

Содержание

Общая характеристика работы	4
Актуальность исследования.....	4
Цель научного исследования.....	6
Задачи научного исследования.....	6
Научная новизна работы	7
Апробация работы.....	8
Личный вклад автора.....	10
Глава 1 Получение сферических частиц металлов методом жидкого анода и их элементно-структурные характеристики.....	10
1.1. Экспериментальная установка сильноточного разряда с жидким анодом для получения сферических частиц.....	10
1.2 Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с низкой теплопроводностью (титан, ниобий, малоуглеродистая сталь, нержавеющая сталь, пермаллой, нихром).....	13
1.3 Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с высокой теплопроводностью (золото, серебро, медь, вольфрам)	18
1.4 Рентгенофазовый анализ, КР-спектроскопия и элементный анализ частиц, получаемых методом жидкого анода.....	22
Выводы по Главе 1	27
Глава 2 Применение полученных с помощью метода жидкого анода сферических частиц для полировки лент-подложек высокотемпературных сверхпроводников магнитореологическим способом.....	29

Выводы по Главе 2.....	36
Глава 3 Применение метода спектральной пирометрии для определения температуры разряда в методе жидкого анода.....	36
Выводы по Главе 3.....	41
Заключение.....	41
Список литературы.....	42

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность исследования

В настоящее время проводятся различные исследования касаются плазменных разрядов с жидким электродом благодаря широкой применимости в технических приложениях таких разрядов, где катодом или анодом является металлический проводник. Широко известны работы по электролитно-плазменной полировке, где используется система жидкий катод – металлический анод [1, 2], плазменные разряды с жидким электродом находят применение в получении сферических частиц металлов и их соединений, которые в свою очередь используются в аддитивной технологии, в хроматографии, в порошковой металлургии, для получения магнитных жидкостей, в качестве катализаторов [3-7], а также проводятся современные температурные исследования разряда с жидким электродом [8-11]. Касаются получения сферических частиц, для разных типов 3D-печати металлами и их соединениями (аддитивные технологии) подходят сферические частицы с диаметром в диапазоне 10-150 μm [12], в то время как в случае с магнитной жидкостью, допустимо использование сферических частиц в диапазоне 0,1-1000 μm [6]. Не смотря на немалое количество предложенных способов получения сферических частиц металлов и его соединений [13-19], новые методики предлагаются и в последнее время [20-22].

В представленной работе будет сконцентрировано внимание на метод разряда металлов и их сплавов с жидким анодом, по причине более простого применения для достижений температуры необходимой в случае получения сферических частиц не более 150 μm путем распыления металлов, этот метод менее энергозатратен, чем в случае с методом жидкого катода [20] (в случае с жидким анодом меньше мощность электрического тока, чем с жидким катодом, а также не нужны слишком высокие напряжения для распыления металлов) или при использовании метода распыления инструментальной

стали с помощью генератора электрических импульсов в воде [21] (в случае с жидким анодом для получения сферических частиц из стали, достаточно напряжение от сети 220В при использовании выпрямителя тока). Также этот метод оправдан для получения сферических частиц при распылении металлов с высокой теплопроводностью: золото, серебро, медь, вольфрам.

Мною (с коллегами) проведены исследования по возможности применения такого метода для получения сферических частиц для магнитореологической полировке лент-подложек высокотемпературных сверхпроводников магнитореологическим способом. Промышленное производство ВТСП-лент является одним из приоритетов технического развития России [23], а высококачественная полировка является одним из важных технологических этапов для их получения. Для получения ВТСП-лент требуется достичь шероховатость поверхности после полировки менее 5 nm RMS [24] или 5 nm Ra [25]. В приведенных работах требуемого значения шероховатости достигали с помощью полировки электрохимическим способом, и измерение шероховатости поверхностей на участке сканирования 5x5 μm показало значения шероховатости поверхности 2,3 nm Ra [24] и 3,4 nm Ra [25]. Авторами работы [24] проведен обзор исследований способов полировки и сделан вывод о предпочтительном использовании электрохимической полировки для обеспечения получения меньшей шероховатости поверхности, чем при использовании механической и химической полировок. Также исследователи в работе [26] сообщалось о возможности полировки на установке по электрохимической полировке подложки ВТСП-лент, которая позволяет получить шероховатость поверхности таких лент менее 1 nm RMS на участке сканирования 5x5 μm . Метод по использованию магнитореологической жидкости для полировки поверхностей широко изучен исследователями из Института тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси [27, 28], при этом известны

результаты, где данными исследователями достигнута шероховатость поверхности 3,9 nm Sa на участке сканирования 10x10 μm . Также известно, что при магнитореологической полировке нержавеющей стали достигнуты значения шероховатости 16 nm Ra [29], 23,8 nm Ra [30], 50 nm Ra [31]. Подробный обзор по методам применения магнитореологической полировки в различных технических приложениях приведен в [32], без упоминания возможности применения метода непосредственно для ВТСП-лент.

Температурная диагностика плазмы при разряде на жидком электроде представлена в работах [8-11] исследователи используют метод эмиссионной спектроскопии, где важны наличие данных по атомарным или ионным линиям. В публикации [11] авторы указывают на сложность такого метода для определения температуры: «Определение температуры электронов по приведенным выше спектрам затруднено, так как недостаточно данных по атомарным (и) или ионным линиям». Для температурной диагностики разряда при разряде на жидком аноде нами выбран относительно новый метод «Спектральной пирометрии» широко исследованной группой д.ф.м.н. А.Н. Магунова [33, 34], метод примечателен тем, что для определения температуры, не нужны данные по излучательным способностям исследуемого разряда, что упрощает получение температуры, где данные по излучательным способностям получить проблематично либо они вариативны.

Цель работы: Изучение параметров плазмы при разряде металлов с жидким анодом и получение в следствии этого мелкодисперсных сферических частиц.

Задачи работы:

1) Получение сферических частиц металлов методом жидкого анода и изучение их элементно-структурных характеристик.

2) Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с низкой теплопроводностью (титан, ниобий, малоуглеродистая сталь, нержавеющая сталь, пермаллой, нихром) методом жидкого анода.

3) Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с высокой теплопроводностью (золото, серебро, медь, вольфрам) методом жидкого анода.

4) Применение полученных с помощью метода жидкого анода сферических частиц для полировки лент-подложек высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП) магнитореологическим способом.

5) Применение метода спектральной пирометрии для определения температуры разряда в методе жидкого анода.

Научная новизна работы:

1) Впервые получены методом жидкого анода сферические частицы диаметром 10-150 μm при распылении металлов и сплавов: ниобия, нихрома, пермаллоя, золота, золота 585 пробы, серебра, меди – при напряжениях разряда до 320 В и токах до 5 А.

2) Впервые исследованы температурные характеристики разряда при методе жидкого анода с помощью спектральной пирометрии.

3) Впервые апробированы для магнитореологической полировки ВТСП-лент сферические частицы, полученные методом жидкого анода.

4) Впервые достигнута шероховатость нержавеющей ВТСП-подложки при магнитореологической полировке с помощью сферических частиц, полученных методом жидкого анода: 1,3 nm Sa (1,9 nm RMS) на площади сканирования 10 на 10 μm ,

5) Впервые исследованы и сравнены структурные характеристики сферических частиц при распылении малоуглеродистой стали

методом жидкого анода, в среде аргона в одном случае, в воздушной в другом над жидким анодом.

- б) Впервые получены сферические частицы методом жидкого анода при распылении вольфрама при напряжении разряда до 550 В и токах до 8А.

Основные положения работы:

- 1) Экспериментально проверена применимость метода спектральной пирометрии для изучения температурной зависимости от физических параметров в методе жидкого анода.
- 2) С помощью метода жидкого анода можно получать сферические частицы диаметром 10-150 μm при распылении различных металлов, включая металлы с высокой теплопроводности, при напряжениях разряда до 320 вольт.
- 3) Сферические частицы, полученные при распылении малоуглеродистой стали методом жидкого анода, подходят для магнитореологической полировки ВТСП-подложек.

Апробация с результатами работы представлена в 8 публикациях (2 статьи в рецензируемых журналах и 6 тезисов, представленных на конференциях):

- 1) Барышников Ю.С., Куракин Р.О., Твердохлебов К.В., Поняев С.А. Сфероизация металлических частиц с помощью жидкого анода // Инновационные материалы и технологии: материалы Междунар. науч.-техн. конф. молодых ученых, г. Минск, 23–24 марта 2022 г. – Минск : БГТУ, 2022, С. 98-101
- 2) Барышников Ю.С., Куракин Р.О., Твердохлебов К.В., Поняев С.А. Процесс образования сферических частиц на установке с жидким анодом при маломощном нагреве // VIII Международная конференция «Лазерные, плазменные исследования и технологии» ЛаПлаз-2022,

- посвященная 100-летию со дня рождения лауреата Нобелевской премии по физике Басова Николая Геннадиевича: Сборник научных трудов. М.: НИЯУ МИФИ, 2022, С. 162
- 3) Барышников Ю.С., Куракин Р.О., Твердохлебов К.В., Поняев С.А. ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛИЧЕСКОГО ПОРОШКА СФЕРИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ МЕТОДОМ ЖИДКОГО АНОДА // Национальная научно-техническая конференция с международным участием. Перспективные материалы и технологии (ПМТ-2022). [Электронный ресурс]: Сборник докладов конференции «Перспективные материалы и технологии» Института перспективных технологий и индустриального программирования РТУ МИРЭА / Под редакцией Юрасова А.Н. — М.: РТУ МИРЭА, 2022, 237-240 с.
- 4) Baryshnikov YU.S., Kurakin R.O., Tverdokhlebov K.V., Ponyaev S.A. COMPARISON OF THE PRODUCTION OF SPHERICAL PARTICLES IN THE ELECTRIC EXPLOSION OF A WIRE AND A LOW-POWER DISCHARGE USING A LIQUID ANODE // 8th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE 2022): Abstracts. — Tomsk: TPU Publishing House, 2022, 530 p.
- 5) Барышников Ю.С., Куракин Р.О., Твердохлебов К.В., Поняев С.А. Получение сферических частиц металлов на установке с жидким анодом // Физика.СПб: тезисы докладов международной конференции 17–21 октября 2022 г. — СПб.: ПОЛИТЕХ-ПРЕСС, 2022, 414-415 с.
- 6) Baryshnikov YU.S., Kurakin R.O., Tverdokhlebov K.V., Chikiryaka A.V., Poniaev S.A., Liquid anode method as a method for the formation of spherical metal particles. Proceedings of the X International Conference «PLASMA PHYSICS AND PLASMA TECHNOLOGY» (PPPT-10): September 12-16, 2022, Minsk, Belarus / Edited by N.V. Tarasenko, A.A. Nevar, N.N. Tarasenka, M.S. Usachonak - Minsk : Kovcheg, 2022. – p. 75-79.

- 7) Baryshnikov Yu.S., Kurakin R.O., Tverdohlebov K.V., Chikiryaka A.V., Orlov P.A., Poniaev S.A. LIQUID ANODE METHOD AS A METHOD FOR THE FORMATION OF SPHERICAL METAL PARTICLES // High Temperature Material Processes: An International Quarterly of High-Technology Plasma Processes. 2023. Vol. 27 (3). P. 89-94
- 8) Барышников Ю. С., Куракин Р. О., Чикиряка А. В., Орлов Ф. А., Твердохлебов К. В., Леухин С. А., Юрченков М. И., Поняев С. А. Получение сферических частиц металлов на установке с жидким анодом // Прикладная физика. М., 2023. №3 с.18-24

Личный вклад автора – все представленные результаты (по научной новизне) получены автором доклада либо при его определяющем участии, кроме части по исследованию рентгенофазным анализом и КР-спектроскопии сферических частиц (измерения и анализ сделаны А.Д. Трофимуком).

Глава 1 Получение сферических частиц металлов методом жидкого анода и их элементно-структурные характеристики.

1.1. Экспериментальная установка сильноточного разряда с жидким анодом для получения сферических частиц

Принципиальная схема экспериментальной установки для реализации метода жидкого анода приведена на рис.1. Однофазное переменное напряжение выпрямлялось с применением диодного моста MDS100-1800V и сглаживающего конденсатора К41И-7. Катодом являлась проволока из малоуглеродистой стали.

