



Nb-Ti/Cu multirétegű lemezes kompozit előállítása szupravezető alkalmazásokhoz

Doktori (PhD) értekezés tézisei

Kooperatív Doktori Program által támogatott kutatás

Kárpáti Viktor, okl. kohómérnök

tudományos vezető: Prof. Dr. Mertinger Valéria, MTA doktora

kooperatív ipari konzulens: Dr. Barna Dániel, HUN-REN Wigner Fizikai Kutatóközpont

Anyag- és Vegyészmérnöki Kar

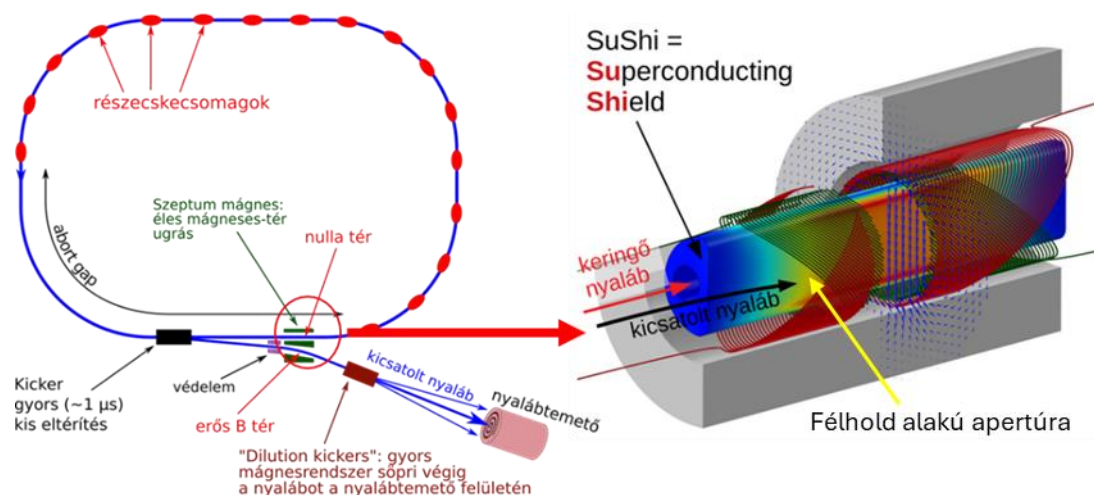
Fémteni Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

Miskolc

2025

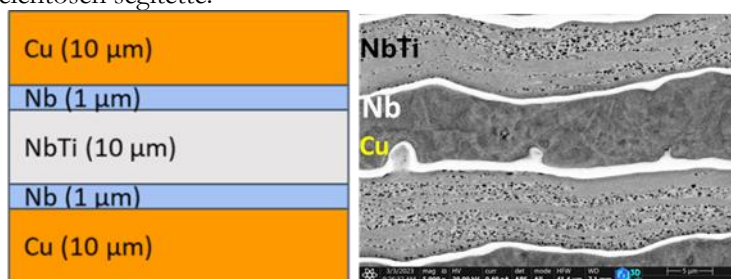
1 Bevezetés

Az Európai Nukleáris Kutatási Szervezet (CERN), és a HUN-REN Wigner Kutatóközpont új koncepciójú szeptum mágnes fejlesztését kezdte meg 2016 -ban. Ehhez az együttműködéshez csatlakozott a Miskolci Egyetem 2019-ben. A CERN-ben a 2025 utáni időszak új tudományos és technológiai kihívása az új ütköztető gyűrű, az FCC (Future Circular Collider) megépítése. A 100 km kerületű FCC gyűrű nagyobb energiát tud biztosítani, amivel nőhet a felfedezési potenciál. Ütköztetés után a nyaláb intenzitásának csökkenésekor vagy vészhelyzet esetén annak kicsatolása szükséges (1. ábra). A kicsatolást szeptum mágnesek végzik [1]. Dr Barna Dániel új szeptum mágnes koncepciója az ún. SuShi (Superconducting Shield) mágnes, melynek a lényege, hogy egy erős külső mágneses térben az apertúrára félhold alakban ráhajlított szupravezető páncél hoz létre nulla mágneses tér tartományt [2]. A szupravezető anyagok jellegzetessége, hogy nagyon alacsony, úgynevezett kritikus hőmérséklet alatt az elektromos ellenállásuk gyakorlatilag megszűnik [3]. A Nb-Ti/Nb/Cu anyagtársítást már több évtizede használják szupravezető kábelek előállítására [4], [5], [6], [7]. A kompozitot az MRI technológiában, illetve részecskegyorsítókban is alkalmazzák [6]-[7].



