

СТРУКТУРНЫЕ ДЕФЕКТЫ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ СЕРДЦЕВИНЫ ОДНОВОЛОКОННОГО КОМПОЗИТА $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$

© 2024 г. Е. И. Кузнецова^{а,*}, Т. П. Криницина^а, Ю. В. Блинова^а, М. В. Дегтярев^а,
П. В. Коновалов^б, К. К. Дихтиевская^б, И. М. Абдюханов^б, А. С. Цаплева^б

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

^бАО «ВНИИИМ», ул. Рогова, 5а, Москва, 123098 Россия

*e-mail: monocrist@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 15.03.2024 г.

После доработки 02.05.2024 г.

Принята к публикации 15.05.2024 г.

Исследована микроструктура MgB_2 -сердцевины одноволоконного композита, состоящего из MgB_2 , Nb-барьера и Cu-оболочки ($\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$), полученного методом «порошок в трубе», способом *ex-situ*, с последующим отжигом. Показано, что в дополнение к уплотнению, в процессе холодной деформации в сердцевине MgB_2 формируется дислокационная микроструктура, проявляющая высокую термическую стабильность. Наблюдается высокая плотность дислокаций внутри зерен MgB_2 . Дислокации образуют стенки с малыми углами разориентации между субзернами. Отжиг при температуре 900°C в течение часа приводит к большей плотности керамики MgB_2 , площадь межзеренного контакта увеличивается. При этом образуются включения MgO , размером 10 нм и меньше. Таким образом, формируются разного рода дефекты структуры, которые можно рассматривать как вероятные центры закрепления магнитного потока.

Ключевые слова: диборид магния, вторичные фазы, спекание, дефекты структуры

DOI: 10.31857/S0015323024080107 **EDN:** JWKKDW

ВВЕДЕНИЕ

Провода на основе MgB_2 , полученные методом «порошок в трубе», вариант *ex-situ*, изготавливают с использованием уже синтезированного порошка MgB_2 , который засыпают в металлические трубки и деформируют методом волочения до заданного диаметра. Изготовленные таким способом провода уже обладают сверхпроводящими свойствами [1, 2]. Затем следует термообработка (отжиг), обычно при температурах от 900 до 1000°C в течение нескольких часов, в процессе которой частицы порошка MgB_2 спекаются друг с другом. В результате токонесущая способность возрастает. Существует несколько особенностей, характерных для проводов этого типа. Поскольку частицы порошка MgB_2 , как правило, покрыты слоем оксида магния, существенной становится проблема слабой межзеренной связи, что снижает максимально достижимые значения критического тока [3]. Кроме того, температура отжига настолько высока, что, во-первых, зерна MgB_2 укрупняются, а, во-вторых, может происходить взаимодействие порошковой сердцевины и материала оболочки. Это может привести к ухудшению свойств проводов. Еще одна проблема состоит в том, что затрудне-

но легирование MgB_2 в исходном состоянии, так как используется уже синтезированный порошок диборида магния, который, как правило, не содержит легирующих элементов. Кроме того, при изготовлении проводов этим методом технологически сложно добиться высокой плотности порошковой сердцевины, так как в исходном состоянии диборид магния представляет собой твердые недеформируемые частицы, при засыпке которых в композиционную заготовку между частицами неизбежно образуются поры [4].

Термическое воздействие (высокотемпературный отжиг) после холодной обработки проводов на основе MgB_2 , полученных методом «порошок в трубе», вариант *ex-situ*, улучшает связность зерен и способствует росту плотности критического тока [2]. Известно, что хорошее спекание достигается за счет применения методов, использующих высокие внешнее давление и температуру, таких как горячее изостатическое прессование [5, 6], спекание под сверхвысоким давлением [7], искровое плазменное спекание [8]. С другой стороны, в бинарной системе Mg–В даже при давлении до 100 МПа, при высоких температурах MgB_2 будет разлагаться с образованием богатых бором фаз, таких как MgB_4 и MgB_7 [9].

При промышленном изготовлении одноволоконного композита $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ первостепенную роль играет связность зерен MgB_2 и структурные дефекты, которые могут быть центрами закрепления вихрей магнитного потока. В связи с этим целью настоящей работы является анализ микроструктуры диборида магния, составляющего сердцевину одноволоконного композита, полученного методом *ex-situ* «порошок в трубе», после спекания при атмосферном давлении, и ее влияния на свехпроводящие свойства композита.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Композит $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ в виде провода изготовлен путем волочения с диаметра 20 мм до диаметра 1 мм заготовки, состоящей из биметаллической трубки (Cu – стабилизирующая внешняя оболочка и Nb – диффузионный барьер [1]) с сердцевиной из коммерческого порошка MgB_2 микронного размера (0.5–2 мкм).

Для электронно-микроскопических исследований путем деформации осадкой получена лента шириной 1.2 мм. Отжиг проводили при температуре 900°C в течение 1 ч в кварцевой трубке в атмосфере $\text{Ar}+\text{H}_2$, охлаждение с печью.

Микроструктурный фазовый анализ проведен следующими методами:

1. Рентгеноструктурный анализ (РСА) на дифрактометре Емруган в излучении CuK_α .
2. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) на приборе TESCAN MIRA с приставкой для микроанализа ULTIM MAX OXFORD INSTRUMENTS (изображения структуры получены в режиме вторичных электронов).
3. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) в режиме высокого разрешения на приборе Теснаі G²30. Фольги для ПЭМ готовили методом ионного травления.