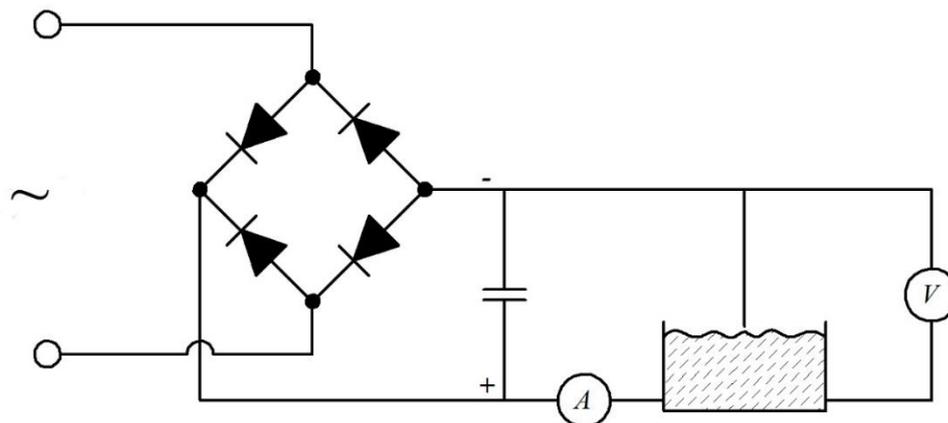


Рис. 1. Принципиальная электрическая схема установки по получению сферических частиц методом жидкого анода.

Жидким анодом выступал водно-солевой раствор с температурой 80-90 °С, в котором значение электропроводности меняли путем добавления хлорида натрия (пищевая соль) в водопроводную воду. Изменение концентрации хлорида натрия соответственно влияло на электропроводность раствора, электропроводность раствора была варьировалась до 240 мСм/см. Электропроводность раствора мерилась кондуктометром Эксперт-002, при комнатной температуре раствора около 20°С. При подаче напряжения происходило распыление твердого металлического катода, а полученные сферические частицы из него попадали в анодный раствор и осаждались на фильтровальную подложку. После проведения эксперимента подложку извлекали, промывали в водопроводной воде и сушили при температуре около 50 °С.

Электрические параметры разряда, возникающего при соприкосновении катода с жидким анодом, регистрировались с помощью цифрового вольтметра-амперметра УВ4835НВА. Поджиг разряда происходил в воздушной среде при соприкосновении металлического катода с жидким анодом. Напряжение на разрядном промежутке составляло 270-320 В, кроме случая распыления Вольфрама в этом случае напряжение разряда составляло

520-550 В. Ток составлял от 0,5 до 8 А в зависимости от площади контакта катода и анода.

Анализ и фотографирование получаемых частиц проводились с помощью оптического микроскопа Altami MET 5 с камерой Altami USB 3150R6 1/2CMOS с последующей обработкой изображений в программе Altami Studio 3.5.

Энергодисперсионный анализ образцов проводился на электронном микроскопе Phenom ProX.

Рентгенофазовый анализ проведён с использованием дифрактометра ДРОН-8 сконструированного в геометрии Брегга-Брентано и оснащенного медной трубкой ($\lambda_1 = 1.54 \text{ \AA}$).

КР-спектры получены на спектрометре «Ntegra Spectra». В эксперименте использован He-Ne лазер ($\lambda=632.816 \text{ nm}$), дифракционная решётка (1800 штрихов/мм) и 100-кратный объектив. Зная о возможной нестабильности фаз [35], в предварительных экспериментах использовали плотность мощности лазера порядка 10 Вт/см^2 , постепенно повышая плотность мощности. Однако вплоть до повышения плотности мощности до 100 Вт/см^2 , спектры в случайных точках для обоих образцов качественно не изменялись, поэтому для лучшего разрешения сигналов использовали плотность мощности 100 Вт/см^2 .

На лазерном анализаторе частиц Микросайзер 201 были проведены измерения распределения по диаметрам частиц в полученных порошках.

Спектрограммы разряда получены на Электронном спектрографе для регистрации излучения в диапазоне 300-900 нм, разработки Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина). Калибровка спектрографа происходила на калибровочной лампе с вольфрамовой нитью СИ8-200.

1.2 Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с низкой теплопроводностью (титан, ниобий, малоуглеродистая сталь, нержавеющая сталь, пермаллой, нихром)

Установлено, что при плазменном испарении катода металлов и сплавов с теплопроводностью меньше 100 Вт/(м·К) (титан, ниобий, малоуглеродистая сталь, нержавеющая сталь, пермаллой, нихром) в установке с жидким анодом при токе 0,5-2А, напряжении 170-320 В, происходило образование гранул порошка сферической формы примерно от 10 мкм до 208 мкм, большая часть фракций полученных гранул по количеству попадает в диапазон до 150 мкм.

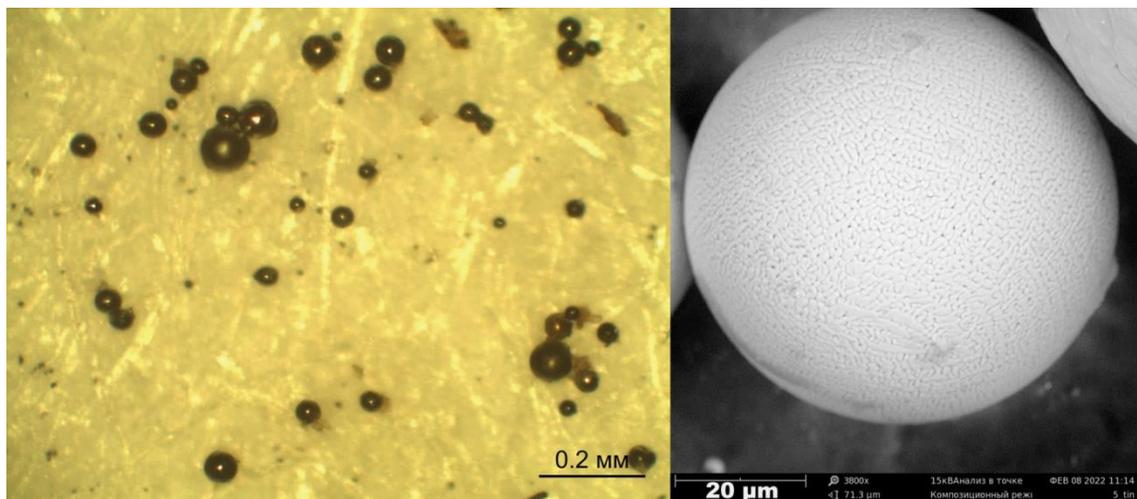


Рис. 2. Сферические частицы, полученные при распылении малоуглеродистой стали

Таб. 1. Элементный состав частицы порошка, при распылении катода из малоуглеродистой стали на установке с жидким анодом.

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Fe	42,5	72.1
O	57,5	27.9

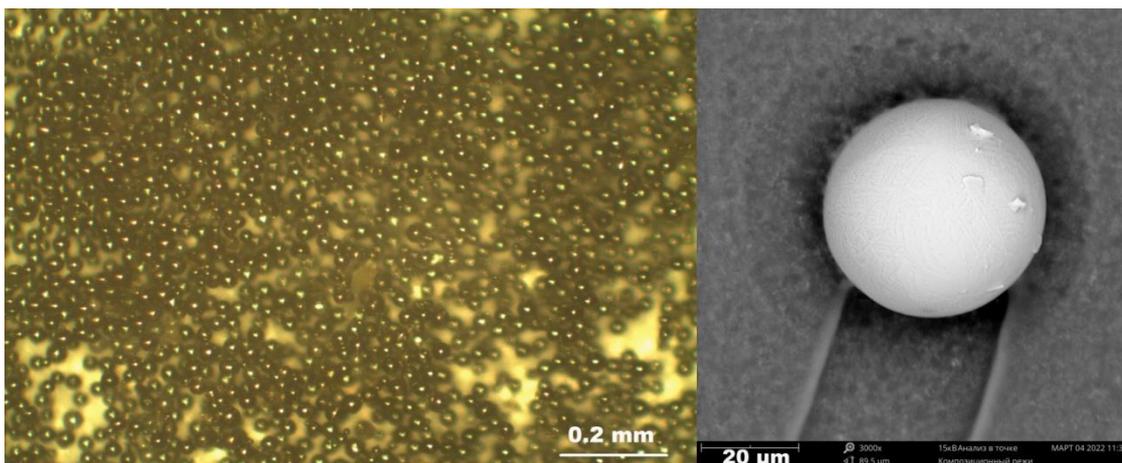


Рис. 3. Сферические частицы, полученные при распылении титанового катода

Таб. 2. Элементный состав частицы порошка, при распылении титанового катода на установке с жидким анодом.

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Ti	15,36	35,89
O	83,04	64,11

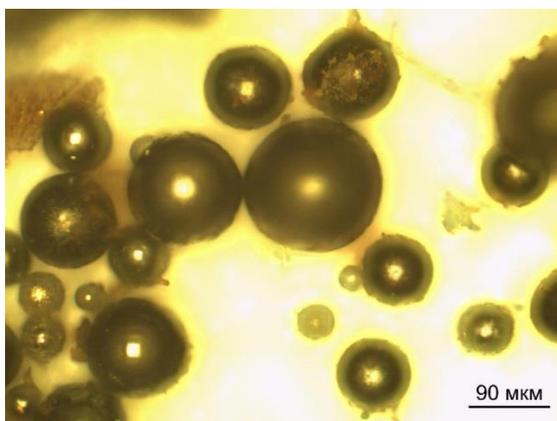


Рис. 4. Сферические частицы полученные, при распылении катода из нихрома

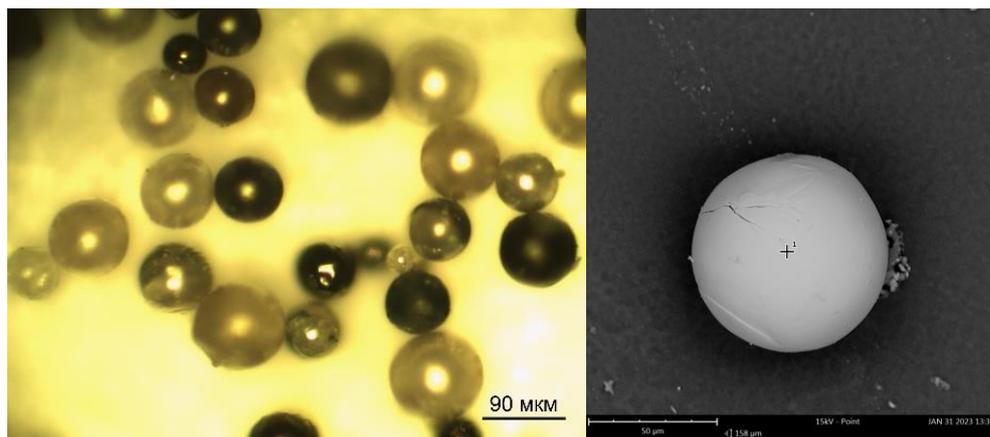


Рис. 5. Сферические частицы полученные, при распылении катода из ниобия

Символ элемента	Атомная концентрация	Массовая концентрация
Nb	23.27	63.78
O	76.73	36.22

Таб. 3. Элементный состав частицы порошка, при распылении катода из ниобия на установке с жидким анодом.

