Nb_3Sn
СВЕРХПРОВОДНИКОВ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИХ
ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва 2018

Работа выполнена в Государственном научном центре Российской Федерации Акционерном Обществе «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ»).

Научный руководитель: **Абдюханов Ильдар Мансурович**
кандидат технических наук, заместитель
генерального директора, директор отделения
АО «ВНИИНМ»

Научный консультант: **Дергунова Елена Александровна**
кандидат технических наук, ведущий научный
сотрудник АО «ВНИИНМ»

Официальные оппоненты: **Высоцкий Виталий Сергеевич**
доктор технических наук, директор научного
направления — зав. отделением
«Сверхпроводящие и криорезистивные провода и
технологии их производства» ОАО «ВНИИКП»


Волошин Игорь Федорович
кандидат физико-математических наук,
заместитель директора отделения по науке
АО «НИИТФА»

Ведущая организация: Национальный Исследовательский Центр
«Курчатовский Институт»

Защита состоится 28 июня 2018 г. в 17:00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 на базе Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" по адресу 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 6, стр. 2, аудитория А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и на сайте www.misis.ru.

Автореферат разослан «___» _____ 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.132.08,
профессор, доктор физико-математических наук  С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Современные сверхпроводники на основе интерметаллического соединения Nb_3Sn , получаемые по «бронзовой» технологии, являются сложными композиционными материалами, представляющими собой, как правило, тонкие провода диаметром 0,7-1,5 мм. В их состав, кроме нескольких тысяч ниобиевых волокон и бронзовой матрицы с высоким содержанием олова, входят также диффузионные барьеры, стабилизирующие, упрочняющие и другие элементы. Благодаря высоким электрофизическим характеристикам и способности работать в магнитных полях выше 10 Тл Nb_3Sn сверхпроводники на сегодняшний день являются основными материалами для изготовления сверхпроводящих магнитных систем физики высоких энергий. Наиболее крупномасштабным проектом с применением Nb_3Sn сверхпроводников стало изготовление магнитной системы Международного термоядерного экспериментального реактора ИТЭР.

Основная проблема получения Nb_3Sn сверхпроводников состоит в том, что их компоненты обладают различными пластическими и прочностными свойствами. Это усложняет деформацию многокомпонентного композиционного материала, может приводить к появлению дефектов и обрывности, снижению выхода в годное, обуславливает необходимость применения многочисленных разупрочняющих термообработок. Указанные особенности могут привести к снижению сверхпроводящих характеристик и увеличению затрат на производство.

Разработчики сверхпроводящих магнитных систем постоянно повышают требования к токонесущей способности, минимальным длинам и снижению себестоимости сверхпроводников. Это вызывает необходимость разработки способов совершенствования структуры и оптимизации процессов производства сверхпроводящего провода, таких, как увеличение содержания олова в бронзовой матрице (до 14-15 % мас.), использование легирования, снижение количества энергозатратных операций (например, термообработок). Для этих целей необходимо изучение свойств композиционных проводников и входящих в них материалов (прежде всего ниобия и оловянной бронзы) на различных стадиях изготовления, а также исследование взаимосвязи этих свойств с конструктивными и технологическими параметрами. Данные исследования необходимы для разработки усовершенствованной технологии, надежно обеспечивающей достижение высоких и стабильных характеристик технических Nb_3Sn сверхпроводников.

Актуальность данной работы обусловлена возрастающей потребностью в сверхпроводящих материалах и необходимостью в разработке новых подходов к совершенствованию технологии их изготовления.

Цели работы. Целью настоящей работы является разработка оптимизированной технологии получения Nb_3Sn сверхпроводников для повышения сверхпроводящих и эксплуатационных свойств и сокращение длительности технологического передела

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие научные задачи:

1. Изучить и дополнить имеющиеся литературные данные по влиянию деформации (волочением, прессованием и др.) и режимов термообработки на структуру и механические свойства основных материалов, входящих в состав композита - высокочистого ниобия (марки НбМ) и высокооловянной бронзы, как отдельно, так и в составе композита.

2. Повысить сверхпроводящие свойства Nb_3Sn сверхпроводящего провода путем изменения способа введения легирующей добавки (введение титана не в ниобиевые волокна, а в бронзовую матрицу) и увеличения содержания олова в бронзе до 15,5 % мас.

3. Оптимизировать режимы получения композиционного провода путем сокращения количества промежуточных отжигов. Изучить взаимосвязь изменения технологических режимов получения и сверхпроводящих свойства Nb_3Sn сверхпроводников.

4. Провести апробацию усовершенствованной технологии в промышленном производстве Nb_3Sn сверхпроводников на АО ЧМЗ для программы ИТЭР.

Научная новизна:

1. Получены новые данные по деформационной способности материалов, являющихся основными компонентами Nb_3Sn сверхпроводников - высоколегированной бронзы (с содержанием олова до 14,5 % мас.) и высокочистого ниобия (марки НбМ) при испытании на сжатие при различных температурах и скоростях деформации.

2. Получены новые данные об изменении твердости компонентов Nb_3Sn сверхпроводников при их совместном деформировании в процессе получения композиционных проводов.

3. Получены новые данные о влиянии деформации и разупрочняющих отжигов на механические свойства композиционных проводов в процессе их технологического передела (волочения).

4. Впервые в отечественной практике изготовлена экспериментальная партия Nb_3Sn сверхпроводника с повышенным до 15,5 % мас. содержанием олова в бронзовой матрице и изучены его структура и сверхпроводящие свойства.

5. Получены новые данные о влиянии способа легирования и содержания олова в бронзовой матрице на морфологию зеренной структуры сверхпроводящего слоя и токонесущую способность Nb_3Sn сверхпроводников.

Практическая значимость работы:

1. На основе полученных данных об изменении механических свойств основных элементов и полуфабрикатов композита (БрО/Nb) были предложены способы устранения причин появления многочисленных поперечных трещин и снижения брака при изготовлении, бронзовых и композиционных прутков (на основе ниобия и бронзы) при выпуске Nb_3Sn сверхпроводников на АО ЧМЗ.

2. На основе полученных данных об изменении механических свойств композиционного провода разработан усовершенствованный маршрут волочения Nb_3Sn композиционных проводов различных конструкций с увеличением суммарной деформации между отжигами на малых диаметрах и, следовательно, сокращением количества разупрочняющих отжигов. Применение оптимизированного маршрута позволило сократить общую продолжительность отжигов на ~23-30% (что составило 75-290 ч в зависимости от длины композита).

3. Получены Nb_3Sn сверхпроводники с рекордными для отечественных сверхпроводников, изготовленных по бронзовой технологии, токонесущими характеристиками.

4. Внедрена оптимизированная технология производства Nb_3Sn стрендов на АО ЧМЗ для магнитной системы ИТЭР.

На защиту выносятся:

1. Полученные данные по деформационной способности материалов, входящих в состав Nb_3Sn сверхпроводников - высоколегированной бронзы (с содержанием олова до 14,5 % мас.) и высокочистого ниобия (марки НбМ) при испытании на сжатие при различных температурах и скоростях деформации.

2. Полученные зависимости механических свойств и твердости высокооловянной бронзы и ниобия как отдельно, так и в составе композита от режимов термообработки и холодной пластической деформации.

3. Разработанный оптимизированный маршрут волочения Nb_3Sn композиционного провода и результаты его апробации в промышленных условиях.

4. Полученные данные по изменению механических свойств Nb_3Sn композиционных проводов с различным типом легирования при их волочении с

промежуточными термообработками по стандартному и оптимизированному маршруту.

5. Полученные данные по структуре сверхпроводящей фазы (морфологии зеренной структуры, параметру решетки) и электрофизическим характеристикам (плотности критического тока, параметру резистивного перехода, критической температуре) Nb_3Sn сверхпроводников с различным типом легирования, содержанием олова в матрице и маршрутом волочения.

Личный вклад автора.

Автор в течении 7 лет принимал непосредственное участие в исследованиях механических свойств и структуры материалов, применяемых при изготовлении Nb_3Sn сверхпроводников, и композитов на их основе. Принимал ключевое участие в планировании и проведении экспериментов, анализе их результатов. Принимал непосредственное участие в разработке оптимизированной технологии волочения композиционного провода и ее апробации при изготовлении опытно-промышленных партии Nb_3Sn сверхпроводников на заводе «КирсКабель» (г. Кирс). Участвовал во внедрении оптимизированной технологии в промышленное производство Nb_3Sn сверхпроводников для программы ИТЭР на АО ЧМЗ (г. Глазов).

