

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

На диссертационную работу Пархимовича Николая Юрьевича «Структура и сверхпроводящие свойства керамики Bi(Pb)2223 , подвергнутой горячей деформации кручением под давлением», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 — Физика конденсированного состояния.

Актуальность диссертационной работы

В настоящее время широкое применение в технике получили длинномерные изделия из высокотемпературных сверхпроводников. В частности, провода и ленты используют в транспорте и для передачи энергии. Объемные высокотемпературные сверхпроводники пока не получили широкого распространения из-за более низких сверхпроводящих свойств по сравнению с длинномерными. Кроме того, получение объемных изделий нужной формы представляется трудной задачей. Однако объемные сверхпроводники перспективны для использования в электродвигателях, магнитных подшипниках и других устройствах. Для достижения наибольшей температуры сверхпроводящего перехода и высокой плотности критического тока сверхпроводник должен обладать острой текстурой, высокой плотностью дефектов, обеспечивающих пиннинг магнитного потока, и оптимальным содержанием кислорода. Наибольшей критической температурой перехода среди нетоксичных высокотемпературных сверхпроводников обладает керамика Bi(Pb)2223 .

Острую текстуру в объемной керамике Bi(Pb)2223 на практике можно получить только деформацией, поскольку расплавные методы не позволяют сохранить достаточное количество сверхпроводящей фазы Bi(Pb)2223 . Данную керамику принято деформировать по схеме одноосного сжатия (осадка), существенный недостаток которой — невозможность достичь больших степеней деформации. Метод горячего кручения под квазигидростатическим давлением (КГД) лишен этого недостатка, благодаря чему позволяет получить более острую текстуру, и, как следствие, более высокие сверхпроводящие свойства. К настоящему времени было проведено мало исследований с применением КГД для создания объемных высокотемпературных сверхпроводников. По этой причине с научной точки зрения большой интерес представляет установление закономерностей формирования текстуры, микроструктуры и фазового состава в процессе горячего кручения под квазигидростатическим давлением.

В связи с вышеизложенным диссертационная работа Пархимовича Н.Ю., посвященная исследованию влияния деформации горячим кручением под квазигидростатическим давлением на структуру и сверхпроводящие свойства керамики Bi(Pb)2223 , является актуальной.

Входящий ИПСМ
№ 278
от 14.07.2020

Структура и основное содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, общих выводов и списка литературы. Список литературы включает в себя 200 цитируемых источников. Работа изложена на 137 страницах, содержит 65 рисунков, 5 таблиц и приложение.

Во введении обоснована актуальность исследования, сформулирована цель исследования и частные задачи, приведена научная новизна, обоснована достоверность исследования, перечислены конференции, на которых проведена апробация работы и изложены положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведен обзор литературы по теме диссертации. В обзоре приведены сведения о явлении высокотемпературной сверхпроводимости, свойствах сверхпроводников, информация о структуре и свойствах сверхпроводящей фазы Bi(Pb)_{2223} , особенности диаграммы фазового равновесия висмут-содержащих сверхпроводящих керамик. Особое внимание уделено обзору преимуществ и недостатков различных методов текстурирования и внесения центров пиннинга магнитного потока. Обоснован выбор метода горячей деформации кручением под квазигидростатическим давлением. Контролируемый распад фазы $\text{Bi(Pb)}_{2223\text{B}}$ при высоких температурах в условиях квазигидростатического сжатия рассматривается как метод увеличения плотности центров пиннинга магнитного потока. По итогам обзора литературы сформулированы цель и частные задачи диссертационной работы.

Во второй главе описан материал и методы исследования. Подробно описан метод деформации кручением под квазигидростатическим давлением. Описаны методики анализа материала, в частности, рентгеновский анализ текстуры, исследование микроструктуры и фазового состава при помощи растрового электронного микроскопа и энерго-дисперсионного анализа и методики измерения сверхпроводящих свойств. Анализ базисной текстуры выполнен общепринятым для сверхпроводящих керамик методом Лотгеринга. Определение средних значений структурных параметров проведено с большой выборкой. Представлен новый метод анализа больших объемов данных, полученных энерго-дисперсионным анализом, благодаря которому было достигнуто высокое качество исследования фазового состава деформированной керамики.

