



**Пархимович Николай Юрьевич**

**Структура и сверхпроводящие свойства керамики  $\text{Bi}(\text{Pb})_{2223}$ ,  
подвергнутой горячей деформации кручением под давлением**

Специальность 01.04.07 —  
«Физика конденсированного состояния»

Автореферат  
диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (ИПСМ РАН).

Научный руководитель: **Имаев Марсель Фаниревич**,  
доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, ФГБУН Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ведущий научный сотрудник

Официальные оппоненты: **Руднев Игорь Анатольевич**,  
доктор физико-математических наук, доцент, институт лазерных и плазменных технологий Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ», профессор

**Балапанов Малик Хамитович**,  
доктор физико-математических наук, профессор, кафедра общей физики Башкирского государственного университета, заведующий кафедрой

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН)

Защита состоится «10» сентября 2020 г. в 16:00 часов на заседании диссертационного совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

С диссертацией можно ознакомиться на официальном сайте ИПСМ РАН по адресу: <http://www.imsp.ru>.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения, просьба направлять по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39, ученому секретарю диссертационного совета Д 002.080.03.

Автореферат разослан \_\_\_\_\_ года.

Телефон для справок: +7 (347) 223-64-07.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Д 002.080.03,  
д-р физ.-мат. наук



Имаев М.Ф.

## Общая характеристика работы

**Актуальность темы.** В 1987 году была открыта высокотемпературная сверхпроводимость в керамике  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  {Y123}. С тех пор обнаружено несколько семейств материалов, проявляющих сверхпроводящие свойства выше 77К. Среди нетоксичных высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) наиболее высокой температурой сверхпроводящего перехода ( $T_c = 105 - 110 \text{ K}$ ) без приложения высокого давления обладает керамика  $\text{Bi(Pb)}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$  {Bi(Pb)2223}. С каждым годом расширяется область применения высокотемпературных сверхпроводников в технике. Протяженные изделия (провода и ленты) успешно используют, например, в поездах на магнитной подушке (маглев), передаче электроэнергии с высоким КПД, металлургии (индукционные печи), криогенной технике и др. В отличие от доступных на данный момент проводов и лент внедрение изделий из объемной сверхпроводящей керамики в промышленную технику затруднено по ряду причин. Наиболее значимые причины заключаются в том, что трудно получить объемные заготовки сверхпроводника с требуемыми формой и размерами, а токонесущая способность существующих объемных изделий, как правило, ниже, чем у протяженных. Повышение токонесущей способности объемных сверхпроводников возможно только путем изменения структурных характеристик материала. В частности, обязательным условием для высоких сверхпроводящих свойств является острая кристаллографическая текстура.

В отличие от Y123 в керамике Bi(Pb)2223 расплавными методами текстурирования не удается получить объемные заготовки из-за очень узкой области существования фазы Bi(Pb)2223 на диаграмме состояния [1; 2], а наиболее часто используемые методы деформации, основанные на одноосном сжатии [3—5], не позволяют достичь больших степеней деформации, что, в свою очередь, сильно ограничивает возможности текстурирования материала. Это ограничение отсутствует у метода деформации горячим кручением под квазигидростатическим давлением (КГД). Например, методом КГД в керамиках Y123 и  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$  (Bi2212) удалось получить острую текстуру: в Bi2212 ширина на полувысоте кривой качания (FWHM) на пике (00.10) =  $7,3^\circ$ , а в Y123 величина FWHM на пике (002) =  $10,5^\circ$  [6; 7]. Наличие острой текстуры не гарантирует высокие сверхпроводящие свойства. Необходимо найти такой режим обработки материала, в результате которого помимо острой текстуры в материале сформируются высокая плотность центров пиннинга магнитного потока (мелкие частицы вторичных фаз, дефекты кристаллической структуры и т.д. [2; 8; 9]) и оптимальное содержание кислорода в кристаллической решетке основной сверхпроводящей фазы. Технологически высокотемпературное КГД является сложным процессом, поскольку включает в себя много параметров: температура, скорость и степень деформации, давление, скорость охлаждения. Для понимания процессов, происходящих при КГД, и получения высоких сверхпроводящих

свойств необходимо выполнить систематическое исследование влияния параметров КГД на текстуру, микроструктуру матричной фазы, объемную долю и размер частиц вторичных фаз. Тема данной диссертации соответствует перечню приоритетных направлений фундаментальных исследований, утвержденных президиумом РАН.

**Цель работы.** Получить в сверхпроводящей керамике  $\text{Bi(Pb)2223}$  структурное состояние с высокой плотностью критического тока методом горячего кручения под квазигидростатическим давлением.

Для достижения поставленной цели были решены следующие **задачи**:

1. Изучить влияние режима горячей деформации на текстуру, фазовый состав и микроструктуру объемной керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .
2. Исследовать влияние последеформационного отжига на структуру и сверхпроводящие переходы деформированных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .
3. Измерить плотность критического тока деформированных и отожженных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .
4. Изучить влияние кратковременной выдержки под квазигидростатическим давлением при температуре существования метастабильной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  на структуру деформированной керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .

#### **Научная новизна:**

1. Впервые проведено систематическое исследование влияния горячей деформации методом КГД на текстуру, микроструктуру и сверхпроводящие свойства ВТСП керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .
2. Обнаружены механизмы формирования микроструктуры в процессе КГД: деформационно-стимулированный рост колоний фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  и измельчение частиц вторичных фаз путем прорастания через них колоний  $\text{Bi(Pb)2223}$ .
3. Впервые горячей деформацией методом КГД и последующим отжигом на воздухе получена объемная керамика на основе фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  с плотностью критического тока  $J_c(77 \text{ К}, 100 \text{ Э}) = 9300 \text{ А/см}^2$ .
4. Кратковременной выдержкой деформированной объемной керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  под квазигидростатическим давлением в температурной области существования метастабильной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  сформирована кольцевая область с повышенной долей частиц вторичных фаз.

**Диссертационная работа выполнялась** в соответствии с государственными заданиями Института проблем сверхпластичности металлов РАН. В период 2012 – 2017 гг. работа была поддержана программой №6-8 ОЭММПУ РАН «Изучение новых сверхпроводников и токонесущие элементы на их основе» (проект «Структура и сверхпроводящие свойства ВТСП керамик, подвергнутых большим пластическим деформациям»).

**Практическая значимость** исследования заключается в том, что полученные результаты могут быть использованы при создании объемной ВТСП керамики с высокой токонесущей способностью, которая найдет применение

в криогенных электротехнических устройствах, работающих при температурах до 105 – 110 К. Выявленные на керамике  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  закономерности влияния горячей деформации на структуру и свойства можно применить к другим ВТСП-керамикам с более высокой температурой сверхпроводящего перехода, например, на основе таллия и ртути, к которым до сих пор не применили расплавленный метод текстурирования. В ходе работы была разработана методика анализа данных энерго-дисперсионной спектроскопии (ЭДС), которая позволяет быстро обрабатывать большие объемы данных и идентифицировать мелкие частицы фаз на фоне матрицы в многофазных материалах.