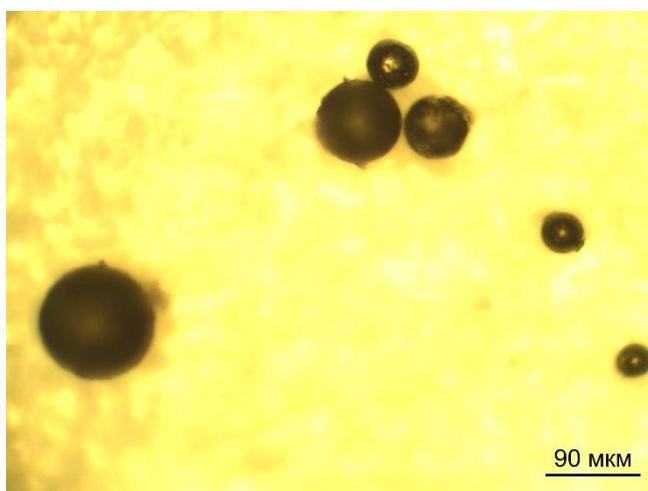


Рис. 6. Сферические частицы полученные, при распылении катода из нержавеющей стали

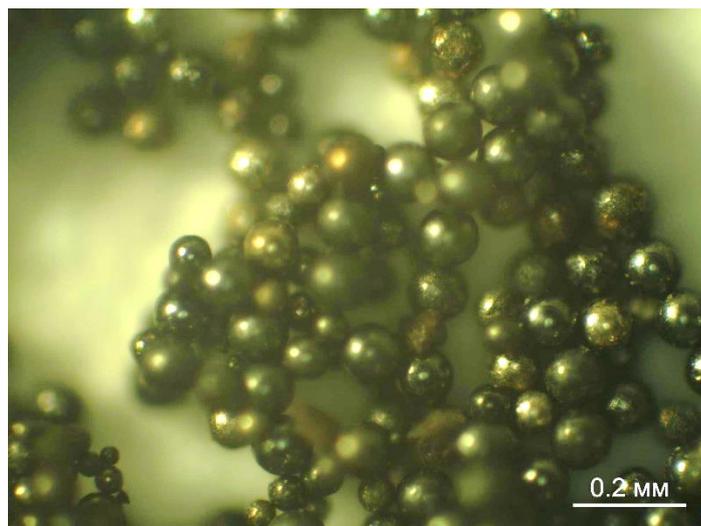


Рис. 7. Сферические частицы полученные, при распылении катода из пермал-
лоя

На лазерном анализаторе частиц Микросайзер 201, были проведены измерения распределения по размерам частиц в полученных порошках FeO и TiO₂, данные представлены в рис. 8 и рис. 9.

Для табличных значений выбран промежуток от 11,2 до 208 мкм, такой промежуток выбран, так как он является наибольшим (пиковым) по процентному содержанию частиц.



Рис. 8. Гистограмма распределения по диаметрам сферических частиц FeO получаемых методом жидкого анода.



Рис. 9. Гистограмма распределения по диаметрам сферических частиц TiO₂ получаемых методом жидкого анода.

1.3 Получение сферических частиц при распылении металлов и сплавов металлов с высокой теплопроводностью (золото, серебро, медь, вольфрам)

При увеличении электропроводности жидкого анода, было обнаружено, что металлы с высоким коэффициентом теплопроводности тоже могут засфероизированы до диаметров частиц менее $150\ \mu\text{m}$ при напряжении разряда 270-320 В, которое использовалось также для металлов с низким коэффициентом теплопроводности, где получались сферические частицы с использованием жидкого анода, но с гораздо меньшей электропроводностью жидкого анода [36]. Электропроводность электролита, который позволил получить сферические частицы диаметрами менее $150\ \mu\text{m}$ из металлов (меди, серебра, сплава золота, золота) $240\ \text{мСм/см}$, проводимость раствора мерилась при комнатной температуре. Примеры полученных из медного катода сферических частиц с разной электропроводностью электролита рис.10а и рис.10б, рис.10а диаметр медной проволоки 2мм, рис.10б диаметра проволоки 1 мм, напряжение разряда 270-320 В.

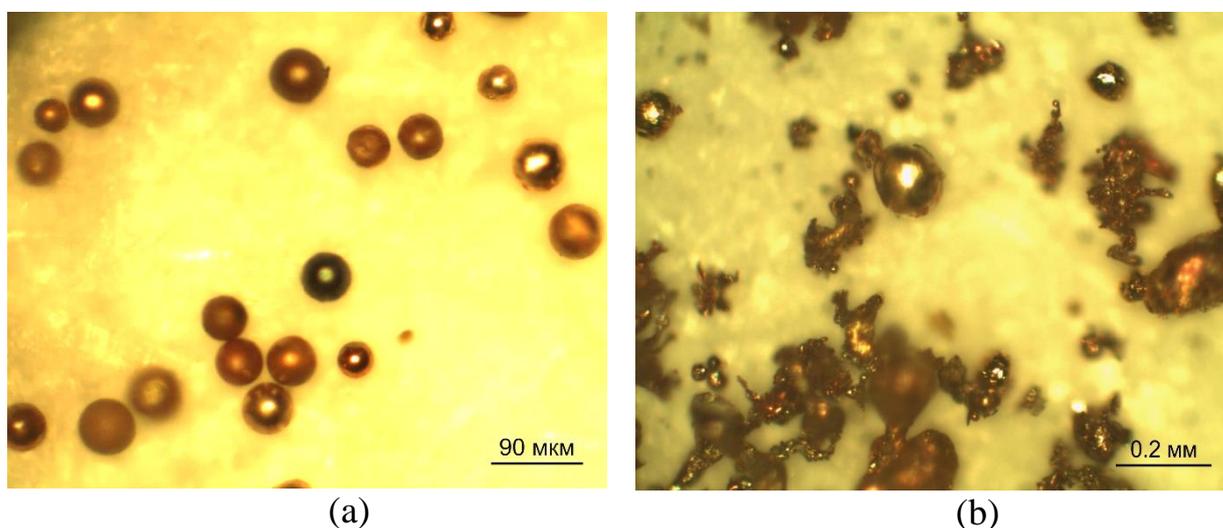


Рис. 10. Сферические частицы (а), дендридообразные частицы (б) полученные при разряде с медным катодом при разных электропроводностях раствора жидкого анода.

Стоит заметить, что сферические частицы получались и с медными проволоками меньшего диаметра 0,5-1 мм. Элементный состав получаемых

сферических частиц при плазменном распылении медного катода (медной проволоки) указан в Таблице 4.

Символ элемента	Атомная концентрация, %	Массовая концентрация, %
Cu	63.72	87.54
O	26.78	9.26
C	8.73	2.27
Fe	0.77	0.93

Таблица 4. Элементный состав получаемых сферических частиц при плазменном распылении медного катода (медной проволоки)

Наличие углерода может скорее всего объяснено тем, что до эксперимента с медью использовалось трансформаторное масло в той же емкости, где и происходил разряд при распылении медной проволоки, либо это могло быть следствием другого загрязнения на сканируемом участке.

Примеры полученных частиц методом разряда с жидким анодом при одинаковом напряжении разряда 270-320 В, с металлическим катодом из серебра пробы 999, представлено при проводимости электролита 240 мСм/см на рис. 11а, при проводимости электролита 31,85 мСм/см на рис. 11б

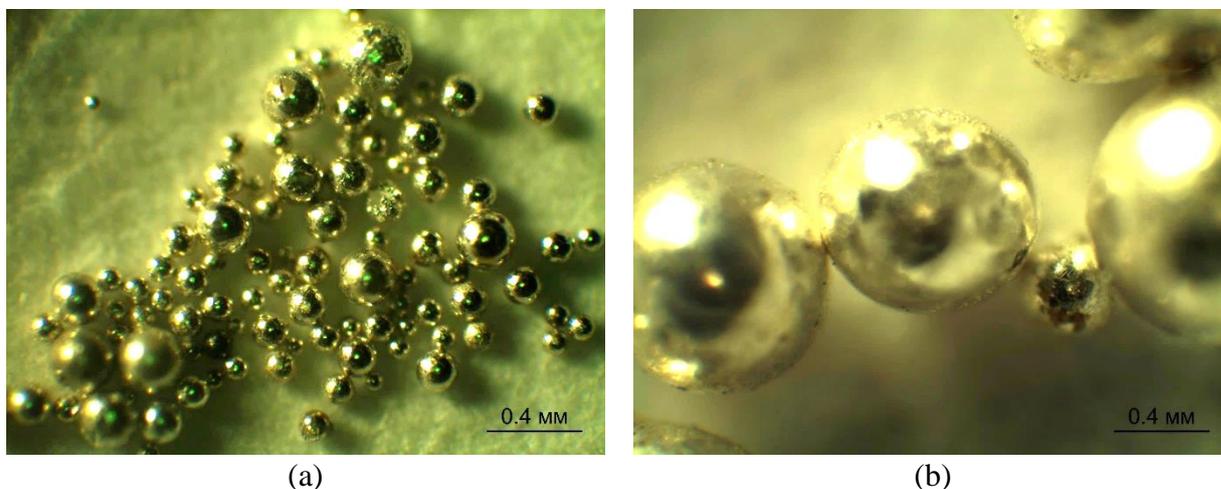


Рис. 11. Сферические частицы (а) при электропроводности электролита 240 мСм/см, дробь при электропроводности электролит 31,85 мСм/см (б) полученные при

разряде с серебряным катодом.

Как видим, при одинаковом напряжении разряда, но при разной электропроводности электролита получаются частицы разного диаметра. С большей электропроводностью электролита получаются как правило сферические частицы меньшего диаметра, чем с меньшей электропроводностью, в этом случае получается большей части дробь диаметром свыше 0,5 мкм. Химический состав получаемых сферических частиц при плазменном распылении серебряного катода указан в Таблице 5.

Символ элемента	Атомная концентрация, %	Массовая концентрация, %
Ag	95	99.23
O	5	0.77

Таблица 5. Элементный состав получаемых сферических частиц при плазменном распылении серебряного катода.

Таким же способом были получены сферические частицы из заявленного производителем сплава золота пробы 585 при проводимости электролита 240 мСм/см представлено на рис. 13

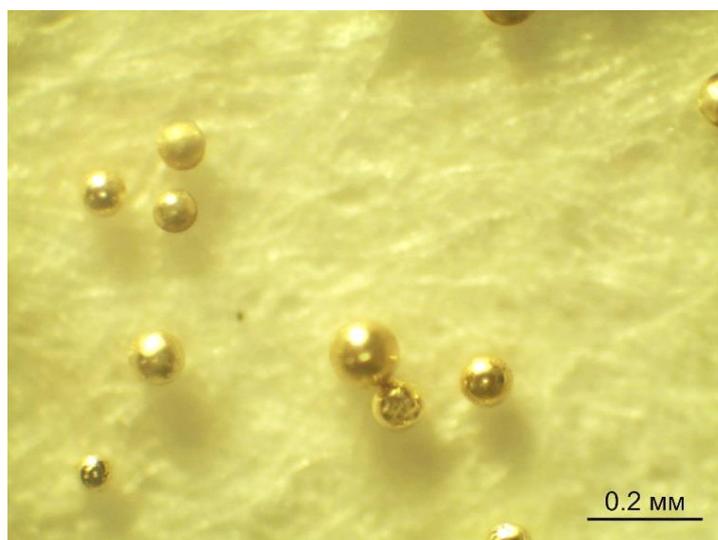


Рис. 13. Сферические частицы при электропроводности электролита 240 мСм/см, полученные при разряде с катодом из сплава золота 585 пробы

Эксперимент распыления золота пробы 999 на жидком аноде при проводимости электролита 240 мСм/см представлен на рис. 14а и при проводимости электролита 31,85 мСм/см на рис 14б.

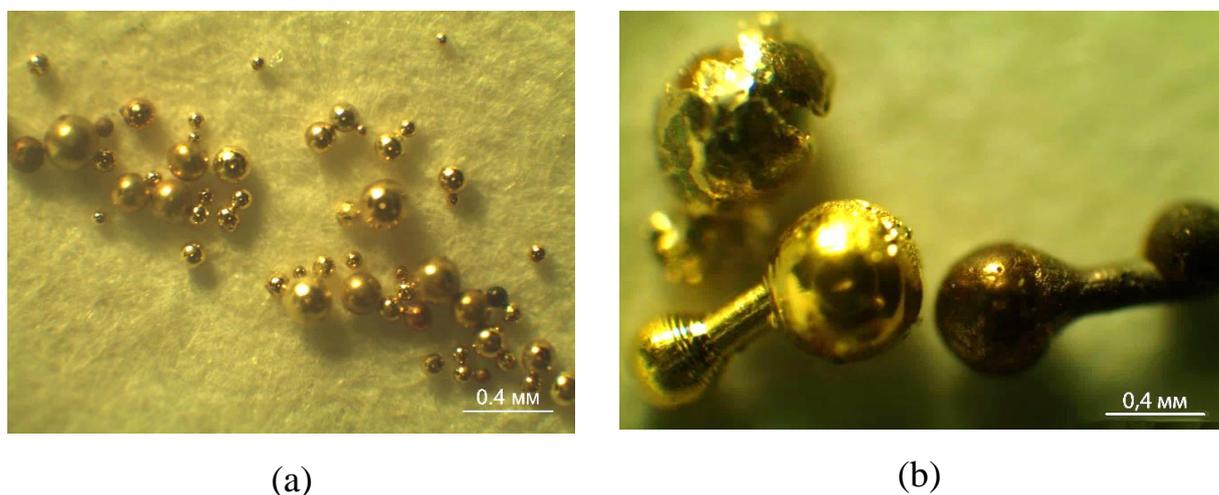


Рис. 14. Сферические частицы (а) при электропроводности электролита 240 мСм/см, не сферические частицы при электропроводности электролит 31,85 мСм/см (б) полученные при разряде катодом из золота 999 пробы.

