

Национальная академия наук Беларуси

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Монография

*под редакцией
заслуженного деятеля науки Республики Беларусь,
академика В.В. Клубовича*

Том 1

**Витебск
2015**

УДК 539.2

ББК 22.25

П 27

Авторский коллектив:

Алифанов А.В., Алсараева К.В., Баранникова С.А., Белоцерковский М.А., Белявин К.Е., Беляев С.П., Бледнова Ж.М., Бородуля В.А., Бучельников В.Д., Виноградов Л.М., Волочко А.Т., Гордиенко Л.А., Гринчук П.С., Громов В.Е., Девойно О.Г., Дробосюк М.О., Дубкова В.И., Жарин А.Л., Жорник В.И., Зайцев Д.В., Зуев Л.Б., Иваницкий Д.М., Ильющенко А.Ф., Исаевич Л.А., Кияшко М.В., Коваленко В.В., Козлов Э.В., Конева Н.А., Коновалов С.В., Король В.А., Лапковский А.С., Леванцевич М.А., Ловшенко Ф.Г., Луцко Н.И., Марков Г.В., Марукович Е.И., Милюкова А.М., Мисоченко А.А., Нарушко Е.О., Новаш И.В., Пантелеев К.В., Платов С.И., Романюк Ф.А., Рубаник В.В., Рубаник В.В.мл., Румянцев В.Ю., Румянцев Ю.В., Русинов П.О., Савич В.В., Соколовский В.В., Сосновский И.А., Столяров В.В., Тявловский А.К., Ушеренко С.М., Ушеренко Ю.С., Федосюк В.М., Хабибуллин А.И., Худолей А.Л., Цуран В.В., Яловик А.П., Ярославцев А.В., Ярославцева К.К.

Рецензенты:

Астапчик С.А. – заслуженный деятель науки Республики Беларусь,
академик, доктор технических наук, профессор

Белый А.В. – член-корреспондент, доктор технических наук, профессор

Перспективные материалы и технологии : монография. В 2 т. Т 1 / под ред.
П 27 В.В. Клубовича. – Витебск : УО «ВГТУ», 2015. – 398 с.

ISBN 978-985-481-376-9

В монографии опубликованы результаты исследований конструкционных и функциональных материалов. Рассмотрены новейшие исследования по проблемам материаловедения, обработки материалов, возможности создания композиционных материалов, методы зондовой электрометрии для разработки и исследования свойств перспективных материалов; обсуждены механизмы формирования структуры; предложена оригинальная классификация градиентных структурно-фазовых состояний; проведены исследования структурно-фазовых состояний и дефектной субструктуры материалов; исследовано действие ультразвука на механические свойства и термоупругие превращения в сплавах с памятью формы; представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований магнитокалорического эффекта в различных материалах.

Книга предназначена для широкого круга специалистов – научных работников, инженеров, работающих в области материаловедения и физики конденсированного состояния, а также преподавателей, аспирантов и студентов, специализирующихся в области материаловедения.

УДК 539.2

ББК 22.25

ISBN 978-985-481-376-9

© УО «ВГТУ», издание, 2015

© Авторы, текст, 2015

Содержание

Государственному научному учреждению «Институт технической акустики НАН Беларуси» - 40 лет		3
Глава 1.	Громов В.Е., Алсараева К.В., Коновалов С.В. Физическая природа повышения усталостного ресурса силумина электронно-пучковой обработкой	7
Глава 2.	Зайцев Д.В. Механизмы деформации и разрушения в твердых тканях зубов человека	27
Глава 3.	Волочко А.Т., Марков Г.В., Нарушко Е.О. Защитные нанокристаллические экранирующие покрытия	49
Глава 4.	Коваленко В. В., Козлов Э. В., Конева Н. А. Физические основы формирования и эволюции структурно – фазовых состояний в сплавах на основе железа	69
Глава 5.	Беляев С.П., Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл. Экспериментальное и компьютерное моделирование действия ультразвука на сплав TiNi с памятью формы	90
Глава 6.	Романюк Ф. А., Новаш И. В., Румянцев В. Ю., Румянцев Ю. В. Перспективные технологии реализации микропроцессорных защит линий распределительных сетей	115
Глава 7.	Ловшенко Ф.Г., Хабибуллин А.И. Технологические свойства механически легированной дисперсно-упрочненной меди, перспективы ее применения	140
Глава 8.	Русинов П.О., Бледнова Ж.М. Особенности формирования многокомпонентных поверхностных слоев из материалов с ЭПФ в условиях высокоэнергетических воздействий	158
Глава 9.	Ильющенко А.Ф., Савич В.В. Перспективные технологии получения пористых материалов из порошков титана	179
Глава 10.	Баранникова С.А., Зуев Л.Б. Исследование тонкой структуры элементов кабеля технических сверхпроводников Nb-Ti	191
Глава 11.	Белоцерковский М.А., Жорник В.И., Леванцевич М.А., Яловик А.П. Использование методов трибомодифицирования и деформационного плакирования в технологиях газотермического напыления	204
Глава 12.	Кияшко М.В., Гринчук П.С. Синтез углеродных наноматериалов в CVD-реакторах с различными геометрическими параметрами	218
Глава 13.	Бородуля В.А., Виноградов Л.М., Дубкова В.И. Перспективные полимерные композиты с мелкодисперсным карбидом кремния	232
Глава 14.	Дробосюк М.О., Бучельников В.Д., Соколовский В.В. Магнитокалорические материалы – на пути к холоду через фазовый переход	253
Глава 15.	Мисоченко А.А., Столяров В.В. Деформируемость, структура и свойства титановых сплавов, подвергнутых прокатке с током	268
Глава 16.	Алифанов А. В., Милюкова А. М., Цуран В. В. Разработка импортозамещающих технологий изготовления рубильных ножей для производства технологической щепы	279
Глава 17.	Сосновский И.А., Белявин К.Е., Худолей А.П. Технология индукционного нагрева в процессах центробежного нанесения покрытий	300
Глава 18.	Марукович Е.И., Ушеренко Ю.С., Ушеренко С.М. Процесс прошивки металлов и сплавов густками порошковых частиц	314
Глава 19.	Платов С.И., Ярославцев А.В., Ярославцева К.К. Повышение эффективности широкополосной горячей прокатки путем выбора рациональных режимов смазывания валков	332
Глава 20.	Гордиенко Л.А., Исаевич Л.А., Король В.А., Иваницкий Д.М. Теоретические и экспериментальные исследования процесса прокатки полос переменной толщины с локальным изгибом	340

Научное издание

Авсейков С.В., Аверкин А.И., Ажаронок В.В. и др.

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Том 1

Монография

Все работы публикуются в авторской редакции

Ответственный за издание *Ю.В. Царенко*
Компьютерная верстка *А.В. Баган*
Корректор *Т.С. Дубровская*

Подписано в печать 28.04.2015. Формат 60х90 1/8. Бумага офсетная № 1.
Усл. печ. листов 24,9. Уч.-изд. листов 39,1. Тираж 100 экз. Заказ № 150.

Выпущено издательским отделом ЦИТ ВГТУ
Учреждение образования «Витебский государственный технологический университет» 210035, г. Витебск, Московский пр-т, 72.

