

С 393 Ж

А-676

АНИЩЕНКО, Н.Г. и др.



Б 2-8-7020.

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Б 2-8-7020

ДЕПОНИРОВАННАЯ ПУБЛИКАЦИЯ

Дубна 19 73

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лаборатория высоких энергий

БЭ-8-7020

Анщенко Н.Г., Васищев В.А., Китников Б.З., Крылов В.В.,
Приходько Д.В., Пряничников В.И., Шинов Д.А.

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ШИН

с. ф. 3501

Руководитель института
В. И. ШИЛОВ
23 марта 73

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
СЕРВИСНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
СЛУЖБА

Дубна, 1973 г.

А Н Н О Т А Ц И Я

В криогенном отделе ЛВЭ ОИЯИ сконструированы и изготовлены стабилизированные сверхпроводящие шины, из которых навиты несколько лабораторных соленоидов и крупный модельный соленоид. Описываются технология и установки для получения шин методами непрерывной пайки и электролитического осаждения меди на сверхпроводящую проволоку и медную подложку.

Оглавление

	стр.
I Введение	3
II Метод пайки	4
I. Конструкция шины	4
2. Описание установок	5
III Метод электролитического осаждения меди	6
I. Конструкция шины	6
2. Схема технологического процесса	7
3. Электролиты	9
4. Установка для меднения с "спиральным" барабаном	9
5. Установка для меднения на цилиндрическом барабане	II
IV Выводы	I4
Литература	I5

Введение

В течение нескольких лет, начиная с 1965 года, ряд научно-исследовательских институтов в нашей стране и за рубежом изготовили полупромышленным способом большое количество лабораторных сверхпроводящих магнитов (СПМ), обладающих частичной или полной стабилизацией. Позднее стабилизированные проводники начала выпускать промышленность, которая получила научнообоснованные рекомендации от институтов по выбору и оптимальной термообработке сверхпроводников, по конструкции и технологии изготовления шин. Был передан опыт, полученный при создании и эксплуатации крупных СПМ, одновременно экспериментаторы из различных областей науки получили надежные, удобные и сравнительно дешевые магниты.

Лабораторные соленоиды средних размеров нужны были и в ОИЯИ, в частности, для оснащения экспериментальной базы криогенного отдела ЛВЭ. Кроме того, в связи с планами строительства СПМ для многокубовой водородной пузырьковой камеры [1] возникла задача создания модели СПМ с шиной большого сечения, способной пропускать токи в несколько килоампер при напряженности магнитного поля до 40 кэ. Для решения упомянутых задач в КО ЛВЭ освоена технология изготовления шин методами пайки и электролитического осаждения меди и изготовлены соленоиды внутренним диаметром от 40 до 100 мм с напряженностью поля 30 + 50 кэ и модельная СПМ внутренним диаметром 350 мм на поле 25 кэ [2].

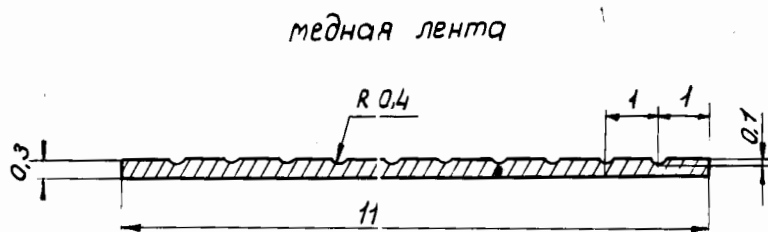
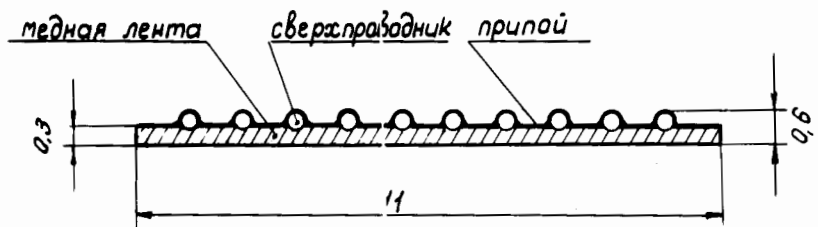
Вначале, как более простой, освоен метод непрерывной пайки сверхпроводящих проволок марки НЦ-50 к медной фольге. Однако паяная шина имеет некоторые недостатки. Во-первых, чистота меди в фольге даже марки МБ сравнительно невелика - её удельное сопротивление ρ при $4,2^{\circ}\text{К}$ ($\rho_{273^{\circ}\text{К}}/\rho_{4,2^{\circ}\text{К}} \approx 60$) примерно в два раза выше по сравнению с ρ осажденной при электролитическом процессе меди ($\rho_{273^{\circ}\text{К}}/\rho_{4,2^{\circ}\text{К}} \approx 130$), что снижает стабилизирующую способность фольги в СПМ. Во-вторых, установки для пайки шин большого сечения получаются чрезмерно громоздкими. Эти причины привели к тому, что паяная шина применена в небольших соленоидах с частичной стабилизацией, а более крупные соленоиды, в том числе, и модель [2] изготовлены из ленты, полученной путем меднения на барабанах.

Ниже описаны технология и установки для изготовления сверхпроводящих шин, созданные в КО ЛВЭ.

II. Метод пайки

I. Конструкция шины

Во всех описываемых шинах применена сверхпроводящая проволока марки НЦ-50 в латунном (Л-62) покрытии. Диаметр сверхпроводящего ядра составляет 0,25 мм, наружный диаметр проволоки - 0,33 мм. Проволока припаяна к медной шине с неглубокими продольными канавками (рис. I). Использована медь М1 и припой ПОС-50. Требования к электропроводности припоя невысоки, так как вклад слоя припоя (20 + 50 мкм) в тепло- и электросопротивление между сверхпроводящим ядром и медной лентой соизмерим с вкладом латунного покрытия. Расход припоя на изготовление ленты невелик,



Количество канавок от 10 до 20

Рис. 1. Конструкция сверхпроводящей шины, изготовленной методом пайки.