Для определения критической температуры свехпроводящего перехода T_k исследуемого провода диаметром 1 мм и лент разной толщины использовали стандартный резистивный метод [10]. Для получения вольт-температурной характеристики (ВТХ) использовали ток плотностью менее 1 А/мм². Скорость нагрева или охлаждения образца в области свехпроводящего перехода составляла не более 0.1 К/мин, что обеспечивает воспроизводимость результата при записи ВТХ в режиме охлаждение–нагрев, и, таким образом, погрешность определения T_k сводится к погрешности температурного датчика Cernox (± 20 мК) в области температур 30–40 К.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показаны рентгеновские дифрактограммы исходного коммерческого порошка MgB_2 и проводов *ex-situ* до и после спекания. В исходном порошке обнаружены фазы MgB_2 и небольшое количество MgO и MgB_4 .

На рис. 2 приведено СЭМ-изображение структуры сердцевины ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ до (рис. 2а, б) и после термообработки (рис. 2в, г). Исследование методом СЭМ показало, что термическое воздействие привело к спеканию частиц MgB_2 , образованию межзеренных границ

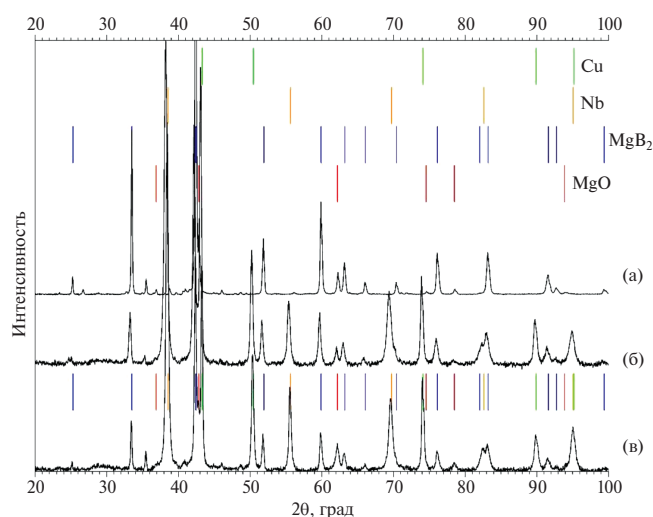


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы исходного коммерческого порошка (а), ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ без термообработки (б) и после термообработки (в).

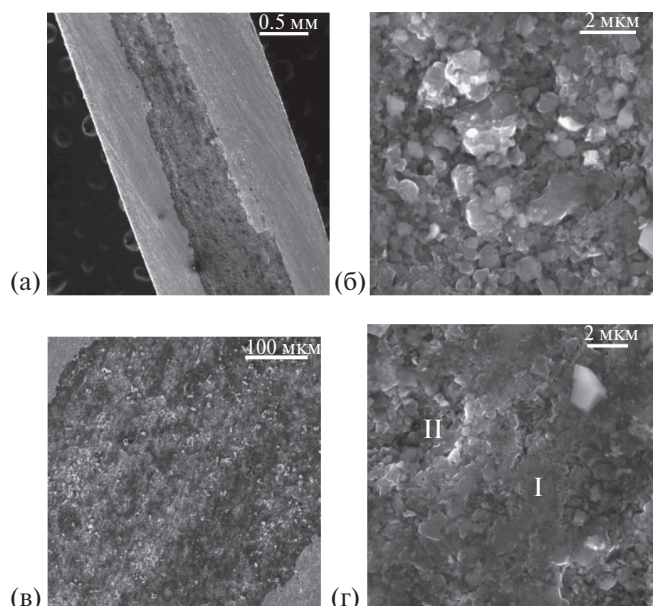


Рис. 2. СЭМ-изображение структуры сердцевины ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ без термообработки (а, б) и после термообработки (в, г).

и уменьшению пористости сердцевинки ленты. В общем случае, можно выделить два типа областей в спеченной керамике MgB_2 : плотные области и области с пористостью (рыхлые), что согласуется с результатами работы [11, 12]. На рис. 2г плотная область отмечена цифрой I, а рыхлая область с высокой пористостью — цифрой II. Следует отметить, что роста зерен в ходе спекания при 900°C не произошло.

Согласно обзору Олейник [13], все механизмы пластической деформации и особенности ее

развития, известные для металлических материалов, характерны также для керамик с ковалентной связью. При этом возможно образование дислокационной субструктуры различного типа: ячеистой, субзеренной, плоских дислокационных сеток.

В настоящей работе при изготовлении композита использовали холодную пластическую деформацию волочением. Вследствие этого, в структуре MgB_2 -сердцевинки наблюдается высокая плотность дислокаций (рис. 3–5), ко-