**Методы исследования.** Для решения поставленных в работе задач использовали метод горячего кручения под квазигидростатическим давлением. Синтез образцов керамики  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  и термообработку выполняли в печи СУОЛ-0,4,4/М-12. Контроль температуры производили под управлением ПИД-регулятора Термодат-17ЕЗ с помощью термопары ПП(S). Рентгеновские исследования, включая определение остроты текстуры, провели с помощью дифрактометра ДРОН-4. Микроструктуру и фазовый состав изучали с помощью растровых электронных микроскопов Tescan Mira и Tescan Vega с приставкой для энергодисперсионной спектроскопии Oxford Instruments X-Act. Параметры сверхпроводящего перехода определяли с помощью установки для измерения магнитных свойств в среде жидкого азота АЛКГМ-1 производства фирмы ООО «Криотэл». Плотность критического тока определена на приборе для измерения комплексной магнитной восприимчивости с криогенной установкой APD Cryogenics (МГУ).

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Результаты исследования влияния режима горячего кручения под квазигидростатическим давлением на формирование текстуры и микроструктуры керамики  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$ .
2. Механизмы формирования микроструктуры керамики  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  в процессе горячего кручения под квазигидростатическим давлением.
3. Результаты измерения сверхпроводящих свойств деформированной и отожженной керамики на основе фазы  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$ .
4. Результаты исследования влияния выдержки под квазигидростатическим давлением в области температур существования метастабильной фазы  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  на текстуру, микроструктуру и фазовый состав текстурированной керамики  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$ .
5. Методика ускоренного фазового анализа многофазных материалов на основе данных энергодисперсионной спектроскопии.

**Достоверность** полученных результатов обеспечена путем применения проверенных и современных методик обработки и исследования материалов, многократными измерениями, обеспечивающими репрезентативную статистику, планированием экспериментов по возможности с исключением лишних факторов, дополнительными измерениями, проведенными с целью повторной проверки

результатов. Результаты находятся в соответствии с результатами, полученными другими авторами.

**Апробация работы.** Основные результаты работы докладывались на следующих конференциях:

1. LI Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 4 – 8 июня 2012 г. Уфа
2. Открытая школа-конференция стран СНГ «УМЗНМ», г. Уфа – 2012, 2014, 2016, 2018 г.
3. X Международная научно-инновационная молодежная конференция «Современные твердофазные технологии: теория, практика и инновационный менеджмент», 24 – 26 октября 2018 г, Тамбов.
4. VIII Международная молодежная научная конференция «Наноматериалы и нанотехнологии: проблемы и перспективы» 5 – 7 ноября 2018 г, Саратов

**Личный вклад.** Соискатель лично выполнил следующие работы: оптимизация режима синтеза керамики  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$ , спекание образцов, деформация, подготовка образцов к измерениям и аттестации, рентгеновский анализ, исследование микроструктуры методами световой и растровой электронной микроскопии, ЭДС, оптимизация режима отжига с целью восстановления сверхпроводящих свойств деформированных образцов, отжиг исходного и деформированных образцов, измерение сверхпроводящих переходов, обработка и анализ результатов экспериментов, участие в обсуждении результатов экспериментов, написание, оформление и отправка публикаций. Цели и задачи сформулированы научным руководителем с участием соискателя.

**Публикации.** Основное содержание диссертации опубликовано в 7 статьях в рецензируемых журналах из перечня ВАК и 7 статьях в трудах конференций.

## Содержание работы

Во **введении** обоснована актуальность работы, перечислены цели и частные задачи диссертационной работы, приведены практическая значимость и научная новизна, а также кратко изложены основные результаты исследования и положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** выполнен обзор литературы по теме диссертации. Приведены сведения о кристаллической решетке  $\text{Bi(Pb)2223}$  и диаграмме состояния системы  $\text{Bi-Sr-Ca-Cu-O}$ . Перечислены основные факторы, влияющие на сверхпроводящие свойства ВТСП купратов. Рассмотрены методы увеличения плотности центров пиннинга магнитного потока, в том числе путем внесения инертных частиц несверхпроводящей фазы и возможность осуществления контролируемого распада матричной фазы с образованием мелких частиц вторичных фаз системы  $\text{Bi-Sr-Ca-Cu-O}$ . Выполнен обзор актуальных способов текстурирования ВТСП керамик и обоснована перспективность применения горячего кручения под давлением. На основе обзора литературы сформулированы цели и задачи диссертационной работы.

Во **второй главе** описан синтез образцов ВТСП-керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ , представлена схема установки для деформации кручением под квазигидростатическим давлением (рисунок 1), и применявшиеся методы подготовки деформированных образцов к дальнейшим исследованиям. Приведены методики рентгеновского и электронно-микроскопического анализа, в том числе определения фазового состава и количественного анализа микроструктуры. Описан метод восстановления сверхпроводящих свойств деформированных образцов путем многочасового

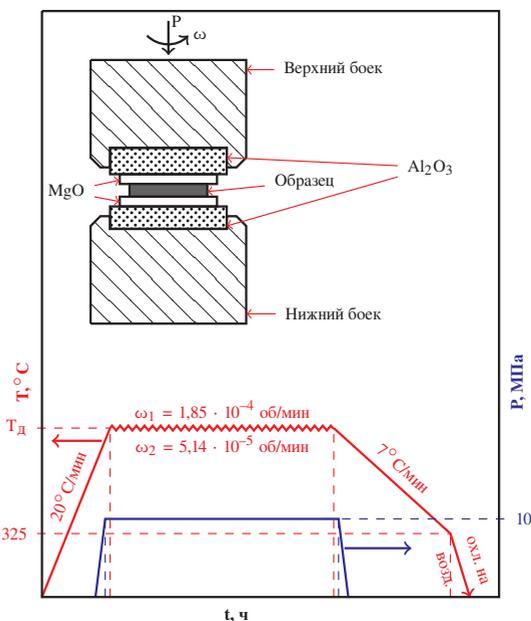


Рисунок 1 — Схема деформации образцов методом КГД.

высокотемпературного отжига на воздухе. Приведено описание методов исследования сверхпроводящих свойств на основе измерений динамической магнитной восприимчивости при низких температурах.