Отпечатано на ризографе учреждения образования
«Витебский государственный технологический университет».
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/172 от 12 февраля 2014 г.

Глава 10. ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ ЭЛЕМЕНТОВ КАБЕЛЯ ТЕХНИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ Nb-Ti

Баранникова С.А., Зувев Л.Б.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Томск, Россия*

bsa@ispms.tsc.ru, lbz@ispms.tsc.ru

RESEARCH OF THIN STRUCTURE OF ELEMENTS CABLE OF TECHNICAL SUPERCONDUCTORS Nb-Ti

Barannikova S.A., Zuev L.B.

*Institute of Strength Physics & Materials Science, SB RAS, Tomsk, Russia
National Research Tomsk State University, Tomsk, Russia*

bsa@ispms.tsc.ru, lbz@ispms.tsc.ru

Аннотация

Методами атомно-силовой, электронной и оптической микроскопии исследована эволюция структуры на промежуточной стадии волочения сверхпроводящего кабеля на основе сплава ниобий-титан (Nb+47,5%Ti), который используется в качестве токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора. Исследованы микроструктура, фазовый состав и их влияние на свойства сверхпроводящего сплава Nb-Ti после холодного волочения и промежуточного отжига. Обнаружено изменение размеров и формы волокон Nb-Ti в промежуточном слое в бездефектной области; на границе с медным сердечником волокна имеют округлую форму со средним диаметром 10 мкм, на границе с медной оболочкой волокна имеют ромбическую форму с диагоналями 13 и 11 мкм. В результате интенсивной пластической деформации медь в элементах кабеля приобретает субмикроструктурную структуру со средним размером: в сердечнике 800 нм, в месте обрыва проводника в промежуточном слое между волокнами в матрице 850 нм, в оболочке - 1050 нм. Выявлен диффузионный Nb барьер вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, шириной 250 нм в бездефектной области и в зоне локализации пластической деформации при послойном шлифовании на глубину до 2000 мкм. Наблюдалось изменение формы и химического состава волокон Nb-Ti в промежуточном слое: в бездефектной области все волокна Nb-Ti имеют округлую форму и состав 35,66 ат.% Nb и 63,07 ат.% Ti, в области обрыва проводника волокна имеют правильную форму и химический состав 35,57 ат.% Nb и 63,33 ат.% Ti. Частичное отсутствие ниобиевого барьера и наличие зон локализации пластической деформации в местах разрыва волокон Nb-Ti обнаружено в области, прилегающей к медному сердечнику, и указывает на неравномерность степени деформации слоев Nb-Ti волокон.

Ключевые слова: сверхпроводники, дефекты, микроструктура, локализация пластической деформации, волочение

Abstract

Using atomic force, optical and electron microscopy methods, the changes in the microstructure and phase composition were investigated for the alloy Nb47.5%Ti used for the manufacture of superconducting cable employed as current-carrying elements in the magnetic system of International Thermonuclear Experimental Reactor. The test samples were prepared from the superconducting wire at an intermediate step of the drawing process. The effect of cold drawing and intermediate annealing on the properties of as-worked Nb-Ti alloy was assessed. A variation in the shape and size of Nb-Ti strands is found to occur in a defect-free area of the intermediate layer; on the Cu core border Nb-Ti strands have a round shape and diameter 10 μm and those on the Cu matrix border are rhomb-shaped with diagonals 13 and 11 μm . The SPD treatment by drawing causes grain refinement; a submicrocrystalline structure will form in cable components: the Cu core and the intermediate layer of material between the strands within the matrix has grain size 800 nm; material in the point of rupture and in the intermediate layer between the strands within the matrix has grain size 850 nm and material of the upper layer has grain size 1050 nm. A diffusion Nb barrier about 250 nm wide is found to occur around the Nb-Ti strands in the Cu matrix in a defect-free area; using step-by-step polishing to the depth of 2000 μm , a similar barrier was discovered within a localized deformation zone. A change in the chemical composition and shape of Nb-Ti strands in the intermediate layer was observed; in a defect-free area all the Nb-Ti strands have a round shape and the following chemical composition: 35.66 at.% Nb and 63.07 at.% Ti; in the area of rupture the Nb-Ti strands have a regular shape and

the following chemical composition: 35.57 at.% Nb and 63.33 at.% Ti.

Key words: Superconductors, defects, microstructure, plastic strain localization, cold drawing

Введение

Практика использования сверхпроводников позволяет решить ряд важных технических проблем в тех областях техники, где применение традиционных электротехнических материалов экономически нецелесообразно или принципиально невозможно. Речь, в первую очередь, идет о создании магнитных систем, ускорительно-накопительных комплексов, мощных генераторов и электродвигателей, трансформаторов и других электротехнических устройств [1].

Среди различных сверхпроводящих материалов [1] сплав Nb-Ti, используемый для изготовления токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора (ИТЭР), занимает особое положение. Из механических характеристик особое значение имеет высокая пластичность Nb-Ti сплавов, определяющая оптимальную технологию изготовления кабельной продукции. К важнейшим характеристикам сверхпроводящего состояния этого сплава относятся высокая температура $N-S$ перехода, а также высокие критические значения магнитного поля и плотности тока [1-16]. В отличие от температуры перехода материала в сверхпроводящее состояние и критического магнитного поля, которые определяются химическим составом сплава, критическая плотность тока зависит также от микроструктуры материала, т.е. является структурно-чувствительной характеристикой. Поэтому на протяжении всего периода развития Nb-Ti сверхпроводников большие усилия и средства были направлены на разработку методов управления микроструктурой сплавов и установление взаимосвязи между технологическими параметрами изготовления сверхпроводников, их микроструктурой и токонесущей способностью. Согласно пиннинговой модели плотность критического тока Nb-Ti сверхпроводников растет с увеличением объемной доли выделений несверхпроводящей фазы α -Ti, образующейся в результате распада метастабильного твердого раствора при термообработке в двухфазной области $\alpha+\beta$. В сплаве NT-50 (Nb-(48,5 $\pm$ 1,5) масс.% Ti) при температуре 400 Св равновесном состоянии может находиться большое количество α -фазы (вплоть до 50 мас. %). В двойных сплавах состава Nb-(46,5...50) масс.% Ti наибольшие значения критической плотности тока $3,7 \cdot 10^5$ А/см² реализуются в области средних магнитных полей 5 Тл при температуре 4,2 К.

Конструкция сверхпроводящего кабеля состоит из нескольких тысяч сверхпроводящих жил диаметром 2...5 мкм, фиксируемых медной матрицей [2]. К таким кабелям предъявляются высокие требования, наиболее важными из которых являются величина и стабильность критических параметров, стабильность токовых характеристик, безобрывность сверхпроводящих волокон (жил), их структурная однородность по длине провода и малые отклонения от геометрических размеров поперечного сечения [3-11]. При производстве проводников из сверхпроводящего сплава Nb-Ti наиболее ответственным этапом является холодное волочение, в ходе которого исходная композиционная заготовка деформируется от $\varnothing$ 60 ...70 мм до $\varnothing$ 0,1...1,0 мм. На этом этапе необходимо обеспечить безобрывность процесса и заданную плотность микродефектов в сверхпроводнике, контролирующих образование центров пиннинга (закрепления магнитных вихрей Абрикосова в сверхпроводниках II-го рода [1]).