1. ábra. LHC ütköztető gyűrűjének sematikus rajza a szeptum mágnes jelölésével [10], [11]

A Nippon Steel Corporation japán cég az 1990-es évek végén, a kábelek szerkezetét gyakorlatilag kétdimenzióba kiterítve már állított elő Cu/Nb/Nb-Ti/Nb/ (szekvencia) rétegekből álló (2. ábra) lemezes kompozitot [12], mely a mágnes kulcs eleme lehetne. A kompozitban a Cu a hővezető, a 10 μm vastag Nb-Ti szilárdoldat rétegek a szupravezető szerepét látják el, a két réteg közötti kölcsönös diffúziót, ami alakíthatatlan, rideg kiválásokat eredményezne, pedig a Nb réteg akadályozza meg [13]. A tervezett 3 T külső tér árnyékolásához hozzávetőlegesen 150 ilyen szekvenciára lenne szükség. A japán cég sajnos a gyártással leállt, limitált mennyiségű lemez áll a rendelkezésre és nem érdekelt a technológiai ismeretek átadásában. A közös projektünk tehát azért jött létre, hogy ezt a technológiát felélesszük és ezt a folyamatot Dr. Akira Yamamoto jelentősen segítette.



2. ábra. A Nippon által előállított Nb/Nb-Ti/Nb/Cu kompozit rétegrendje

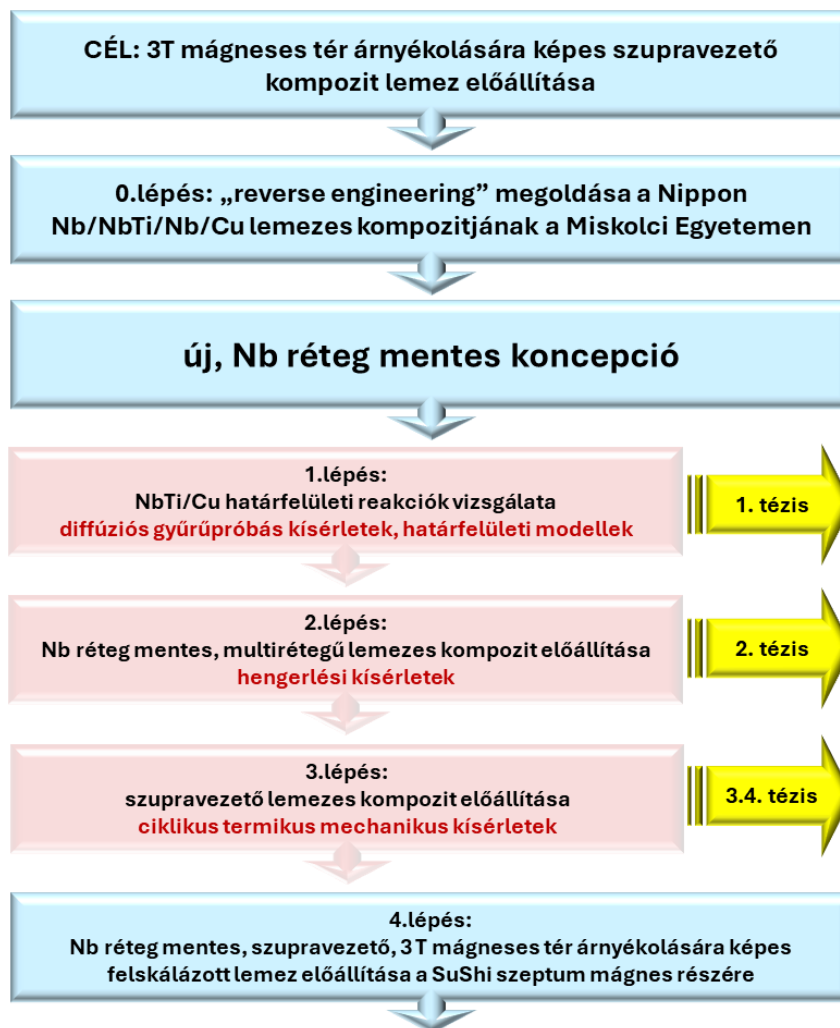
Doktori értekezésemben mindazon tudományos eredményeket foglalom össze, amelyek a SuShi mágnes páncélanyagának kifejlesztésével kapcsolatosak. A kutatómunka során célom volt a japán koncepciótól gazdaságosabb, felskálázott sorozatgyártásra is alkalmas, tudományosan alátámasztott technológia kidolgozása, melynek eredménye egy 4 K-en (-269 °C) szupravezető, a Nippon lemez