Символ Элемента	Атомная концентрация, %	Массовая концентрация, %
Au	59.90	95.04
O	19.81	2.55
C	16.69	1.61
Cl	1.27	0.36
Na	2.33	0.43

Таблица 6. Элементный состав получаемых сферических частиц при плазменном распылении из золота 999 пробы.

Наличие натрия и хлора объясняется тем, что остались высохшие следы от раствора жидкого анода содержащей пищевую соль, наличие углерода объясняется скорее всего также, как и в случае с медью, что до

эксперимента с золотом использовалось трансформаторное масло в той же емкости, где и происходил разряд при распылении золотой проволоки, либо это могло быть следствие другого загрязнения на сканируемом участке.

Сфероизации вольфрама не удавалось достичь при напряжениях 320В как в случае при электропроводности электролита 240 мСм/см, так и при электропроводности электролит 31,85 мСм/см. Сфероизация частиц при распылении катода из вольфрама на жидком аноде получилась при электропроводности электролита 105 мСм/см напряжении около 550 В.

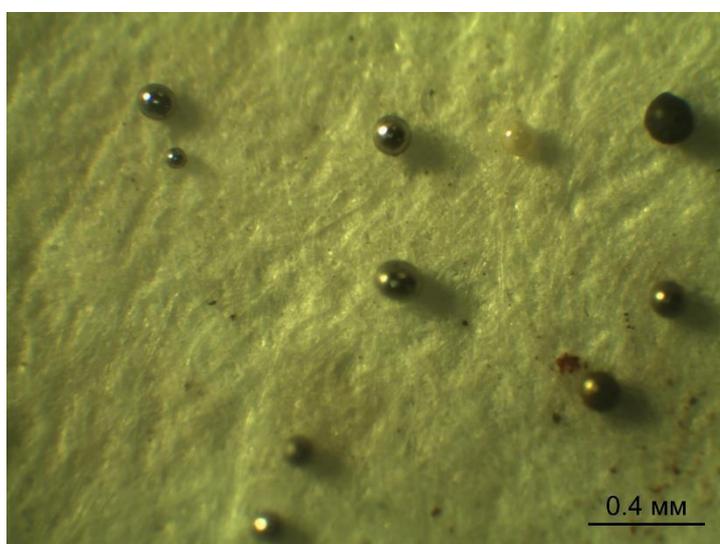


Рис. 15. Сферические частицы при электропроводности электролита 105 мСм/см напряжении 550 В, полученные при разряде с катодом из вольфрама

Символ элемента	Атомная концентрация, %	Массовая концентрация, %
W	83.15	98.27
O	16.85	1.73

Таблица 7. Элементный состав получаемых сферических частиц при плазменном распылении катода из вольфрама.

1.4 Рентгенофазовый анализ, КР-спектроскопия и элементный анализ частиц, получаемых методом жидкого анода

Исследуемые частицы, полученные методом жидкого анода, имели размер 10-100 μm , их получали двумя способами: распылением в среде воздуха в одном случае (этот порошок использовался для магнитореологической полировки ВТСП-ленты), и с напусканьем аргона в емкость, где происходил процесс распыления, без предварительной откачки воздуха из емкости (для учёта влияния среды синтеза на структуру). Как было выяснено в [37] получаемые данным методом частицы состоят из железа и кислорода.

Как показал элементный анализ двух исследуемых образцов, соотношение кислорода и железа в образцах порошка, полученных путем распыления стального электрода в воздушной атмосфере (Fe sample) и распыления стального электрода в атмосфере аргона (Fe+Ar sample) сопоставимо (Таблица 1).

Символ элемента	Массовая концентрация, %	
	Fe sample	Fe+Ar sample
Fe	72.1	68.3
O	27.9	31.7

Таблица 8. Элементный анализ сферической частиц при плазменном распылении малоуглеродистой стали в атмосферах воздуха и аргона.

Рентгенофазовый анализ (РФА, рис. 16) для частиц, полученных в данном исследовании, подтверждает это, а также позволяет уточнить фазовый состав системы.

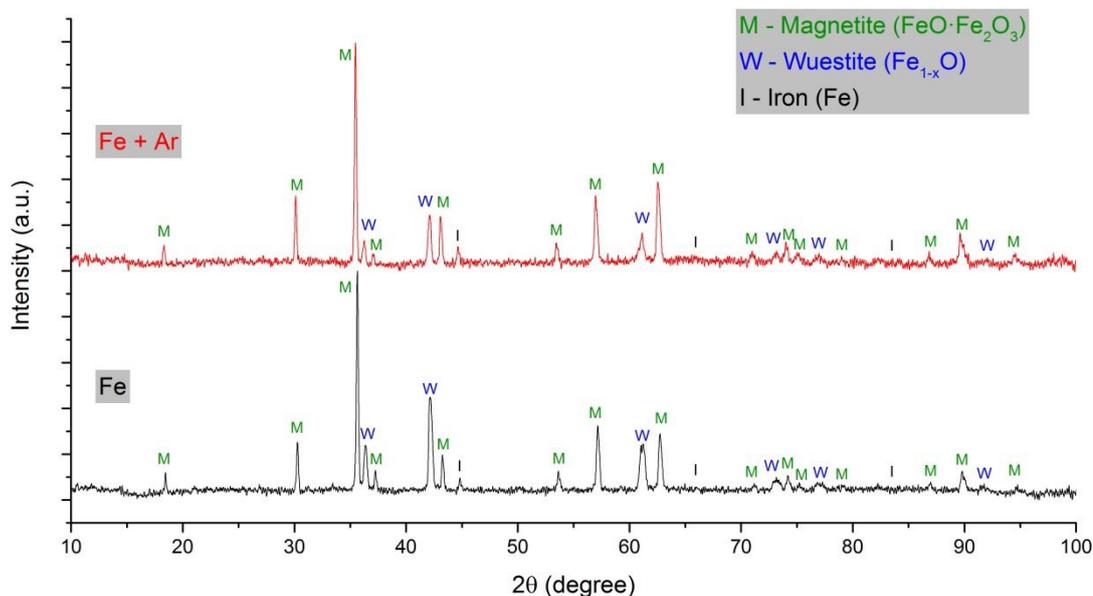


Рис. 16. Дифрактограммы образцов, полученных в атмосфере воздуха (чёрная кривая, снизу) и в атмосфере аргона (красная кривая, сверху). Графики нормированы на одинаковый масштаб и разнесены по вертикали для наглядности. Индексами «М», «W» и «I» отмечены фазы магнетита, вюстита и железа соответственно.

Пики идентифицированы по открытым базам данных, а также соотносятся с данными исследователей, получавших схожие системы [38]. Из дифрактограмм видно, что и в случае получения образцов в атмосфере воздуха и в атмосфере аргона получается смесь магнетита ($\text{FeO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$) (преимущественно), вюстита (Fe_{1-x}O) (в меньшей степени) и чистого железа (Fe) (следовые количества). Соотношение фаз ожидаемо – магнетит является наиболее термодинамически устойчивой формой оксида железа, чем вюстит. Увеличение доли вюстита по отношению к гематиту при синтезе образца в инертной среде в сравнении с синтезом образца в атмосфере воздуха (с одновременным сохранением относительного количества включений чистого железа) – тоже ожидаемо. По всей видимости, при формировании образца в воздушной атмосфере происходит процесс, схожий с известными методами синтеза вюстита, сводящимися к прокаливанию в атмосфере воздуха компактного железа.

На Рис.17 (а, b) представлены КР-спектры образцов, полученных в атмосфере воздуха (а) и аргона (b).

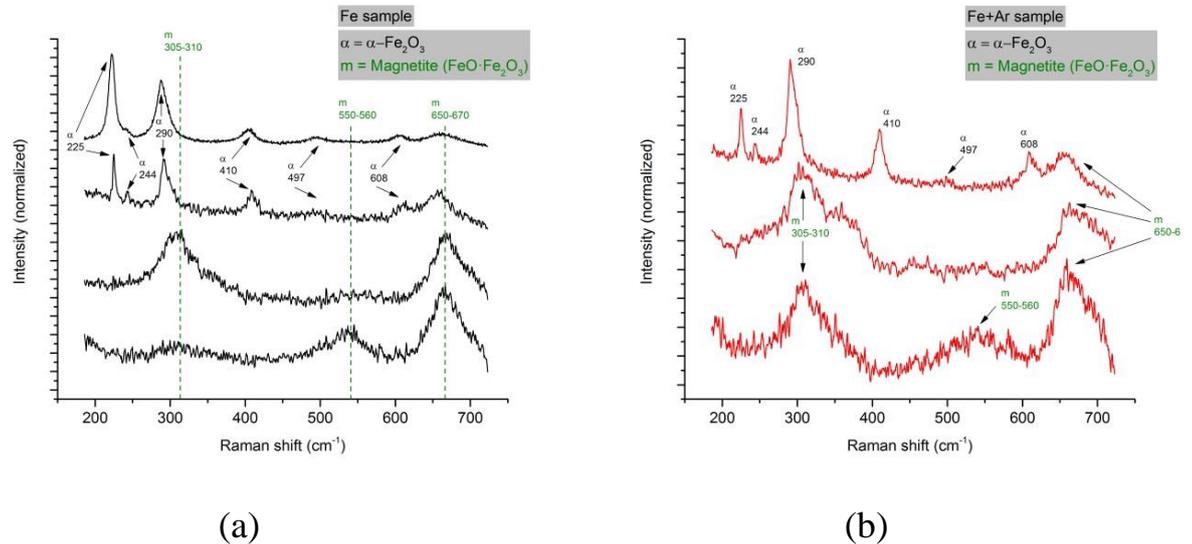


Рис. 17. КР-спектры образцов, полученных в атмосфере воздуха (а) и аргона (b). Представлен набор характерных спектров, полученных в разных точках. Графики нормированы на одинаковый масштаб и разнесены по вертикали для наглядности.

Индексами «α» и «m» отмечены полосы, относимые к α-Fe₂O₃ и магнетиту соответственно.

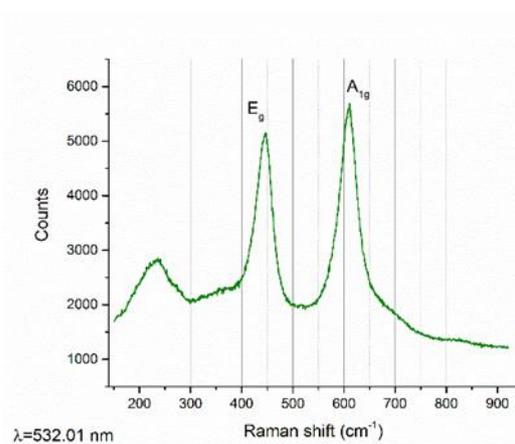
Из литературы, например [39], известны соотношения полос различных оксидов железа в КР-спектрах. Как видно, в КР-спектрах обоих образцов одновременно наблюдаются полосы, относимые к гематиту (α-Fe₂O₃) и магнетиту (FeO·Fe₂O₃), но не наблюдается полосы на 595 см⁻¹, относимой к вюстититу (Fe_{1-x}O). Спектры отличаются от точки к точке, но при этом, как упоминалось выше, картина качественно не меняется при уменьшении плотности мощности лазера на порядок. Как упоминалось выше, качественный вид КР-спектров качественно не меняется при изменении плотности мощности возбуждающего лазера, однако меняется от точки к точке – это свидетельствует о неомогенности образца.