Для решения этих задач на ОАО «Чепецкий механический завод» при научном руководстве ВНИИ неорганических материалов им. А.А. Бочвара совместно с НИЦ «Курчатовский институт» создано производство кабелей на основе низкотемпературных технических сверхпроводников из сплава Nb-Ti и соединения Nb₃Sn с производительностью более 60 т в год, которое не только удовлетворяет запросы проекта ИТЭР, но и дает возможность поставлять новую продукцию, соответствующую мировому уровню, отечественным и зарубежным потребителям.

Перечисленные выше механические и электрофизические характеристики являются структурно чувствительными и существенно изменяются при производстве

сверхпроводящих кабелей. Таким образом, качество кабеля определяется не только собственно свойствами сверхпроводника, но и состоянием всей конструкции в целом. Это требует тщательного микроскопического исследования состояния всех элементов кабеля и их изменений в процессе производства. Однако анализ структуры элементов кабеля, приобретающих в результате интенсивной (мегапластической) деформации наноразмерную толщину, традиционными микроскопическими методами оказывается нетривиальной задачей.

В настоящей работе исследованы особенности микроструктуры элементов сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti с использованием растровой электронной микроскопии, просвечивающей электронной и атомно-силовой микроскопии.

Методы испытаний

Деформационная структура и субструктура многожильного кабеля со сверхпроводящими жилами из сплава Nb-47,5 мас.%Ti (63,7 ат.%Ti) исследовалась на промежуточной стадии волочения при переходе $\varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$ мм, на которой возникали обрывы. Для анализа состава и структуры композитного многожильного провода использовалось несколько методик, обеспечивающих необходимое пространственное разрешение: оптическая микроскопия (Neophot-21 и Olympus GX 71), растровая электронная микроскопия (Philips SEM 515), просвечивающая электронная микроскопия (Jeol 2100) и атомно-силовая микроскопия (Solver PH47-PRO).

Распределение элементов в зоне границы жилы из сплава Nb-Ti с медной матрицей определялось методом растровой электронной микроскопии на растровом ионно-электронном микроскопе Quanta 200 3D с использованием детекторов вторичных и обратно рассеянных электронов. Элементный состав сплава определялся энергодисперсионным рентгеновским микроанализом с использованием приставки EDAX на этом же микроскопе по зависимости числа характеристических рентгеновских фотонов определенной энергии, отвечающих Ti, Nb, Cu, от координат вдоль линии, проходящей через границу «волокно-матрица». Растровая электронная микроскопия на приборе Carl Zeiss EVO 50 с приставкой для рентгеновского дисперсионного микроанализа Oxford Instruments позволила с необходимой точностью определить такие структурные параметры, как размеры зерен и субзерен, их однородность по химическому и фазовому составу.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Комплекс разнообразных аналитических методик позволил получить новые сведения о структуре сверхпроводящего композитного провода и о распределении основных химических элементов в нем. Многожильный сверхпроводящий кабель на основе сплава Nb-Ti представляет собой трехслойную конструкцию, в которой между медными сердечником и внешней оболочкой располагается промежуточный слой из волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице (композит) (рис.1). Такой композит может также содержать резистивные или диффузионные барьеры, стабилизирующие оболочки, и прочные армирующие элементы [2, 3].

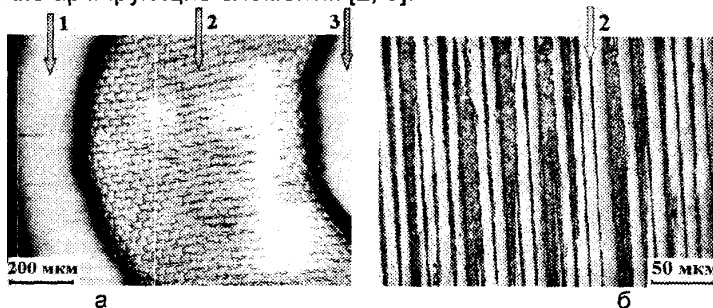


Рисунок 1 – Металлография поперечного (а) и продольного (б) сечения сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti на промежуточной стадии волочения при переходе $\varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$ мм: 1 – медная оболочка, 2 – волокна Nb-Ti; 3 – медный сердечник.

Металлографические исследования поперечных сечений проводников показали, что в промежуточном слое на границе с медным сердечником проводника жилы Nb-Ti имеют округлую форму со средним диаметром ~ 10 мкм. В промежуточном слое на границе с медной оболочкой все Nb-Ti волокна приобретают ромбическую форму с диагоналями ~ 13 и 11 мкм соответственно вследствие деформации волочения.

Для более точного выявления рельефа поперечных сечений элементов кабеля использовали атомно-силовую микроскопию с применением контактного метода в режиме «постоянной силы» [17]. Существо метода заключается в том, что сигнал системы обратной связи, возникающий в процессе сканирования, устанавливается таким образом, что система способна обрабатывать относительно гладкие особенности рельефа достаточно быстро и в то же время быть достаточно медленной, чтобы обрабатывать крутые ступеньки поверхности. В результате слабо отображаются гладкие особенности рельефа волокна и с высоким контрастом отображаются высокоамплитудные максимумы диффузионного барьера. Такой способ отображения применяется для поиска небольших элементов структуры на большом участке относительно гладкой поверхности.

Вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, выявлен диффузионный Nb барьер, который отчетливо проявляется в виде выступов рельефа в зоне сопряжения жилы с матрицей [18-26]. На профилограмме, построенной методом секущих, ниобиевый барьер обнаруживается по высокоамплитудным максимумам шириной до $250 \dots 260$ нм, разделенных низкоамплитудными линиями рельефа для волокон Nb-Ti и медной матрицы. На фоне гладкого рельефа волокон Nb-Ti и медной матрицы выявляется высокоамплитудный ниобиевый барьер как поперечном (рис. 2), так и в продольном сечении (рис. 3).

В результате интенсивной пластической деформации медь в сердечнике приобретает субмикроструктурную структуру со средним размером зерен ~ 800 нм. В такой структуре чередуются одиночные зерна и их конгломераты, насчитывающие до 8 зерен. Сильнее всего медь в сердечнике продеформирована по границе «сердечник - промежуточный слой проводника», где максимальный размер зерна составил ~ 2120 нм, а минимальный ~ 310 нм. В промежуточном слое между волокнами в матрице медь представлена равноосными зернами со средним размером ~ 800 нм. В то же время средний размер зерен меди в оболочке проводника составил ~ 1050 нм.