Апробация работы.

Результаты работы представлены в виде докладов на 9 научно - прикладных конференциях и конкурсах.

Публикации.

По теме диссертации опубликовано 4 печатные работы в журналах, рекомендуемых ВАК, 11 тезисов докладов на российских конференциях.

Структура и объём диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы из 76 наименований. Материал работы изложен на 170 страницах печатного текста, включает 118 рисунков и 19 таблиц.

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.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ содержится обзор литературы по теме диссертации. В ней представлены общие сведения по низкотемпературным сверхпроводникам и их применению. Описаны Nb_3Sn сверхпроводники, получаемые по бронзовой технологии, и их свойства. Рассмотрены технологические аспекты и особенности

изготовления композиционных материалов. Проведен анализ известных свойств материалов, применяемых при изготовлении Nb_3Sn сверхпроводников. Показано, что на момент начала работы в литературе не было необходимых данных по свойствам исходных материалов – оловянной бронзы с содержанием олова до 14,5 % мас. и высокочистого ниобия, полученных при испытаниях на сжатие в широком интервале температур, недостаточно полно были представлены данные по изменению механических свойств этих материалов в составе композиционного материала при различных режимах совместной деформации и отжига. На основе проведенного анализа литературы была сформирована цель работы и определены задачи диссертационного исследования.

ВТОРАЯ ГЛАВА включает описание образцов экспериментальных партий и методов проведения исследований их структуры и механических свойств.

Структурные исследования, измерение сверхпроводящих характеристик и опробование оптимизированного маршрута волочения проведены на многоволоконных композиционных проводниках серии «Д». Все партии имеют подобную принципиальную конструкцию, включающую более 13 тысяч волокон из высокочистого ниобия марки НБМ, высокооловянную матрицу, ниобиевый диффузионный барьер с танталовыми разделителями и медную стабилизационную оболочку (рисунок 1 и таблица 1).

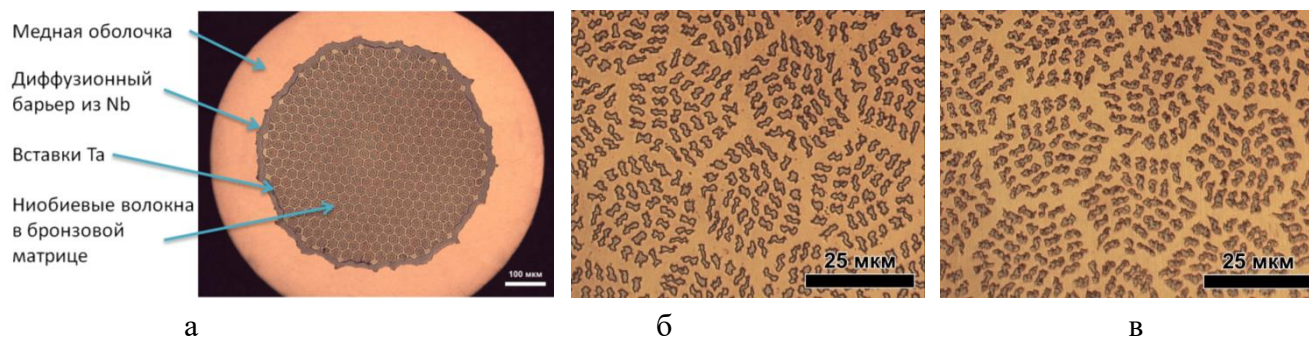


Рисунок 1 – Общий вид поперечного сечения исследуемых Nb_3Sn композиционных сверхпроводников (а) до диффузионного отжига и увеличенные фрагменты волоконной зоны партии Д2 с легированной титаном матрицей (б) и партии Д112 со вставками (НТ47) в волокнах (в)

В партиях Д112 и Д5 применено хорошо зарекомендовавшее себя в отечественных Nb_3Sn сверхпроводниках искусственное легирование волокон титаном. Для этого в каждое волокно помещен сердечник из сплава НТ47. Бронзовая матрица изготовлена из высокооловянной бронзы (до 14,5 % мас. олова) с использованием технологии двойного переплава (т.н. «дуплекс» процесс). В партиях Д1 и Д2 применено легирование титаном бронзовой матрицы. Бронза выплавлена по двум технологиям – двойного переплава и методом распыления расплава в защитной среде (т.н. «оспрей» процесс). Для увеличения токонесущей

способности была изготовлена партия с увеличенным до 15,5 % мас. содержанием олова в бронзовой матрице (также легированная титаном и изготовленная «оспрей» процессом), что позволило увеличить коэффициент заполнения по ниобию до 29,6 % (партия ДЗ) по сравнению с остальными партиями.

Таблица 1 - Характеристики изготовленных и исследованных Nb₃Sn сверхпроводников опытных партий

Условное наименование партии	Д1	Д2	ДЗ	Д5	Д112
Кол-во Sn в матрице, % мас.	14,5	14,3	15,5	14,5	14,4
Способ легирования Ti	В матрице	В матрице	В матрице	Вставка НТ-47	Вставка НТ-47
Кол-во Ti, % мас.*	0,25	0,25	0,25	0,63	1,2
Общее кол-во волокон, шт.	13 212	13 212	13 579	12 845	13 212
KЗ _{Nb} расчетное, % об.	28,8	28,8	29,6	28	28,8
Способ получения бронзы	Оспрей	Дуплекс	Оспрей	Дуплекс	Дуплекс
Конечный диаметр стренда, мм	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82

* 0,25 % мас. Ti в бронзовой матрице соответствует ~0,7 % мас. Ti в волокне.

Для формирования сверхпроводящей фазы в готовом Nb₃Sn сверхпроводнике проведен длительный многоступенчатый диффузионный отжиг образцов стрендов по рекомендуемому международной организацией ИТЭР режиму: 210 °С/50 ч + 340 °С/25 ч + 450 °С /25 ч + 575 °С/100 ч + 650 °С/200 ч.

Исследования механических характеристик были проведены на образцах высокооловянной бронзы (14-14,5 % мас. олова) и высокочистого ниобия (марки НБМ), а также образцах композиционного проводника опытных партий (таблица 1), отобранных на различных стадиях их изготовления. Испытания на растяжение проведены на разрывной машине «TestSystems» UTC 201-5 в соответствии с ГОСТ-1497-84. Испытания на сжатие при различных температурах и скоростях проведены на установке физического моделирования термодетформационных процессов Gleeble System 3800 (в вакууме). Исследование изменения твердости составляющих композит ниобиевых волокон, диффузионного барьера и оловянной матрицы проведены на образцах композиционных проводников опытных партий (таблица 1), отобранных на различных стадиях изготовления. Твердость измерена на микротвердомере Affri DM8 в соответствии с ГОСТ 9450-76. Измерения сверхпроводящих характеристик (критический ток I_к, расчет параметра n, относительное остаточное сопротивление RRR, критическая температура T_к) проведены четырехконтактным методом в криостате с использованием жидкого гелия и его паров.

Описаны разработанные совместно с сотрудниками МИФИ рентгеноструктурные методы исследования сверхпроводящего слоя волокон и

разработанные совместно с сотрудниками МИСиС методы количественного анализа зеренной структуры Nb_3Sn сверхпроводящего слоя.

ТРЕТЬЯ ГЛАВА посвящена изучению влияния деформации волочением, режимов термообработок, скорости и температуры нагружения на механические свойства высокооловянной бронзы (с содержанием олова до 14,5 % мас.) и высокочистого ниобия (марки НбМ), применяемых при изготовлении Nb_3Sn сверхпроводников.