И рентгеновская дифракция, и неупругое рассеяние фононов по умолчанию происходят от всего объема образца на упорядоченных областях,

однако последнее – эффект второго порядка, зачастую одновременно наблюдаемый с другими эффектами, вызываемыми взаимодействием видимого света с твёрдым телом. По этой причине зачастую КР-спектр несёт информацию преимущественно о приповерхностной области макроразмерных частиц, в то время как дифрактограмма содержит рефлексы от всего объёма и всех возможных областей когерентного рассеяния.

На основании данных РФА, КР и элементного анализа-спектроскопии можно сделать следующий вывод: образец состоит преимущественно из магнетита и вюститита с включениями чистого железа. Поверхность микросфер покрыта наиболее термодинамически стабильными фазами – гематитом и магнетитом, при этом, учитывая, что на дифрактограммах от гематита нет рефлексов, область когерентного рассеяния (ОКР) таких поверхностных покрытий не должна быть толще чем несколько атомных решёток (то есть не более нескольких nm). Поверхность частиц, полученных в атмосфере воздуха, ожидаемо, содержит большее количество наиболее стабильного окисла железа - гематита.

При проведении КР-спектроскопии сферических частиц диоксида титана, полученных нами методом жидкого анода, обнаружены результаты сходные с КР-спектроскопией частиц диоксида титана полученные методом термического гидролиза описанные в статье [40]. На Рис. 18а представлена КР-спектрограмма полученного нами диоксида титана методом жидкого анода.



(a)

(b)

Рис. 18. (a) - КР-спектрограмма диоксида титана. (b) – фотография порошка сферических частиц диоксида титана полученного методом жидкого анода.

В оптическом микроскопе были отчётливо видны три типа частиц рис. 18b: 1) Светлые сферические частицы; 2) частицы тёмные по краям, светлые в центре; 3) полностью чёрные частицы. Снимали спектры со всех типов частиц. По всей видимости, это один и тот же продукт, но в разных стадиях синтеза или с разной степенью чистоты. Наилучшие и наиболее показательные спектры - на белых сферах. Спектры от остальных частиц похожи, но с некоторыми артефактами. В целом, исследуемый полученный порошок диоксида титана, это рутил. В спектрах черно-белых и чёрных сфер также угадываются характерные для рутила полосы.

Выводы по Главе 1.

В ходе экспериментов было установлено, что возможно получить сферические частицы металлов с диаметром менее 150 μm подходящих для аддитивных технологий и других технических приложений на установке с жидким анодом. Для получения сферических частиц при распылении металлов с высокой теплопроводностью (к примеру, медь, золото, серебро) необходимо повышать электропроводность электролита при тех же напряжениях (270-320 В) что для получения сферических частиц при

распылении металлов с низкой теплопроводностью (к примеру, титан, ниобий малоуглеродистая сталь).

При моделировании процесса разряда с жидким электродом в среде Comsol, можно проиллюстрировать изменение плотности тока в зависимости от изменения электропроводности электролита рис. 19а и рис 19б. Электропроводность электролита выбиралась соответственно экспериментам 31,85 мСм/см и 240 мСм/см, материал проволоочки для моделирования была выбрана медь, диаметр проволоочки 1 мм, проволоочка опущена в электролит на 0,5 мм, напряжение разряда 300 В.

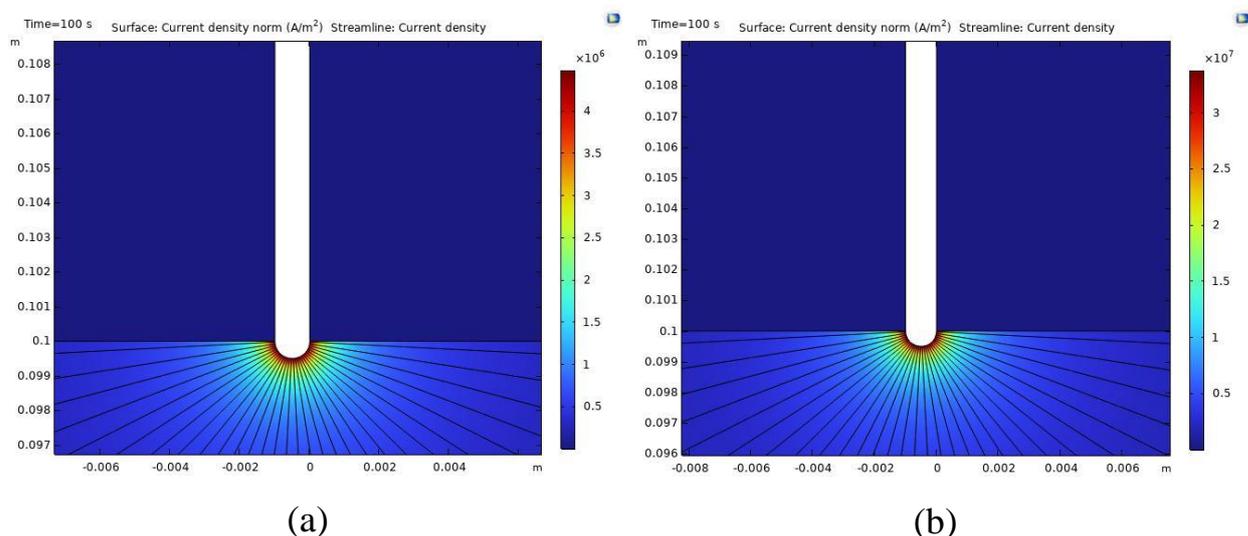


Рис. 19. Сферические частицы (а) при электропроводности электролита 240 мСм/см, не сферические частицы при электропроводности электролит 31,85 мСм/см (б) полученные при разряде с золотым катодом.

По иллюстрации видим, что наибольшая плотность тока происходит при соприкосновении жидкого и твердого электрода. Стоит обратить внимание, что в реальном эксперименте температура нагрева металлического электрода, в зависимости от плотности тока *существенно различна*, в случае, когда твердый электрод является катодом, а жидкий анодом в данной экспериментальной схеме (напряжение 300 В, электропроводность электролита 240 мСм/см, катод проволоочка меди диаметром 1 мм) температура разряда распыляя металлический катод позволяет образовываться сферическим частицам. В обратном случае, когда твердый

электрод является анодом, а жидкий электрод катодом, при тех же в остальном параметрах эксперимента, образования сферических частиц не происходит, происходит процесс больше известный, как электролитно-плазменная полировка. В иных случаях, когда проводимость электролита равна 31,85 мСм/см, при жидком аноде происходит плазменное зажигание катода (напряжение 300 В, катод проволока из малоуглеродистой стали диаметром 1 мм) и образование сферических частиц; при жидком катоде, при тех же самых остальных параметрах эксперимента, происходит вскипание возле твердого анода, без плазменного образования вокруг него.

В случае распыления малоуглеродистой стали в атмосфере воздуха, полученные сферические частицы содержат большее количество наиболее стабильного окисла железа – гематита, чем в случае распыления этой же стали при подаче аргона. При подаче аргона происходит увеличение доли вюстита по отношению к гематиту, что свидетельствует о влиянии газовой среды над жидким анодом на структуру получаемых сферических частиц. Результаты фазоструктурного анализа и КР-спектроскопии сферических частиц, полученных методом жидкого анода для случая распыления в воздушной среде титана, где получается диоксид титана (рутил) показали схожие данные по характеристикам, но полученный более трудоемким методом.

Глава 2 Применение полученных с помощью метода жидкого анода сферических частиц для полировки лент-подложек высокотемпературных сверхпроводников магнитореологическим способом

Магнитореологическая жидкость, с помощью которой проводилась полировка состояла из полученных сферических частиц оксида железа, разведенных в соотношении 1 к 3 с алмазной суспензией DiaDuo Struers диаметром фракции абразива 1 μm . Путем просеивания порошка через сито,

было получено два варианта фракций порошка до $50 \mu\text{m}$ и до $100 \mu\text{m}$. Впоследствии для сравнения качества полировки использовалось два варианта магнитоологической жидкости на основе порошка с фракцией частиц до $50 \mu\text{m}$ и до $100 \mu\text{m}$.

Для полировки ВТСП нержавеющей подложек была изготовленная установка, которая имела 3 варианта исполнения (рис. 20): в одном случае (вариант 1) магнитное поле с индукцией 50 mT вращалось, создавая поток магнитоологической жидкости в закрепленной пробирке с подложкой ВТСП лентой (рис. 20a); в другом случае (вариант 2) пробирка двигалась с обратнопоступательным движением в магнитном поле, создаваемым кольцевым постоянным магнитом с максимальной магнитной индукцией 25 mT (рис. 20b); вариант 3 был изменением варианта 2 (рис. 20c), когда на внутренней окружности кольцевого магнита были установлен прямоугольный неодимовый магнит 400 mT .

Магнитное поле измерялось тесламетром Универсальный 43205.

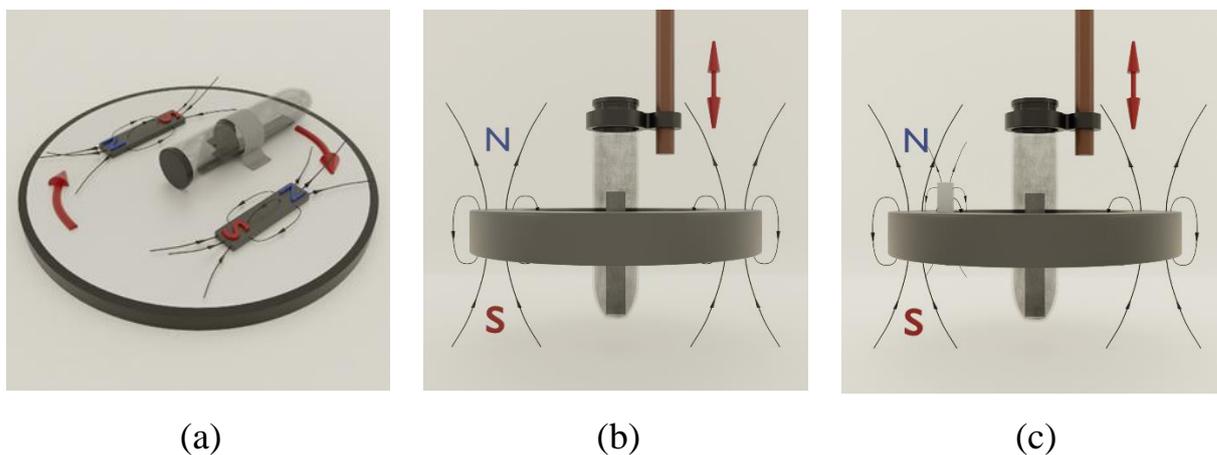


Рис. 20. Схематическое изображение способа по полировке подложки ВТСП-ленты из нержавеющей стали с помощью вращающегося магнитного поля, вариант 1 – (a), красными стрелками показано направление вращения магнитного поля. Рисунок экспериментальной установки по полировке подложки ВТСП-ленты из нержавеющей стали при движении образца с обратнопоступательным движением в магнитном поле, вариант 2 – (b) и вариант 3 – (c), красными стрелками показано направление возвратнопоступательного движения образца в магнитном поле.

Изначальная шероховатость образцов из нержавеющей стали перед магнитореологической полировкой составляла 24.8 nm Sa на участке сканирования $10 \text{ на } 10 \text{ }\mu\text{m}$ для варианта 1 и 2 (рис. 20 а, б) данная изначальная шероховатость получена электролитно-плазменной полировкой (рис. 21), для варианта 3 (рис. 20 с) составляла $3,4 \text{ nm Sa}$ на участке сканирования $10 \text{ на } 10 \text{ }\mu\text{m}$, данная изначальная шероховатость получена механической полировкой (рис. 22).