что позволяет применить вместо ПОС и более дорогой индий. Неглубокие канавки на шине прокатаны в ручных валиках и служат для равномерного распределения проволоки по сечению шины и для получения большей поверхности соприкосновения сверхпроводника и меди. Технология прокатки аналогична описанной в [3].

2. Описание установок

Технология пайки была отработана на небольшой установке (рис. 2). Из образцов лент, изготовленных на установке, навиты пробные катушки внутренним диаметром 20 мм. Результаты испытаний катушек оказались удовлетворительными. Выяснились недостатки установки, главный - это положение сальника для снятия припоя с ленты, выходящей из ванны, ниже уровня припоя. Сальник быстро забивается припоем и окислами. Поэтому в новой установке, рассчитанной на изготовление большого количества ленты, сальник расположен над уровнем припоя с таким расчетом, что основное количество припоя, увлекаемое лентой, успеваеет стечь до её попадания в сальник.

Схема более крупной усовершенствованной установки производительностью ~ 5 м шины в минуту представлена на рис. 3. Сверхпроводящие проволоки навиты на отдельные катушки I, которые слегка приторможены с помощью резиновой пластины. Профилированная медная лента размещена на барабане 2. Проволоки, сматываемые с катушки I, пропускаются через тормоз 3 и гребенку 4, обеспечивающую распределение проволок по канавкам ленты. Перед ванной с расплавленным припоем 5 лента и проволока смачиваются флюсом ($ZnCl_2$), находящимся в ваннах 6, с помощью поролонового

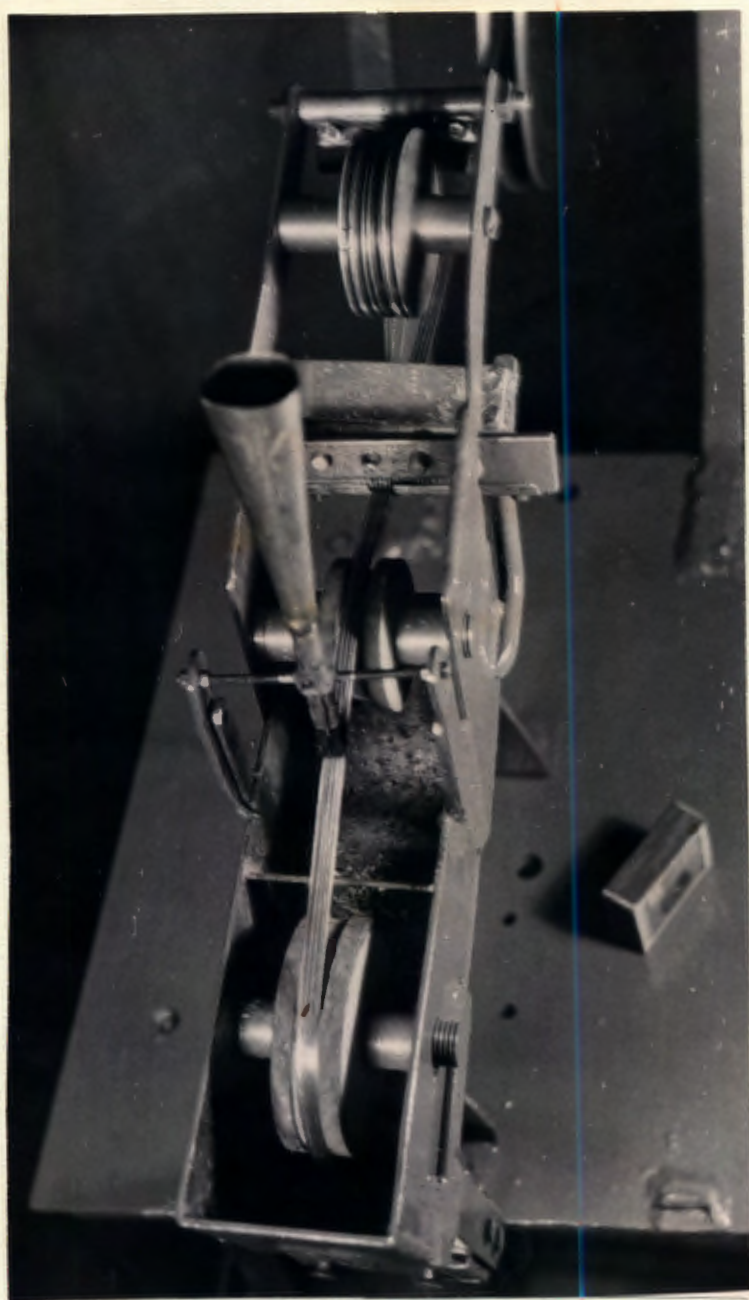


Рис. 2. Установка для изготовления сверхпроводящей шины методом пайки.