В третьей главе изложены результаты анализа фазового состава, текстуры и микроструктуры деформированной керамики Bi(Pb)_{2223} . Установлено, что по мере увеличения угла кручения острота текстуры и средние размеры колоний фазы Bi(Pb)_{2223} и зерен вторичных фаз совместно возрастают, достигают максимального значения и убывают. Уменьшение среднего размера зерен вторичных фаз объясняется тем, что через них прорастают колонии фазы Bi(Pb)_{2223} . Совместное изменение параметров текстуры и микроструктуры объясняется прохождением процесса динамической рекристаллизации, в ходе которой происходит как измельчение колоний фазы

Bi(Pb)2223, так и размытие текстуры. Показано, что на меньшей скорости кручения размер колоний Bi(Pb)2223 меньше, чем на большей скорости, а для достижения максимальной остроты текстуры требуется деформировать керамику до меньшего угла кручения. Данное явление объясняется тем, что чем больше скорость кручения, тем сильнее происходит наклеп колоний из-за несовместности проскальзывания, и тем быстрее происходит релаксация напряжений путем миграции границ, что сопровождается ростом колоний Bi(Pb)2223.

В четвертой главе приведены результаты исследования сверхпроводящих свойств деформированной керамики и установлено влияние отжига на воздухе после деформации на восстановление сверхпроводящего перехода и на текстуру. Обнаружено влияние режима деформации на степень размытия текстуры в ходе последеформационного отжига: в одних образцах отжиг привел к размытию текстуры, а в других острота текстуры осталась на прежнем уровне. Отбор образцов для полноценного измерения плотности критического тока проведен путем измерения параметров сверхпроводящего перехода методом динамической магнитной восприимчивости. Образцы, в которых размытие текстуры не произошло, продемонстрировали наилучшие характеристики сверхпроводящих переходов и наибольшую плотность критического тока. Лучший образец имеет плотность критического тока в поле 100 Э при температуре жидкого азота $J_c = 9300 \text{ A/cm}^2$, что является очень хорошим результатом, особенно с учетом того, что отжиг проводили не в специально сформированной атмосфере, а на воздухе.

В пятой главе изложены результаты опытов по контролируемому распаду деформированной керамики Bi(Pb)2223 с целью внесения дополнительных центров пиннинга магнитного потока. В результате частичного распада фазы Bi(Pb)2223 под давлением 10 МПа при температуре 925°C текстура размылась незначительно. При этом образовалась тонкая кольцевая область на расстоянии около 0,6 радиуса от центра образца, содержащая как сверхпроводящую фазу Bi(Pb)2223, так и увеличенную долю частиц несверхпроводящих фаз, которые, как предполагается на основе анализа других работ, должны служить эффективными центрами пиннинга магнитного потока.

Наиболее важные научные результаты, полученные в диссертации

1) Текстура, средний размер колоний фазы Bi(Pb)2223 и средний размер частиц несверхпроводящих фаз изменяются совместно по мере увеличения угла кручения при горячей деформации КГД. Измельчение частиц несверхпроводящих фаз происходит за счет прорастания через них колоний фазы Bi(Pb)2223, а совместное изменение параметров текстуры и микроструктуры связано с прохождением динамической рекристаллизации.

- 2) Увеличение скорости деформации при горячем кручении под квазигидростатическим давлением стимулирует ускоренный рост колоний фазы Bi(Pb)2223 и увеличивает угол, на который необходимо деформировать образец для достижения максимальной остроты текстуры.
- 3) Результат высокотемпературного отжига для восстановления сверхпроводящих свойств сильно зависит от режима деформации КГД. Образцы с минимальной долей внебазисной текстуры при отжиге сохраняют высокий уровень базисной текстуры и демонстрируют высокую токнесущую способность.
- 4) Выдержка деформированной керамики Bi(Pb)2223 под квазигидростатическим давлением 10 МПа при температуре 925°C позволяет повысить объемную долю частиц несверхпроводящих фаз, служащих центрами пиннинга магнитного потока.