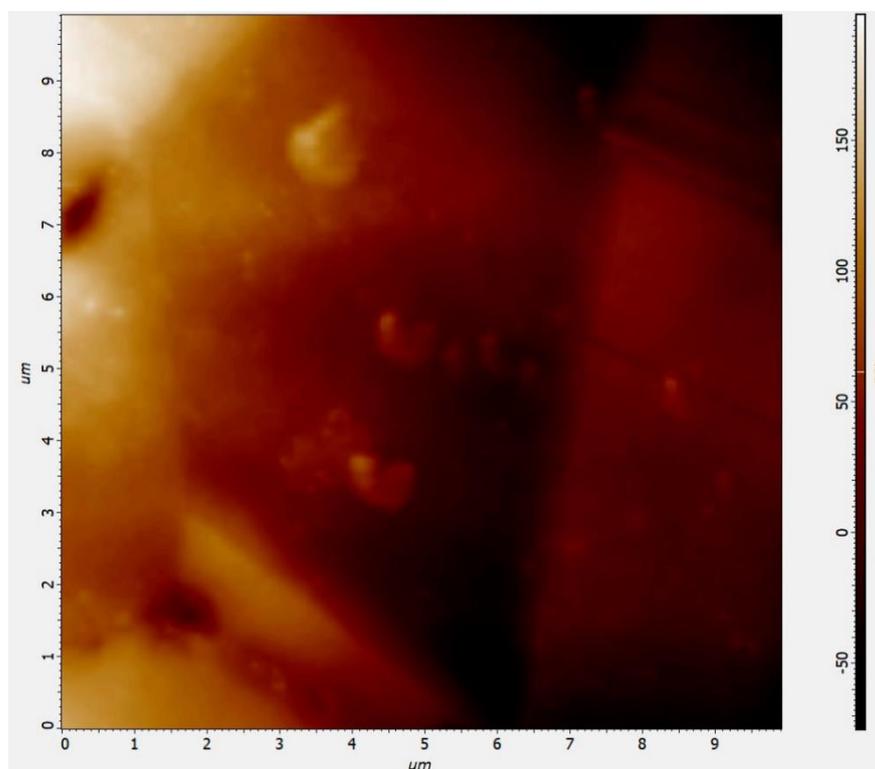


Рис. 21. Топография поверхности подложки ВТСП-ленты из нержавеющей стали перед магнитореологической полировкой после электролитно-плазменной полировки, шероховатость 24.8 nm Sa на участке сканирования $10 \text{ на } 10 \text{ }\mu\text{m}$.

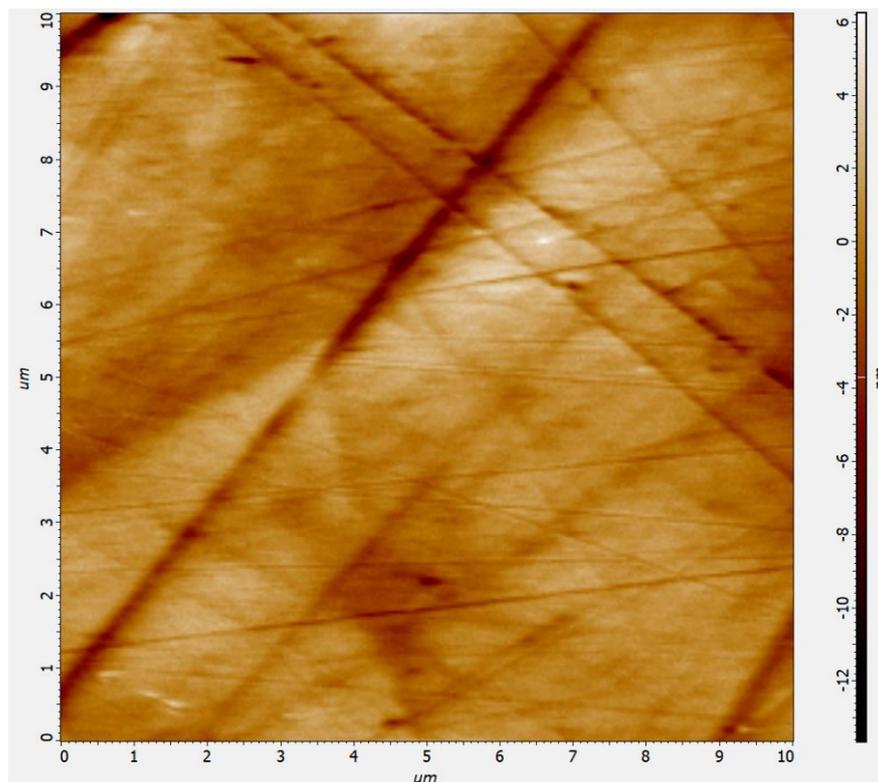


Рис. 22. Топография поверхности подложки ВТСП-ленты из нержавеющей стали перед магнито-реологической полировкой после механической полировки, шероховатостью $3,4 \text{ nm Sa}$ на участке сканирования $10 \text{ на } 10 \text{ }\mu\text{m}$.

Такие изначальные шероховатости выбраны для анализа возможности улучшения полировки магнито-реологическим способом при шероховатостях выполненными до этого на этих же образцах другими способами полировки.

Шероховатость полируемых нержавеющей лент для ВТСП определялась с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) Ntegra Aura кантилевером NS15 в полуконтактном режиме на участках $10 \times 10 \text{ }\mu\text{m}$. Область сканирования выбиралась при грубой наводке кантилевера через цифровой оптический микроскоп таким образом, чтобы избегать оптически видимых дефектов поверхности (борозд от прокатки) и с отступом минимум $50 \text{ }\mu\text{m}$ от края лент. В качестве основного сигнала использовался SensHeight. Шероховатость извлекалась из топографических данных двумя способами – Sa по всей площади и Ra на наилучшем участке скана длиной $8 \text{ }\mu\text{m}$. Такой подход к выбору участков сканирования и длины профиля для Ra был выбран в целях оптимизации этапа магнито-реологической полировки, поскольку на

длинах порядка 80 μm возмущения в топографические данные вносят дефекты, устраняемые предыдущими этапами полировки (механическая полировка, электролитно-плазменная полировка).

Полученные из низкоуглеродного железа в атмосфере воздуха частицы применялись для магнитореологической полировки. В экспериментах использовались несколько подложек ВТСП из нержавеющей стали, марок 13X25H18, AISI 304, AISI 310 (Таблица 10).

Таблица 10. Параметры полировки образцов ВТСП-подложек.

№ образца	Марка стали полируемой подложки	Изначальная шероховатость S_a , nm	Вид полировки	Используемая фракция порошка (диаметр сферических частиц, μm)	Длительность обработки, часы
1	AISI 304	24.8	Рис 20а	10-100	10
2	13X25H18	24.8	Рис 20а	10-100	20
3	13X25H18	24.8	Рис 20б	10-100	2
4	13X25H18	24.8	Рис 20б	10-50	2
5	AISI 310	3,4	Рис 20с	10-100	0,5

По параметру R_a получены следующие значения: для образца №1: 7 nm ; для образца №2: 2 nm (Рис.20); для образца №3: 6 nm (Рис.21); для образца №4: 8 nm .

Для образца №5: 1,3 nm S_a (1,9 nm RMS) на участке 10x10 μm (Рис.22).

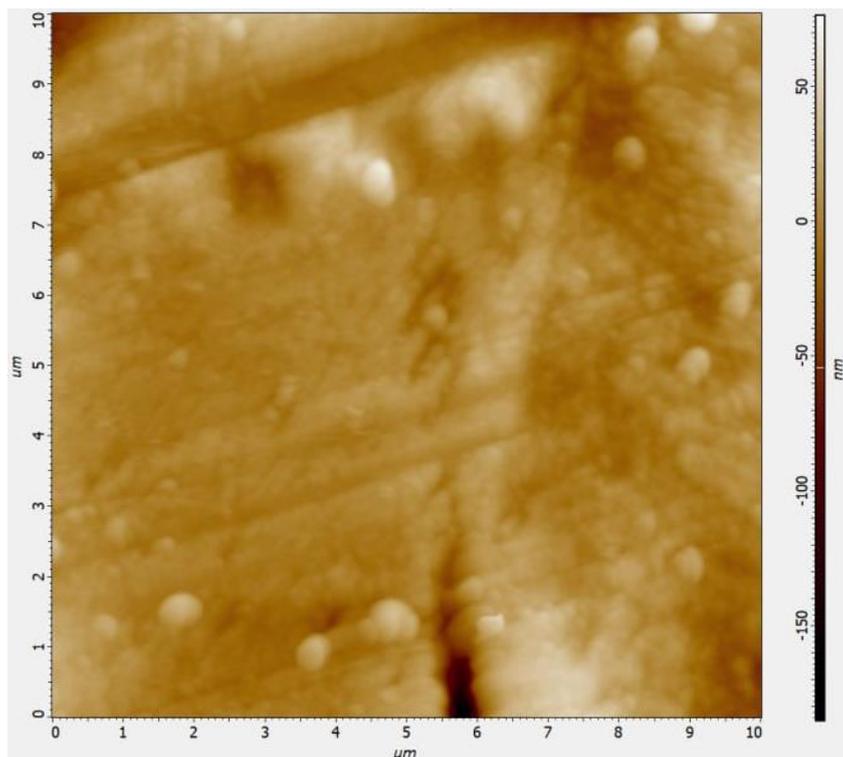


Рис. 23. Топография поверхности подложек ВТСП-лент из нержавеющей стали после магнитореологической полировки: образец 2, полировка с помощью вращающегося магнитного поля, с результатом полировки (Ra) 2 nm и (Sa) 11 nm;

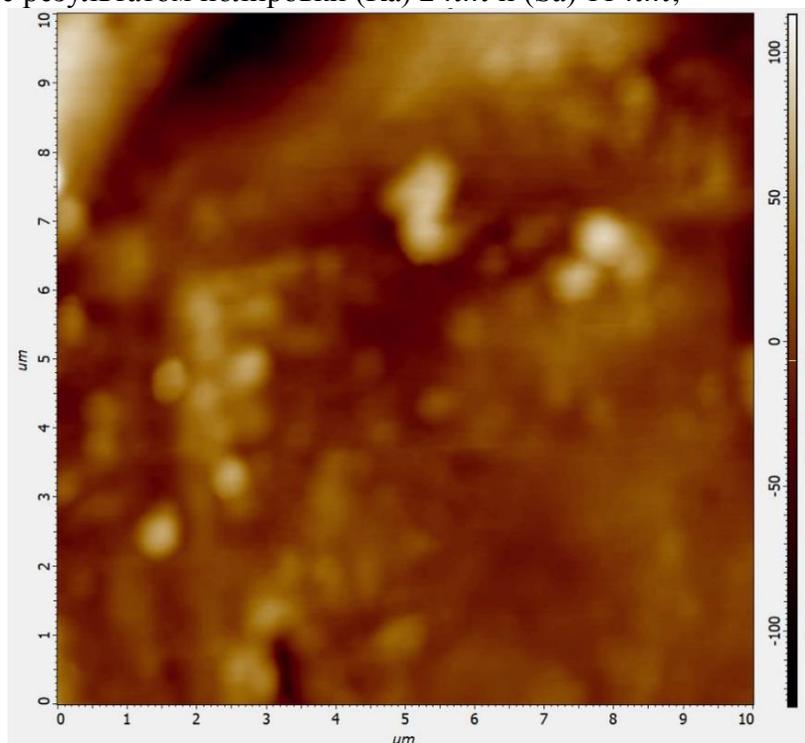


Рис. 24. Топография поверхности подложек ВТСП-лент из нержавеющей стали после магнитореологической полировки: образец 3, полировка с помощью обратнопоступательного движения образца в магнитном поле, диаметр фракции порошка до 100 μm, с результатом полировки (Ra) 6 nm и (Sa) 18 nm.