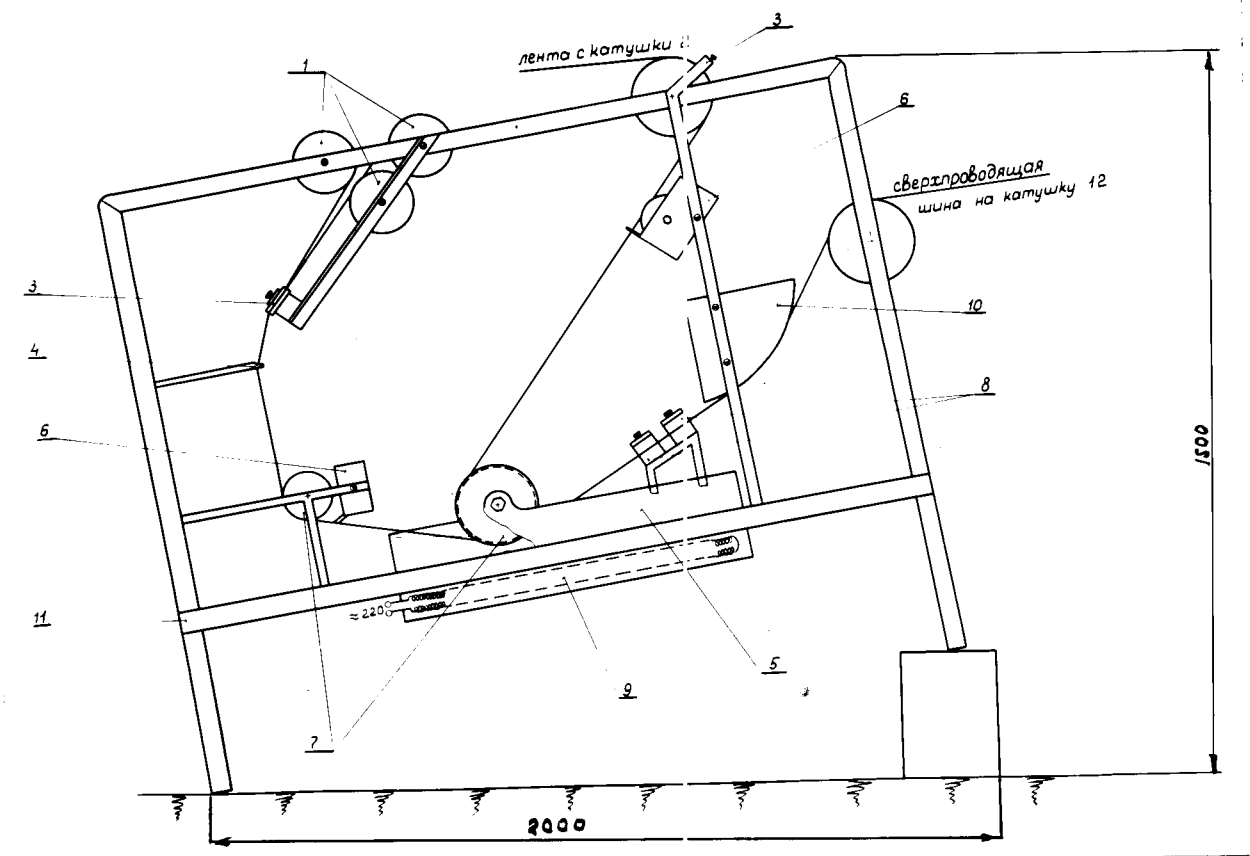


Рис. 3. Схема устанoвки для изготовления сверхпроводящей шины методом пайки.

ролика и кисточки и по направляющим роликам 7 направляются в ванну. После ванны избыток припоя снимается сальником 8, от работы которого в значительной мере зависит качество шины. Сальник не должен забиваться припоем и оставлять на ленте частиц уплотняющего материала. Испробованы различные наполнители - асбест, кожа и фторопласт, который показал лучшие результаты. В последнем варианте использована пленка из фторопласта толщиной 0,3 мм, которая с двух сторон охватывает шину и поджимается к ней с помощью резиновых прокладок. Сальник разбит на две части - черновую и чистовую.

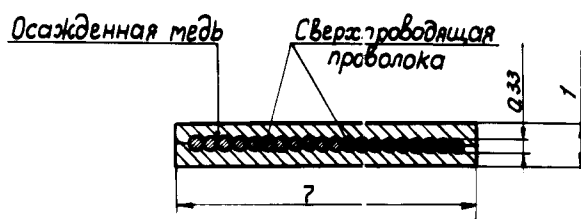
Припой плавится с помощью электроплитки 9. Лента после сальников охлаждается, соприкасаясь с криволинейной стенкой бачка 10, наполняемого водой. Дополнительное охлаждение, в случае необходимости, может вестись с помощью воздушного обдува. Все описанные элементы установки укреплены на сваренной из уголков стойке 11. Готовая шина навивается на тянущий барабан 12.

После изготовления партии шина промывается в ванне с теплой водой при перемотке с барабана на барабан.

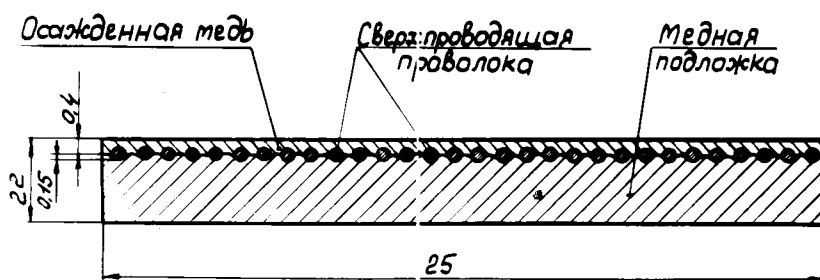
III. Метод электроосаждения меди

I. Конструкция шины

С помощью электролитического осаждения меди изготовлены шины двух конструкций (рис. 4). Вариант А - шина, состоящая из сверхпроводящих проволок марки НЦ-50, покрытых с обеих сторон осажденной медью. Шина предназначена для лабораторных соленоидов средних размеров и рассчитана на токи 600-1000 а. Вариант Б - шина с медью, осажденной на ленту из меди марки МБ и находящуюся



Вариант А



Вариант Б

Рис. 4. Конструкция сверхпроводящей шины, изготовленной методом электролитического осаждения меди.