Обоснованность и достоверность полученных результатов

Достоверность результатов и обоснованность выводов диссертационной работы подтверждаются использованием проверенных методик, большим объемом выборки для статистической обработки и согласием с результатами работ других исследователей.

Научная ценность и практическая значимость результатов

Научная ценность диссертационной работы заключается в том, что установлены закономерности влияния деформации горячим кручением под квазигидростатическим давлением на структуру и свойства высокотемпературной сверхпроводящей керамики Bi(Pb)2223 . Полученные закономерности могут быть полезны при изучении других сверхпроводящих керамик. Практическая значимость работы заключается в том, что получена объемная высокотемпературная сверхпроводящая керамика с высокой токнесущей способностью, а также показана возможность существенного увеличения плотности частиц вторичных фаз путем контролируемого распада фазы Bi(Pb)2223 при высокотемпературном отжиге в условиях квазигидростатического сжатия.

Замечания по диссертации

- 1) В работе оценивали только базисную компоненту текстуры, что не является полным описанием текстуры. Между тем разориентировки границ зерен наклона с осями разориентировки близкими к направлению $[001]$ также оказывают влияние на плотность критического тока. Было бы полезно оценить степень ограниченности текстуры либо путем съемки полюсных фигур с поперечного сечения образца, либо привлекая метод дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD).
- 2) Деформация кручением характеризуется крайне неоднородным распределением деформации. В центре образца степень деформации равна нулю и максимальна на краю образца. В

данной же работе степень деформации на кручение оценивали лишь по углу кручения, что некорректно. Кроме того, не учитывалась степень деформации на сжатие.

3) Было замечено, что несверхпроводящие фазы измельчаются благодаря прорастанию через них колоний фазы $\text{Bi}(\text{Pb})2223$. К сожалению, в работе не высказано предположение о механизме и движущих силах такого прорастания.

4) В таблице 5 не все приведенные данные можно корректно сравнивать с результатами других работ. В частности, в таблице приведены собственные данные по плотности критического тока только при 30, 50 и 77 К во внешнем поле 100 Э. В то же время в цитированных работах измерения проводили при 5, 20 и 77 К в нулевом внешнем поле, и только в одном случае в поле 100 Э.

Сделанные замечания не снижают общей высокой оценки диссертационной работы.

Заключение по диссертации

Диссертационная работа Пархимовича Н.Ю. представляет собой научное исследование, посвященное изучению влияния горячей деформации кручением под давлением на структуру и сверхпроводящие свойства объемной керамики $\text{Bi}(\text{Pb})2223$. Была получена керамика на основе фазы $\text{Bi}(\text{Pb})2223$ с высокими сверхпроводящими свойствами, что свидетельствует о достижении поставленной в работе цели. Сделанные в работе выводы полностью соответствуют поставленной цели и частным задачам исследования. Ценность диссертационной работы повышает предложенный новый метод определения фазового состава на основе анализа данных энергодисперсионной спектроскопии. Представленные в диссертации результаты были опубликованы в профильных научных изданиях, рекомендованных ВАК, и прошли апробацию на научных конференциях. Автореферат полностью отражает содержание диссертации. Диссертационная работа является полноценным квалификационным исследованием, соответствует пп. 9–11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней» и п.1 паспорта специальности 01.04.07 «физика конденсированного состояния», а Пархимович Н.Ю. заслуживает присвоения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07. – физика конденсированного состояния.

Я, Руднев Игорь Анатольевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Профессор Института лазерных и плазменных технологий НИЯУ МИФИ,
доктор физ.-мат. наук, доцент
115409, г. Москва, Каширское ш., 31
тел. 8 495 788 56 99, доб. 9965
email iarudnev@mephi.ru

Подпись Руднева И.А. удостоверяю
И.о. проректора НИЯУ МИФИ



Handwritten signature of Igor Anatolyevich Rudnev

Руднев Игорь Анатольевич

02.07.2020

Н.И. Каргин