Образцы синтезировали путем двухкратного суточного спекания компактированной смеси оксидов производства ВНИИНМ им. А.А. Бочвара с атомным соотношением катионов  $\text{Bi:Pb:Sr:Ca:Cu}$ , составляющим 1,64:0,33:1,8:1,91:3, при температуре  $T = 855^\circ\text{C}$ . Образцы керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  в форме таблеток диаметром 8 мм и высотой около 1,3 мм подвергали КГД интервале температур от  $845$  до  $885^\circ\text{C}$  (рисунок 1). При скорости кручения  $\omega_1 = 1,85 \cdot 10^{-4}$  об/мин интервал углов составлял от  $5$  до  $30^\circ$ , а при скорости кручения  $\omega_2 = 5,14 \cdot 10^{-5}$  об/мин и температуре деформации  $T_{\text{д}} = 865^\circ\text{C}$  — от  $1$  до  $10^\circ$ . Дифрактограммы были получены на дифрактометре ДРОН-4 при следующих условиях съемки:  $U = 40$  кВ,  $I = 30$  мА, излучение  $\text{CuK}_\alpha$ . Остроту базисной текстуры определяли методом Лотгеринга [10; 11] по соотношению интенсивностей пиков (00.10) и (105) ( $F_{(105)}$ ). Изменение остроты базисной текстуры после высокотемпературного отжига определяли по соотношению интенсивности пиков (00.10) и (109) ( $F_{(109)}$ ) по причине невозможности достоверно различить пик (105) из-за малого размера образцов. Микроструктуру и локальный химический состав исследовали на растровых электронных микроскопах Tescan Mira и Tescan Vega с приставкой для энерго-дисперсионной спектроскопии (ЭДС) анализа Oxford Instruments X-Act при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для анализа фазового состава разработан методика, основанная на построении и визуальном анализе кривых по специальной сортировке данных о химическом составе, полученных из большой выборки измерений ЭДС. Методика позволяет точно идентифицировать частицы фаз с размером меньше, чем область генерации характеристического излучения от пучка электронов. Средний размер частиц вторичных фаз и колоний зерен матричной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  определены со статистической выборкой не менее 800 измерений на образец. Температурную зависимость динамической магнитной восприимчивости образцов измеряли на установке АЛКГМ-1 производства фирмы «ООО Криотэл», г. Москва. Измерение плотности критического тока в переменном поле модулирующей катушки с амплитудой 100 Э выполнено в МГУ по методике, изложенной в работе [12]. Базисная плоскость кристаллической решетки была ориентирована параллельно линиям поля.

**Третья глава** посвящена исследованию формирования текстуры и микроструктуры деформированных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ . На рисунке 2 представлена зависимость степени остроты базисной текстуры (фактор Лотгеринга  $F_{(105)}$ ) от угла кручения  $\alpha$  при различных температурах деформации  $T_{\text{д}}$ . Величина  $F_{(105)}$  существенно зависит как от  $T_{\text{д}}$ , так и  $\alpha$ . На всех температурах увеличение  $\alpha$  приводит к тому, что значение  $F_{(105)}$  возрастает, достигает максимума, затем падает. Наиболее острая текстура наблюдается в интервале температур  $T_{\text{д}} = 865 - 875^\circ\text{C}$  в следующих образцах:  $\omega_1/865^\circ\text{C}/10^\circ$ ;  $\omega_1/875^\circ\text{C}/25^\circ$ ;  $\omega_2/865^\circ\text{C}/5^\circ$ .

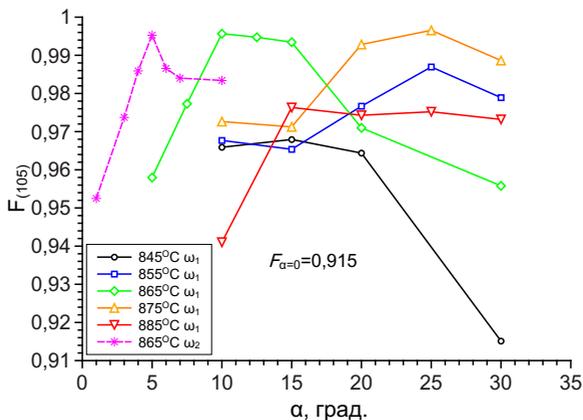


Рисунок 2 — Зависимость степени остроты базисной текстуры  $F_{(105)}$  керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  от угла кручения  $\alpha$  при различных температурах и скоростях деформации.

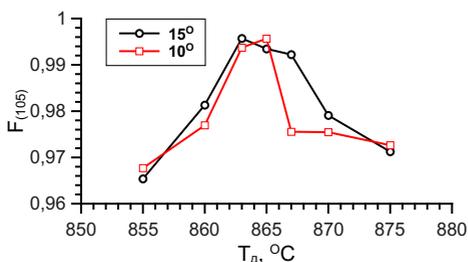


Рисунок 3 — Зависимость степени остроты базисной текстуры  $F_{(105)}$  керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ , деформированной со скоростью кручения  $\omega_1 = 1,85 \cdot 10^{-4}$  об/мин на углы  $\alpha = 10$  и  $15^\circ$  в интервале температур  $T_d = 855 - 875^\circ\text{C}$ .

В интервале температур  $T_d = 863 - 867^\circ\text{C}$  острая текстура формируется на достаточно небольших углах кручения ( $\alpha = 10 - 15^\circ$ ) и достигает очень высокой для этого материала величины  $F_{(105)} = 0,996 - 0,997$  (рисунок 3). В данном интервале температур резко возрастает скорость диффузионных процессов, о чем свидетельствует растворение непрореагировавших при спекании частиц  $\text{SrO}$ . Ниже  $T_d = 865^\circ\text{C}$  уровень текстуры невысокий, что, по-видимому, связано с низкой скоростью проскальзывания колоний зерен  $\text{Bi(Pb)2223}$  друг относительно друга, а также сравнительно низкой скоростью их роста. Выше  $875^\circ\text{C}$  выделяется слишком много частиц вторичных фаз, которые, мешая проскальзыванию колоний и их росту, размывают текстуру.

В исследованных образцах обнаружены следующие вторичные фазы:  $\text{Bi(Pb)2212}$ ,  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$  (14-24),  $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$  (2-1),  $(\text{Bi,Pb})_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{CuO}_x$  (3221),  $\text{CuO}_x$ ,  $\text{SrO}$ . При  $T_d = 855^\circ\text{C}$  вторичные фазы растворяются с образованием фаз  $\text{Bi(Pb)2223}$  и 14-24, при  $T_d = 865^\circ\text{C}$  наблюдается минимальное

количество вторичных фаз, а при  $T_{д} = 875^{\circ}\text{C}$  и выше выделяются крупные частицы фазы 2-1.

На рисунках 4 и 5 приведены зависимости средней площади частиц вторичных фаз 14-24 и 2-1 ( $S$ ) и средней длины колоний матричной фазы  $\text{Vi(Pb)2223}$  ( $L$ ) от угла кручения. По мере увеличения  $\alpha$  значения  $F_{(105)}$ ,  $S$  и  $L$  возрастают, достигают максимума, и уменьшаются. На  $T_{д} = 875^{\circ}\text{C}$  эта закономерность нарушается, по-видимому, из-за интенсивного образования и роста частиц фазы 2-1. Скорость кручения  $\omega$  оказывает влияние на  $S$  и  $L$ . При  $\omega_2$  размеры частиц  $S$  больше, чем при  $\omega_1$ . На углах  $\alpha$ , соответствующих максимумам  $F_{(105)}$ , значения  $S$  отличаются в 3 раза. На значениях  $\alpha$ , соответствующих максимумам текстуры, величины  $L$  различаются в 2 раза. Объемная доля частиц вторичных фаз 2-1 и 14-24 в процессе деформации практически не изменяется, и ее величина находится в интервале 5 – 10 об. %.