Вариант А. Двухстороннее меднение сверхпроводящей проволоки.

Вариант Б. Осаждение меди на медную подложку и сверхпроводящую проволоку.

на ней проволоку НЦ-50. Из этой шины навит модельный соленоид [2] весом около 700 кг.

Расчетный рабочий ток шины при условии полной стабилизации в условиях торцевого охлаждения жидким гелием - 2500 а.

Толщина осажденной меди в обоих вариантах не превышала 0,4 мм, попытки получать более толстые слои приводили к ухудшению качества поверхности (наросты, шероховатости). В медной подложке имеются канавки для фиксации проволок, полученные прокаткой, после которой лента проходила светлый отжиг.

Качество осажденной меди проверялось по прочности сцепления проволоки с подложкой и по внешнему виду. При испытании на изгиб пробная шина выдерживала 60 сгибаний на 90° до полного разлома, причем при 20-м сгибании появилась первая трещина и отслаивание покрытия.

2. Схема технологического процесса

Метод электроосаждения меди находит широкое применение в промышленности для получения покрытий [4], [5]. Однако в большинстве случаев толщина осажденного слоя невелика - от 10 до 60 мкм [6], стр. 209. Получение необходимого в нашем случае слоя толщиной 0,3 + 0,4 мм вполне возможно при соблюдении в основном стандартной технологии подготовки и меднения с реверсированием тока [4] с хорошим перемешиванием электролита.

Порядок операций подготовки и работы следующий:

I. Очистка поверхности катода (лента-подложка и сверхпроводящая проволока): механическое удаление грязи и следов масла (металлической щеткой).

Химическое обезжиривание "венской известью", разведенной в воде до состояния жидкой кашицы, которую наносят на поверхность ленты-подложки и растирают волосистой щеткой.

Промывка в горячей и холодной воде.

Травление 10% раствором азотной кислоты с целью удаления окислов.

Повторная промывка в горячей и холодной воде.

Сушка.

Сверхпроводящая проволока перед прохождением перечисленных операций протирается ваткой, смоченной ацетоном, для удаления следов графита, оставшихся после её изготовления.

2. Электролитическое осаждение меди.

Меднение на цилиндрическом барабане (см. раздел III.5) ведется в кислом электролите при температуре 30-36⁰ С. Катодная плотность тока поддерживается около 243 а/дм². Реверс тока составлял 10:2(сек). Скорость осаждения примерно равна 20 мкм/час. Осуществляется постоянное перемешивание электролита. Один раз в неделю проводится корректировка и фильтрация электролита.

3. Обработка после меднения

Промывка в холодной воде, сушка.

Пассивирование с помощью хромового ангидрида.

Промывка горячей и холодной водой, сушка.

4. Контроль качества покрытия.

3. Электролиты

Нанесение медных покрытий обычно производится в кислых и цианистых электролитах. Цианистый электролит не был применен из-за его токсичности.

Состав кислого электролита:

медь сернокислая ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) - 200 г/литр дистиллированной воды;

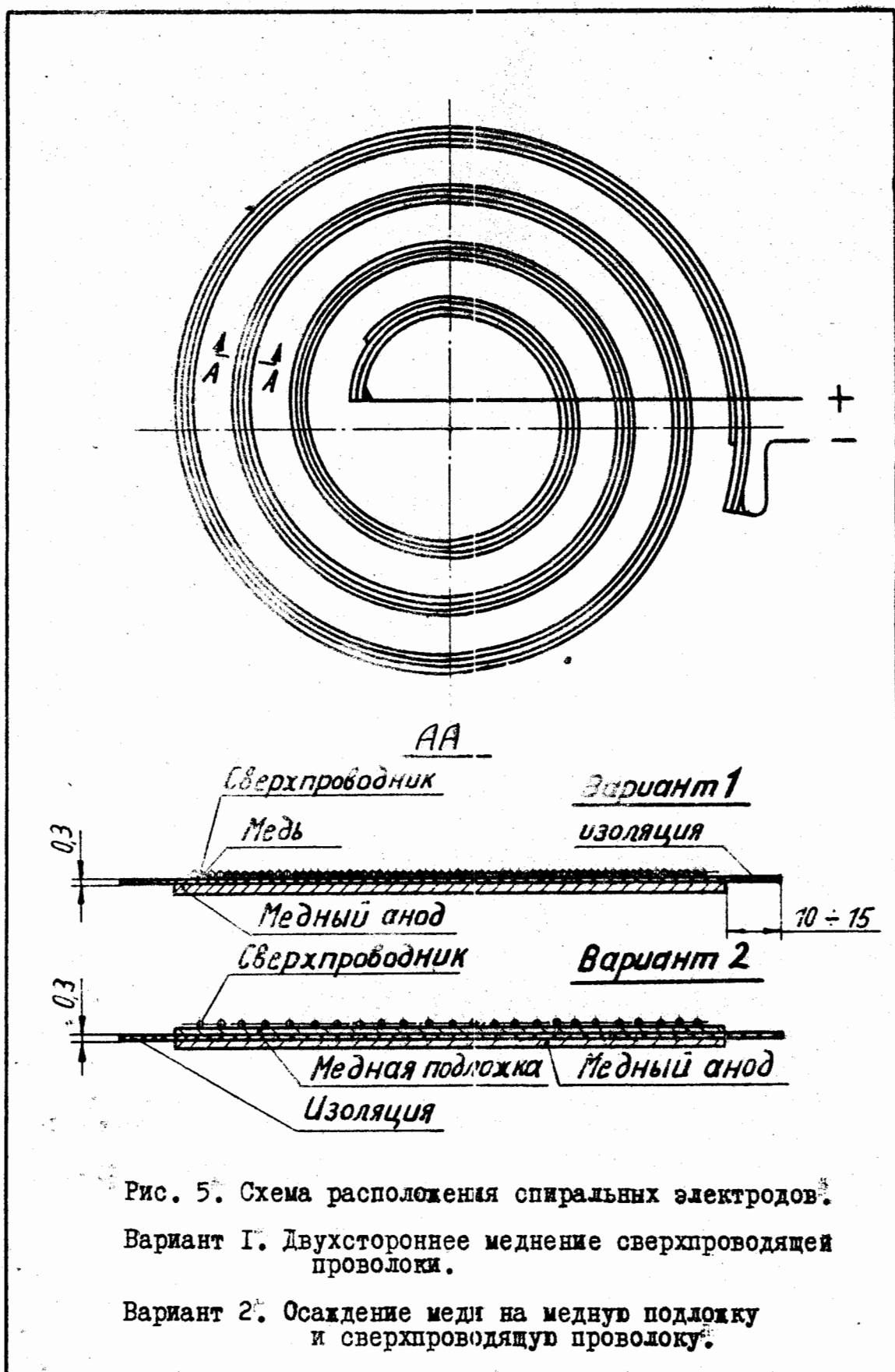
кислота сернокислая (H_2SO_4) марки ЧДА или ОСЧ - 50 г/литр дистиллированной воды;