Для разупрочнения оловянной бронзы, как при изготовлении бронзовых, так и композиционных элементов на ее основе, применяют разупрочняющие отжиги. Режим отжига, с одной стороны, должен обеспечить восстановление механических свойств бронзы, а с другой не должен активировать диффузию олова из бронзовой матрицы в ниобиевые волокна, т.к. это может способствовать образованию хрупких интерметаллидов. В работе получены данные зависимости механических свойств образцов предварительно деформированной легированной оловянной бронзы с 14,5 % мас. олова и 0,2 % мас. Ti , изготовленной «оспрей» процессом от режима разупрочняющего отжига (рисунки 2 и 3). Образцы были отобраны от прутков из партий высокооловянной бронзы, используемых на АО «ЧМЗ» для изготовления Nb_3Sn сверхпроводников для ИТЭР. Установлено, что для полного восстановления прочностных и пластических свойств и снятия деформационного наклепа достаточно проведения отжига при 500 °С в течении 10 мин. Дальнейшее повышение как температуры так и времени отжига не приводит к снижению прочности и повышению пластичности бронзы.

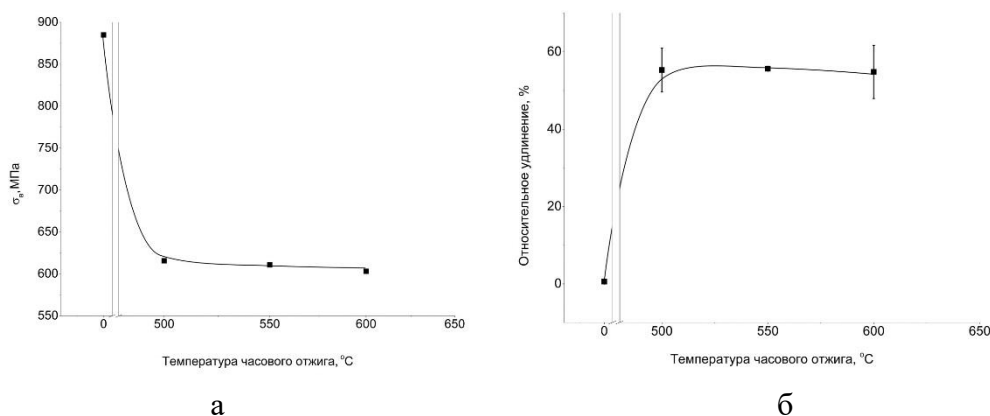


Рисунок 2 – Зависимости временного сопротивления (а) и относительного удлинения (б) деформированной ($\epsilon=32$ %) высокооловянной бронзы (БрОТ 14,5 % мас. Sn, 0,25 % мас. Ti) от температуры отжига в течение 1 ч

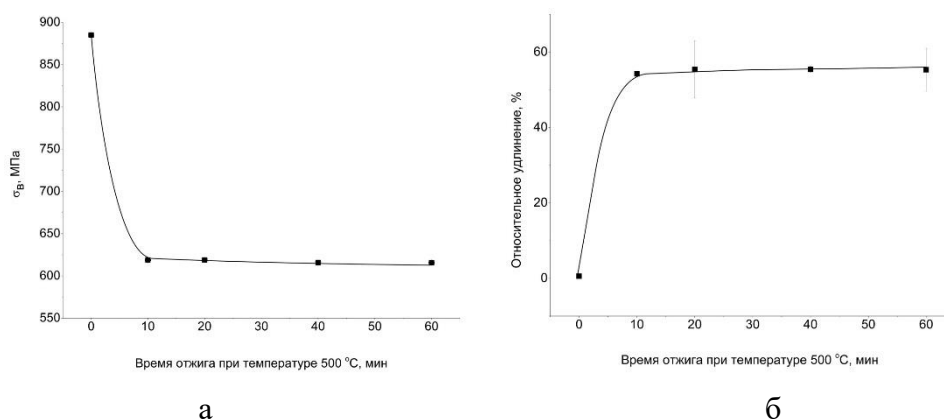


Рисунок 3 – Зависимости временного сопротивления (а) и относительного удлинения (б) деформированной ($\epsilon=32\%$) высокооловянной бронзы (БрОТ 14,5 % мас. Sn, 0,25 % мас. Ti) от времени отжига при 500 °С

При обработке давлением (при выдавливании и волочении) композиционных сборок и прутков Nb_3Sn сверхпроводников механические характеристики бронзы и ниобия при различных температурах определяют способность всего композита к устойчивой пластической деформации. В работе проведены исследования механических характеристик образцов бронзы (14,5 % мас. Sn, 0,2 % мас. Ti, полученной «оспрей» процессом) и ниобия (марки Нб М) при испытаниях на сжатие в вакууме при различных температурах и скоростях деформации, приближенных к средним скоростям деформации материалов при волочении ($0,2-0,5 \text{ с}^{-1}$) и прессовании ($3-10 \text{ с}^{-1}$). Непрерывные диаграммы деформации, полученные при испытаниях на сжатие исследуемых образцов по указанным режимам, приведены на рисунках 4 и 5. Механические характеристики образцов бронзы и ниобия при испытании на сжатие при различных температурах и скоростях деформации приведены в таблицах 2 и 3.

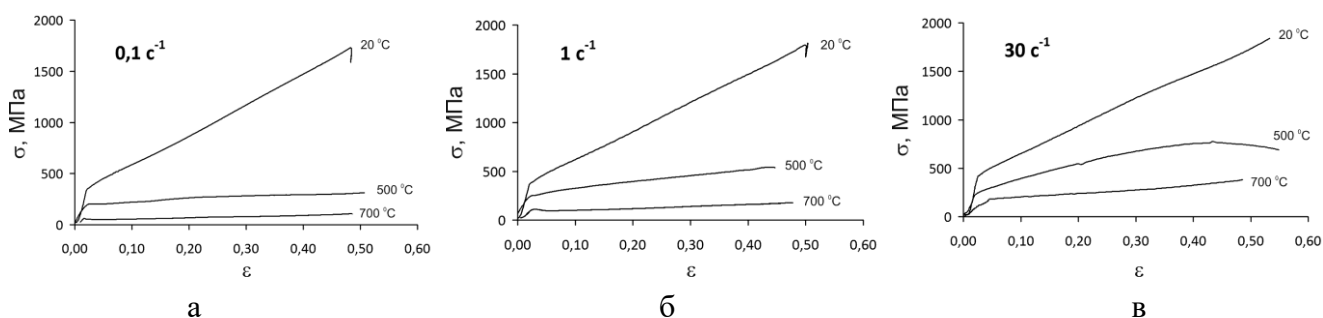


Рисунок 4 – Диаграмма деформации при испытаниях на сжатие образцов бронзы (БрОТ 14,5 % мас. Sn, 0,25 % мас. Ti) при скорости деформации $0,1 \text{ с}^{-1}$ (а); 1 с^{-1} (б) и 30 с^{-1} (в) при различных температурах испытания

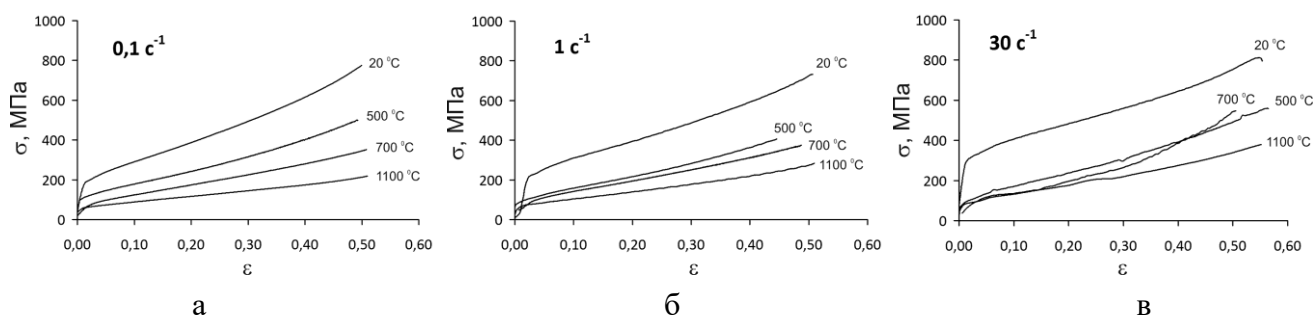


Рисунок 5 - Диаграмма деформации при испытаниях на сжатие образцов высокочистого ниобия при скорости деформации 0,1 с⁻¹ (а); 1 с⁻¹ (б) и 30 с⁻¹ (в) при различных температурах испытания