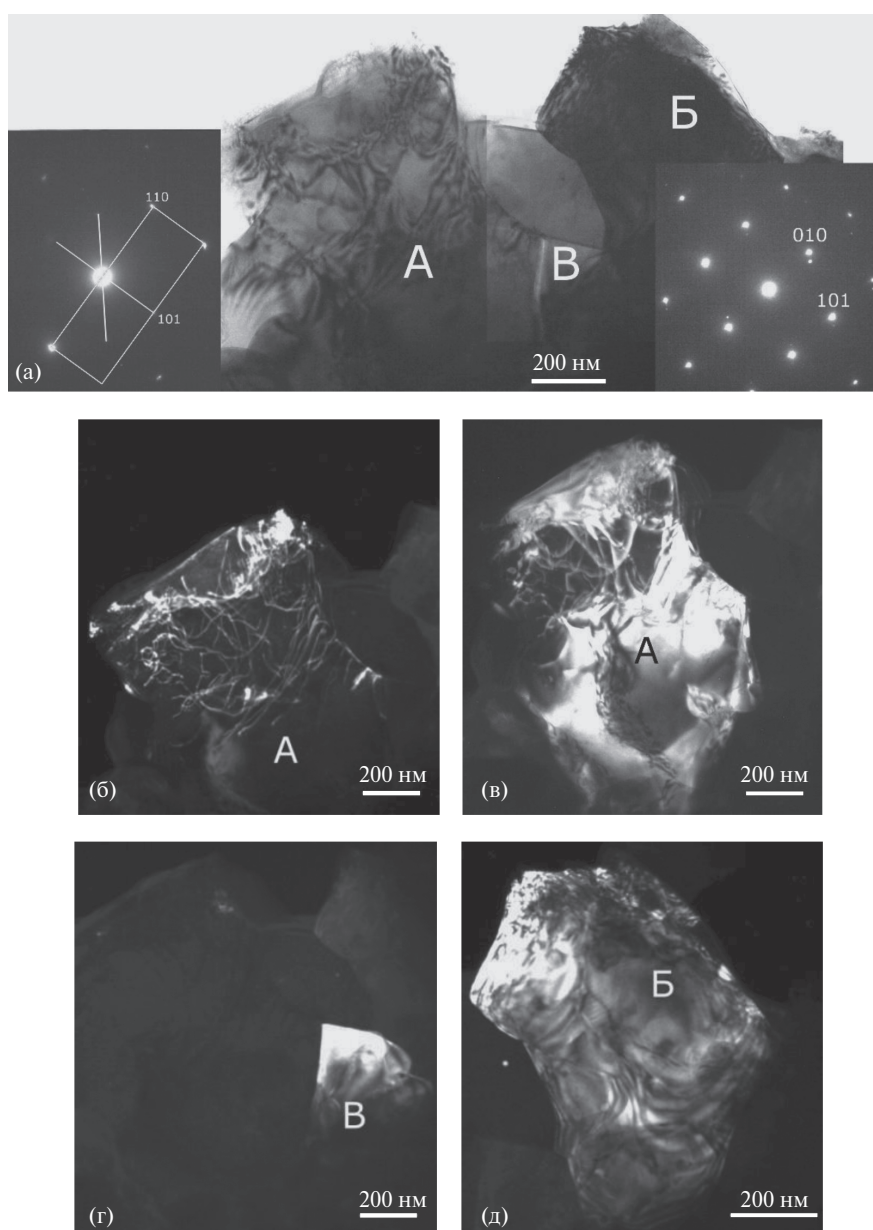


Рис. 3. ТЕМ-изображение структуры сердцевинки ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ без отжига: а — светлопольное изображение (на вставке слева — электронограмма от зерен А (белый прямоугольник) и В (белые линии), ось зоны $[101]_{\text{MgB}_2}$, на вставке справа — электронограмма от зерна Б, ось зоны $[101]_{\text{MgB}_2}$; б — темнопольное изображение в рефлексе $(110)_{\text{MgB}_2}$; в — темнопольное изображение зерна А в рефлексе $(110)_{\text{MgB}_2}$; г — темнопольное изображение зерна В в рефлексе $(202)_{\text{MgB}_2}$; д — темнопольное изображение зерна Б в рефлексе $(101)_{\text{MgB}_2}$.

торые, как оказалось, достаточно устойчивы к последующей термообработке. В зернах MgB_2 видна дислокационная ячеистая структура. Размер ячеек составляет 200–300 нм, ширина границ ячеек достигает 50–100 нм.

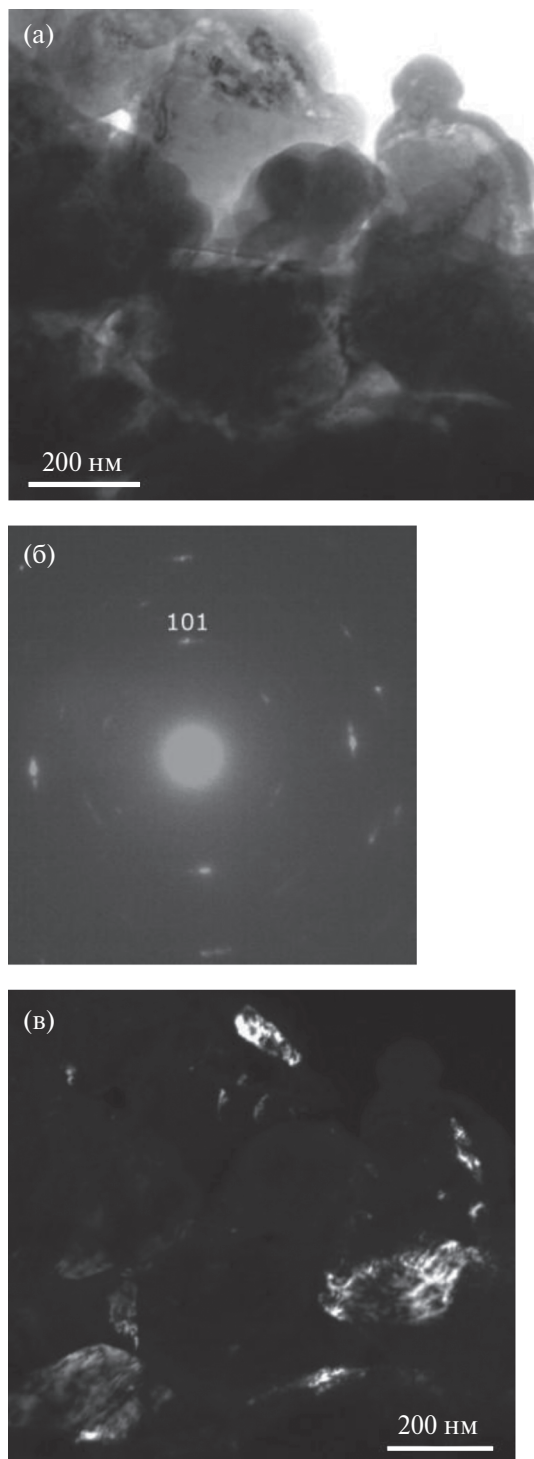


Рис. 4. ТЕМ-изображение структуры сердцевинки ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ без отжига: а — светлопольное изображение; б — электронограмма; в — темнопольное изображение в рефлексе $(101)_{\text{MgB}_2}$.