спирт этиловый ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) - 5 г/литр дистиллированной воды.

В этом электролите анодный и катодные выходы по току примерно одинаковы, поэтому при работе не происходит резкого изменения состава электролита. Корректировка производится в соответствии с данными анализа, при двухсменной работе - примерно один раз в неделю. Простота состава, стабильность, невысокая стоимость и хорошее качество покрытия позволяют использовать этот электролит для изготовления стабилизированных шин.

4. Установка для меднения со спиральным барабаном

Общепринятая технология меднения сверхпроводящих шин связана с применением цилиндрического барабана (см. раздел Ш.5). В таких случаях установки имеют большие габариты, так как пространство внутри барабана не используется. В КО ЛВЭ предложен и осуществлен способ меднения со "спиральным" барабаном, при котором катод и анод, разделенные изолятором, свиваются в спираль (рис. 5). Если пойти на минимальное расстояние между



Электродами, то можно в несколько раз уменьшить размеры ванны и объем электролита. Несколько упрощается конструкция для намотки сверхпроводящей проволоки и медной подложки, так как отсутствует поперечная подача, которая необходима в случае цилиндрического барабана. Однако предложенному способу присущ и ряд недостатков. Во-первых, малое расстояние между электродами приводит к уменьшению выхода осажденной меди и неравномерному её распределению по поверхности (больше у краев). Последнее обстоятельство заставляет применять отвлекающие катоды, расположенные по краям шины.

Во-вторых, недостаточное распределение покрытия по длине. И, в-третьих, необходимость укладывать в барабан уже очищенные и вполне подготовленные для меднения компоненты, что менее удобно, чем очистка непосредственно на цилиндрическом барабане. Эти причины заставили нас перейти к традиционной технологии на том этапе, когда потребовалось изготовить большое количество шин.

Спираль (рис. 5) состоит из медной ленты-анода (сечением $1 \times 70 \text{ мм}^2$, медь М1), изоляционной ленты (пленка полиэтилентерефталатная сечением $1 \times 80 \text{ мм}^2$), подложки будущей шины, служащей катодом (медная лента сечением $0,5 \times 50 \text{ мм}^2$), двух отвлекающих катодов, расположенных по краям подложки (медная лента $0,5 \times 10 \text{ мм}^2$) и сверхпроводящей проволоки.

Навивка спирали осуществляется с помощью приспособления (рис. 6), которое содержит:

1. Катушка для намотки "пакета" (анод, изоляция, катод).
2. Спицы.
3. Гребенка для укладывания сверхпроводящих проволок.