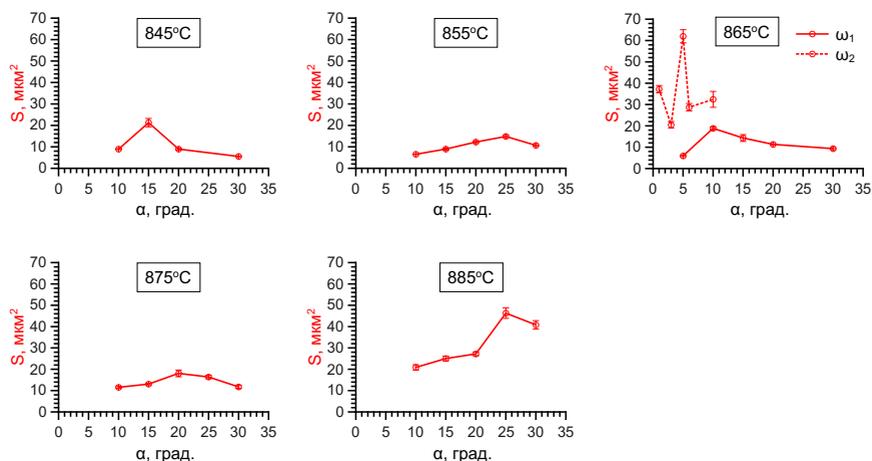


Рисунок 4 — Зависимость средней площади частиц вторичных фаз 2-1 и 14-24 от угла кручения.

При  $T_{д} = 865^{\circ}\text{C}$  максимумы  $F_{(105)}$  при высокой  $\omega_1$  и низкой  $\omega_2$  скоростях кручения достигаются соответственно после КГД на  $\alpha = 10^{\circ}$  и  $5^{\circ}$ . Размеры колоний, соответствующие этим максимумам, составляют соответственно  $L = 2,5$  и  $3$  мкм. Время, необходимое для достижения  $\alpha = 10^{\circ}$  при  $\omega_1$  и  $5^{\circ}$  при  $\omega_2$  составляет 150 и 271 мин, соответственно. Т.е. несмотря на то, что при  $\omega_2$  образец находился почти в 2 раза дольше, чем при  $\omega_1$ , размер колоний  $L$  в нем почти на 20 % меньше. Ускоренный рост колоний при деформации на высокой скорости можно объяснить на основе представлений о росте зерен, стимулированном зернограничным проскальзыванием при сверхпластической деформации в металлах [13]. Основной механизм горячей деформации  $\text{Vi}$ -содержащих сверхпроводящих керамик — межколониальное проскальзывание [14], аналогичное

зернограничному проскальзыванию в металлах. Несовместность проскальзывания контактирующих колоний, например в тройных стыках, способствует возникновению в них наклепанных участков, что приводит к увеличению движущей силы роста колоний. При  $\omega_1$  основным механизмом релаксации напряжений в наклепанных участках является миграция границ колоний, снимающая наклеп деформированных участков. Поэтому при деформации рост колоний ускоряется. При  $\omega_2$  наклеп колоний матричной фазы, по-видимому, «залечивается» частично и по другим механизмам — диффузионной ползучести и/или дислокационного скольжения. Поэтому при  $\omega_2$  рост колоний меньше.

Для объяснения корреляции размера колоний  $L$  с величиной  $F_{(105)}$  рассмотрим стадию одновременного роста  $L$  и  $F_{(105)}$ . В этой связи следует определить, что первично: рост колоний приводит к возрастанию величины  $F_{(105)}$  или, наоборот, возрастание  $F_{(105)}$  ведет к росту  $L$ . По мере увеличения  $\alpha$  фактор  $F_{(105)}$  растет, степень свободы движения колоний уменьшается, поэтому уменьшается возможность аккомодации проскальзывания соседних колоний. Уменьшение степени свободы движения колоний приводит к росту количества наклепанных участков и степени деформации в них, что сопровождается более интенсивным ростом колоний. Рассмотрим стадию одновременного уменьшения  $L$  и  $F_{(105)}$ . При достижении высокого уровня текстуры ( $F_{(105)} \geq 0,9$ ) степень наклепа колоний достигает критического уровня, и начинается динамическая рекристаллизация. Колонии  $\text{Bi(Pb)2223}$ , возникающие при динамической рекристаллизации, имеют произвольную ориентацию в пространстве, поэтому текстура размывается. Таким образом, именно рост  $F_{(105)}$  ведет к росту  $L$ .

Возрастание  $S$  обусловлено коагуляцией/коалесценцией частиц вторичных фаз. Благодаря проведенному совместному исследованию микроструктуры

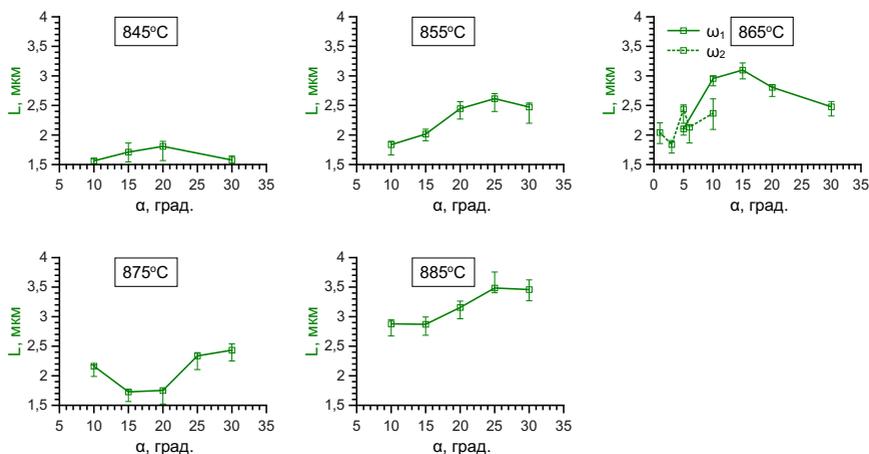


Рисунок 5 — Зависимость средней длины колоний матричной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  от угла кручения.

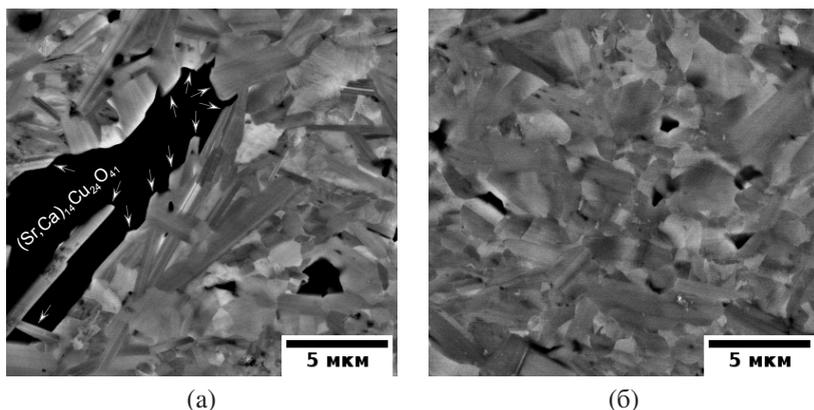


Рисунок 6 — Микроструктура образца, деформированного по режиму  $\omega_1/875^\circ\text{C}/20^\circ$ : а) участок с крупной частицей фазы 14-24; б) участок без крупных частиц вторичных фаз. Стрелками указаны колонии  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$ , прорастающие через частицы 14-24.