Таблица 2 Прочностные характеристики образцов бронзы при испытании на сжатие

Скорость деформации, с ⁻¹	T=20 °C		T=500 °C		T=700 °C	
	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа
0,1	410±10	1750±18	221±5	312±13	67±4	112±5
1	425±12	1770±17	260±7	590±10	122±8	182±10
30	440±11	1755±17	270±4	737±15	185±5	318±10

Таблица 3 Прочностные характеристики образцов ниобия при испытании на сжатие

Скорость деформации, с ⁻¹	T=20 °C		T=500 °C		T=700 °C		T=1100 °C	
	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа	σ _{0,2} , МПа	σ ₅₀ , МПа
0,1	179±12	760±12	110±4	512±12	98±5	344±10	67±5	215±9
1	227±10	750±10	102±5	495±15	115±4	387±14	81±6	277±11
30	316±10	758±10	105±4	503±12	119±5	545±10	90±6	342±10

Проведенные исследования показали, что повышение скорости деформации, равно как и снижение температуры испытания приводит к повышению прочностных характеристик обоих материалов. Для бронзы повышение скорости с 0,1 до 30 с⁻¹ при комнатной температуре не значительно увеличивает условный предел текучести σ_{0,2} с 410 до 440 МПа, а параметр σ₅₀ не изменяется оставаясь на уровне 1750-1770 МПа. Ниобий напротив с увеличением скорости с 0,1 до 30 с⁻¹ повышает σ_{0,2} с 179 до 316 МПа приближаясь по этому показателю к бронзе, а параметр σ₅₀ не изменяется находясь на уровне ~760 МПа.

При увеличении температуры до 700 °C для бронзы и до 1100 °C для ниобия их прочностные свойства (σ_{0,2}, σ₅₀) снижаются более чем в 4 раза. При этом увеличение скорости с 0,1 до 30 с⁻¹ повышает σ_{0,2} с 67 до 185 МПа для бронзы и 215 до 342 МПа для ниобия при этих температурах соответственно.

Таким образом установлено, что механические характеристики бронзы более чувствительны к увеличению температуры и скорости деформации при повышенных температурах, чем механические характеристики ниобия.

В работе проведены исследования изменения микротвердости бронзовой матрицы, ниобиевых волокон, а также ниобиевого барьера и танталовых

разделительных вставок на разных стадиях изготовления, от сборки многоволоконной заготовки до композиционного прутка финальной заготовки. Для исследований были выбраны образцы партий Д102 и Д101 с легированными титаном волокнами, а также образцы партий Д2 и Д3 с легированной титаном матрицей (таблица 1). Установлено, что в процессе совместного деформирования компонентов при волочении композита наиболее сильно нагартовывается бронзовая матрица (рисунок 6). При относительно небольших суммарных степенях деформации ($\epsilon=25-30\%$ или $\mu=1,3-1,5$) ее твердость повышается в 1,5-1,7 раза (до 260 единиц). При последующих разупрочняющих отжигах (при температурах 500-550 °С) микротвердость матрицы восстанавливается до уровня, предшествующего деформации (150-160 единиц). Наиболее пластичными и менее подверженными нагартовыванию являются элементы из ниобия. Применяемые для разупрочнения частые отжижки не оказывают воздействия на микротвердость ниобиевых элементов из-за не достаточной для изменения механических свойств температуры. В связи с этим при изготовлении композиционного провода ниобиевые волокна испытывают значительно большие суммарные деформации ($\mu=9\cdot 10^6$ или $\ln \mu=16$) (рисунок 7) по сравнению с бронзой. Суммарная деформация танталовых вставок сравнима с деформацией ниобиевых барьеров ($\mu=2,5\cdot 10^4$ или $\ln \mu=10,1$), но при этом тантал упрочняется более интенсивно. Установлено, что в процессе волочения композиционного прутка, происходит постоянное изменение микротвердости матрицы относительно волокон. Это особенно выражено на средних и малых диаметрах композита, когда микротвердость нагартованных ниобиевых волокон достигает и превышает микротвердость матрицы в отожжённом состоянии. Такие частые взаимные изменения механических свойств компонентов негативно влияют на равномерность деформирования тонких ниобиевых волокон и приводят к искажению их формы.

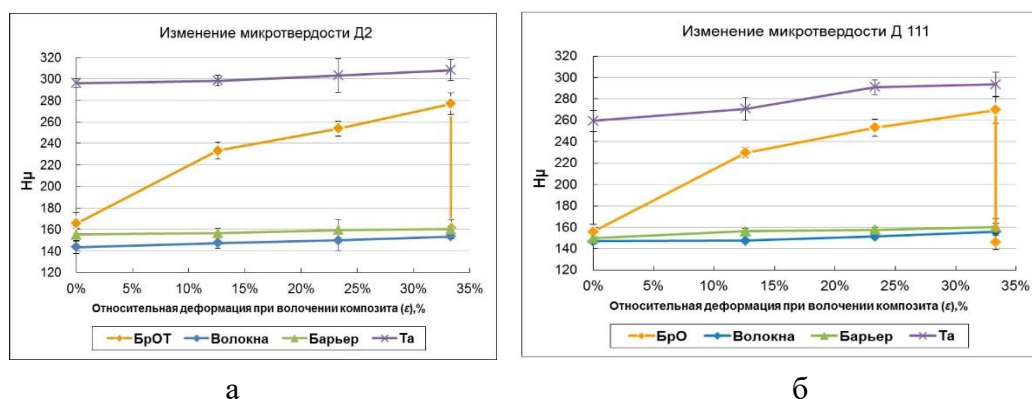


Рисунок 6 – Изменение микротвердости составных элементов при волочении с $\varnothing 8,45$ до $\varnothing 6,9$ мм композиционного прутка партий с легированной титаном матрицей (а) и с вставками из сплава НТ47 в волокна (б)

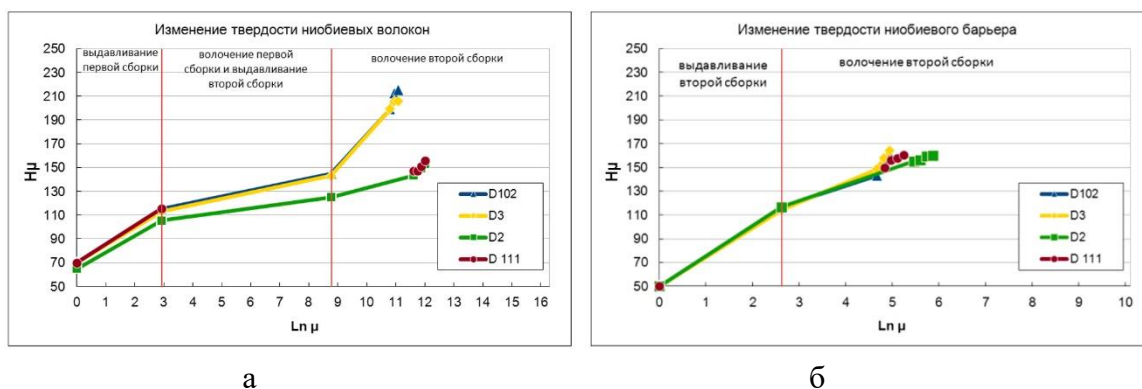


Рисунок 7 – Изменение микротвердости составных элементов при технологическом переделе композиционного провода различных партий

Проведенные исследования зависимостей механических свойств высокооловянной бронзы и высокочистого ниобия (как отдельных материалов, так и в составе композита) позволили разработать оптимизированный маршрут волочения композиционного провода с уменьшенным количеством частых отжигов на малых диаметрах и циклического изменения свойств бронзовой матрицы и ниобиевых волокон относительно друг друга (представлено в главе 4).

ЧЕТВЕРТАЯ ГЛАВА посвящена разработке оптимизированного маршрута волочения композиционного провода опытных партий Nb_3Sn сверхпроводников с различным типом легирования (серии «Д» таблица 1) на малых диаметрах и изучению его влияния на механические и сверхпроводящие свойства, а также структуру сверхпроводящего слоя.

