

СОЗДАНИЕ РОТОРА КРИОГЕННОГО ГИРОСКОПА ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЕМ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ПОКРЫТИЙ НИОБИЯ ИЗ СОЛЕВЫХ РАСПЛАВОВ

А.Р. Дубровский^{1*}, М.А. Окунев¹, Е.А. Махаев², О.В. Макарова¹, С.А. Кузнецов¹

¹Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В.Тананаева
Кольского научного центра РАН, Апатиты, Россия

²Государственный научный центр Российской Федерации АО «КОНЦЕРН «ЦНИИ
«ЭЛЕКТРОПРИБОР», Санкт-Петербург, Россия

*e-mail: a.dubrovskiy@chemy.kolasc.net.ru

Ниобий в виде тонких пленок и покрытий используется в высокотехнологичных криогенных устройствах, использующих явление сверхпроводимости [1, 2]. Это обусловлено несколькими причинами. Он имеет наибольшую область идеального диамагнетизма, легко поддается обработке механическими, химическими и электрохимическими методами.

Ротор является одним из важнейших узлов криогенного гироскопа.

Использование низких температур и явления сверхпроводимости при создании гироскопа позволяет повысить точность ориентации прибора в пространстве.

В нашей предыдущей работе [3] было установлено, что наиболее перспективной подложкой для ротора криогенного гироскопа является углеситалл.

В данной работе нанесение сверхпроводящих покрытий на сферы из углеситалла проводилось электролизом расплава NaCl-KCl-NaF(10 масс.%) - K₂NbF₇(8 масс.%). Солевую смесь помещали в тигель из стеклоуглерода марки СУ-2000, стенки и дно которого были футерованы металлическим ниобием, и переносили в реторту. Электролит вакууммировали до остаточного давления 3 Па при температуре 120 °С, заполняли аргоном квалификации «чистый» и осуществляли плавление. После расплавления электролит выдерживался в контакте с металлическим ниобием в течение двух часов для протекания реакции металл-соль [4, 5]:



Равновесие реакции нацело сдвинуто вправо, что подтверждается увеличением концентрации ниобия в расплаве в 1.25 раза [4].

Электроосаждение покрытий ниобия на сферические образцы диаметром 10 мм осуществляли при температуре 750 °С и начальной катодной плотности тока 1.5×10^{-2} А·см⁻². При работе со сферическими подложками использовался токоподвод, выполненный в виде двух горизонтально и параллельно расположенных дисков [6]. Нижний диск имеет бортик для предотвращения падения сферы и укреплен на вертикальном вращающемся валу верхнеприводной мешалки. Электрический контакт осуществлялся в любой точке сферы за счет перекатывания между дисками. Неупорядоченная

траектория каждой точки поверхности сферы позволяла получать равномерные по толщине осадки. Скорость вращения мешалки во всех экспериментах не изменялась и была выбрана равной 35 оборотов в минуту. Нанесение покрытий проводили в два этапа: первый электролиз – 12 часов, второй 8 часов. Данная схема позволяла получить равномерные покрытия толщиной до 140 мкм.

Установлено, что углеситалл имеет градиент плотности по оси роста, поэтому геометрический центр и центр тяжести ротора из углеситалла не совпадают, что приводит к дисбалансу. Полученный дисбаланс подложки можно скомпенсировать намеренно созданным дисбалансом металлического покрытия сферы. Для этого по диаметру подложки срезали часть материала (поясок).

Внешний вид образцов до и после нанесения покрытий с разной шириной среза поясков (03УС и 22УС) представлен на рисунке.