kritikus áramsűrűségének elérésére képes, 5 mm-es rádiuszra hajtható lemez előállítás. Az értekezésben bemutatom, hogy létezik olyan technológiai ablak, ahol Nb réteg mentes Nb-Ti/Cu sokszekvenciás kompozit előállítható a funkcionális elvárások biztosításával. Ez egy teljesen új koncepció a szupravezető technikában. A kutatás eredményeként a kidolgozott eljárás 2024 őszén szabadalmi benyújtásra került. Az így előállított kompozit potenciális felhasználásra kerülhet az MRI technikában is.

2 Előzmények, hipotézisek

Az előkísérleti tapasztalatok és irodalmi ismeretek alapján három hipotézist fogalmaztam meg, melyek meghatározták a további kutatás fő irányait (3. ábra):

- Fizikai szimulációs kísérletekkel és CALPHAD (Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry) számításokkal **meghatározható az a technológiai ablak**, amellyel az egybefüggő, alakítást és a funkcionalitást érdemben rontó vegyületfázisok elkerülhetők a Nb-Ti/Cu lemezes kompozit határfelületein.
- **Nb réteg mentes**, sokszekvenciás Nb-Ti/Cu **kompozit előállítható hengerléssel** egybefüggő, alakíthatóságot rontó réteghatármenti vegyületfázis megjelenése nélkül.
- **Ciklikus-termikus-mechanikus kezeléssel a kívánt szupravezető tulajdonságok biztosíthatók** a Nb mentes sokszekvenciás Nb-Ti/Cu lemezes kompozitban.



3. ábra Kutatási munkát bemutató folyamatábra

Az új, Nb réteg mentes koncepció nemcsak gazdaságossági előnyt jelenthet. A Nb-nak a diffúziógátló szerepe csak a gyártási technológia során érvényesül. A funkcionalitásban még negatív szerepe is lehet, mert a szupravezető Nb-Ti és a stabilizátor Cu közé ékelődik, a hőátadást csökkenti, az áram átfolyását nehezíti. A Cu sokkal jobb áram és hővezető (mindkettő!), mint a Nb-Ti amikor az normál vezetővé válik. Tehát, ha ún. elszaladási „quench” állapot áll fent a Nb-Ti lokálisan felmelegszi T_c (kritikus hőmérséklet) fölé, akkor hirtelen nagyon jó elektromos vezetővé, viszont rossz hővezetővé válik. A Nb-Ti réteg mellett levő Cu réteg átveszi az áramot is (!) és mivel nagyságrenddel jobb elektromos vezető, kevesebb hő termelődik, valamint jobb hővezető, így a keletkezett hőt könnyen elvezeti. Ez a kettős szerepe teszi a Cu réteget stabilizátorrá. Ha nem lenne, a keletkező hő lokálisan elszaladási jelenséget

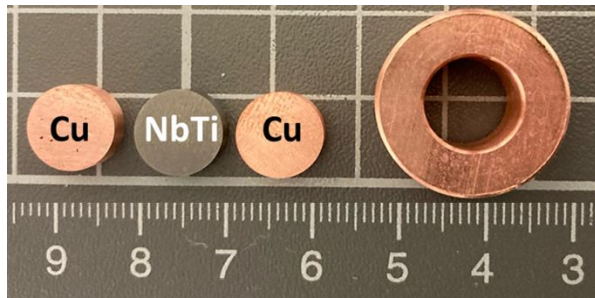
(quench) okozna. A Nb jelenléte a Nb-Ti és Cu között a hő- és áramátadást is nehezítheti. Ezért, ha sikerül a gyártást a Nb réteg nélkül megoldani akkor a páncél funkcionális tulajdonságai javulnának. Ki kell emelni ezt is, hogy Cu-Ti rideg vegyületek a szupravezető drót gyártásban kritikusak, mert ott gyakorlatilag egydimenziós struktúrájú a szupravezető szál, amit egy, az méreténél nagyobb Cu-Ti vegyület elvág, ami a kábel tönkremenetelét jelenti. Az általunk javasolt kétdimenziós lemez geometriánál ez kevésbé kritikus, tehát a lemezes szerkezet előállítása során toleránsabbak lehetünk ezen vegyületek megjelenésével szemben, ez a tény is bátorságot adott, hogy ezzel a koncepcióval kísérletezzünk.