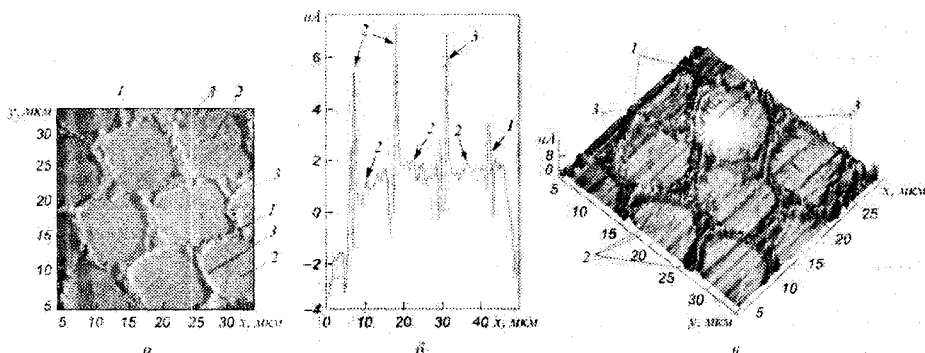


Рисунок 2 – Ниобиевый барьер вокруг волокон в матрице проводника в поперечном сечении в бездефектной области (а); профилограмма этого участка (б); 3D изображение (в): 1 – медная матрица, 2 – волокна Nb-Ti; 3 – ниобиевый барьер.

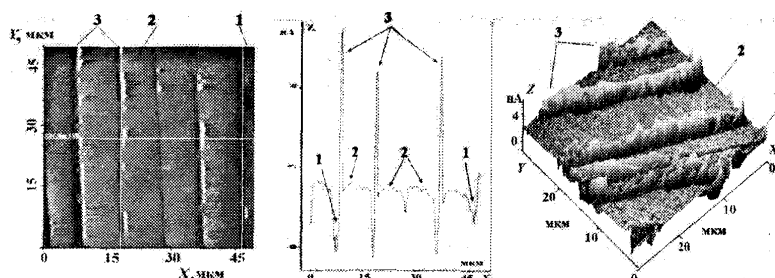


Рисунок 3 – Ниобиевый барьер вокруг волокон в матрице проводника в продольном сечении в бездефектной области (а); профилограмма этого участка (б); 3D изображение (в).

В ходе микроскопических исследований в промежуточном слое из волокон Nb-Ti на границе с медным сердечником обнаружена зона локализации пластической деформации в виде специфического дефекта в поперечном сечении (рис. 4 а) и места обрыва сверхпроводящих Nb-Ti жил в продольном сечении (рис. 4 б).

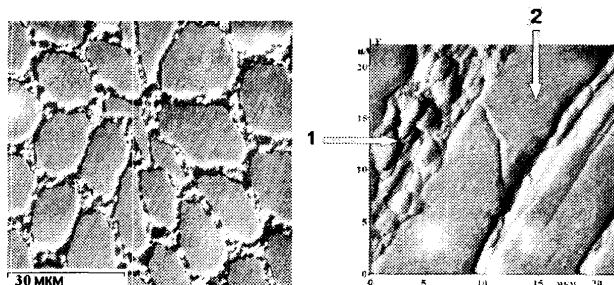


Рисунок 4 – Зона локализации пластической деформации в промежуточном слое из волокон Nb-Ti в поперечном сечении (а) и обрыв волокон Nb-Ti в продольном сечении сверхпроводящего кабеля (б): 1 – медная матрица, 2 – волокно Nb-Ti.

В месте обрыва проводника в матрице промежуточного слоя между Nb-Ti волокнами средний размер зерна меди составил ~ 850 нм. Следует отметить, что по результатам статистической обработки, средний размер зерна меди в матрице ~ 800 нм сопоставим с размером зерна меди ~ 850 нм в месте обрыва проводника. Согласно двойному t-критерию для данной пары значений $|t| = 1,69$, а коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности $\alpha = 0,9$ составляет $t_{\alpha, f} = 1,89$, то есть, $|t| < t_{\alpha, f}$ и различие среднего размера зерна меди незначимо [27, 28].

В зоне локализации пластической деформации жилы Nb-Ti сильно деформированы и утрачивают правильную форму поперечного сечения (рис. 4 а), причем волокна имеют разную ширину по длине провода в продольном сечении (рис. 5а). Однако их химический состав сохраняется на прежнем уровне. Экспериментально полученные карты распределения химических элементов показали, что Ti и Nb находятся в Nb-Ti волокнах, а между волокнами Nb-Ti в медной матрице распределены медь на уровне 59,18 ат.% Cu и ниобий (в качестве диффузионного барьера вокруг волокон) на уровне 39,83 ат.% Nb (рис. 5а).

Для исследования морфологии зоны локализации пластической деформации по глубине шлифа сошлифовывали последовательно несколько раз слои $\sim 0,5$ мм. Металлографические исследования показали, что со стороны внутренней поверхности, прилегающей к медному сердечнику, все волокна Nb-Ti имеют округлую форму. Первые следы пластической деформации волочением наблюдаются в промежуточном слое в области, прилегающей к медной оболочке. Со стороны внешней поверхности волокна Nb-Ti имеют ромбовидную форму.

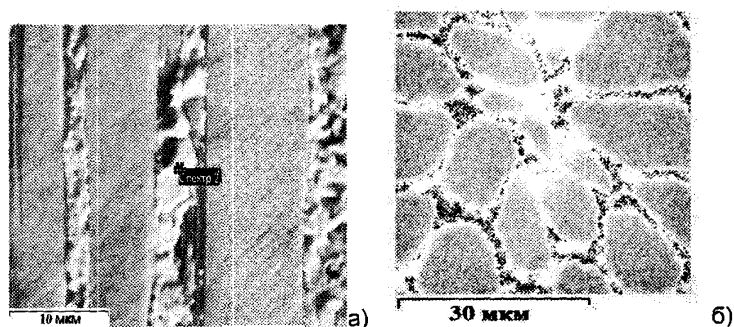


Рис. 5 – Растровая электронная микроскопия волокон Nb-Ti в медной матрице: а) продольное сечение (номер спектра указывает область исследования); б) карта распределений по элементному составу при совмещении элементов Ti и Nb для поперечного сечения в местах обрыва волокон Nb-Ti сверхпроводящего кабеля (светло-серый цвет - Ti, темно-серый цвет - Nb, белый цвет – Cu).

Топография поперечного сечения после шлифования на глубину 0,5 мм в месте обрыва проводника с использованием оптической и атомно-силовой микроскопии показала (рис. 6), что в области, прилегающей к медному сердечнику, близлежащие волокна Nb-Ti имеют неправильную форму и образуют зону локализации деформации, как и в исходном состоянии без шлифования. В месте обрыва проводника в матрице промежуточного слоя между Nb-Ti волокнами средний размер зерна меди составил ~850 нм, в то время как по результатам статистической обработки, в бездефектной области средний размер зерна меди в матрице ~800 нм сопоставим с размером зерна меди ~850 нм в месте обрыва проводника. После шлифования поперечного сечения на глубину 0,5 мм в месте обрыва проводника, вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, обнаружен Nb барьер, который проявляется на профилограмме в виде высоких, тонких высокоамплитудных максимумов шириной до 250 нм, аналогичный ниобиевому барьеру в исходном состоянии без шлифования. Такой же Nb барьер обнаруживается вокруг волокон Nb-Ti в месте обрыва после шлифования на глубину 1 мм.