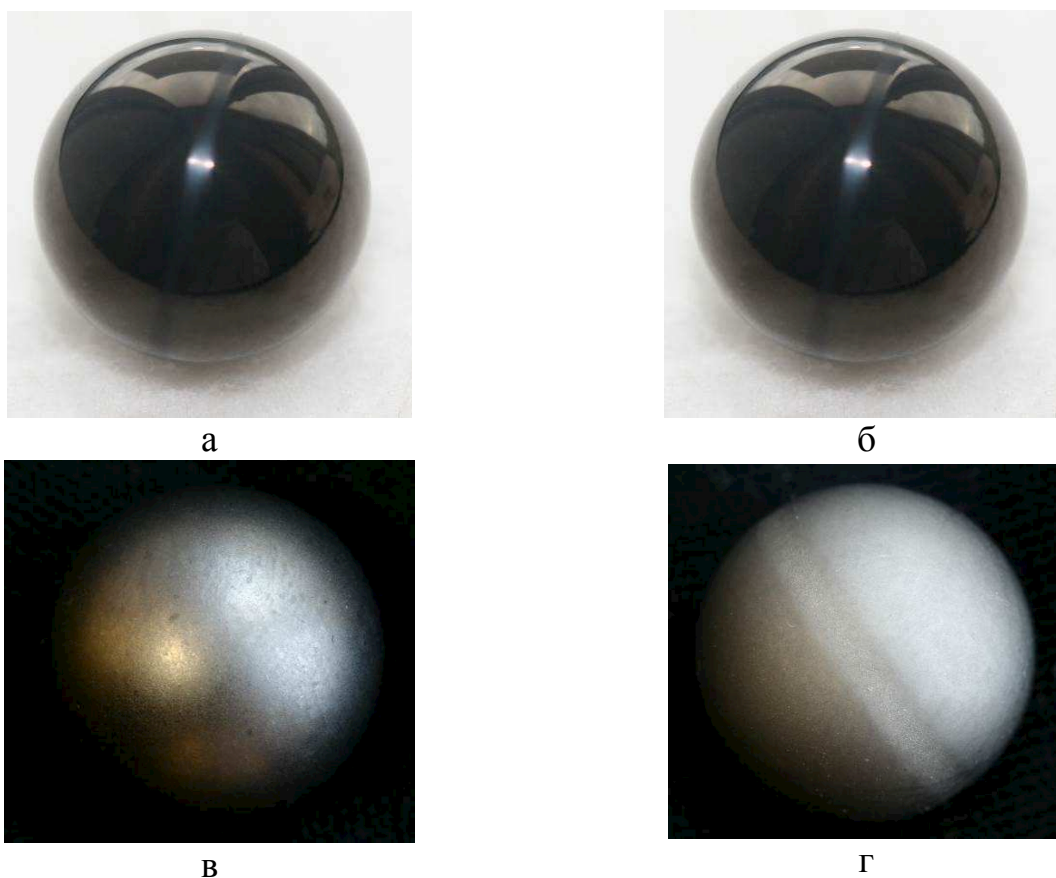


Рисунок. Внешний вид образцов: а, б – 03УС, 22УС до нанесения покрытий и в, г – 03УС, 22УС после нанесения покрытий.

Исходный образец 03УС имел ширину среза пояска около 0.5 мм (рисунок б), что позволило практически полностью покрыть его ниобием до диаметра сферы во время электролиза (рисунок в). В случае образца 22УС ширина среза пояска составляла порядка 1.5 мм, из рисунка г видно, что покрытие повторяет форму подложки и добиться сферичности не удается.

В таблице представлены геометрические данные до и после нанесения покрытия на образцы 03УС и 22УС.

Таблица. Геометрические данные до и после нанесения покрытия на образцы 03УС и 22УС.

| № образца | Кол-во нанесений | D_n , мм | D_k , мм | ΔD , мм | d_n , мм | d_k , мм | Δd , мм |
|-----------|------------------|------------|------------|-----------------|------------|------------|-----------------|
| 03УС | 2 | 9,857 | 10,085 | 0,228 | 9,830 | 10,075 | 0,245 |
| 22УС | 2 | 9,920 | 10,175 | 0,255 | 9,820 | 10,100 | 0,280 |

$D_{n,k}$ – диаметры сферы до и после нанесения покрытия; $d_{n,k}$ – диаметры пояска до и после нанесения покрытия.

Спектральный количественный анализ покрытий ниобия показал следующее содержание примесей (масс.%): $Mn < 2 \cdot 10^{-4}$; $Mg < 3 \cdot 10^{-4}$; $Si < 1 \cdot 10^{-3}$; $Fe < 2.3 \cdot 10^{-3}$; $Ni < 5 \cdot 10^{-4}$; $Pb < 5 \cdot 10^{-4}$; $Sn < 5 \cdot 10^{-4}$; $Ti < 1 \cdot 10^{-3}$; $Al < 5 \cdot 10^{-4}$; $Co < 1 \cdot 10^{-3}$; $Mo < 1 \cdot 10^{-3}$; $Ca < 1 \cdot 10^{-3}$; $Zr < 2 \cdot 10^{-3}$; $V < 3 \cdot 10^{-4}$; $Cu \leq 1 \cdot 10^{-3}$; $Cr < 5 \cdot 10^{-4}$.

Испытания полученных образцов на сверхпроводящие свойства показали те же результаты, что и образцы из высокочистого цельнометаллического ниобия.

Таким образом, электролизом и расплавленных солей нанесены высокочистые сверхпроводящие ниобиевые покрытия толщиной до 140 мкм на сферические образцы из углеситалла со смещенным центром тяжести.

Список литературы

1. *Lam S K H., Clem J R., Yang W.* // Nanotechnology. 2011. V. 22. No. 45. 455501.
2. *Kolosov V.N., Sheverev A.A.* // Inorganic Materials. 2012. V. 48. No. 2. P. 176-181.
3. *Дубровский А.Р., Окунев М.А., Макарова О.В., Махаев Е.А., Кузнецов С.А.* // ЖПХ. 2016. Т. 89. № 5. С. 612-618.
4. *Popova A.V., Kremenetsky V.G., Kuznetsov S.A.* // J. Electrochem. Soc. 2014. V. 161. No. 9. P. 447-452.
5. *Кузнецов С.А., Маренкова Е.А., Калинин В.Т.* // ДАН. 2015. Т.463. № 1. С. 49-53.
6. *Ковалев Ф.В., Тюрин В.С., Карцев В.Е.* // Цветные металлы. 1996. №1. С. 44-49.