Электронограмма в левом нижнем углу рис. 3а содержит два набора дифракционных пятен. Один набор дифракционных пятен от зерна А (выделен прямоугольником на электронограмме), а другой — от зерна В (выделен белыми линиями на электронограмме). Электронограмма в правом нижнем углу рис. 3а получена от зерна Б. Точечный характер рефлексов на дифракционных картинах с выбранных областей от зерен А, Б и В может свидетельствовать, что разориентировки внутри зерен относительно невелики. Напротив, в кристаллитах (рис. 4 и 5) наблюдается ориентационный разброс, на что указывает изменение контраста внутри кристаллитов и азимутальное размытие рефлексов на дифракционных картинах (рис. 4б). По мнению [14] имеется прямая зависимость плотности критического тока от плотности дислокаций в поликристаллическом MgB_2 , и дислокационные ячейки являются сильными центрами пиннинга. Отметим, что ранее высокая плотность дислокаций, образующих субструктуру внутри

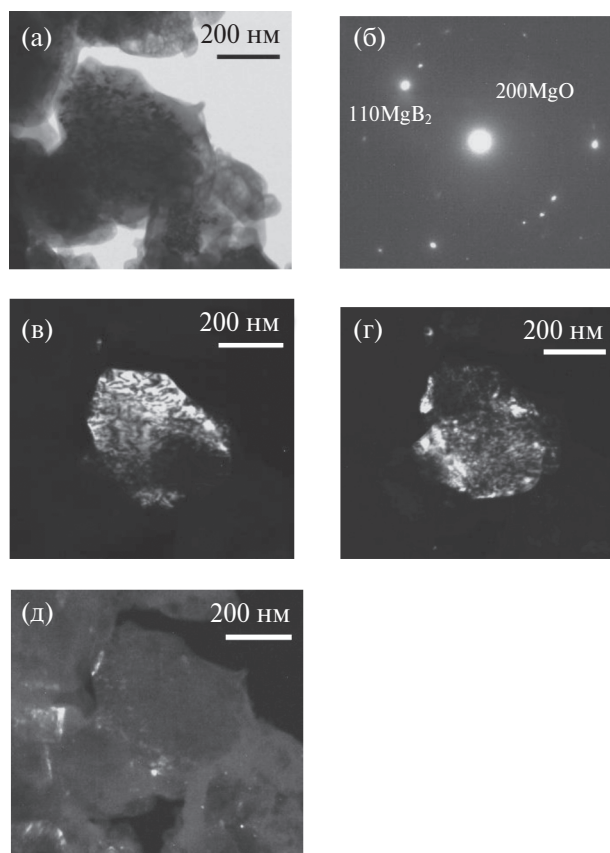


Рис. 5. ТЕМ-изображение структуры сердцевинки ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ без отжига: а — светлопольное изображение; б — электронограмма; в, г, д — темнопольные изображения в рефлексах $(110)_{\text{MgB}_2}$, $(110)_{\text{MgB}_2}$ и $(200)_{\text{MgO}}$ соответственно.

зерен MgB_2 , была обнаружена только после деформации частиц порошка методом горячего изостатического прессования [6] или спекания под сверхвысоким давлением [7].

Несмотря на то, что при использовании коммерческих порошков обычно наблюдается межкристаллитная прослойка MgO толщиной ~ 10 нм [15], в нашей работе границы зерен чистые, без оксидного слоя, что, возможно, связано с разрушением оксидного слоя вокруг каждой частицы при уплотнении порошка MgB_2 в процессе волочения провода [16].

На темнопольном изображении в рефлекс-с $d = 2.083 \text{ \AA}$, соответствующем $(110)_{\text{MgB}_2}$ и $(200)_{\text{MgO}}$, наблюдается очень небольшое количество мелких выделений размером 10–50 нм (рис. 5д). Энергодисперсионные спектры (ЭДС) (рис. 6) показывают, что частицы содержат гораздо больше кислорода, но меньше бора, чем окружающая матрица. Это позволяет предположить, что они могут принадлежать MgO , что соответствует результатам рентгеноструктурного анализа (рис. 1).

Известно, что термическая обработка при высоких температурах может резко изменить плотность дислокаций за счет возврата и рекристаллизации в металлических материалах. Напротив, в керамике гораздо меньше известно о тепловом влиянии на дислокации, образовавшиеся в процессе пластической деформации при комнатной температуре.

Как сообщается в работе [17], термообработка при температуре 800°C в течение 1 ч одножильного *ex-situ* композита приводит к снижению плотности дислокаций. В работе [7] показано, что дислокационные сетки образуются в процессе спекания под высоким давлением 5 ГПа при температуре 900°C , но отсутствуют в образцах, термообработанных при 1100°C .

В настоящей работе мы наблюдали высокую термическую стабильность дислокаций (рис. 7), введенных при комнатной температуре в керамику. Черно/белый контраст на электронномикроскопических изображениях указывает на значительные искажения, связанные с высокой плотностью дислокаций. Деформированная область при большем увеличении показана в верхней части рис. 7в, г. Отдельные дислокации почти не различимы. Причем, в мелких зернах не наблюдается заметной деформации кристаллической решетки, в то время как крупные зерна демонстрируют сильный деформационный контраст. Таким образом, температура и длительность отжига (900°C , 1 ч), по-види-

мому, оказались недостаточными для аннигиляции дислокаций. В работе [18] авторы соотнесли термическую стабильность дислокаций с сопутствующими изменениями механических свойств и показали, что увеличение плотности дислокаций, наблюдаемое после термической обработки, влияет на вязкость разрушения, что значительно увеличивает устойчивость к повреждениям.