$\text{Bi(Pb)}_{2223}$ , параметров частиц и текстуры, можно утверждать, что измельчение частиц вторичных фаз протекает по механизму прорастания колоний матричной фазы в частицы вторичных фаз (рисунок 6) одновременно с образованием новых колоний меньшего размера. Данные колонии, по-видимому, появляются в результате начала динамической рекристаллизации в матрице по следующему механизму. Частицы вторичных фаз имеют неровные границы, поэтому проскальзывание колоний матричной фазы вдоль частиц проходит с трудом, что вызывает повышенный наклеп колоний и, возможно, самих частиц. В результате этого области матрицы, прилегающие к частицам вторичных фаз, подвержены динамической рекристаллизации. Массовое «перерезание» частиц растущими колониями  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  служит тому подтверждением.

При  $T_d = 875^\circ\text{C}$  в интервале  $\alpha = 15 - 20^\circ$  значение  $L$  меньше, чем при других температурах (рисунок 5). Это может быть связано с выделением мелких частиц фазы 2-1, тормозящих рост колоний, и/или более быстрым снятием наклепа от межколониального проскальзывания, чем при  $T_d = 865^\circ\text{C}$ .

В четвертой главе приведены результаты измерения сверхпроводящих свойств. Непосредственно после деформации керамика  $\text{Bi(Pb)}_{2223}$  не обладает высокими сверхпроводящими свойствами, что связано с наличием остаточных внутренних напряжений и неоптимальным кислородным индексом. В связи с этим была проведена серия экспериментов по нахождению режима отжига для восстановления сверхпроводящих свойств. Критерием режима, обеспечивающего наиболее высокие свойства, служило положение пика ( $T_{\chi''}$ ) на температурной зависимости мнимой составляющей динамической магнитной восприимчивости ( $\chi''$ ). Температура максимума пика характеризует как температуру сверхпроводящего перехода между зернами, так и плотность межзеренного критического

тока сверхпроводника [15; 16]. Ожидалось, что термообработка повлияет на текстуру исследуемой керамики, поэтому на некоторых образцах была измерена степень остроты базисной текстуры после отжига.

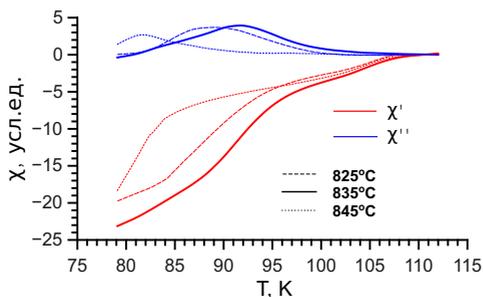


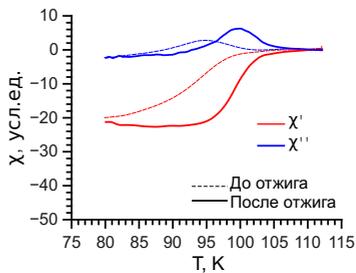
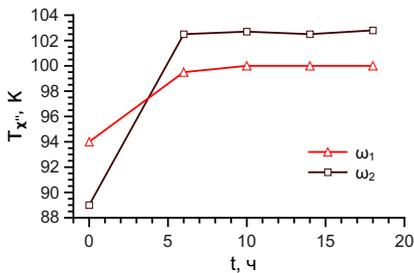
Рисунок 7 — Температурная зависимость динамической магнитной восприимчивости недеформированной керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  после отжигов на воздухе в интервале температур  $T = 825 - 845^\circ\text{C}$ , 5 ч.

как качество оптимального времени отжига деформированных образцов выбрали  $t = 14$  ч (рисунок 8б). Исследование микроструктуры показало, что последеформационный отжиг привел к изменению средней длины колоний матричной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$ : в большинстве образцов значение  $L$  увеличилось, в то время как в образце  $\omega_1/865^\circ\text{C}/15^\circ$  произошло уменьшение средней длины колоний с  $L_0 \approx 3$  мкм до  $L \approx 2,4$  мкм.

На рисунке 9 приведена степень базисной текстуры до и после отжига деформированных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ . Последеформационный отжиг приводит к размытию текстуры, что вызвано рекристаллизацией матричной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$ . В образцах, деформированных по режимам  $\omega_1/855^\circ\text{C}/25^\circ$  и  $\omega_1/875^\circ\text{C}/25^\circ$ , текстура практически не размылась.

Полученные данные можно объяснить следующим образом. В процессе последеформационного отжига новые колонии, возникшие при КГД и имеющие преимущественно небазисные ориентировки, растут быстрее и размывают текстуру. Степень размытия текстуры зависит от объемной доли таких колоний. Угол кручения образцов  $\omega_1/855^\circ\text{C}/25^\circ$  и  $\omega_1/875^\circ\text{C}/25^\circ$  соответствует максимуму текстуры. По-видимому, в данных образцах доля мелких колоний с небазисными ориентировками мала, поэтому размытие текстуры при последеформационном отжиге минимальна или практически отсутствует. Уменьшение средней длины колоний матричной фазы в образце  $\omega_1/865^\circ\text{C}/15^\circ$  можно объяснить тем, что для данной температуры максимум текстуры соответствует углу  $\alpha = 10^\circ$  (рисунок 2), и при деформации на угол  $\alpha = 15^\circ$  сформировалось много мелких зерен

На рисунке 7 представлены кривые динамической магнитной восприимчивости спеченных недеформированных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ , отожженных в интервале температур  $T = 825 - 845^\circ\text{C}$ . Наиболее высокое значение  $T_{\chi''} = 91,2$  К достигается после отжига при  $T = 835^\circ\text{C}$ . На рисунке 8а представлена зависимость величины  $T_{\chi''}$  от времени отжига деформированных образцов  $\omega_1/865^\circ\text{C}/15^\circ$  и  $\omega_2/865^\circ\text{C}/6^\circ$ . Величина  $T_{\chi''}$  в обоих образцах выходит на насыщение при  $t > 10$  ч. В дальнейшем, в



(a)

(б)

Рисунок 8 — Оптимизация последеформационного отжига: а) зависимость величины  $T_{\chi''}$  керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ , деформированной по режимам  $\omega_1/865^\circ\text{C}/15^\circ$  и  $\omega_2/865^\circ\text{C}/6^\circ$ , от времени отжига при  $T = 835^\circ\text{C}$ ; б) сверхпроводящие переходы керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ , деформированной по режиму  $\omega_1/865^\circ\text{C}/15^\circ$ , до и после отжига при  $T = 835^\circ\text{C}$ , 14 ч.