После сборки финальной заготовки и ее выдавливания, многоволоконный композит волочат с различной степенью деформации до нужного размера с многочисленными промежуточными отжигами. Отжиги проводят в проходных печах (протягиванием композита через печь) с защитной атмосферой для уменьшения длительности термообработки единичного объема композита при высоких температурах. При этом они значительно усложняют и замедляют процесс получения сверхпроводника. Кроме того, термообработка композита при температурах выше 500°C , особенно на малых размерах с сильнодеформированными ниобиевыми волокнами, несет в себе риск несвоевременного зарождения хрупкой интерметаллидной фазы Nb_3Sn на границе раздела ниобия и бронзы, что значительно ухудшает деформируемость композита и в последствии приводит к снижению электрофизических свойств.

Суммарное время проведения операций термообработок композиционного прутка (выдавленного из контейнера диаметром 130 мм) в проходных печах в соответствии со стандартным режимом волочения, составляет 840 ч (35 сут).

Длительность операций термообработки возрастает с увеличением длины композиционного провода и является максимальной на малых диаметрах, где его длина может достигать 10-20 км.

Для снижения времени изготовления композиционного провода, а также для уменьшения термического воздействия на волокна (снижение риска образования хрупкой интерметаллидной фазы) и повышения их качества (уменьшения циклов взаимного колебания прочности волокон и матрицы) разработан маршрут волочения заключительной многоволоконной сборки с увеличением суммарной деформации между отжигами на малых диаметрах и сокращением количества отжигов (таблица 4).

Таблица 4 – Сравнение маршрутов волочения композита

Стандартный маршрут		Оптимизированный маршрут (с пропуском отжигов)	
Диаметр, мм	Степень деформации, %	Диаметр, мм	Степень деформации, %
1,46*	-	1,46*	-
1,40*	9,3	1,40	18,1
1,33*	9,7	1,33*	
1,27*	8,8	1,27	17,2
1,21*	9,2	1,21*	
1,15*	9,7	1,15	17,4
1,10*	8,5	1,10*	
1,05*	8,9	1,05	17,4
1,00*	9,3	1,00*	
0,96*	7,8	0,96	15,4
0,92*	8,2	0,92*	
0,89	6,4	0,89	6,4
Твистирование		Твистирование	
0,87*	4,4	0,87*	4,4
0,84*	6,8	0,84*	6,8
0,82	4,7	0,82	4,7

* Отжиг на данном диаметре при температуре 500°C

Проведены исследования механических свойств образцов композиционного провода после волочения по двум маршрутам (стандартному и оптимизированному) с промежуточными термообработками. После каждого прохода волочения, а также после каждой термообработки, были отобраны образцы, на которых измеряли механические свойства (временного сопротивления σ_b и относительного удлинения δ). Сравнительный анализ полученных данных для образцов партий с различным типом легирования (Д1, Д2, Д5 и Д112, таблица 1) показал, что после первого прохода волочения с относительной деформацией порядка 9 % остается запас пластичности ($\delta \geq 5\%$), позволяющий проводить дальнейшую деформацию провода без разупрочняющего отжига. Относительное

удлинение композита достигает минимума (~1 %), а временное сопротивление максимума (500-600 МПа) только после повторного прохода волочения с той же деформацией (суммарная составляет 17-18 %). Полученные данные показали возможность увеличения деформации при волочении на малых диаметрах и приемлемость разработанного маршрут волочения. Применение оптимизированного маршрута с увеличением деформации между отжигами на диаметрах 1,46-0,92 мм при изготовлении опытных партий серии «Д» позволило сократить суммарную длительность проведения отжигов на 23 %.

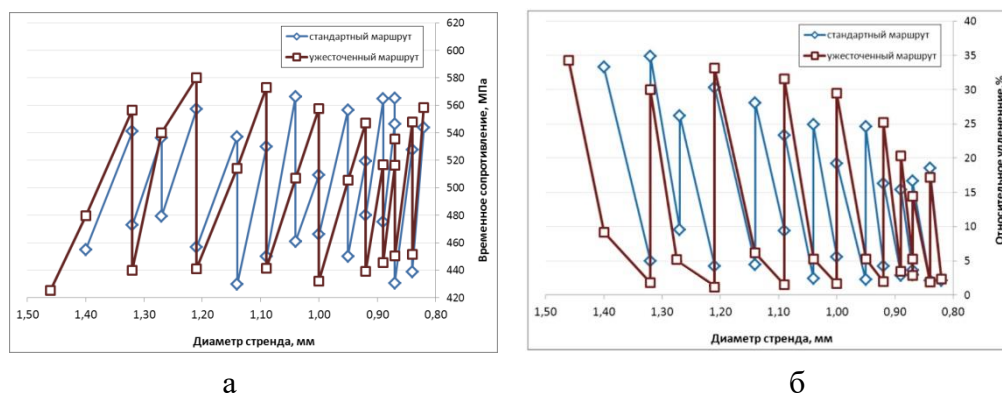


Рисунок 8 – Изменение временного сопротивления (а) и относительного удлинения (б) образцов партии с легированной титаном бронзовой матрицей (Д1) при волочении с промежуточными отжигами по стандартному и оптимизированному маршрутам

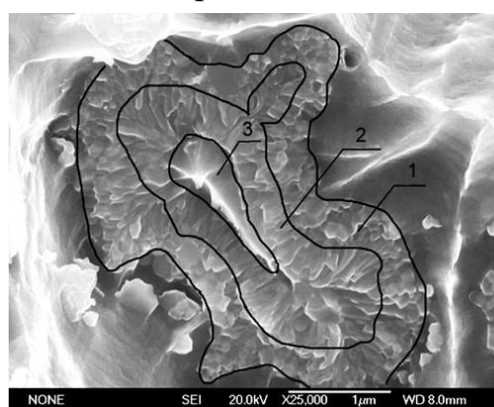
Электрофизические характеристики сверхпроводящего провода, такие как критический ток, критическая температура, параметр резистивного перехода и другие, зависят не только объёмного количества сверхпроводящей Nb_3Sn фазы, но и от её структуры и состава. Для определения влияния типа легирования титаном (легирование матрицы или волокон), увеличения олова в матрице (с 14,5 до 15,5 % мас.), а также оптимизации маршрута волочения на структуру сверхпроводящей фазы волокон, проведены исследования образцов опытных партий серии «Д» (таблица 1) с помощью рентгеновских методов анализа и сканирующей электронной микроскопии.

Для качественного определения состава сверхпроводящей фазы проведены рентгеноструктурные исследования образцов готовых сверхпроводящих проводов после проведения диффузионного отжига (таблица 5). Установлено, что партии с легированной титаном бронзовой матрицей (партии Д1 и Д2, таблица 1) имеют сверхпроводящую фазу с параметром решетки более близким к параметру решетки фазы стехиометрического состава (соответствующему 5,2900 Å), чем партии, где применено легирование посредством вставки из сплава НТ47 в волокна (партия Д112). Применение оптимизированного маршрута приводит к незначительному повышению количества остаточного ниобия.

Таблица 5 – Результаты рентгеноструктурного анализа образцов серии Д диаметром 0,82 мм после диффузионного отжига

Партия	Параметр решетки Nb ₃ Sn, Å	Количество остаточного Nb, % об.	Маршрут волочения
Легированная матрица			
Д1	5.2864	3.7	Стандартный
Д1	5.2865	5.4	Оптимизированный
Д2	5.2862	7.7	Стандартный
Д2	5.2857	9.5	Оптимизированный
Легированные волокна			
Д112	5.2854	3.2	Стандартный
Д112	5.2852	5.9	Оптимизированный

Границы зерен в Nb₃Sn сверхпроводниках являются центрами пиннинга флюксоидов магнитного потока препятствующими проникновению магнитного поля в сверхпроводник и связанным с этим снижением токонесущей способности. Чем мельче и равномерней зерна Nb₃Sn тем больше плотность межзеренных границ и соответственно выше токонесущая способность сверхпроводника. В работе проведены исследования зеренной структуры сверхпроводящего слоя проводников с различным типом легирования. Установлено, что сверхпроводящие Nb₃Sn волокна на всех образцах имеют сходную зонную структуру (рисунок 9).



1. Внешняя зона равноосных зерен Nb₃Sn;
2. Внутренняя зона столбчатых зерен Nb₃Sn;
3. На большей части волокон всех образцов наблюдается область в центре волокна с не прореагировавшим (остаточным) ниобием.