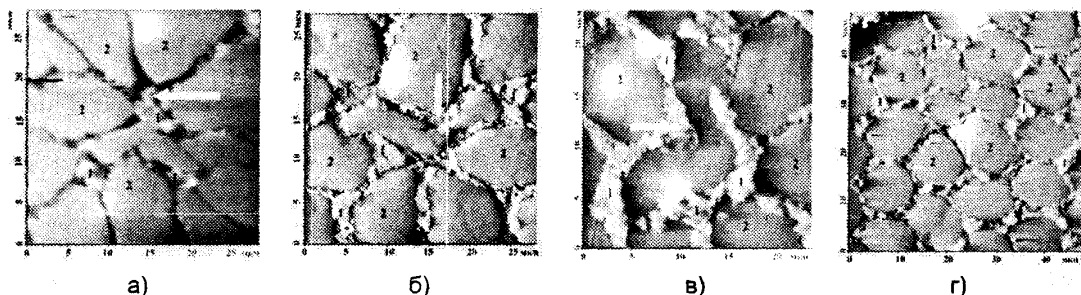


Рисунок 6 – Изменение зоны локализации пластической деформации в местах обрыва волокон Nb-Ti проводника (указана стрелкой) по глубине шлифования, атомно-силовая микроскопия: (а) 0 мм, (б) 0,5 мм, (в) 1 мм; (г) 2 мм; 1 – медная матрица, 2 – волокна Nb-Ti.

Металлографические исследования поперечных сечений проводника после травления и шлифования на глубину 1 мм показали, что в бездефектной области общий вид Nb-Ti волокон подобен исходному состоянию без шлифовки. Однако зона локализации в виде дефекта Nb-Ti волокон в месте обрыва жил приобретает иной вид. Происходит объединение «лепесткообразных» волокон в единое волокно, что указывает на «разнотолщинный» характер волокон по длине провода. Близлежащие волокна Nb-Ti в зоне локализации пластической деформации приобретают округлую форму.

Структурные исследования поверхности шлифа на оптическом микроскопе после шлифования на глубину 2 мм показали, что общий вид зоны локализации пластической

деформации в виде дефекта по сравнению с исходным состоянием, существенно изменился. Волокна Nb-Ti непосредственно в месте обрыва постепенно объединяются, а близлежащие волокна Nb-Ti вокруг дефекта имеют округлый вид, что характерно для волокон Nb-Ti в бездефектной области. Следует отметить, что в другой области вблизи границы «промежуточный слой волокон Nb-Ti в медной матрице – медный сердечник» обнаружен еще один дефект, в виде двух волокон Nb-Ti меньшего размера и неправильной формы по сравнению с близлежащими волокнами Nb-Ti. Сканирование поверхности поперечного сечения шлифа с помощью атомно-силовой микроскопии «контактным методом», после травления и после шлифования на глубину 2 мм, показало, что вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, так же наблюдается Nb барьер, который ранее обнаружен в исходном состоянии в бездефектной области без шлифования, и проявляется на профилограммах в виде высоких, тонких высокоамплитудных максимумов шириной до 250 нм. Ниобиевый барьер так же присутствует на всех Nb-Ti волокнах сверхпроводника как со стороны внутренней, так и внешней поверхности волокон в медной матрице.

По результатам РЭМ-исследования можно построить карты распределения элементов, которое по яркости изображения качественно отображает распределение химических элементов в пределах выделенной области исследования. Такой анализ показал, что титан находится только в волокнах Nb-Ti, медь между волокнами, а ниобий присутствует как в волокнах Nb-Ti, так и между ними в матрице.

В области разрыва жилы Nb-Ti утрачивают правильную форму (рис. 2 а), но их химический состав сохраняется на уровне 63,33 ат.% Ti и 35,57 ат.% Nb. Карты распределения элементов показали, что Ni и Nb находятся в волокнах; между волокнами в матрице распределены Cu и Nb.

Для оценки толщины ниобиевого барьера было построено распределение элементов титана и ниобия со сканированием вдоль линии в бездефектной области, где Nb-Ti волокна имеют правильную округлую форму. Толщина диффузионного барьера составила 1 мкм.

В местах обрыва волокон сверхпроводящего кабеля наблюдается частичное отсутствие ниобиевого барьера вокруг волокон Nb-Ti в медной матрице, наблюдаемое при наложении друг на друга карт распределения химических элементов титана и ниобия (рис. 5 б).

Для исследования тонкой структуры элементов сверхпроводящего кабеля из образца была вырезана тонкая фольга с помощью сфокусированного ионного пучка с использованием растрового ионно-электронного микроскопа Quanta 200 3D. В зоне обрыва волокон Nb-Ti методом просвечивающей электронной микроскопии (Jeol 2100, 200 кВ) установлено как частичное отсутствие ниобиевого барьера на участке фольги, соответствующем границе «волокно-матрица», так и наличие ниобиевого барьера с субмикроструктурной структурой, на участке фольги, соответствующем границе «матрица-волокно» (рис. 7).

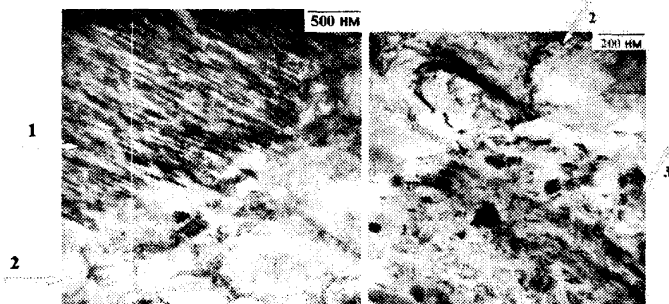


Рисунок 7 – Тонкая структура элементов кабеля технических сверхпроводников, электронная микроскопия: граница волокно Nb-Ti – медная матрица с отсутствием Nb барьера (а); граница медная матрица - ниобиевый барьер (б): 1 – волокна Nb-Ti, 2 – медная матрица волокна Nb-Ti; 3 – ниобиевый барьер.

Для детальной информации границ раздела структурных элементов кабеля в зоне сопряжения «волокно Nb-Ti – медная матрица» дальнейшие исследования проводили методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с поверхности тонкой фольги с целью сопоставления результатов, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Для определения геометрических параметров структурных элементов сверхпроводящего кабеля использовали метод АСМ «Grand Analysis». В этом случае каждый структурный элемент на поверхности (зерно медной матрицы, ниобиевый барьер, волокно Nb-Ti), пересекаемый секущей плоскостью ($Z=\text{constant}$), интерпретируется как отдельная зона в виде окружности (рис. 8). Одновременно в информационной строке в интерфейсе программы отображаются координаты центра зерна вдоль осей: X и Y . Далее в виде таблицы записываются основные параметры структурных элементов (зерен) и их средние значения, а также отображается гистограмма распределения зерен в заданной области исследования.