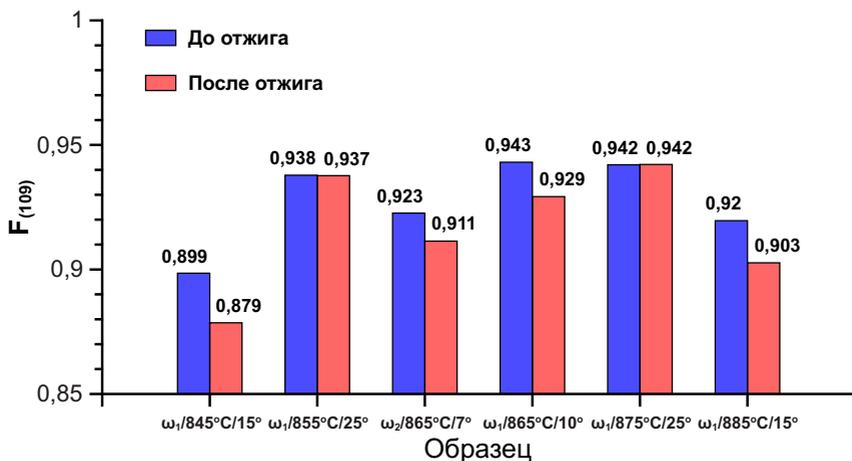


Рисунок 9 — Влияние последеформационного отжига на степень базисной текстуры  $F_{(109)}$  деформированных образцов керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$ .

с небазисными ориентировками. По этой причине отжиг приводит к размытию текстуры, что сопровождается также уменьшением среднего размера колоний.

Наилучшие сверхпроводящие свойства после отжига наблюдаются в образцах  $\omega_1/855^\circ\text{C}/25^\circ$  и  $\omega_1/875^\circ\text{C}/25^\circ$ :  $J_c = 8100$  и  $9300 \text{ A/cm}^2$  соответственно (таблица 1). Данное обстоятельство можно объяснить тем, что в этих образцах в результате отжига не только сформировалось оптимальное содержание кислорода и значительно уменьшились внутренние напряжения, но и сохранилась острая базисная текстура (рисунок 2). Полученные величины  $J_c$  очень близки к  $10^4$

Таблица 1 — Сверхпроводящие свойства деформированной керамики Bi(Pb)2223 после восстановительного отжига.

Режим КГД ( $\omega/T_d/\alpha$ )	$\omega_1/845^\circ\text{C}/15^\circ$	$\omega_1/855^\circ\text{C}/25^\circ$	$\omega_2/865^\circ\text{C}/7^\circ$	$\omega_1/865^\circ\text{C}/10^\circ$	$\omega_1/875^\circ\text{C}/25^\circ$	$\omega_1/885^\circ\text{C}/15^\circ$
$T_{\gamma'}$ , К	98,3	104,1	103,2	90,9	104,4	104,4
$J_c$ , А/см <sup>2</sup>	1500	8100	5600	1100	9300	5600

А/см<sup>2</sup>, что сопоставимо с лучшими образцами объемной керамики Bi(Pb)2223 по различным различным литературным данным [17—20].

В **пятой главе** приведены результаты изучения перспективного способа дальнейшего повышения сверхпроводящих свойств полученных образцов путем увеличения плотности мелких частиц вторичных фаз, служащих сильными центрами пиннинга магнитного потока. Увеличение плотности частиц достигалось путем контролируемого распада матричной фазы в результате кратковременного нагрева текстурированного образца, находящегося под квазигидростатическим давлением, в метастабильную область [21].

Исходные образцы для эксперимента по контролируемому распаду представляли собой таблетки (диаметр  $\approx 9$  мм и высота  $\approx 0,5$  мм) керамики Bi(Pb)2223 с острой базисной текстурой ( $F_{(105)} = 0,996$ ). Образцы были получены КГД по режиму  $\omega_1/865^\circ\text{C}/10^\circ$  под давлением  $P = 10$  МПа. С целью изучения стабильности фазы Bi(Pb)2223 в условиях одновременного действия высокой температуры и квазигидростатического давления образцы подвергали 15 минутной изотермической выдержке при температурах  $T = 925$  и  $935^\circ\text{C}$  под давлением  $P = 10$  МПа. Давление поддерживали постоянным на уровне 10 МПа за счет плавного увеличения осевого усилия по мере увеличения поперечного сечения образца в результате осадки.

На рисунке 10 представлены дифрактограммы образцов, полученных в ходе экспериментов по контролируемому распаду матричной фазы Bi(Pb)2223. Выдержка образца керамики под давлением при  $T = 925^\circ\text{C}$  привела к слабому размыванию базисной текстуры: острота текстуры уменьшилась до  $F_{(105)} = 0,982$ . При этом пик, соответствующий фазе Bi(Pb)2212, увеличился и отделился от пика Bi(Pb)2223. Это свидетельствует о начале распада матричной фазы Bi(Pb)2223 с выделением фазы Bi(Pb)2212. При  $T = 935^\circ\text{C}$  пики фазы Bi(Pb)2223 исчезают, что свидетельствует о полном распаде матричной фазы по всему объему образца.

В результате выдержки деформированной керамики Bi(Pb)2223 под давлением при  $T = 925^\circ\text{C}$  сформировалась неоднородная макроструктура по радиусу ( $R$ ) образца. На расстоянии около  $0,6R$  произошел частичный распад фазы Bi(Pb)2223 с образованием большого количества фаз 14-24, 2-1 и Bi(Pb)2212. На расстоянии около  $0,8R$  произошел полный распад Bi(Pb)2223 с выделением указанных выше фаз. Неоднородность структуры по радиусу связана с тем, что сформировавшиеся области находились в различных напряженных состояниях: до  $0,6R$  образца действует квазигидростатическое давление, а дальше

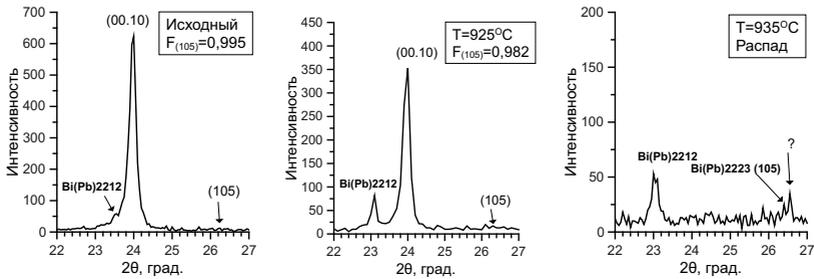


Рисунок 10 — Дифрактограммы образцов керамики на основе фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$ , выдержанных 15 мин под давлением  $P = 10$  МПа при различных температурах.

$0,6R$  (область распада фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$ ) схема напряженного состояния разнородная — сжатие вдоль вертикальной оси и растяжение в перпендикулярном направлении. Таким образом, до  $0,6R$  избыточный кислород «заперт» в кристаллической решетке, поэтому матричная фаза не распалась. В связи с отсутствием всестороннего сжатия дальше  $0,6R$  радиуса избыточный кислород выходит из решетки  $\text{Bi(Pb)2223}$  — фаза  $\text{Bi(Pb)2223}$  в этой зоне распадается. Подтверждением выхода кислорода и распада  $\text{Bi(Pb)2223}$  служит повышенная пористость дальше  $0,6R$ .