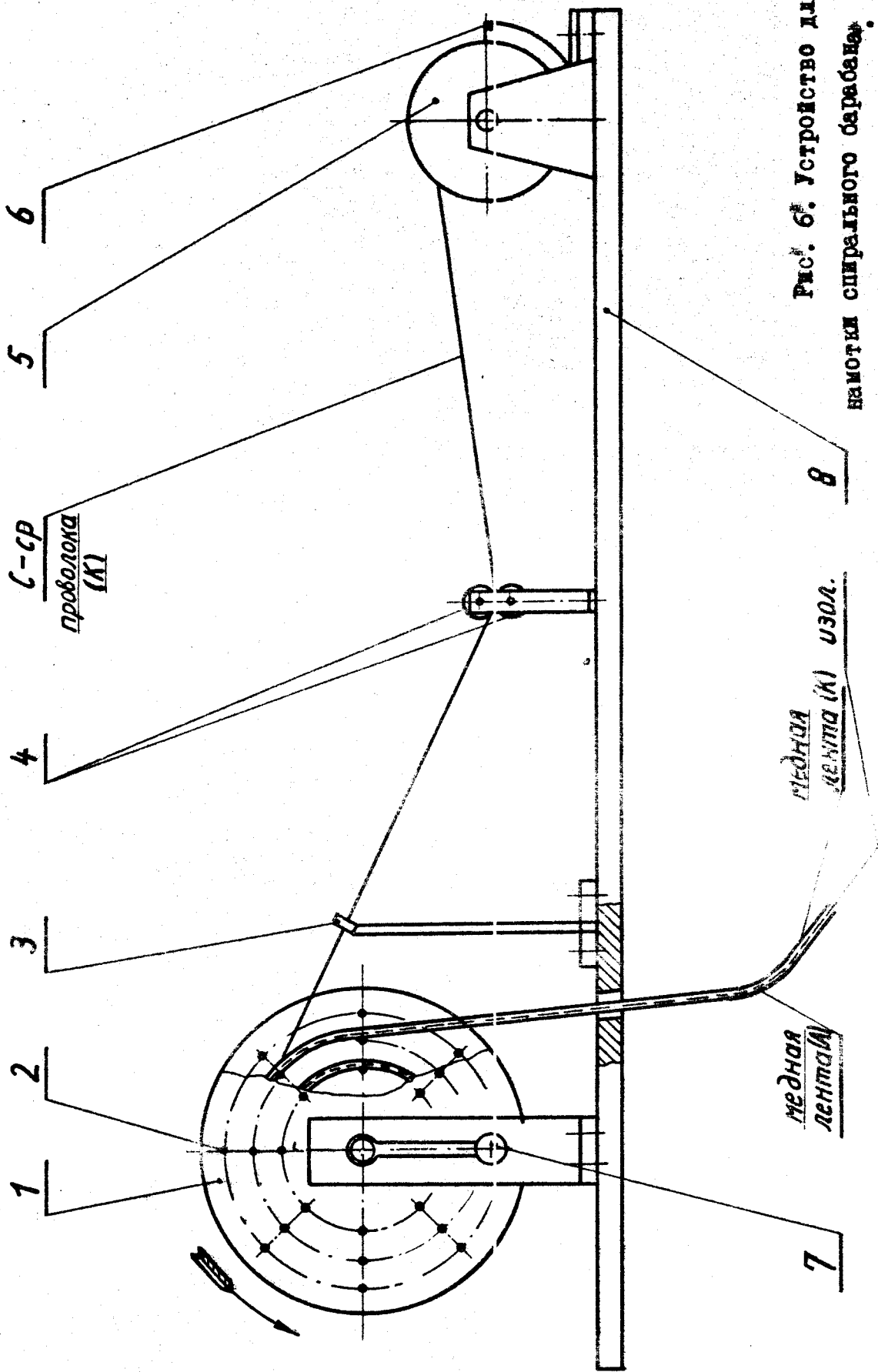


Рис. 6. Устройство для
намотки спирального барабана.

4. Устройство для натяжения сверхпроводящих проволок.
5. Катушки со сверхпроводящими проволоками.
6. Устройство для торможения катушек со сверхпроводящей проволокой.
7. Ручка для вращения барабана.

Порядок сборки спирального барабана следующий:

Катушка I с фланцами закрепляется на оси. Пакет (анод-катод-изоляция) свернут в рулон. Сверхпроводящая проволока, намотанная на катушки 5, с помощью приспособления для натяжения проволоки 4 и гребенки 3 плотно укладывается в продольные канавки основного катода. При помощи ручки 7 катушка с фланцами приводится в движение, по мере поступления "пакета" на катушку во фланцы ставятся спицы 2, обеспечивающие заданный шаг намотки. Все устройство для намотки спирального барабана крепится на раме 8.

Катушка в сборе погружается в ванну с электролитом (рис. 7). Величина шага намотки определяется возможностью протекания процесса осаждения. Намотка и меднение проводилась с шагом 5 мм, 10 мм, 15 мм. При шаге 5 мм осаждение идет слабо из-за обеднения раствора между анодом и катодом, поэтому необходимо перемешивание и подогревание электролита, плотность тока $D_k = 1+1,5 \text{ а/дм}^2$. Температура электролита $18+20^\circ\text{C}$.

5. Установка для меднения на цилиндрическом барабане

Для намотки, меднения и химической обработки до и после меднения применен цилиндрический барабан, свальцованный из листовой нержавеющей стали. Поверхность барабана механически не обра-

батывалась, а только зачищалась шкуркой.

Подготовка сверхпроводящей шины к меднению проводится в специальном приспособлении (рис. 8). На стойках I приспособления установлен барабан 2 диаметром 550 мм и высотой 1440 мм. С помощью пайки 3 концы сверхпроводящей проволоки 4 закреплены на медной подложке 5, предварительно намотанной на барабан. Концы медной подложки закреплены на барабане болтами. Сверхпроводящая проволока укладывается в канавки медной подложки с помощью направляющего ролика 6.

Приспособление для равномерной подачи проволоки по виткам состоит из щечек 7, гребенки 8, катушек 9, шестигранной направляющей 10 и тормоза для натяжения проволок II.

Сверхпроводящая проволока сходит с катушек и проходит через гребенку, которая собирает ее в пучок, и затем через направляющий ролик укладывается на медную подложку (рис. 4, вариант Б), либо прямо на барабан (рис. 4, вариант А). В качестве проставки между витками служит медная изолированная эмалью проволока.

Барабан с намотанной лентой и проволокой, прошедший соответствующую обработку, загружается в ванну для меднения (рис. 9), устроенную следующим образом. Токпроводящее кольцо I с навешанными на него анодами 2, изготовленными из меди марки МЗ сечением $10 \times 100 \text{ мм}^2$, устанавливается на изолирующих проставках 3 на края футерованного винипластом 4 сосуда 5, который сварен из нержавеющей стали. Внутренний диаметр сосуда 700 мм, высота 1380 мм, емкость ~ 500 л. электролита. Для перемешивания электролита имеется воздушный насос 6.