Рисунок 9 – Микроструктура поперечного сечения сверхпроводящего волокна с разделением на характерные зоны в образце партии Д2

На границе с матрицей расположены округлые равноосные зерна, ближе к центру располагаются вытянутые или столбчатые зерна фазы Nb₃Sn. Анализ морфологии зеренной структуры (таблица 6) показал, что толщина слоя равноосных зерен колеблется от 0,3-0,4 мкм с диаметром зерен от 60 до 90 нм. Центральный слой состоит из столбчатых зерен длиной 200-300 нм. Применение оптимизированного режима волочения композита не изменяют распределение и размер равноосных Nb₃Sn зерен. Практически на всех волокнах в центре наблюдается небольшое количество остаточного ниобия.

Таблица 6 – Результаты количественного анализа зеренной структуры сверхпроводящего слоя партий серии Д

Образец	Толщина слоя равноосных зерен, мкм	Диаметр равноосных зерен, мкм	Толщина слоя столбчатых зерен, мкм	Длина столбчатых зерен, мкм	Ширина столбчатых зерен, мкм
Легированная матрица					
Д2 (стандартный маршрут)	0,3	0,08	0,4	0,3	0,07
Д2 (оптимизированный маршрут)	0,3	0,07	0,4	0,2	0,07
Легированные волокна					
Д112 (стандартный маршрут)	0,4	0,06	0,4	0,3	0,07
Д112 (оптимизированный маршрут)	0,3	0,09	0,4	0,3	0,06

Токонесущая способность Nb_3Sn сверхпроводников связана с количеством сверхпроводящей фазы, которое в свою очередь определяется количеством исходного ниобия и содержанием олова в матрице, необходим для образования соединения Nb_3Sn . Повышение олова в бронзе лимитируется увеличением количества эвтектоидных выделений, резким снижением пластичности и деформируемости таких бронз. В работе была успешно изготовлена экспериментальная партия с повышенным содержанием олова в бронзовой матрице до 15,5 % мас. (партия Д3, таблица 1). Результаты сравнительного анализа структуры Nb_3Sn фазы образцов сверхпроводников с повышенным и стандартным содержанием олова приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Параметры зеренной структуры сверхпроводящего слоя волокон образцов партий, отличающихся содержанием олова в бронзовой матрице

Параметр	Партия Д2 (14,5 % мас. Sn)	Партия Д3 (15,5 % мас. Sn)
Объемная доля равноосных зерен, об. %	45,4	54,7
Объемная доля столбчатых зерен, об. %	43,9	40,8
Плотность межзеренных границ, мкм ⁻¹	24,0	24,8
Усредненное значение диаметра равноосных зерен, нм	53,3	70,1
Усредненное значение толщины слоя равноосных зерен, нм	250	365
Усредненное значение коэффициента вытянутости столбчатых зерен	2,2	1,7

Установлено, что повышение содержания олова в бронзовой матрице приводит к изменению морфологии зеренной структуры сверхпроводящей фазы Nb_3Sn , так в сверхпроводнике (Д3) с повышенным до 15,5 % мас. олова в бронзовой матрице увеличилась объемная доля равноосных зерен (до 54,7 %). Несмотря на то,

что равноосные зерна увеличились в размере до 70 нм, толщина слоя равноосных зерен увеличилась до 365 нм. Все это привело к увеличению плотности межзеренных границ.

В работе проведены измерения критического тока образцов сверхпроводников, отличающихся способом и количеством легирования титаном, а также концентрацией олова в бронзовой матрице (таблица 1). Рассчитаны значения параметра резистивного перехода, конструкционной плотности тока (плотность критического тока, отнесенная к площади сечения проводника без медной оболочки).

Анализ полученных результатов (рисунок 10) показал, что легирование титаном бронзовой матрицы приводит к достижению более высоких значений плотности тока (944 А/мм^2 для Д1 и 934 А/мм^2 для Д2), по сравнению с легированием титаном волокон (874 А/мм^2 для Д5 и 865 А/мм^2 для Д112) в проводниках аналогичной конструкции. Увеличение токонесущей способности на партиях с легированием титаном бронзы коррелирует с полученными данными по параметру решетки наиболее близком к стехиометрическому составу на этих партиях (таблица 5).

Максимальное значение критической плотности тока 978 А/мм^2 было достигнуто на образцах экспериментальной партии Д3 с повышенным содержанием олова в матрице (15,5 % мас.). Это связано как с увеличением количества самой сверхпроводящей фазы (за счет увеличения изначального количества волокон, таблица 1), так и с изменением морфологии зеренной структуры волокон с образованием большего количества равноосных зерен (таблица 7).

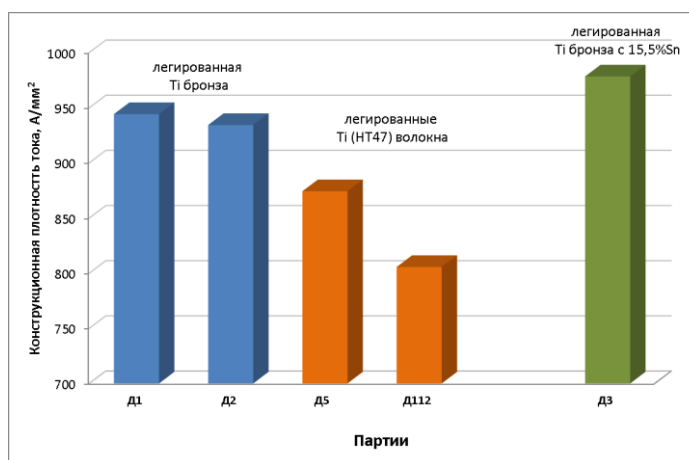


Рисунок 10 – Значения плотности критического тока (на сечение без оболочки при 12 Тл и 4,2 К)

Nb_3Sn сверхпроводников с различным типом легирования и содержанием олова в матрице

Применение оптимизированного маршрута волочения незначительно (на 4-5 %) снизило критическую плотность тока проводников с легированной матрицей и практически не повлияло на значения плотности тока для партий с легированными волокнами (рисунок 11). При этом параметр резистивного перехода увеличился на всех партиях в среднем на 14 % (рисунок 12). Параметр резистивного перехода характеризует качество волокон, в том числе равномерность их геометрии. Его рост можно объяснить улучшением формы волокон за счет уменьшения количества отжигов и как результат меньшего количества взаимного изменения твердости матрицы и волокон (рисунок 6) в оптимизированном маршруте.

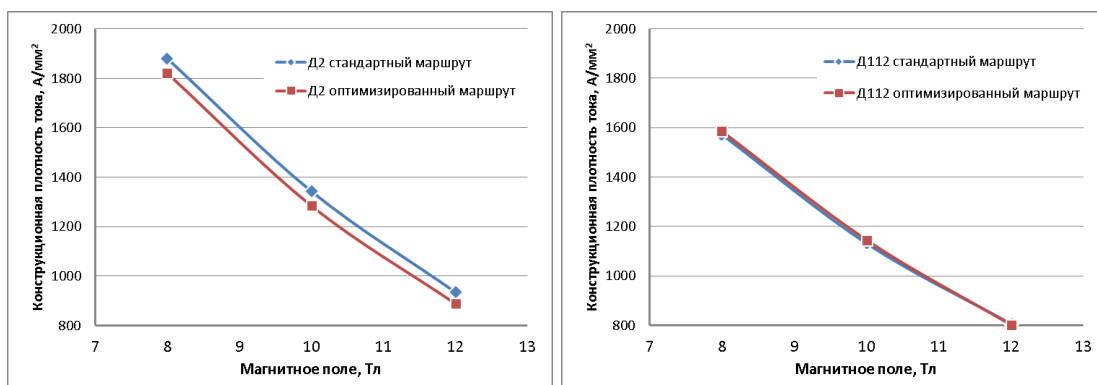


Рисунок 11 – Зависимость плотности критического тока от внешнего магнитного поля (на сечение без оболочки при 4,2 К) Nb_3Sn сверхпроводников с различным типом легирования