На рисунке 11 представлена микроструктура образца керамики деформированной  $\text{Bi(Pb)2223}$  после выдержки под давлением 10 МПа в течение 15 мин при температуре  $T = 925^\circ\text{C}$ . В центре образовались крупные частицы фазы 2-1 (рисунок 11а), а микроструктура сохраняет свою однородность до  $0,6R$ . Вблизи упомянутой границы с областью распада  $\text{Bi(Pb)2223}$  выделилось большое количество частиц фаз 14-24 и 2-1 (рисунок 11б), которые могут служить сильными центрами пиннинга магнитного потока, а кольцо, вырезанное из этой области, может иметь высокие сверхпроводящие свойства.

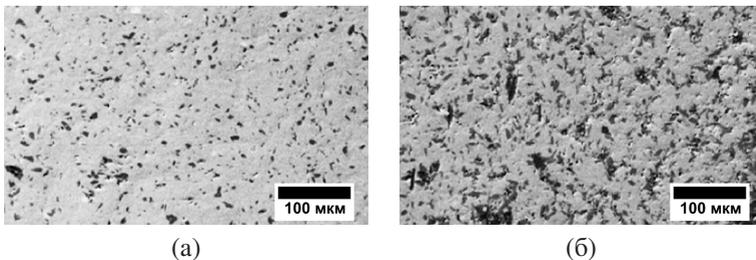


Рисунок 11 — Микроструктура керамики деформированной керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$   $\omega_1/865^\circ\text{C}/10^\circ$  после выдержки в течение 15 мин при  $P = 10$  МПа и  $T = 925^\circ\text{C}$  в центре (а) и на границе с областью распада фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  (б).

Таким образом, кратковременная высокотемпературная выдержка под небольшим квазигидростатическим давлением (10 МПа) позволяет контролируемо увеличить объемную долю частиц вторичных фаз с целью увеличения энергии пиннинга магнитного потока. При этом количество и размер частиц зависят от расстояния до центра образца. Для нахождения условий выделения частиц вторичных фаз в наибольшем объеме образца требуется провести систематическое исследование зависимости характеристик текстуры и микроструктуры от давления, температуры и времени выдержки под давлением, что является предметом дальнейших исследований.

В **заключении** приведены основные результаты работы и выводы:

1. В процессе горячего КГД острая текстура ( $F_{(105)} > 0,98$ ) формируется при  $T_{\text{д}} = 855 - 875^{\circ}\text{C}$ . При  $T_{\text{д}} = 855 - 865^{\circ}\text{C}$  по мере увеличения угла кручения  $\alpha$  наблюдается согласованное возрастание, достижение максимума, и последующее убывание остроты базисной текстуры  $F_{(105)}$ , средней площади частиц вторичных фаз ( $S$ ) и средней длины колоний  $\text{Bi(Pb)2223}$  ( $L$ ). При  $T_{\text{д}} = 875^{\circ}\text{C}$  корреляция  $F(\alpha)$  и  $S(\alpha)$  сохраняется, однако на зависимости  $L(\alpha)$  вместо ожидаемого максимума наблюдается минимум, что связано с выделением частиц  $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$ .
2. При горячей деформации вблизи частиц вторичных фаз формируются мелкие пластины матричной фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$ , имеющие преимущественно небазисные ориентировки. Такие колонии прорастают через частицы вторичных фаз  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$  и  $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$ , вызывая их измельчение.
3. Обнаружен эффект деформационно-стимулированного роста колоний, заключающийся в том, что увеличение скорости кручения с  $5,14 \cdot 10^{-5}$  до  $1,85 \cdot 10^{-4}$  об/мин приводит к увеличению максимальной длины колоний фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  с 2,5 до 3,0 мкм.
4. Отжиг на воздухе при  $835^{\circ}\text{C}$  длительностью более 10 ч приводит к восстановлению параметров сверхпроводящего перехода ( $T_{\text{ч}}'' = 99 - 103\text{K}$ ). В процессе отжига рост колоний с небазисными ориентировками, возникших в процессе деформации, приводит к размытию текстуры в степени, зависящей от режима деформации.
5. Методом горячего КГД по режиму  $\omega_1 = 1,85 \cdot 10^{-4}$  об/мин,  $T_{\text{д}} = 875^{\circ}\text{C}$ ,  $\alpha = 25^{\circ}$  с последующим отжигом на воздухе при  $835^{\circ}\text{C}$ , 14 ч получена ВТСП керамика  $\text{Bi(Pb)2223}$  с плотностью критического тока  $J_c(77\text{ K}, 100\text{ Э}) = 9,3 \cdot 10^3\text{ A/cm}^2$  и  $J_c(30\text{ K}, 100\text{ Э}) = 9 \cdot 10^5\text{ A/cm}^2$ .
6. Отжиг под квазигидростатическим давлением 10 МПа при температуре  $925^{\circ}\text{C}$  керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  с острой базисной текстурой приводит к размытию текстуры с  $F_{(105)} = 0,995$  до 0,982. На расстоянии 0,6 радиуса образца образуется кольцевой участок с повышенной объемной долей частиц вторичных фаз  $(\text{Sr,Ca})_{14}\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$  и  $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$ . Данный участок образца может обладать повышенной энергией пиннинга магнитного потока.

7. Предложен графический метод анализа фазового состава многофазных материалов на основе сортировки таблицы данных точечных спектров, накопленных методом энерго-дисперсионной спектроскопии. Метод позволяет обрабатывать большие объемы данных и идентифицировать частицы фаз мельче области генерации характеристического излучения.

## Публикации автора по теме диссертации

1. *Пархимович, Н. Ю.* Структура и фазовые превращения при горячей деформации высокотемпературного сверхпроводника Bi (Pb) 2223: I. Вторичные фазы / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Письма о материалах. — 2013. — Т. 3, № 3. — С. 188—192.
2. *Салихов, А. Р.* Методика ускоренного фазового анализа многофазных материалов / А. Р. Салихов, Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. — 2014. — Т. 80, № 2. — С. 31—33.
3. *Имаев, М. Ф.* Влияние скорости кручения под квазигидростатическим давлением на текстуру и частицы вторичных фаз в керамике Bi(Pb)2223 / М. Ф. Имаев, Н. Ю. Пархимович // Известия высших учебных заведений. Физика. — 2015. — Т. 58, № 6. — С. 34—37.
4. *Пархимович, Н. Ю.* Влияние температуры отжига под квазигидростатическим давлением на текстуру и фазовый состав керамики Bi(Pb)2223 / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Известия высших учебных заведений. Физика. — 2015. — Т. 58, № 6. — С. 85—89.
5. *Имаев, М. Ф.* Структура и фазовые превращения при горячей деформации высокотемпературного сверхпроводника Bi(Pb)2223: II. Текстура и микроструктура / М. Ф. Имаев, Н. Ю. Пархимович // Письма о материалах. — 2016. — Т. 6, № 4. — С. 343—346.
6. *Parkhimovich, N. Y.* A graphic approach to the analysis of a large X-ray microanalysis dataset obtained via SEM-EDS / N. Y. Parkhimovich, A. R. Salikhov, M. F. Imayev // Microscopy research and technique. — 2017. — Vol. 80, no. 9. — P. 1028—1035.
7. The effect of hot deformation by torsion under pressure and post-deformation annealing on superconducting properties of Bi(Pb)2223 ceramics / N. Y. Parkhimovich [et al.] // IOP Conf. Series: Mater. Sci. Eng. — 2018. — Vol. 1, no. 5. — P. 447.
8. *Пархимович, Н. Ю.* Влияние температуры деформации кручением под давлением на текстуру ВТСП керамики Bi(Pb)2223 / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Актуальные проблемы прочности: сборник тезисов LIII международной конференции. — 2012.