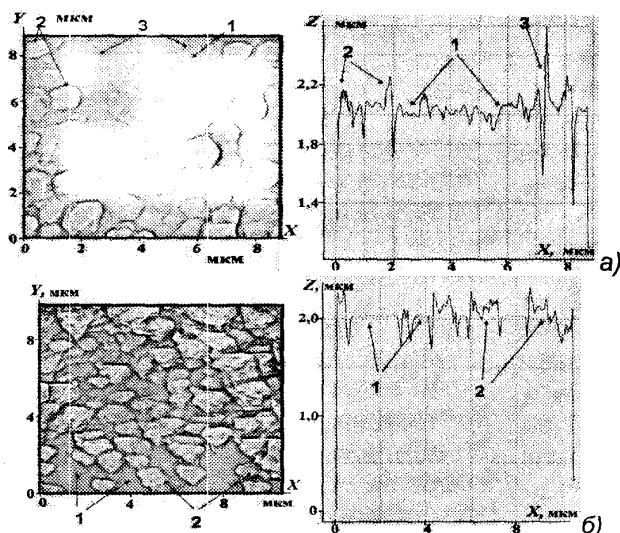


Рисунок 8 – АСМ: (а) – Nb – барьер на границе «матрица-волокно»; (б) – отсутствие Nb – барьера на границе «матрица-волокно»: 1 – волокна Nb-Ti, 2 – медная матрица волокна Nb-Ti; 3 – Nb барьер.

Сравнение геометрических характеристик структурных элементов (площадь зерна, объем, максимальный размер, максимальная высота) сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti показывает, что области исследования 1, 2, 3 (рис. 9) отличаются друг от друга (табл. 1).

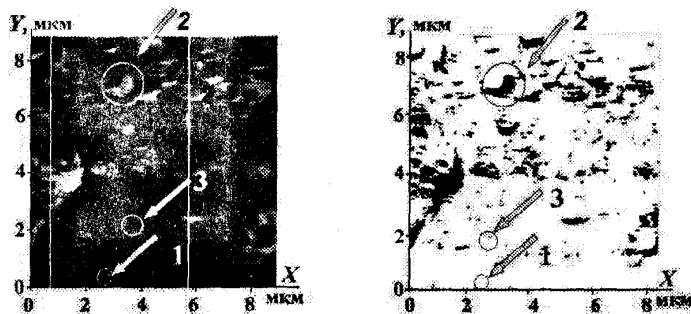


Рисунок 9 – АСМ изображения для определения геометрических параметров исследуемых областей: (1) - волокна Nb-Ti; (2) – медная матрица; (3) - Nb – барьер.

Таблица 1 – Геометрические параметры структурных элементов сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti в режиме Grand Analysis.

Область исследования	S зерна, мкм ²	Диаметр зерна, мкм	max размер зерна по X, мкм	max размер зерна по Y, мкм
Медная матрица (1)	0,473	0,787	1,534	0,837
Волокна Nb-Ti (2)	0,001	0,035	0,035	0,035
Nb – барьер (3)	0,013	0,139	0,349	0,070

Сравнение данных исследования областей медной матрицы (область 2) и Nb – барьера (область 3), полученных методом АСМ в режиме «Grand Analysis» с поверхности тонкой фольги и в режиме «Постоянной силы» с поверхности металлографического шлифа, показало, что средний размер зерна Cu в матрице составил 790 нм (режим «Grand Analysis») и 800 нм (режим «Постоянной силы»). Максимальная ширина Nb – барьера, измеренная по оси X в указанных режимах, составила 350 нм и 250 нм. Таким образом, результаты, полученные методами АСМ, имеют хорошее согласие и позволяют получить детальную информацию о структурных элементах многожильного сверхпроводящего кабеля как с поверхности металлографического шлифа, так и с поверхности тонкой фольги, не уступая методу ТЭМ.

В зоне обрыва сверхпроводящих волокон Nb-Ti методами ТЭМ и АСМ установлено как частичное отсутствие ниобиевого барьера на участке фольги, соответствующем границе «волокно-матрица», так и наличие ниобиевого барьера с субмикроструктурной структурой на участке фольги, соответствующем границе «матрица-волокно». На фольге методами АСМ в режиме «фаза» выявлены большие барьеры (рис. 9 а) с субмикроструктурной структурой. Обнаружены также небольшие участки, где на границе «матрица-волокно» Nb-барьер отсутствует (рис. 9 б).

Сопоставление результатов АСМ с данными ПЭМ дает основание полагать, что наблюдаемые в последнем случае на поверхности фольг углубленные ячейки являются результатом вытравливания внутренних частей структурных элементов сверхпроводящего кабеля при изготовлении тонкой фольги. Видно, что границы зерен Cu при этом травятся сильнее, выявляя резкую границу между медной матрицей и волокном Nb-Ti, а также границу между волокном Nb-Ti и Nb – барьером. Этот факт можно в дальнейшем использовать для аттестации материалов с нано- и субмикроструктурной структурой [29].

Исследования, проведенные с помощью растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 с приставкой для рентгеновского дисперсионного микроанализа Oxford Instruments, показали, что внешняя оболочка и сердечник проводника состоят полностью из меди. В тоже время часть элементов промежуточного слоя проникает в медный сердечник кабеля и на границу раздела «промежуточный слой - внешняя оболочка». В промежуточном слое на границе с сердечником все волокна Nb-Ti имеют округлую форму. Химический состав волокон составляет 35,66 ат.% Nb и 63,07 ат.% Ti.

Однородность химического состава волокон Nb-Ti в проводнике контролировалась сканирующей электронной микроскопией в режимах вторичных электронов и в характеристическом рентгеновском излучении основных элементов композита на приборе Quanta 200 3D. Определение элементного состава вдоль линии методом энергодисперсионного рентгеновского микроанализа показало наличие элементов Nb, Ti и Cu в выделенной области, охватывающей промежуточный слой из волокон Nb-Ti - медная матрица.

Степень однородности распределения основных химических элементов в волокне и матрице проводника была исследована по зависимостям числа характеристических рентгеновских фотонов определенной энергии, отвечающих Ti, Nb,

Cu, от положения места измерения. Неравномерное пространственное распределение числа характеристических рентгеновских фотонов Ti, Nb, Cu в волокне и матрице указывает на наличие диффузионного слоя на отрезке, проходящем через границу «волокно-матрица». Установлено, что в Nb-Ti волокне количество характеристических рентгеновских фотонов Ti, Nb максимально, а количество характеристических рентгеновских фотонов Cu минимально. В медной матрице картина противоположна, т.е. максимальному количеству характеристических рентгеновских фотонов меди соответствует минимальное количество характеристических рентгеновских фотонов Ti, Nb. В промежуточном диффузионном слое сначала наблюдается постоянное число характеристических рентгеновских фотонов Nb, что подтверждает наличие Nb барьера, который обнаружен методом АСМ. Затем происходит уменьшение количества характеристических рентгеновских фотонов Ti, Nb на фоне увеличения количества характеристических рентгеновских фотонов Cu.

Для фазового анализа элементов многожильного сверхпроводника на основе сплава Nb-Ti использовали метод рентгеновской дифрактометрии на приборе Shimadzu XRD6000 с монохроматизацией пучка изогнутым кристалл-монохроматором. Применение такого монохроматора улучшает соотношение сигнал-фон и позволяет выделять слабые рентгеновские линии фаз, содержащихся в незначительных количествах.

Для съемки образца сверхпроводящей проволоки использовали зауженный пучок размерами 0.5 мм на 12 мм. Напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ, ток 30 мА. Время сканирования одной точки 5 сек. Шаг сканирования - 0.02 градуса. Время съемки полной рентгенограммы составило 8 часов. Фазовый анализ проводили с использованием программы PDF 4+ с базой данных неорганических соединений в 310000 карточек.