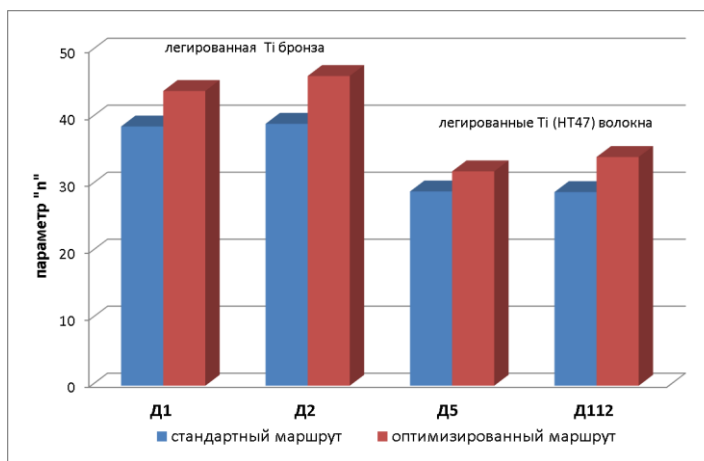


Рисунок 12 – Значения параметра резистивного перехода «n» Nb_3Sn сверхпроводников с различным типом легирования

Одним из фундаментальных параметров сверхпроводников является критическая температура перехода T_K . Установлено (таблица 8), что критическая температура образцов всех партий находится на близком к максимальному для Nb_3Sn уровню 18 К. Самые высокие значения T_K равные 17,51 и 17,33 наблюдаются на проводниках Д1 и Д2 с легированной бронзовой матрицей. Ужесточение режимов практически не сказывается на величине T_K

Таблица 8 Результаты измерения T_c образцов Nb_3Sn сверхпроводников опытных партий

#	Партия	T_c , К
1	Д1 (стандартный маршрут)	17,50
2	Д1 (оптимизированный маршрут)	17,51
3	Д2 (стандартный маршрут)	17,33
4	Д2 (оптимизированный маршрут)	17,27
5	Д112 (стандартный маршрут)	17,14
6	Д112 (оптимизированный маршрут)	17,27
10	Д3 (повышенное содержание олова)	17,19

В результате проведенных исследований установлено, что легирование титаном бронзовой матрицы повышает критическую плотность тока, параметр « n », критическую температуру перехода по сравнению с легированием посредством вставки из сплава НТ47 в волокна. Показано, что применение оптимизированного маршрут волочения позволяет получить сверхпроводники с высокими токонесущими характеристиками и при этом сократить время их изготовления.

По результатам работы были выработаны предложения по оптимизации маршрута волочения композиционного провода для промышленного производства сверхпроводников на АО ЧМЗ для ИТЭР.

В ПЯТОЙ главе описана оптимизация технологических процессов промышленного выпуска Nb_3Sn сверхпроводников на АО ЧМЗ для снижения брака, увеличения выхода в годное, уменьшения длительности изготовления готового провода.

На АО ЧМЗ был организован промышленный выпуск Nb_3Sn сверхпроводников по разработанной в АО «ВНИИНМ» технологии для магнитной системы ИТЭР. Необходимо было изготовить и поставить более 80 тонн Nb_3Sn сверхпроводников (стрендов) с высокими свойствами (таблица 9).

Таблица 9 – Требования к Nb_3Sn сверхпроводникам (стрендам) для тороидальных катушек магнитной системы ИТЭР

Параметр	Требование
Тип сверхпроводника	Nb_3Sn
Минимальная длина куска	1000 м
Диаметр стренда	$0,820 \pm 0,005$ мм
Шаг твиста	15 ± 2 мм
Направление твиста	Правый
Коэффициент $Cu/nonCu$	$1,0 \pm 0,1$
RRR (273 К/20 К)	> 100
Минимальный критический ток при 4,2 К и 12 Тл (плотность критического тока)	190 А (720 ± 10 А/мм ²)
Показатель резистивного перехода « n » при 4,2 К и 12 Тл	> 20
Гистерезисные потери стренда при 4,2 К при цикле ± 3 Тл	< 500 мДж/см ³

В условиях промышленного выпуска оптимизация производственного процесса является важнейшей задачей, так как сокращение времени изготовления провода, повышение его качества и выхода в годное позволяет снизить себестоимость продукции.

На основании результатов исследований, описанных четвертой главе, был разработан и опробован на АО ЧМЗ оптимизированный маршрут волочения композиционного провода при промышленном выпуске Nb_3Sn сверхпроводников для ИТЭР. Оптимизация заключалась в увеличении суммарной деформации до с 8-9 % до 14-18 % между отжигами на диаметрах композиционного провода в интервале 1,4 - 0,89 мм. При этом общая длительность прохождения операций всех промежуточных отжигов при волочении выдавленного композиционного прутка до стренда конечного размера (0,82 мм) снизилась с 982,87 часов до 692,6 часов (на 29,5 %) на единичную длину провода 10 км.

Анализ результатов тестирования изготовленных партий показал, что при использовании оптимизированного маршрута токонесущая способность готовых сверхпроводников находится на уровне, соответствующем предъявленным требованиям (рисунок 13). Большинство замеров критического тока проводников соответствует значениям, превышающим 210 А. При этом максимум находится на уровне 211-215 А (рисунок 13а), что выше требуемого минимального значения 190 А. Максимум значения параметра «n» увеличился по сравнению со стандартным маршрутом с 37-38 до 39-40 (рисунок 13б).

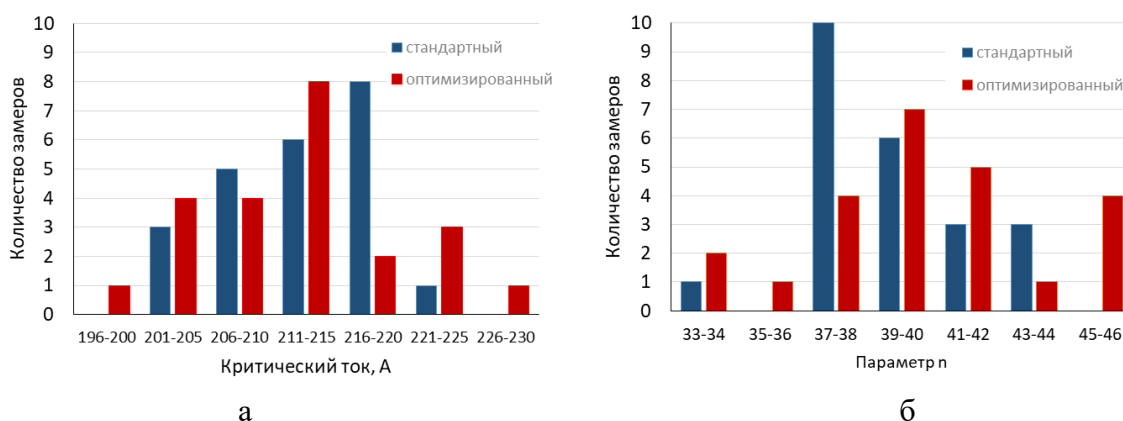


Рисунок 13 - Распределение значений критического тока (а) и параметра «n» (б) партий стрендов выпущенных по стандартной и оптимизированной технологии

Разработанный маршрут волочения композиционного провода с увеличенной разовой деформацией между отжигами на диаметрах с 1,4-0,89 мм был внедрен в качестве штатного в технологический процесс производства Nb_3Sn стрендов на АО «ЧМЗ» (Акт промышленного внедрения от апреля 2014 г.).

Выводы

1. Получены данные по механическим свойствам высокочистого ниобия (марки НбМ) и высокооловянной легированной бронзы (с 14,5 % мас. Sn и 0,25 % мас. Ti).

Установлено что для деформированной бронзы ($\varepsilon \sim 30\%$) для полного разупрочнения достаточно проведения отжига при 500 °С в течении 10 мин.

Показано, что при увеличении температуры с 20 °С до 500 °С для бронзы и до 1100 °С для ниобия их прочностные свойства ($\sigma_{0,2}$, σ_{50}) при сжатии снижаются более чем в 4 раза. Наиболее существенные изменения прочностных характеристик при сжатии со скоростью деформации происходят при температурах испытаний 700 °С ($\sigma_{0,2}$ меняется с 67 до 185 МПа при скоростях от 0,1 до 30 с⁻¹) для бронзы и 20 °С ($\sigma_{0,2}$ меняется с 179 до 316 МПа при скоростях от 0,1 до 30 с⁻¹) для ниобия.