В отличие от металлов, в керамике движение дислокаций, в основном, затруднено даже при значительных напряжениях [19]. Различие коэф-

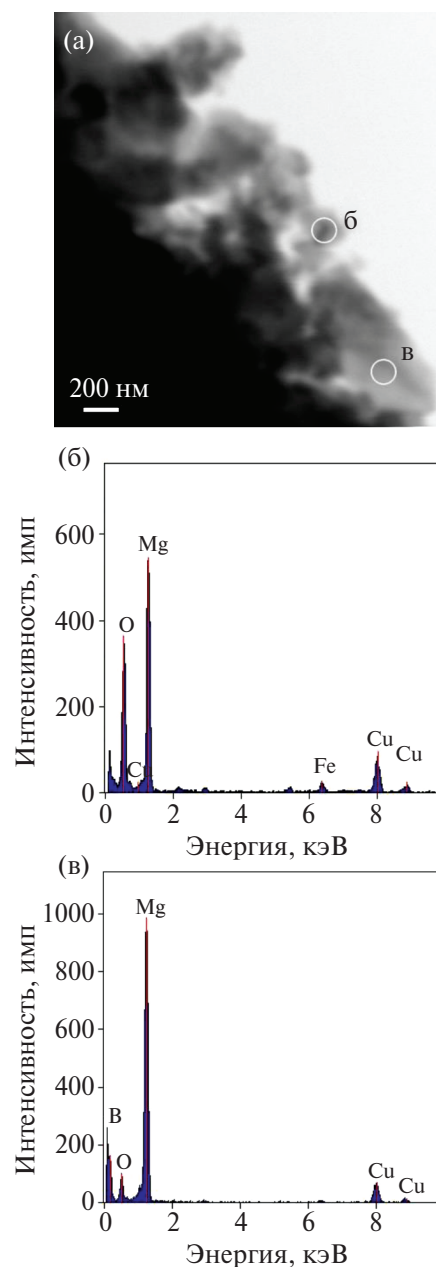


Рис. 6. Структура керамики MgB_2 (а) и ЭДС-спектры, полученные от частицы (б) и от матрицы (в).

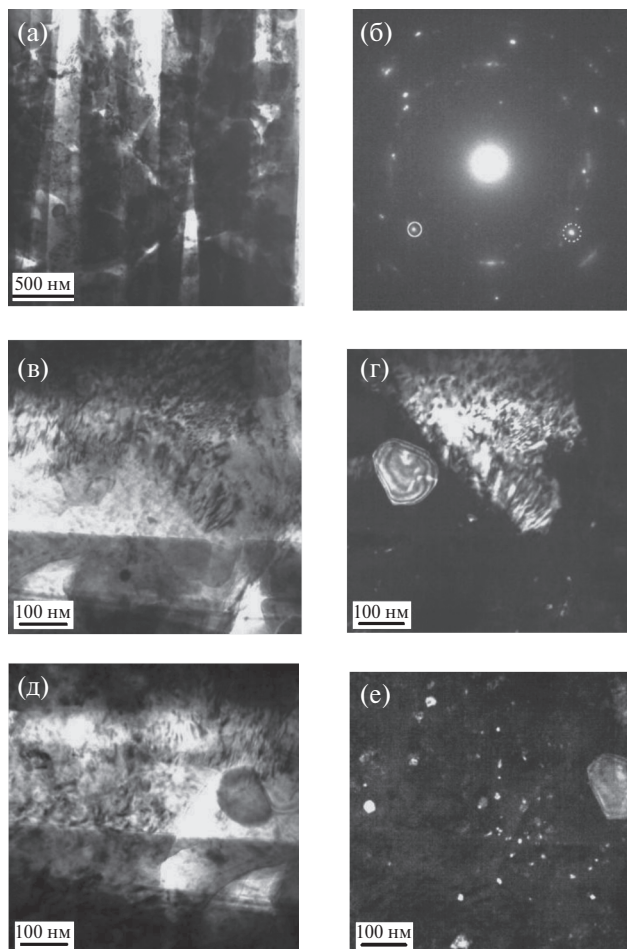


Рис. 7. ТЕМ-изображение структуры сердцевинки ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ после отжига: а — светлопольное изображение при меньшем увеличении; б — электронограмма; в — светлопольное изображение при большем увеличении; г — темнопольное изображение в рефлексе $\text{MgB}_{2(101)}/\text{MgO}_{(200)}$ (обведен сплошной линией); д — светлопольное изображение соседнего участка; е — темнопольное изображение в рефлексе $\text{MgB}_{2(101)}/\text{MgO}_{(200)}$ (обведен пунктирной линией).

фициентов теплового расширения материалов оболочки и порошковой сердцевинки приводит к термическим напряжениям. В условиях затрудненной аннигиляции дислокаций эти напряжения могут привести к растрескиванию. На рис. 8 и на светлопольном, и на темнопольном изображениях видна тонкая трещина (указана стрелками), проходящая через область с высокой плотностью дислокаций. Подобные трещины не наблюдались в не термообработанных образцах. В работе [20] трещины не были зафиксированы ни после деформации, ни после термообработки при 700°C . По-видимому, в процессе термообработки при 900°C сформировалась более плотная керамика с более высоким уровнем внутренних напряжений, скомпенсированных в объеме образца.