A kutatás során 26 db zömítővizsgálat, a Nb-Ti alapanyagra és a kompozit előállítására vonatkozóan 50 hengerlési kísérlet és 100-on felüli hőkezelési kísérlet történt

3 Alkalmazott kísérleti és vizsgálati módszerek bemutatása

Gyűrűzömítési és hengerlési kísérletek

A gyűrűzömítéssel készített diffúziós Nb-Ti/Cu párok előállításához nagy tisztaságú OFHC rézet (oxygen-free high thermal conductivity copper), valamint Nb-Ti (Nb53Ti47) ötvözetet használtam. Egy diffúziós gyűrű pár összeállításához, előzetesen hengerelt alapanyagokból egy $\varnothing 10$ mm Nb-Ti korongot és két darab OFHC réz korongot forgácsoltattam ki. A rétegek mechanikus összeszerelése és a rétegek oxidvédelme érdekében $\varnothing 20$ mm, 10 mm vastagságú réz gyűrűket alkalmaztunk, melyeket egyenként $\varnothing 10$ mm-es furattal láttunk el, amit a 4. ábra (a) része mutat. A diffúziós pár minden elemét zsírtalanítottam HCl savval, majd összeszereltem és a zárdugóként szolgáló OFHC réz korongokat – melyek az Nb-Ti korogot alulról és felülről lezárják - besajtoltuk a Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet (FKNI) Mechanikai Anyagvizsgáló Laboratóriumában található Instron 5982 univerzális anyagvizsgáló berendezéssel.



(a)



(b)



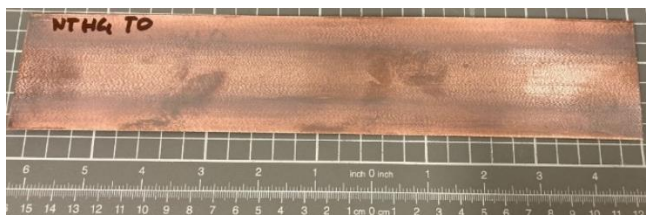
(c)



(d)



(e)



(f)



(g)

4. ábra Gyűrűpróbás diffúziós pár kísérleti (a) alapanyagok és (b) zömített próbák, (c) a dinamikus zömítésekhez használt excentersajtó, a lemezes kompozit előállításához használt (d) alapanyagok, (e) az elektronsugarasan hegesztett kazetták és (f) hengrelt kompozit (g)VON-ROLL típusú keskenyszalag hengerállvány

A gyűrűk dinamikus zömítését az Intézet műhelycsarnokában található excentersajtóval végeztem, melyet a **4. ábra (c)** mutat, majd a gyűrűkön különböző hőkezeléseket végeztem, melyek eredményét **4. ábra (b)** pontja mutatja. A gyűrűpróbás kísérletek során eltérő (kis és nagy) alakváltozásokkal dolgoztam, melyet a százalékos alakváltozással fejezek ki **(1)**:

$$\varepsilon = \frac{H_0 - H}{H_0} \cdot 100, (\%) \quad (1)$$

Ahol: ε a százalékos alakváltozás (%), H_0 kiinduló darab vastagsága (mm), H a zömített darab vastagsága (mm)

A hengerlési kísérletimhez 20x25x50 mm geometriájú Nb53Ti és Cu darabokat vágattam ki szikraforgácsolással, melyet hidegen hengereltem. Nagy tisztaságú (OFHC) rézből készült 40x45x70 mm geometriájú kazettát alkalmaztam, hogy a szekvenciát megóvjam a káros oxidációtól. A kazetta belső mérete minden esetben 24x25x50 mm volt. Az előzetesen sósavval maratott Nb-Ti és Cu lemezeket argon védőgáz alatt helyeztem a kazettába Nb-Ti/Cu rétegrendben (**4. ábra (d)**), majd a kazetták fedelét besajtoltam. A kazettákat minden esetben elektronsugarasan hegesztettük le a Pozsonyi Műszaki Egyetemen (**4. ábra (e)**).