2. Установлено, что в процессе совместного деформирования компонентов сверхпроводящего провода происходит взаимное изменение их механических свойств. Показано, что наиболее сильно нагартовывается бронзовая матрица. При суммарных степенях деформации ($\varepsilon=25-30\%$ или $\mu=1,3-1,5$) ее твердость повышается в 1,5-1,7 раза (до 260 единиц). При последующих разупрочняющих отжигах (при 500-550 °С) твердость матрицы восстанавливается до уровня, предшествующего деформации (150-160 единиц). Применяемые для разупрочнения циклические отжики не оказывают воздействия на твердость ниобиевых элементов из-за недостаточной для изменения механических свойств температуры. Показано, что твердость ниобиевых волокон в композите монотонно повышается, и на малых диаметрах превышает твердость бронзовой матрицы в отожжённом состоянии.

3. Изготовлены экспериментальные партии Nb₃Sn сверхпроводников с применением легирования титаном как волокон (через вставку НТ47) так и бронзовой матрицы (0,25 % мас.).

Установлено, что легирование бронзовой матрицы титаном позволяет повысить сверхпроводящие характеристики Nb₃Sn сверхпроводников по сравнению с проводниками аналогичных конструкций, но с применением легирования титаном волокон. Так плотность критического тока (на сечение без меди) повысилась с 874 до 944 А/мм², параметр резистивного перехода «n» с 29 до 39 (при 12 Тл и 4,2 К).

4. Изготовлена экспериментальная партия Nb₃Sn сверхпроводников с увеличенным до 15,5 % мас. содержанием олова в бронзовой матрице. Это позволило достичь максимально высокого значения плотности критического тока

978 А/мм² (на сечение без меди при 12 Тл и 4,2 К) для отечественных сверхпроводников изготовленных по бронзовой технологии.

5. Разработан оптимизированный маршрут волочения Nb₃Sn композиционного провода. Показано, что оптимизация маршрута волочения с увеличением деформации между отжигами на малых диаметрах (с 1,4 до 0,92 мм) позволяет значительно сократить время изготовления проводников (на 20-30 %) и снизить тем самым технологические затраты без снижения электрофизических свойств. Применение оптимизированного маршрута позволило повысить значение параметра резистивного перехода «n» всех партий в среднем на 14 %.

6. Проведена адаптация нового оптимизированного маршрута в условиях массового промышленного производства. Показано, что оптимизированный маршрут позволяет сократить общее время проведения промежуточных отжигов при волочении выдавленного композиционного прутка до получения готового стренда конечного размера с 983 до 693 ч (на 29,5 %) в расчете на длину куска провода 10 км. Установлено, что значения критического тока на стрендах, выпущенных по оптимизированному маршруту, находится выше 210 А с максимумом в интервале 211 – 215 А, что выше требования ИТЭР (190 А).

7. Оптимизированный маршрут волочения внедрен в промышленную технологию производства Nb₃Sn сверхпроводников для ИТЭР на АО ЧМЗ.

Список работ по теме диссертации

1. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Дергунова А.Е. Исследование эволюции структуры и свойств Nb₃Sn композита и его составляющих в процессе производства. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2012. Выпуск 2. стр. 84-91.

2. Никулин С.А., Ханжин В.Г., Рожнов А.Б., Алиев Р.Т. и др. Практика использования некоторых высокочувствительных методов в исследовании состава, структуры и механических свойств низкотемпературных сверхпроводников. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2014. Выпуск 1. стр. 50-61.

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК:

1. R.T. Aliev, I.M. Abdyukhanov, A.E. Vorobyeva, N.A. Beliaikov and all. Production of Nb₃Sn Bronze Route Strands with High Critical Current and their Study. IEEE Transactions on Applied Superconductivity. – 2012. – Volume 22. – Issue 3. – p.6000404 - 6000404

2. Никулин С.А., Рожнов А.Б., Алиев Р.М., Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Абдюханов И.М., Дергунова Е.А., Трактирникова Н.В. Деформационная

способность ниобия и оловянной бронзы при сжатии. Деформация и разрушение материалов №10 за 2014 с.36-39

3. Абдюханов И.М., Алиев Р.Т., Цаплева А.С., Алексеев М.В., Передкова Т.Н., Мареев К.А., Дробышев В.А., Кравцова М.В. Исследование структуры и механических свойств прутков из сплава Nb-Ta, предназначенных для изготовления Nb₃Sn сверхпроводников. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2017

4. Алиев Р.Т. Исследование причин трещинообразования при деформации бронзовых и композиционных прутков в процессе изготовления Nb₃Sn сверхпроводников. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2017

Список публикаций в сборниках тезисов конференций:

1. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Дергунова Е.А. Исследование процессов деформации и режимов отжига высокооловянистой бронзы Cu-14%Sn для Nb₃Sn композиционных сверхпроводников. Статья. Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения»: Сборник трудов, Пицунда, Абхазия, 18-22 мая 2009 г. Издательство МИСиС. 2009. с.110-115.

2. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Воробьева А.Е., Дергунова Е.А. Перлович Ю. А., Исаенкова М. Г., Крымская О. А. Исследование процессов деформации компонентов композиционного сверхпроводника на основе Nb₃Sn. Статья. Международная научно-техническая конференция «Современные проблемы металловедения сплавов цветных металлов»: Сборник трудов, Москва, 1-2 мая 2009 г. Издательство МИСиС. 2009. с.445-454.

3. Крымская О.А., Исаенкова М.Г., Фесенко В.А., Перлович Ю.А., Алиев Р.Т. и др. Формирование структуры композиционного сверхпроводника на основе Nb₃Sn в процессе его деформации. Тезисы к докладу. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2010, Аннотации докладов, т.2, с.71, 2010.

4. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Дергунова А.Е. Исследование эволюции структуры и свойств Nb₃Sn композита и его составляющих в процессе производства. МАЯТ 2010.

5. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М. Исследование причин трещинообразования и возможности его устранения при деформации бронзовых и композиционных прутков в процессе изготовления Nb₃Sn сверхпроводников. Доклад молодого специалиста на 29 Бочваровский конкурс 2010.

6. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Дергунова Е.А. Исследования изменения структуры и свойств Nb₃Sn сверхпроводящих стрендов полученных по различным

режимам. Устный доклад. Международная школа молодых ученых по ядерной физике и энергетике. Алушта (Крым), Украина, 6-12 июня 2011.

7. Алиев Р.Т., Воробьева А.Е., Абдюханов И.М., Дергунова Е.А., Ломаев В.М., Шиков А.К. Оптимизация режимов получения Nb_3Sn стрендов разной конструкции. Сборник тезисов «1-я Национальная конференция по прикладной сверхпроводимости НКПС-2011».

8. Дергунова Е.А., Абдюханов И.М., Трактирникова Н.В., Алиев Р.Т. и др. Стендовый доклад. Определение характеристик зеренной структуры Nb_3Sn интерметаллидных слоев технических сверхпроводников методами количественной фрактографии. Сборник трудов VI-ой Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" (ПРОСТ 2012), 17-19 апреля 2012 г.—М.: Издательство "Альянс Пресс", 2012

9. A.V. Kraynev, S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, E.A. Dergunova, R.T. Aliev, A.E. Vorobieva, I.M. Abdyuhanov. Investigation of Sn content influence on Nb_3Sn grain structure in superconductors for ITER. Book of abstracts of 19th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2012), 18-22 June 2012, Moscow, Russia.—Moscow: MISiS, 2012.

10. Алиев Р.Т., Абдюханов И.М., Воробьева А.Е. и др. Исследование влияния способа легирования и состава Nb_3Sn сверхпроводников на критические характеристики и структуру сверхпроводящего слоя. Всероссийская научно-техническая конференция "Материалы ядерной техники" (МАЯТ-2012), тезисы.—М.: ОАО "ВНИИНМ", 2012.

11. Алиев Р.Т., Воробьева А.Е., Абдюханов И.М., Дергунова Е.А., Трактирникова Н.В., Крайнев А.В., Рожнов А.Б., Никитин А.В., Никулин С.А., Ханжин В.Г. Влияние содержания олова в бронзовой матрице на зеренную структуру интерметаллидного соединения в сверхпроводниках на основе Nb_3Sn . Всероссийская научно-техническая конференция "Материалы ядерной техники" (МАЯТ-2012), тезисы.—М.: ОАО "ВНИИНМ", 2012.