Известно, что для производства сверхпроводящих композитов на основе MgB_2 размер зерна (плотность границ зерен) имеет решающее значение, так как границы зерен служат центрами пиннинга [7]. Дефекты решетки, такие как дислокации, также могут являться эффективными центрами пиннинга потока [21]. На темнопольном изображении (рис. 7е) в рефлексах, принадлежащих MgB_2 и MgO (обведены пунктирной линией на рис. 7б), наблюдаются сравнительно крупное зерно фазы MgB_2 и мелкие частицы MgO . Частиц MgO значительно больше, чем в неотожженном композите, что согласуется с данными рентгеноструктурного анализа. Размер частиц составляет 10 нм и меньше, что означает, что они также могут выступать в качестве центров пиннинга [22].

Измерение ВТХ провода диаметром 1 мм показало, что сверхпроводящий переход в не

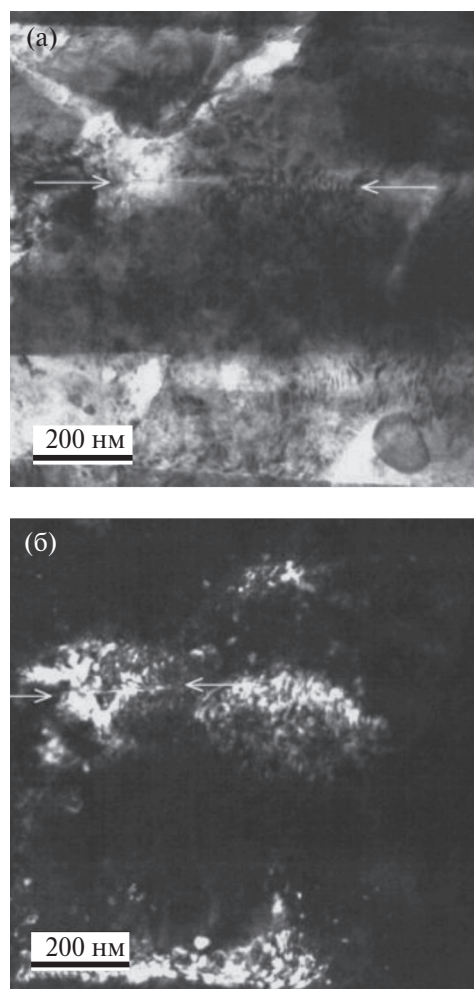


Рис. 8. ТЕМ-изображение структуры сердцевинки ленты $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ после отжига: а — светлопольное изображение; б — темнопольное изображение в рефлексе $\text{MgB}_{2(101)}$.

отожженном проводе происходит в интервале температур 17–26 К (рис. 9). Такая ширина сверхпроводящего перехода позволяет сделать вывод о наличии большого количества примесных фаз, которые могли сформироваться в процессе подготовки прекурсоров и изготовления провода.

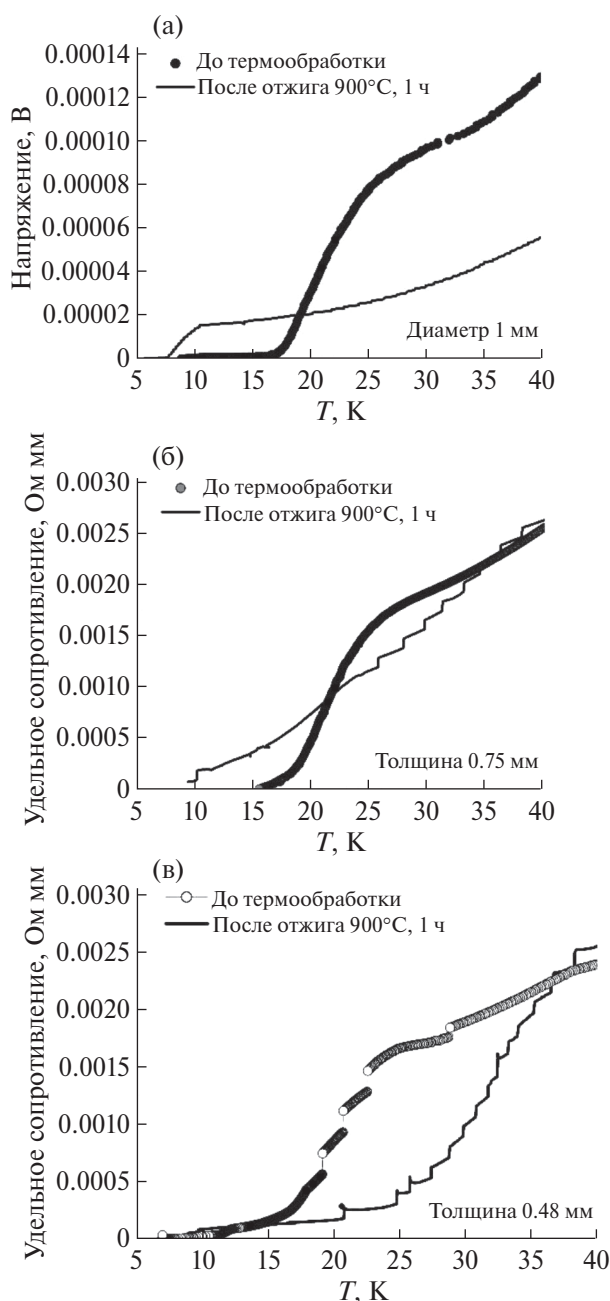


Рис. 9. Вольт-температурная характеристика провода диаметром 1 мм (а). Температурная зависимость удельного сопротивления лент толщиной 0.75 мм (б) и лент толщиной 0.48 мм (в).

ВТХ образца после термообработки также представлены на рис. 9а. Видно, что T_c снизилась и соответствует значению T_c ниобия (9.2 К), который является оболочкой/диффузионным барьером данного проводника.