9. *Пархимович, Н. Ю.* Влияние режима деформации кручением под давлением на текстуру ВТСП керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: Сборник тезисов Открытой школы-конференции стран СНГ. — 2012.
10. *Пархимович, Н. Ю.* Влияние температуры на текстуру и фазовый состав деформированной ВТСП керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  в условиях квазигидростатического давления / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: Сборник тезисов Открытой школы-конференции стран СНГ. — 2014.
11. *Пархимович, Н. Ю.* Поведение частиц вторичных фаз при горячей деформации ВТСП керамики  $\text{Bi(Pb)2223}$  / Н. Ю. Пархимович, М. Имаев // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: Сборник тезисов Открытой школы-конференции стран СНГ. — 2014.
12. *Пархимович, Н. Ю.* Графический метод обработки данных ЭДС для фазового анализа многофазных материалов / Н. Ю. Пархимович, А. Р. Салихов, М. Ф. Имаев // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: Сборник тезисов Открытой школы-конференции стран СНГ. — 2014.
13. *Пархимович, Н. Ю.* Корреляция текстуры и микроструктуры в ВТСП керамике  $\text{Bi(Pb)2223}$ , деформированной кручением под квазигидростатическим давлением / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: Сборник тезисов Открытой школы-конференции стран СНГ. — 2016.
14. *Пархимович, Н. Ю.* Влияние температуры кручения под квазигидростатическим давлением на микроструктуру керамики на основе фазы  $\text{Bi(Pb)2223}$  / Н. Ю. Пархимович, М. Ф. Имаев // «Современные твердофазные технологии: теория, практика и инновационный менеджмент»: материалы X Международной научно-инновационной молодежной конференции. — 2018.

## Список литературы

1. *Majewski, P.* Materials aspects of the high-temperature superconductors in the system  $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-SrO-CaO-CuO}$  / P. Majewski // Journal of Materials Research. — 2000. — Vol. 15, no. 4. — P. 854—870.
2. *Maeda, H.* Bismuth-based high-temperature superconductors / H. Maeda. — CRC Press, 1996. — 656 p.
3. *Murayama, N.* Hot forging with heat treatment of  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$  / N. Murayama, J. B. Vander Sande // Physica C: Superconductivity. — 1995. — Vol. 241, no. 3/4. — P. 235—246.

4. Processing and superconducting properties of highly textured Bi(Pb)-2223 ceramics by sinter-forging / V. Rouessac [et al.] // *Physica C: Superconductivity*. — 1996. — Vol. 268, no. 3/4. — P. 225—232.
5. *Noudem, J. G.* Recent developments in processing and performance of hot stacked-sinter forged Bi2223 ceramics / J. G. Noudem, E. Guilmeau, D. Chateigner // *Physica C: Superconductivity*. — 2003. — Vol. 391, no. 3. — P. 265—271.
6. *Imayev, M. F.* The effect of deformation temperature on the microstructure and texture in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  ceramics processed by torsion under pressure / M. F. Imayev, D. B. Kabirova, A. V. Dementyev // *New research on YBCO superconductors* / ed. by D. M. Friedman. — NOVA Publishers, 2008. — P. 235—252.
7. Microstructure, texture and superconducting properties of Bi2212 ceramics, deformed by torsion under pressure / M. F. Imayev [et al.] // *Physica C: Superconductivity and its applications*. — 2007. — Vol. 467, no. 1/2. — P. 14—26.
8. Introduction of pinning centres into Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O superconductors / S. X. Dou [et al.] // *Superconductor Science and Technology*. — 1997. — Vol. 10, 7A. — A52.
9. *Казин, П. Е.* Микрокомпози́ты на основе сверхпроводящих купратов / П. Е. Казин, Ю. Д. Третьяков // *Успехи Химии*. — 2003. — Т. 72, № 10. — С. 960—977.
10. *Lotgering, F. K.* Topotactical reactions with ferrimagnetic oxides having hexagonal crystal structures—I / F. K. Lotgering // *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*. — 1959. — Vol. 9, no. 2. — P. 113—123.
11. *Yoo, J. M.* X-ray polefigure analyses of texturing and textural hardening observed in mechanical deformation of  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_z$  superconductor HIP clad on Ag substrate / J. M. Yoo, K. Mukherjee // *Physica C: Superconductivity*. — 1994. — Vol. 222, no. 3/4. — P. 241—251.
12. *Kazin, P. E.* Ac susceptibility weak link characterization in the Bi-Pb-Ca-Sr-Cu-O thick films on (in) Ag tape / P. E. Kazin, T. E. Os'kina, Y. D. Tretyakov // *Applied Superconductivity*. — 1993. — Vol. 1, no. 7—9. — P. 1007—1013.
13. *Wilkinson, D. S.* On the mechanism of strain-enhanced grain growth during superplastic deformation / D. S. Wilkinson, C. H. Caceres // *Acta Metallurgica*. — 1984. — Vol. 32, no. 9. — P. 1335—1345.
14. *Parinov, I. A.* Microstructure and properties of high-temperature superconductors / I. A. Parinov. — Springer Science & Business Media, 2013.
15. *Müller, K.-H.* AC susceptibility of high temperature superconductors in a critical state model / K.-H. Müller // *Physica C: Superconductivity*. — 1989. — Vol. 159, no. 6. — P. 717—726.

16. *Gömöry, F.* Characterization of high-temperature superconductors by AC susceptibility measurements / F. Gömöry // *Superconductor Science and Technology*. — 1997. — Vol. 10, no. 8. — P. 523.
17. *Murayama, N.* Superconducting Properties of Hot-Pressed Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Thick Films / N. Murayama, Y. Hiramatsu, Y. Torii // *Advances in Superconductivity III*. — Springer, 1991. — P. 663–666.
18. *Garnier, V.* Critical current density dependence of bulk textured Bi-2223 on thermal treatments and cold intermediate pressing / V. Garnier, S. Marinel, G. Desgardin // *Physica C: Superconductivity*. — 2002. — Vol. 372. — P. 1107–1110.
19. *Guilmeau, E.* Effect of the precursor powders on the final properties of hot-forged Bi2223 textured discs / E. Guilmeau, D. Chateigner, J. Noudem // *Superconductor Science and Technology*. — 2003. — Vol. 16, no. 4. — P. 484.
20. Performance of hot stacked-sinter forged Bi2223 ceramics / J. Noudem [et al.] // *Physica C: Superconductivity*. — 2004. — Vol. 408. — P. 862–863.
21. Термическая стабильность сверхпроводящей фазы Bi(Pb)2223 в условиях всестороннего сжатия / М. Ф. Имаев [и др.] // *Деформация и разрушение материалов*. — 2010. — Т. 2. — С. 17–21.