На рентгенограмме наблюдаются сильные дифракционные линии кристаллических фаз: чистой меди-(Cu) и сплава на основе ниобия и титана Nb-Ti. В качестве третьей зафиксированной фазы следует считать интерметаллическую фазу CuTi_2 с тетрагональной решеткой (рис. 10). В незначительных количествах наблюдаются линии, позволяющие предполагать наличие фазы α -титана и оксида меди.

По линиям рентгенограммы были рассчитаны параметры кристаллических решеток фаз. По соотношению интегральных интенсивностей основных обнаруженных фаз было оценено содержание фаз: Cu – 63,54 масс. % ; Nb-Ti 35,46 масс. %; CuTi_2 - 1 масс. % .

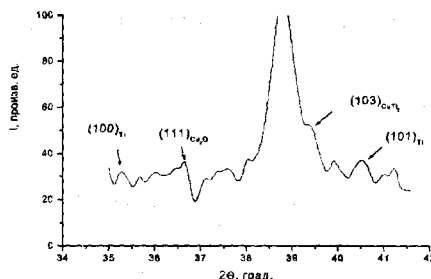


Рисунок 10 – Фрагмент дифрактограммы со слабыми дифракционными линиями фаз малого содержания образца в образце сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti.

В настоящее время токонесущую способность сверхпроводящего провода сверхпроводника на основе сплава Nb-Ti повышают несколькими путями. Во-первых, благодаря увеличению количества волокон в заготовке. Во-вторых, путем доработки конструкции диффузионных барьеров. Частичное отсутствие ниобиевого барьера и зоны локализации пластической деформации в местах разрыва волокон Nb-Ti обнаружены в области, прилегающей к медному сердечнику [18-26]. Это указывает на неравномерность степени деформации первого и последующих слоев Nb-Ti волокон с

диффузионным барьером от границы «медный сердечник» - «промежуточный слой волокон Nb-Ti в медной матрице». Можно предположить, что одной из причин обрыва волокон в проводнике мог быть вариант сборки композитной заготовки для изготовления многоволоконного провода. Увеличение количества волокон в одном композитном проводе связано с уменьшением их размера и, как следствие, с увеличением количества пустот. В отсутствие надежного контакта волокон между собой, так и контакта волокон с сердечником и оболочкой, деформация почти аналогична продольному изгибу, что приводит к неравномерной деформации волокон и диффузионного барьера. Диффузионные барьеры из ниобия используются в конструкциях Nb-Ti сверхпроводников для предотвращения взаимодействия на границе Nb-Ti сплав/медь, приводящего к образованию хрупких интерметаллидов системы Ti-Cu, которые вызывают обрывность отдельных сверхпроводящих волокон и провода в целом и снижают его электрофизические характеристики. В настоящей работе в сверхпроводниках на основе сплава Nb-Ti установлено, что в местах обрывов кабеля обнаружены включения CuTi_2 .

В основе подходов, традиционно используемых при анализе ресурса пластичности технических сверхпроводников на основе сплава Nb-Ti [7], лежит представление о равномерности и однородности пластической деформации, о макромасштабной локализации непосредственно перед разрушением, что не соответствует современным представлениям. Экспериментальные данные о природе пластической деформации показывают, что присущая ей с самого начала деформирования неоднородность может приводить к раннему формированию одного или нескольких устойчивых очагов локализации пластического течения [30, 31] и в дальнейшем к обрыву жилы. Предпринятые в последнее время детальные исследования макролокализации деформации позволили установить однозначное соответствие между законом пластического течения на данном участке деформационной кривой и типом пространственно-временного распределения компонент тензора пластической дисторсии [32]. Эти факты должны приниматься во внимание при разработке технологии холодной деформации волочением до получения сверхпроводниковых жил требуемых размеров.

Заключение

При анализе влияния деформации волочением на структуру многожильного сверхпроводника на основе сплава Nb-Ti обнаружены следующие особенности:

- в месте обрыва проводника выявлены зоны локализации деформации, в которых близлежащие волокна Nb-Ti имеют неправильную форму при послойном шлифовании на глубину до 1000 мкм;
- обнаружено изменение размеров и формы волокон Nb-Ti в промежуточном слое в бездефектной области; на границе с медным сердечником волокна имеют округлую форму со средним диаметром ~10 мкм, на границе с медной оболочкой волокна имеют ромбическую форму с диагоналями ~13 и 11 мкм;
- в результате интенсивной пластической деформации медь в элементах кабеля приобретает субмикроструктурную структуру со средним размером: в сердечнике ~800 нм, в промежуточном слое между волокнами в матрице ~800 нм, в месте обрыва проводника в промежуточном слое между волокнами в матрице ~850 нм, в оболочке ~1050 нм;
- наблюдалось изменение формы и химического состава волокон Nb-Ti в промежуточном слое: в бездефектной области все волокна Nb-Ti имеют округлую форму и состав 35,66 ат.% Nb и 63,07 ат.% Ti, в области обрыва проводника волокна имеют правильную форму и химический состав 35,57 ат.% Nb и 63,33 ат.% Ti;
- диффузионный Nb барьер с субмикроструктурной структурой вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, имеет толщину до 1 мкм в бездефектной области;
- в местах обрыва волокон Nb-Ti установлено частичное отсутствие диффузионного ниобиевого барьера в зоне локализации пластической деформации;
- в местах обрывов кабеля обнаружены включения: интерметаллиды CuTi_2 .

Применение метода атомно-силовой микроскопии создает новые возможности для детальных структурных исследований сверхпроводящих материалов на разных масштабных уровнях и выявлять границы раздела элементов сверхпроводящего кабеля, не уступая методу просвечивающей электронной микроскопии.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований Государственной академии наук в 2013-2020 гг. и Программы «Научный фонд им. Д.И. Менделеева Томского государственного университета» в 2014- 2015 гг.

Авторы выражают признательность и глубокую благодарность за обсуждение результатов кандидату наук Г.В. Шляховой.

Список литературы:

1. Гинзбург, В.Л. Сверхпроводимость / В.Л. Гинзбург, Е.А. Андрюшин - М.: Альфа-М, 2006. - 110с.
2. Шиков, А.К. Меднониобиевые высокопрочные высокоэлектропроводные обмоточные провода для импульсных магнитов / А.К. Шиков, В.И. Панцырный, А.Е. Воробьева и др. // *Металловедение и термообработка*. - 2002. - №11. - С. 68-72.
3. Шиков, А.К. Разработка сверхпроводников для магнитной системы ИТЭР в России / А.К. Шиков, А.Д. Никулин, А.Г. Силаев и др. // *Известия вузов. Цветная металлургия*. - 2003. - № 1. - С. 36-43.
4. Kozlenkova, N. Study on $I_c(T, B)$ for the Nb-Ti strand intended for ITER PF insert coil / N. Kozlenkova, G. Vedernikov, A. Shikov et al. // *IEEE Trans. Appl. Supercond.* - 2004. - V. 14, No. 2. - P. 1028-1030.
5. Lee, P.J. Development of nanometer scale structures in composites of Nb-Ti and their effect on the superconducting critical current density / P.J. Lee, D.C. Larbalestier // *Acta Metall.* - 1987. - V. 35, № 10. - P. 2523-2536.
6. Черный, О.В. Ниобий-титановые сверхпроводники с высокой токонесущей способностью / О.В. Черный, Г.Ф. Тихинский, Г.Е. Сторожилов и др. // *Сверхпроводимость: Физика, химия, техника*. - 1991. - Т. 4, № 8. - С. 1617-1623.
7. Ажажа, В.М. Изучение деформированного состояния при разнонаправленной обработке Nb-Ti-сплава / В.М. Ажажа, О.В. Черный, Г.Е. Сторожилов и др. // *Вопр. атом. науки и техн. Сер. «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. - 2004. - № 14. - С. 136-139.
8. Wilson, M.N. NbTi conductors with very low loss: a review / M.N. Wilson // *Cryog.* - 2008. - Vol. 48. - P. 381-395.
9. Lu, B. Parametric estimation study of interstrand conductance in multi-strand superconducting cables / B. Lu, C.A. Luongo // *Cryog.* - 2007. - Vol. 47. - P. 546-552.
10. Слезов, В.В. Зависимость плотности критического тока от магнитного поля и содержания выделяющейся фазы в Nb-Ti сверхпроводнике / В.В. Слезов, О.В. Черный // *Вопр. атом. науки и техн. Сер. «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. - 2002. - № 1(12). - С. 80-83.
11. Chengren, Li. Development of high critical current densities in niobium 46.5 wt% titanium / Li. Chengren, D.C. Larbalestier // *Cryog.* - 1987. - Vol. 27(3). - P. 171-177.
12. Ochiai, S. Fracture of filaments and its influence on critical current and residual strength of fatigued Nb-Ti/Cu superconducting composite / S. Ochiai, Y. Oki, F. Sekino, M. Hojo, et al. // *Cryog.* - 2003. - V. 43. - P. 45-51.
13. Beloshenko, V.A. Effect of deformation and heat treatment with equal-channel, multiple-angle pressing on the superconducting properties of NbTi alloy / V.A. Beloshenko, V.V. Chishko, N.I. Matrosov, V.P. Dyakonov, et al. // *Low Temp. Phys.* - 2010. - V. 36. - P. 1045-1048.
14. Lee, P.J. High titanium Nb-Ti alloys initial microstructural studies / P.J. Lee, D.C. Larbalestier, J.C. McKinell // *Adv. Cryog. Eng. Mat.* - 1988. - V. 34. - P. 967-974.
15. Cherny, O.V. The microstructure and critical current density of Nb-48 wt.%Ti superconductor with very high alpha-Ti precipitate volume and very high critical current / O.V. Cherny, N.F. Andrievskaya, V.O. Ilicheva, et al. // *Adv. Cryog. Eng.* - 2002. - V. 48B. - P. 883-890.
16. Cherny, O.V. Structure and properties of differently directed deformed niobium-titanium alloy / O.V. Cherny, G.E. Storozhilov, N.F. Andrievskaya, et al. // *IEEE Trans. Appl. Supercond.* - 2005. - V. 15. - P. 3502-3505.
17. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов - Н. Новгород: ИФМ РАН, 2004. - 110с.
18. Зуев, Л.Б. Исследование структур на микро- и мезоуровнях в деформируемых волочением технических сверхпроводниках на основе NbTi сплава / Л.Б. Зуев, С.А. Баранникова, Г.В. Шляхова, С.В. Колосов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. - 2012. - Т. 9, № 4. - С. 417-421.

19. Зуев, Л.Б. Исследование микроструктуры элементов кабеля из сверхпроводящего сплава Nb-Ti / Л.Б. Зуев, Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, С.В. Колосов // *Металлы*. - 2013. - № 2. - С. 83-89.

20. Баранникова, С.А. Исследование элементов структуры сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti при многоступенчатом волочении в очаге локализации пластической деформации / С.А. Баранникова, Г.В. Шляхова, С.В. Колосов, Л.Б. Зуев // *Наноинженерия*. - 2013. - №7 (25). - С. 31-35.

21. Шляхова, Г.В. Исследование наноструктурных элементов кабеля технических сверхпроводников Nb-Ti / Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, Л.Б. Зуев // *Известия Вузов. Черная металлургия*. - 2013. - № 10. - С. 64-67.

22. Шляхова, Г.В. Исследование очагов локализации пластической деформации сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti / Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, Л.Б. Зуев // *Металлофизика и новейшие технологии*. - 2013. - Т. 35. - № 4. - С. 453-465.

23. Баранникова, С.А. Исследование тонкой структуры элементов кабеля технических сверхпроводников на основе сплава Nb-Ti при многоступенчатом волочении / С.А. Баранникова, Г.В. Шляхова, Л.Б. Зуев, Мальцев Ю.А. // *Известия Томского политехнического университета*. - 2013. - Т. 323. - № 2. - С. 111 - 115.

24. Баранникова, С.А. Исследование элементов структуры в сверхпроводящем кабеле на основе сплава Nb-Ti / Баранникова С.А., Зуев Л.Б., Шляхова Г.В., Колосов С.В. // *Вестник Тамбовского университета*. - 2013. - Т. 18, № 4. - С. 1615-1616.

25. Шляхова, Г.В. Исследование тонкой структуры элементов кабеля технических сверхпроводников / Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, Л.Б. Зуев // *Физика и химия обработки материалов*. - 2014. - № 4. - С. 80-88.

26. Barannikova, S.A. Investigation of the Fine Structure Localized Plastic Deformation Zone of Superconducting Cable Components / Barannikova S.A., Shlyakhova G.V., Zuev L.B. // *Appl. Mech. Mater.* - 2014. - V. 682. - P. 3-8.

27. Зажигаев, Л.С. Методы планирования и обработки результатов физического эксперимента / Л.С. Зажигаев, А.А. Кишьян, Ю.И. Романиков - М.: Атомиздат, 1978. - 232с.

28. Митропольский, А.К. Техника статистических вычислений / А.К. Митропольский - М.: Изд-во физико-математической литературы, 1961. - 480с.

29. Ульянов, П.Г. Применение микроскопа атомных сил для исследования наноструктуры металлов и сплавов, подвергнутым механическим и температурным воздействиям / П.Г. Ульянов, А.М. Добровольский, Д.Ю. Усачев, К.И. Бoryгина и др. // *Известия РАН. Сер. Физическая*. - 2012. - Т. 76, № 2. - С. 176-179.

30. Зуев, Л.Б. Локализация деформации растяжения в поликристаллическом сплаве на основе Zr / Л.Б. Зуев, С.А. Баранникова, С.Ю. Заводчиков // *ФММ*. - 1999. - Т. 87, № 3. - С. 77-79.

31. Данилов, В.И. Прямое наблюдение автоволны пластической деформации в циркониевом сплаве / В.И. Данилов, С.Ю. Заводчиков, С.А. Баранникова, И.Ю. Зыков, Л.Б. Зуев // *Письма в ЖТФ*. - 1998. - Т. 24, № 1. - С. 26-30.

32. Zuev, L.B. Autowave model of localized plastic flow of solids / L.B. Zuev, V.I. Danilov, S.A. Barannikova, V.V. Gorbatenko // *Physics of Wave Phenomena*. - 2009. - V. 17, No. 1. - P. 1-10.