Лента толщиной 0.75 мм (получена из исходного провода диаметром 1 мм) показала аналогичную круглому проводу аномалию. До термообработки $T_c=20.9$ К, $\Delta T=6.6$ К. А после термообработки перехода в сверхпроводящее состояние нет (рис. 9б).

В ленте толщиной 0.48 мм до термообработки T_c составила 19.1 К, $\Delta T=8.2$ К (рис. 9в), а после проведения термообработки T_c значительно повысилась до 28.7 К, $\Delta T=13.4$ К.

Полученный результат свидетельствует о недостаточно хорошей структуре сердцевинного провода MgB_2 , скорее всего, это связано с низкой плотностью сердцевинного провода.

Авторы статьи [20] для получения *ex-situ* композита $MgB_2/Nb, Cu$ с высоким критическим током 427 А (0 Тл, 4.2 К; $j_c \geq 10^5$ А/см²) использовали полидисперсный порошок. Композит $MgB_2/Nb, Cu$, структура которого исследована в настоящей работе, изготовлен *ex-situ* с сердцевинной из коммерческого монодисперсного порошка MgB_2 , состоящего из частиц микронного размера.

Преимущество использования полидисперсного порошка для уплотнения сердцевинного MgB_2 в композите можно объяснить следующим образом. Увеличение интервала размеров частиц порошка приводит к увеличению плотности за счет более эффективного заполнения объема. В работе [23] гранулирование было использовано как удобный метод приготовления искусственно агломерированных порошков для изучения процесса спекания в неоднородно-упакованных порошковых компактах. Межагломератные поры агломератного «каркаса формовки» [23] были частично или полностью заполнены индивидуальными частицами с образованием внутри этих пор локальных областей с низкой плотностью компакта. Причем, малый размер частиц в этих низкоплотных областях обеспечивал их высокую способность к спеканию. В работе [24] включение более крупных частиц в мелкозернистую порошковую основу способствовало более высокой плотности и меньшей общей пористости. Комбинация частиц двух различных размеров позволила мелкодисперсному порошку заполнить пустоты между более крупными частицами.

ВЫВОДЫ

Показано, что изготовление композита $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ (методом *ex-situ* из коммерческого порошка MgB_2 микронного размера) путем волочения композиционной заготовки приводит к недостаточному уплотнению материала сердцевины и, соответственно, к слабому переходу в сверхпроводящее состояние.

После уплотнения сердцевины в результате деформации осадкой круглого провода до ленты толщиной 0.48 мм T_c составила 19.1 К, $\Delta T=8.2$ К. Последующая термообработка повысила T_c до 28.7 К, $\Delta T=13.4$ К.

В сердцевине ленты наблюдали высокую плотность дислокаций. Отжиг при 900°C, 1 ч не привел к снижению плотности дислокаций и к заметному росту зерна MgB_2 . Кроме того наблюдали частицы MgO размером менее 10 нм. Все эти структурные дефекты (дислокации, границы зерен, наночастицы MgO) могут выступать в качестве центров пиннинга. Полученная микроструктура MgB_2 является благоприятной для достижения высокой токонесущей способности, но только при условии высокой плотности сердцевины с хорошей межзеренной связью между частицами диборида магния.

Работа выполнена в рамках госзадания Минобрнауки (тема «Давление», Г.р. № АААА-А18-118020190104-3). Электронно-микроскопические и рентгеноструктурные исследования проведены в отделах электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа ЦКП ИФМ УрО РАН.

Авторы выражают благодарность Т.Б. Чариковой и К.В. Туруткину за помощь в проведении эксперимента.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Криницина Т.П., Кузнецова Е.И., Дегтярев М.В., Блинова Ю.В. Сверхпроводники на основе MgB_2 : структура и свойства // ФММ. 2021. Т. 122. С. 1271–1295.
2. Yamamoto K., Osamura K., Balamurugan S., Nakamura T., Hoshino T., Muta I. Mechanical and superconducting properties of PIT-processed MgB_2 wire after heat treatment // Supercond. Sci. Technol. 2003. V. 16. P. 1052–1058.
3. Collings E.W., Sumption M.D., Bhatia M., Susner M.A., Bohnenstiehl S.D. Prospects for improving the intrinsic and extrinsic properties of magnesium diboride superconducting strands // Supercond. Sci. Technol. 2008. V. 21. P. 103001.
4. Lei Z.Y., Yao C., Guo W.W., Wang D.L., Ma Y.W. Progress on the Fabrication of Superconducting Wires and Tapes via Hot Isostatic Pressing // Materials. 2023. V. 16. P. 1786.
5. Gajda D., Morawski A., Zaleski A.J., Häßler W., Nenkov K., Rindfleisch M.A., Żuchowska E., Gajda G., Czujko T., Cetner T., Hossain M.S.A. The critical parameters in in-situ MgB_2 wires and tapes with *ex-situ* MgB_2 barrier after hot isostatic pressure, cold drawing, cold rolling and doping // J. Appl. Phys. 2015. V. 117. P. 173908.
6. Liao X.Z., Serquis A., Zhu Y.T., Civalo L., Hammon D.L., Peterson D.E., Mueller F.M., Nesterenko V.F., Gu Y. Defect structures in MgB_2 wires introduced by hot isostatic pressing // Superconductor Sci. Technol. 2003. V. 16. № 7. P. 799–803.
7. Gao Z.L., Santra S., Amirkhanlou S., Eardley E., Wort C., Grovenor C.R.M., Speller S.C. Microstructures and superconducting properties of MgB_2 bulk samples processed by ultra-high pressure-assisted sintering // J. European Ceramic Soc. 2022. V. 42. № 16. P. 7481–7490.
8. Park J.W., Ahn J.H. Superconducting properties of spark plasma sintered MgB_2 // Rev. Adv. Mater. Sci. 2011. V. 28. P. 181–184.
9. Bohnenstiehl S.D., Susner M.A., Dregia S.A., Sumption M.D., Donovan J., Collin E.W. Experimental determination of the peritectic transition temperature of MgB_2 in the Mg–B phase diagram // Thermochim. Acta. 2014. V. 576. P. 27–35.
10. МЭК (IEC) 61788-10 – Critical Temperature of Composite Superconductors by a Resistance Method.
11. Кузнецова Е.И., Сударева С.В., Криницина Т.П., Блинова Ю.В., Романов Е.П., Акшенцев Ю.Н., Дегтярев М.В., Тихоновский М.А., Кисляк И.Ф. Механизм образования и особенности структуры массивных образцов соединения MgB_2 // ФММ. 2014. Т. 115. № 2. С. 186–197.
12. Кузнецова Е.И., Акшенцев Ю.Н., Есин В.О., Сударева С.В., Блинова Ю.В., Дегтярев М.В., Новожинов В.И., Романов Е.П. Механизмы образования массивной сверхпроводящей фазы MgB_2 при высоких температурах // ФТТ. 2015. Т. 57. № 5. С. 859–865.
13. Олейник Г.С. Структурные механизмы пластической деформации керамических материалов // Электронная микроскопия и прочность материалов. Сер.: Физическое материаловедение, структура и свойства материалов. 2014. № 20. С. 3–30.
14. Mikheenko P. Dislocations as Origin of High Critical Current Density in Bulk MgB_2 // 2019 IEEE 9th International Conference Nanomaterials: Applications & Properties (NAP), Odessa, Ukraine, 2019. P. 1–4.