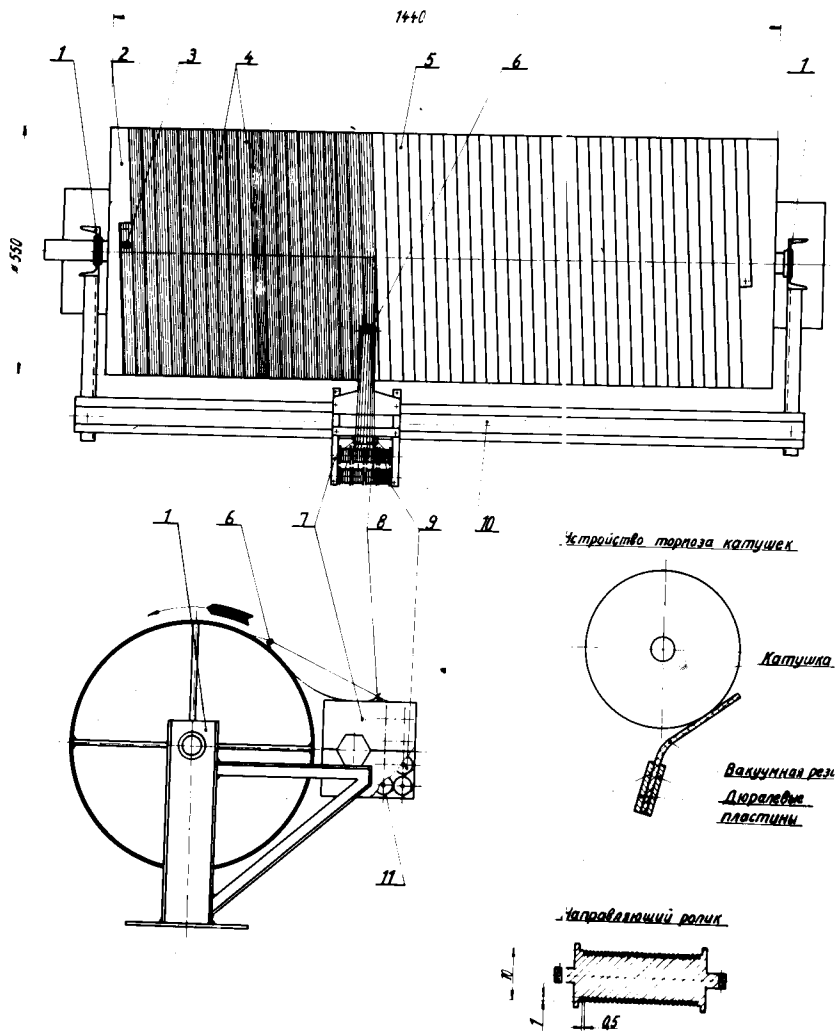


Рис. 8. Устройство для намотки сверхпроводящей проволоки и медной подложки на цилиндрический барабан.

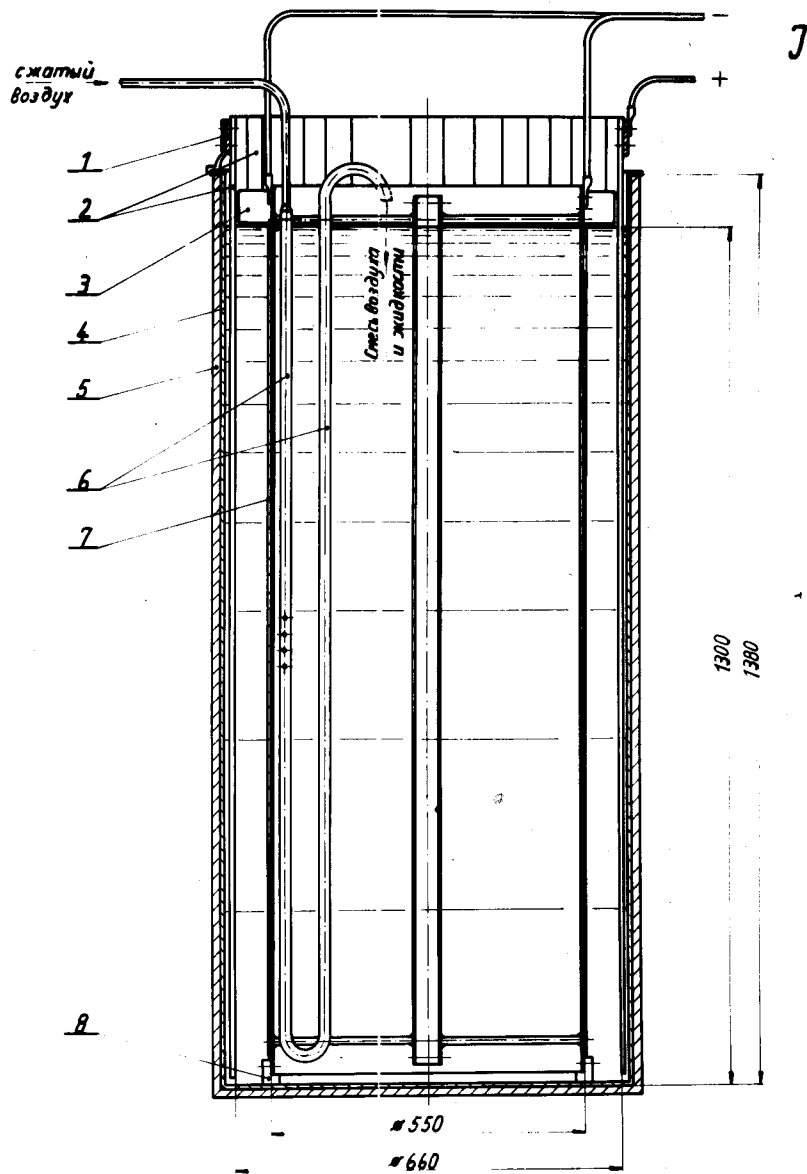


Рис. 9. Установка для меднения сверхпроводящей шины на цилиндрическом барабане.

Барабан 7 оперт на текстолитовые подставки 8.

Перед погружением в электролит аноды обезжириваются "венской известью" и протравливаются азотной кислотой.

Катодом служит барабан с навитой на него проволокой или лентой. Нерабочие части барабана покрываются цапом-лаком.