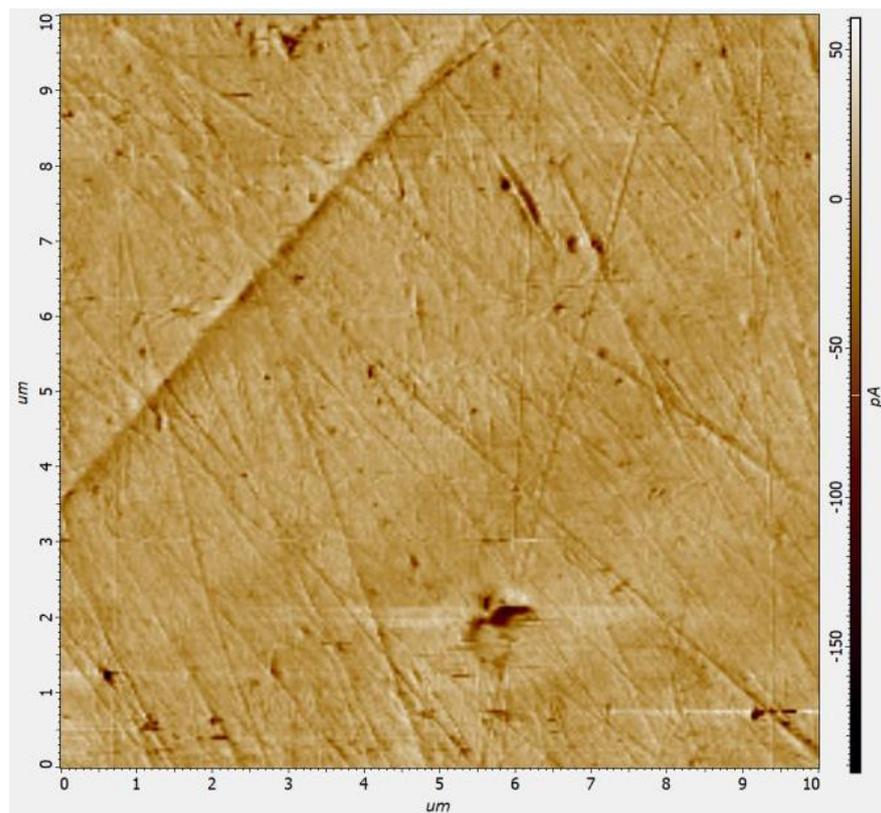


Рис. 25. Топография поверхности подложек ВТСП-лент из нержавеющей стали после магнитореологической полировки: образец 5, полировка с помощью обратнопоступательного движения образца в магнитном поле, диаметр фракции порошка до $100\ \mu\text{m}$, результат полировки $1,3\ \text{nm Sa}$ ($1,9\ \text{nm RMS}$) площадь сканирования на участке $10 \times 10\ \mu\text{m}$, полировка с помощью обратнопоступательного движения образца в магнитном поле, диаметр фракции порошка до $100\ \mu\text{m}$.

По результатам полировки образцов 3 и 4 можно сделать следующий вывод: порошок с более широким разбросом сферических частиц (до $100\ \mu\text{m}$) позволил получить лучшую шероховатость после полировки, чем порошок с меньшим разбросом размером сферических частиц (до $50\ \mu\text{m}$) это вероятно объясняется тем, что магнитореологическая жидкость становится более ламинарной при разбросе по диаметрам сферических частиц. При варианте увеличения магнитной индукции до $400\ \text{mT}$ и улучшения качества предварительной полировки (образец 5) достигнуто наилучшее качество полировки $1,3\ \text{nm Sa}$ ($1,9\ \text{nm RMS}$).

Выводы по Главе 2

Апробированы в качестве составной части магнитореологической жидкости сферические частицы, полученные распылением малоуглеродистой стали на установке с жидким анодом. Показано, что в результате магнитореологической полировки образцы исходной ленты-подложки для ВТСП с изначальной шероховатостью поверхности 40-50 nm Ra на длине профиля 8 μm заполированы до шероховатости по Ra в диапазоне от 2 до 8 nm в зависимости от вариантов режима полировки. Наименьшая шероховатость 1,3 nm Sa (1,9 nm RMS) на площади сканирования 10 на 10 μm , достигнута на образце с предварительной механической полировкой поверхности до 3,4 nm Sa. Таким образом магнитореологическая полировка, использующая сферические частицы, полученные методом жидкого анода, качественно уменьшает шероховатость и позволяет получить требуемую шероховатость подложек для ВТСП-лент. Магнитореологическая полировка может быть альтернативой электрохимической полировке, которая имеет известные недостатки (опасность работы с кислотами, их утилизация, удаление гидроокисей и газов в процессе полировки и др.).

Глава 3 Применение метода спектральной пирометрии для определения температуры разряда в методе жидкого анода

Метод спектральной пирометрии – метод, который позволяет путем получаемого спектра теплового излучения исследуемого разряда в сравнении со спектром черного/серого тела и преобразованной формулы Планка (1) вывести температуру исследуемого разряда.

$$\varepsilon_{\lambda}(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1} \quad (1)$$

$$I = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} \quad (2)$$

(2) - Спектральная интенсивность по формуле Планка, где

$C_1 = 1,91 \cdot 10^{-16} \text{Вт} \cdot \text{м}^2 \cdot \text{ср}^{-1}$ $C_2 = 143,88 \text{ м} \cdot \text{К}$ - постоянные которые выводятся из формулы Планка.

Для определения температуры не нужны данные по излучательным способностям исследуемого разряда, что упрощает расчёт температуры разряда [33, 34].

Модель Вина ($C_2/\lambda T \gg 1$) совпадает с формулой Планка вплоть до длин волн в 3–4 раза меньших, чем $\lambda = C_2/T$, то есть можно использовать такие длины волн для расчета температуры (к примеру, для температуры 4800К, длинноволновым пределом будет 750 мкм).

$$\ln(\varepsilon C_1) - C_2/(\lambda T) = \ln(\lambda^5 I)$$

$$\ln(\lambda^5 I) - \ln(\varepsilon C_1) = -C_2/(\lambda T)$$

Для серого тела излучательная способность $\varepsilon - \text{const}$, где можно построить график прямой, где $y = \ln(\lambda^5 I)$ и $x = C_2/\lambda$. $C_2 = 14388 \text{ мкмК}$. По характеру спрямления прямой Рис. 26 можно определить температуру (3) исследуемого разряда или нагретой поверхности.

$$\ln(\lambda_2^5 I) - \ln(\varepsilon C_1) = -C_2/(\lambda_2 T)$$

$$\ln(\lambda_1^5 I) - \ln(\varepsilon C_1) = -C_2/(\lambda_1 T)$$

$$\ln(\varepsilon C_1) = C_2/(\lambda_1 T) + \ln(\lambda_1^5 I)$$

$$\ln(\lambda_2^5 I) - (C_2/(\lambda_1 T) + \ln(\lambda_1^5 I)) = -C_2/(\lambda_2 T)$$

$$\ln(\lambda_2^5 I) - \ln(\lambda_1^5 I) = -\frac{1}{T} \left(\frac{C_2}{\lambda_2} - \frac{C_2}{\lambda_1} \right)$$

$$y_1 = \ln(\lambda_1^5 I); y_2 = \ln(\lambda_2^5 I); x_1 = \frac{C_2}{\lambda_1}; x_2 = \frac{C_2}{\lambda_2};$$

$$y_2 - y_1 = -\frac{1}{T}(x_1 - x_2)$$

$$T = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1} \quad (3)$$

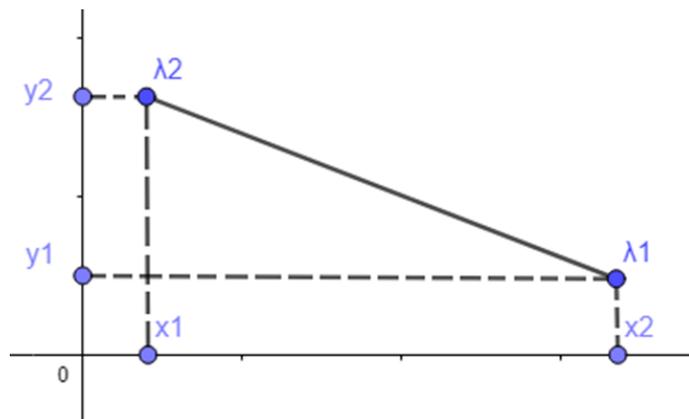


Рис. 26 Пример зависимости $y = \ln(\lambda^5 I)$ и $x = C_2/\lambda$ для определения характера спрямления прямой для определения температуры

Метод известен благодаря работам [33,34].

Для проверки метода, не смотря на публикации в рецензируемых журналах, были проведены сравнительные вычисления получения температуры методом спектральной пирометрии для черного тела и известные параметры температуры черного тела. Данные были идентичны и имели незначительное расхождение.

Далее был померен спектр вольфрамовой нити на калибровочной лампе рис.27 с известными данными температуры нагрева в зависимости от тока. Он нужен был для калибровки нашего спектрометра, расчетом зависимости I ("λ"). Расчетная температура спектра нагретой вольфрамовой нити практически совпадала с известными значениями. Отличие было в 23 Кельвин.

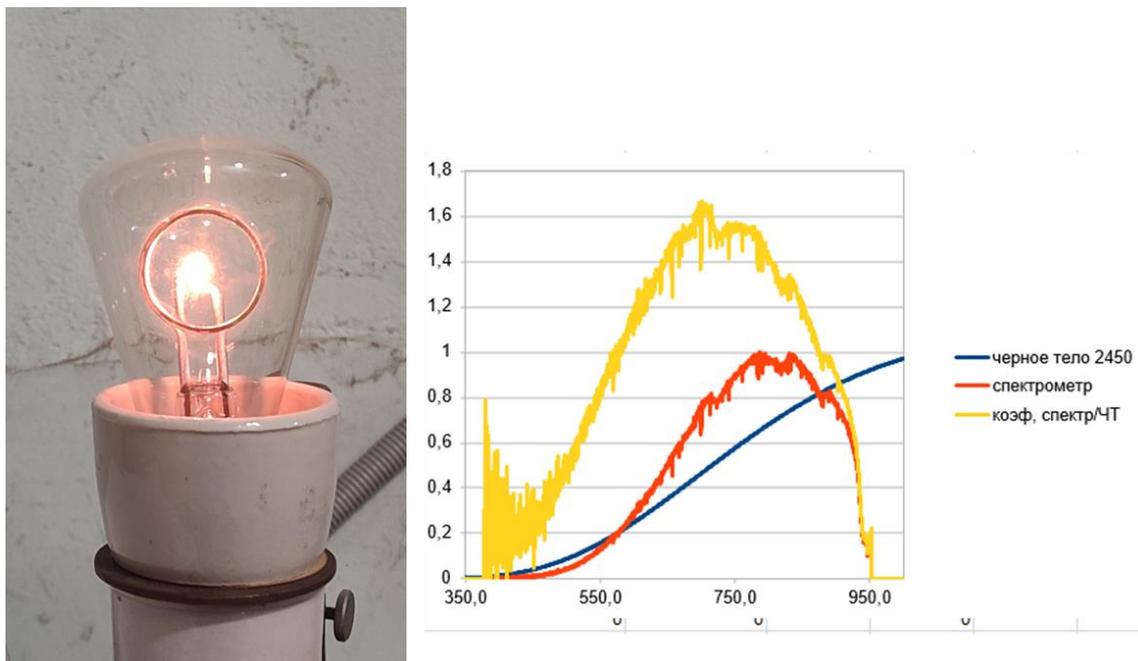


Рис. 27. Калибровочная лампа с вольфрамовой нитью, и измеренный спектр вольфрамовой нити (красная линия), спектр черного тела при температуре 2450 К (синяя линия), коэффициент-отношение измеренного спектра вольфрамовой нити к спектру черного тел (желтая линия).

Далее были померены спектры разряда оцинкованной стальной проволоки диаметром 1 мм на жидком аноде, при параметрах эксперимента: 300-320 В, 2-3 А, 31,85 мСм/см (электропроводность жидкого анода). И проведены расчеты по методу спектральной пирометрии формула (3) по характеру спрямления.

Путем расчетов, по спрямлениям (рис. 28) были получены следующие данные температуры распыления оцинкованного железа: 2529 К, 2668 К, 2538 К.