15. Кузнецова Е.И., Криницина Т.П., Блинова Ю.В., Дегтярев М.В. Вторичные фазы в сверхпроводящей керамике // ФММ. 2023. Т. 124. № 7. С. 644–652.
16. Kovač P., Melišek T., Kopera L., Hušek I., Polak M., Kulich M. Progress in electrical and mechanical properties of rectangular MgB_2 wires // Supercond. Sci. Technol. 2009. V. 22. P. 075026.
17. Sobrero C.E., Malachevsky M.T., Serquis A. Core Microstructure and Strain State Analysis in MgB_2 Wires with Different Metal Sheaths // Advanc. Cond. Matter Physics. 2015. V. 2015. Article ID 297363. <http://dx.doi.org/10.1155/2015/297363>.
18. Salem N., Ding K., Rödel J., Fang X.F. Thermally enhanced dislocation density improves both hardness and fracture toughness in single-crystal SrTiO_3 // J. Am. Ceram. Soc. 2023. V. 106. P. 1344–1355.
19. Porz L. 60 years of dislocations in ceramics: A conceptual framework for dislocation mechanics in ceramics // International Journal of Ceramic Engineering & Science. 2002. V. 4. № 4. P. 214–239.
20. Криницина Т.П., Кузнецова Е.И., Блинова Ю.В., Раков Д.Н., Белотелова Ю.Н., Сударева С.В., Дегтярев М.В., Романов Е.П. Структура и стабильность сверхпроводящей сердцевинки одножильного трубчатого композита $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ с высоким критическим током // ФММ. 2014. Т. 115. № 6. С. 573–582.
21. Li S., White T., Laursen K., Tan T.T., Sun C.Q., Dong Z.L., Li Y., Zho S.H., Horvat J., Dou S.X. Intense vortex pinning enhanced by semicrystalline defect traps in self-aligned nanostructured MgB_2 // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 83. № 2. P. 314–316.
22. Кузнецова Е.И., Криницина Т.П., Блинова Ю.В., Дегтярев М.В., Сударева С.В. Тонкая структура массивного сверхпроводника MgB_2 после деформации и термической обработки // ФММ. 2017. Т. 118. № 4. С. 364–371.
23. Галахов А.В. Неоднородность упаковки в порошковых компактах и прочность получаемой из них керамики // Огнеупоры и техническая керамика. 1997. № 5. С. 14–19.
24. Marczyk J., Hebda M. Effect of the Particle Size Distribution of Irregular Al Powder on Properties of Parts for Electronics Fabricated by Binder Jetting // Electronics. 2023. V. 12. P. 2733.

STRUCTURAL DEFECTS OF SUPERCONDUCTING CORE OF THE SINGLE FIBER $\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$ COMPOSITE

E. I. Kuznetsova^{1,*}, T. P. Krinitsina¹, Yu. V. Blinova¹, M. V. Degtyarev¹, P. V. Konovalov²,
K. K. Dikhteyevskaya², I. M. Abdyukhanov², and A. S. Tsapleva²

¹Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia

²AO VNIINM, Moscow, 123098 Russia

*e-mail: monocrist@imp.uran.ru

The microstructure of the MgB_2 core of the single fiber composite consisting of MgB_2 , the Nb barrier, and the Cu shell ($\text{MgB}_2/\text{Nb,Cu}$), which is synthesized by the powder-in-tube method with an ex situ option and by subsequent annealing, has been studied. It is shown that a dislocation microstructure that exhibits high thermal stability is formed in the MgB_2 core during cold deformation, in addition to powder compaction. A high dislocation density is observed inside MgB_2 grains. Dislocations form walls with small misorientation angles between subgrains. Annealing at a temperature of 900°C for 1 h leads to a higher density of MgB_2 ceramics, and the intergranular contact area increases. Moreover, MgO inclusions with a size of 10 nm or less are formed. Thus, various kinds of structural defects are formed, which can be considered as probable pinning centers for the magnetic flux.

Keywords: magnesium diboride, secondary phases, sintering, structural defects