Воздушный насос для перемешивания электролита (рис. 10) представляет собой концентричные трубки 1 и 2. Электролит через отверстия во внешней трубке в нижней части ванны захватывается потоком воздуха, идущими из внутренней трубки меньшего диаметра и выливается в ванну в её верхней части в виде смеси жидкости и воздуха.

Зазор между анодом и катодом составляет 55 мм, что по литературным данным и консультациям со специалистами, является явно недостаточным. Действительно, при пробных меднениях покрытие было неплотным и шероховатым. Однако, после введения перемешивания и подогрева электролита указанные выше недостатки были устранены и получено вполне доброкачественное покрытие.

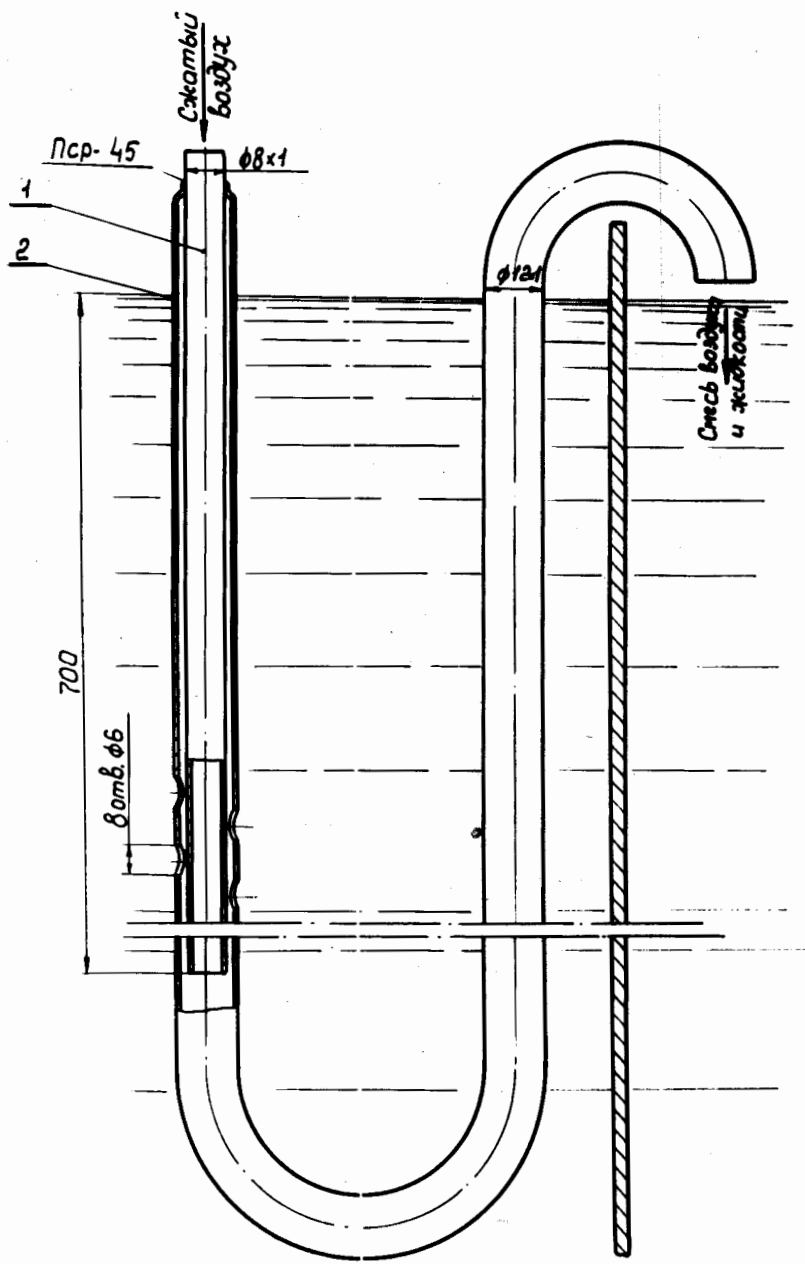


Рис. 10. Воздушный насос для перемешивания электролита.

IX. В ы в о д ы

1. Создана экспериментальная установка для изготовления частичностабилизированной шины методом непрерывной пайки.
2. Создана экспериментальная установка для изготовления частично и полностью стабилизированной шины методом электролитического осаждения меди в "спиральном" барабане.
3. Создана полупромышленная установка для изготовления частично и полностью стабилизированной шины методом электролитического осаждения меди на цилиндрическом барабане.
4. Применен воздушный насос для интенсивного перемешивания электролита.
5. Предложена конструкция полностью стабилизированной шины, при которой стабилизация осуществляется за счет медной ленты-подложки, а крепление сверхпроводящей проволоки к подложке осуществляется путем осаждения тонкого (0,3-0,4 мм) слоя меди.
6. С помощью описанной технологии изготовлены лабораторные магниты и крупная модельная сверхпроводящая магнитная система.

Ильин

[Handwritten signature]

И. Ильин

Спиридов
Ильин

Жуков

Литература

- 1 Н.Г. Анищенко и др. "Пятиметровая жидководородная пузырьковая камера", часть вторая, 8-3316, ОИЯИ, 1967.
- 2 Н.Г. Анищенко и др. "Сверхпроводящая магнитная система с соленоидом внутренним диаметром 35 см", ОИЯИ, 8-4882, 1969.
- 3 R.B.Hopes, G.R.Fallon "Technique Developed to Produce Strip Conductor for Superconducting Magnet", Proceedings. The Second International Conference on Magnet Technology", 1967, p p. 524-528.
- 4 Г.Т. Бахвалов "Новая технология электроосаждения металлов", издат. "Металлургия", 1966.
- 5 П.К. Лаворко "Пособие мастеру цеха гальванических покрытий", издат. "Машиностроение", Москва, 1969.