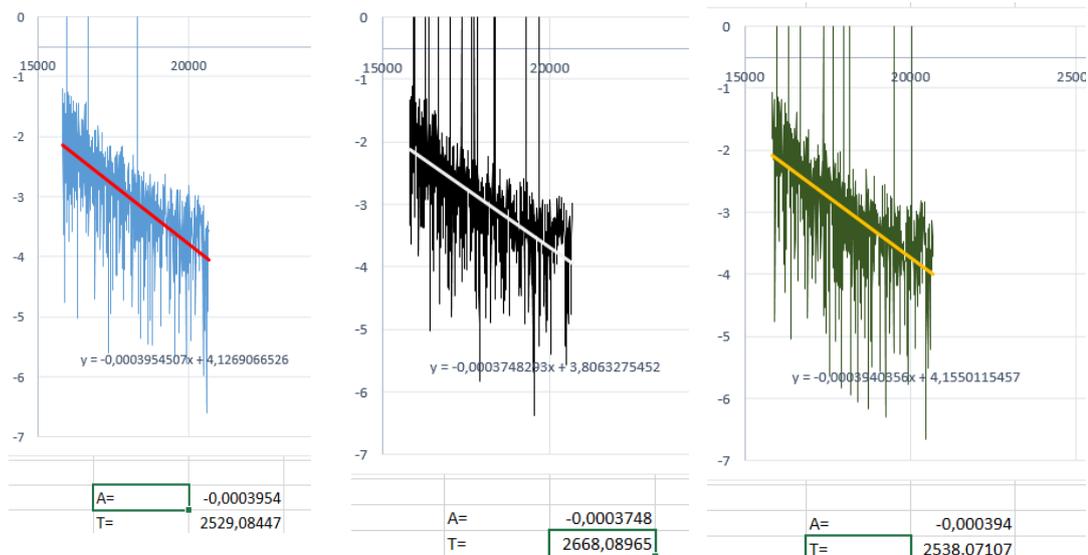


Рис.28 Преобразованные спектры и характер угла наклона линии тренда при плазменном разряде оцинкованного железа на жидком аноде

Область на изначальном спектре разряда выбранная для расчета температуры представлена на рис. 29. Она соответствовала длинам волн от 700 нм до 900 нм.

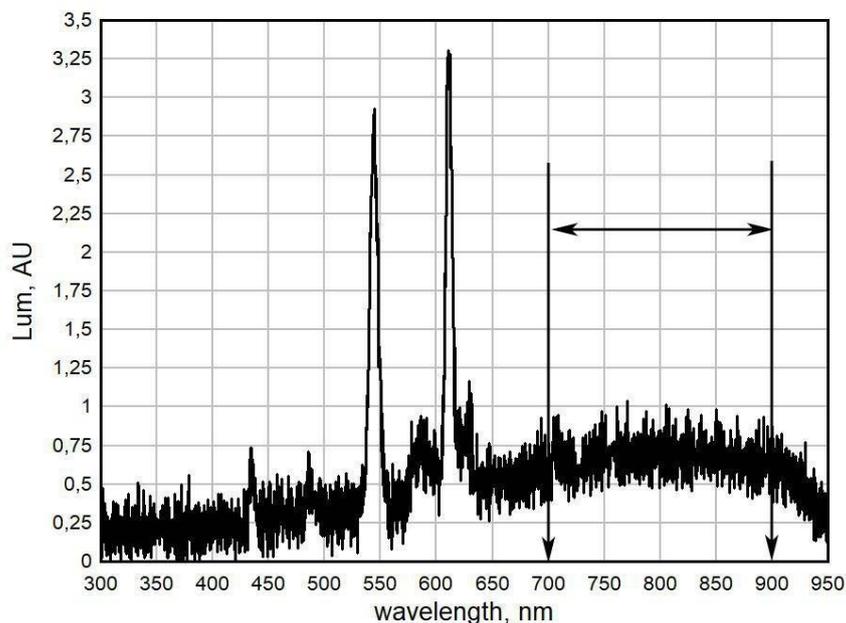


Рис. 29. Изначальный спектр разряда оцинкованного железа на жидком аноде с выделенной областью используемой для расчета температуры по методу спектральной пирометрии.

Выводы по Главе 3.

Метод спектральной пирометрии может использоваться для определения температуры разряда металлов на жидком аноде. Полученные данные температуры соотносились с калибровочной лампой. А расплавление катодов из оцинкованного железа соответствовало температуре плавления железа или когда при таких же параметрах эксперимента (электропроводность жидкого анода, вольт-амперные характеристики разряда), но использовался катод из вольфрама, то такой катод в таком случае не расплавлялся.

Заключение

Исследован метод плазменного разряда использующий жидкий анод при распылении металлического катода, установлено, что с помощью такого метода возможно получать сферические частицы из распыляемых металлов, в том числе и с высокой теплопроводностью, состав получаемых частиц можно варьировать, меняя газовую среду над жидким анодом. Получаемые сферические частицы подходят по своим геометрическим параметрам для аддитивных технологий. Также сферические частицы (в исследовании, полученные при распылении малоуглеродистой стали) могут использоваться для полировки ВТСП подложек, достигнута шероховатость нержавеющей ВТСП-подложки при магнитореологической полировке с помощью сферических частиц, полученных методом жидкого анода: 1,3 nm Sa (1,9 nm RMS) на площади сканирования 10 на 10 μm . Проведены исследования температурных характеристик разряда при методе жидкого анода с помощью спектральной пирометрии.

Список литературы

- [1] И.С. Куликов, С.В. Ващенко, А.Я. Каменев. *Электролитно-плазменная обработка материалов* (Минск: Бела-руская навука, НАН Беларуси, Объединенный ин-т энергетических исследований, Сосны, 2010.)
- [2] Е. В. Парфёнов и др.. *Электролитно-плазменная обработка: моделирование, диагностика, управление.* (М. : Машиностроение, 2014.)
- [3] A. I. Rodionov, I. Yu. Efimochkin, A. A. Buyakina, M. N. Letnikov. *Aviation materials and technologies*, **1**, 60, (2016). DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0S1-60-64
- [4] R. Morozov R. et al., *Journal of Non-Crystalline Solids*, **497**, 71 (2018). DOI: 10.1016/j.noncrysol.2017.11.031
- [5] J. Ge, L. Zhao, Y. Shi. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*. **31**(2), 151, (2007). DOI: 10.1080/108260707001738696
- [6] Беляев Е. С. *Магнитореологические жидкости: технологии создания и применение.* (Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева, Нижний Новгород, 2017)
- [7] Г.А.Либенсон. *Основы порошковой металлургии.* (Металлургия, М. 1975)
- [8] Ал. Ф. Гайсин и др.. *Теплофизика высоких температур*. **61** (4), 481, (2023). DOI: 10.31857/S004036442304004X
- [9] Р.Р. Каюмов, А.И. Купутдинова, Д.Н. Мирханов, А.Ф. Гайсин. *Физика плазмы*. **50** (1), 102, (2024). DOI: 10.31857/S0367292124010096
- [10] А.В. Чистолинов, Р.В. Якушин, А.А. Лубин, А.В. Угрюмов. *Прикладная физика*. **6**, 17, (2024). DOI: 10.51368/1996-0948-2024-6-17-23
- [11] Ал.Ф. Гайсин, Ф.М. Гайсин, В.С. Желтухин, Э.Е. Сон, *Физика плазмы*, **48** (1), 71 (2022). DOI: 10.31857/S0367292122010061 [Al.F. Gaisin, F.M. Gaisin, V.S. Zheltukhin, E.E. Son, *Plasma Phys. Rep.*, **48** (1), 48 (2022).

- [12] S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner et al., Prog. Addit. Manuf., 4, 383, (2019). DOI: 10.1007/s40964-019-00078-6
- [13] А.В. Полетаев, И.В. Анисимов. Патент RU №2171160. 2001.07.27
- [14] Н.Ф. Аношкин Н.Ф, А.Ф. Егоров, В.Т. Мусиенко, А.В. Александров. Патент RU №2173609. 2001.09.20
- [15] С.В. Агеев, Ю.П. Москвичев. Патент RU №2413595. 2011.03.10
- [16] T.A. Cerbo. Патент US №3877918A. 1975.04.15
- [17] L. N. Brewer, W. A. Story. Патент US №11090717. 2021.08.17
- [18] А.Ф. Гайсин. Патент RU №2332280С2. 2008.08.27
- [19] X. Штефан, X. Айхерт, Й. Хаймерль. Патент SU №860683. 1981.08.30
- [20] А.Ф. Гайсин. Патент RU №2802608С1. 2023.08.30
- [21] Р. А. Латыпов, Н. Н. Карпенко, Г. Р. Латыпова, Е.В. Агеева. Патент RU №2791308С1. 2023.03.07
- [22] Н. Ф. Кашапов, Р. Н. Кашапов, Л. Н. Кашапов. Патент № RU2755222С1. 2021.09.14
- [23] И. Дорохова, Атомный эксперт. **9**, 21, (2022)
- [24] Q. Jia, Y. Wang, H.Suo, P. Wang, Rare Metals **36**(9), 635, (2017). DOI: 10.1007/s12598-017-0935-4
- [25] S. Hao, Y. Wang, H. Suo, Q. Jia, M. Liu, L. Ma, Rare Metals, **37**(9), 795, (2018). DOI: 10.1007/s12598-018-1106-y
- [26] S. Lee, V. Petrykin, A. Molodyk, S. Samoilenkov, A. Kaul, A. Vavilov, V. Vysotsky, S. Fetisov, Supercond. Sci. Technol. **27**(044022), (2014). DOI: 10.1088/0953-2048/27/4/044022
- [27] А. Худoley, Наука и инновации, **11**(189), 30, (2018)

- [28] А. Худолей, Г. Городкин, Л. Глеб, А. Александронец, Наука и инновация, **6**(148), 20, (2015)
- [29] M. Das, V.K. Jain, P. S. Ghoshdastidar, Machining Science and Technology, **14**(3), 365, (2010). DOI: 10.1080/10910344.2010.511865
- [30] C. Zheng, X. Gao, F. Zhang, W. Wang, K. Liu, J. Xu, Precision Engineering, **81**, 104, (2023). DOI: 10.1016/j.precisioneng.2023.01.009
- [31] A.W. Hasmi, H.S. Mali, A. Meena, I.A. Khilji, C.R. Chilakamarry, S.N. Saffe, Materialstoday: Proceedings, **48**(6), 1892, (2022). DOI: 10.1016/j.matpr.2021.09.355
- [32] F. Zhao, Z. Zhang, J. Yang, J. Yu, J. Feng, H. Zhou, C. Shi, F. Meng, Chinese Journal of Aeronautics, **37**(4), 54, (2024). DOI: 10.1016/j.cja.2023.06.006
- [33] А. Н. Магунов, Журнал технической физики, **80**(7), 78 (2010)
- [34] А. Н. Магунов, *Спектральная пирометрия*. (М.: ФИЗМАТЛИТ, 2012)
- [35] L. Slavov, M.V. Abrashev, T. Merodiiska, Ch. Gelev, R.E. Vandenberghe, I. Markova, Deneva, I. Nedkov, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **322**(14), 1904, (2010). DOI: 10.1016/j.jmmm.2010.01.005
- [36] Ю. С. Барышников, Р. О. Куракин, А. В. Чикиряка, Ф. А. Орлов, К. В. Твердохлебов, С. А. Леухин, М. И. Юрченков, С. А. Поняев. Прикладная физика, **3**, 18, (2023). DOI: 10.51368/1996-0948-2023-3-18-24 [Yu. S. Baryshnikov, R. O. Kurakin, A. V. Chikiryaka, F. A. Orlov, K. V. Tverdokhlebov, S. A. Leukhin, M. I. Yurchenkov, S. A. Ponyaev. Applied physics, **3**, 23, (2023). DOI: 10.51368/1996-0948-2023-3-18-24]
- [37] Yu.S. Baryshnikov, R.O. Kurakin, K.V. Tverdohlebov, A.V. Chikiryaka, P.A. Orlov, S.A. Poniaev. High Temp. Mat. Proc., **27**(3), 89, (2023). DOI: 10.1615/HIGHTEMPTPROC.2022046579

- [38] A. Ullrich, N. Rölle, S. Horn, *J Nanopart Res*, 21(168), (2019). DOI: 10.1007/s11051-019-4607-1
- [39] M. Hanesch, *Geophysical Journal International*, **177**(3), 941, (2009). DOI: 10.1111/j.1365-246X.2009.04122.x
- [40] L. A. Kernazhitsky, V. Shymanovska, T. Gavrilko, V. V. Naumov, *Ukrainian Journal of Physics*, **59**(3), 246, (2014)