Hengerlési kísérleteim elvégzése során az előhevítési hőmérséklet 500-700 °C között változott. Az alakítási kísérletet a kazetták megleghengerlésével kezdtem, kezdetben kisebb majd nagyobb alakváltozásokat alkalmazva. A megleghengerlés során minden egyes szűrást követően a kazettát visszatettük egy villamos fűtésű normál atmoszférájú kemencébe, az állandó alakítási hőmérséklet megőrzése érdekében. Az utolsó melegsűrés után a kazettát hideghengereltük tovább az aktuális végvastagságig (**4. ábra (f)**). A hengerlési kísérletek során a nagymértékű alakváltozások leírása miatt az alakváltozásokat Von Miseses logaritmikus alakváltozásban adom meg **(2)**:

$$\varphi = \frac{2}{\sqrt{3}} \log \left(\frac{H_0}{H} \right), (-) \quad (2)$$

Ahol: φ a logaritmikus alakváltozás (-), H_0 kiinduló darab vastagsága (mm), H a hengerelt darab vastagsága (mm)

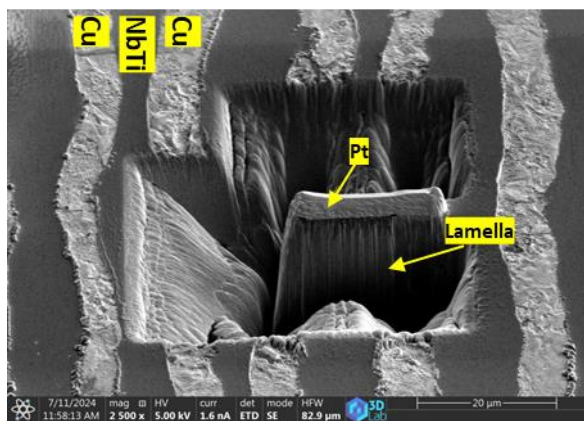
A hengerlési kísérleteket az Intézetünkben található VON-ROLL típusú keskenyszalag hengerállványon végeztem, duó üzemmódban (**4. ábra (g)**). A hengerlési sebesség minden esetben 30 m/perc volt. A közbenső és véghőkezeléseket pedig a hőkezelő laboratóriumban található védőatmoszféra nélküli ellenállásfűtésű OMSZ OH-63 típusú kemencében végeztem.

CALPHAD modellezések

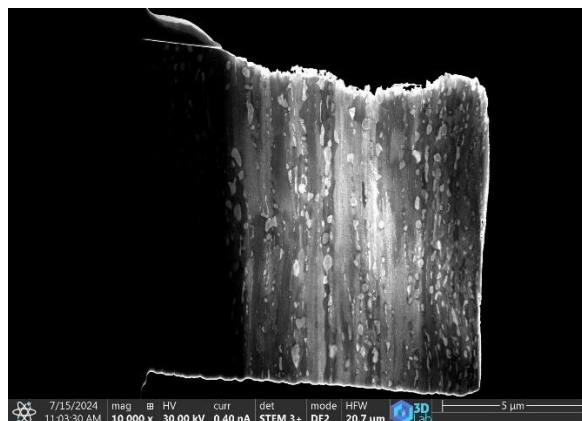
A diffúziós párok vizsgálata során, a kis képlékenyalakváltozási állapothoz ($\varepsilon=16\%$) tartozó CALPHAD számítások, a termikus egyensúlyi és nem egyensúlyi fázisdiagramok szerkesztése a Pandat szoftver segítségével történt. A számítások során figyelembe vettük Zhang és munkatársai Cu-Ti-Nb ternér rendszerek termodinamikai vizsgálatainak eredményét [14]. Összesen 14 CuTiNb ötvözetet vizsgáltak 600 °C-on és 700 °C-on, melyeket 30 és 40 órán át hőkezelték. A számítások és a kísérletek megerősítették, hogy ebben a hőmérséklettartományban a vizsgált Cu-Nb-Ti rendszerben nincs jelen ternér vegyület. A nióbium oldhatósága a Cu-Ti bináris rendszerben 8 at%-nál kisebb volt. A Pandat szoftver mellett a Thermocalc szoftvert is használtuk a párhuzamos számításokhoz. Mivel a két független számítás eredményei gyakorlatilag megegyeznek, csak a Pandatból származó eredményeket ismertetem. A nagy képlékenyalakváltozási állapothoz tartozó ($\varepsilon=62\%$) egyensúlyi ternér diagramokat a Thermo-Calc szoftver és a Massalski-féle egyensúlyi fázisdiagramok [15] alkalmazásával (használt adatbázis: SSOL5 v5.0) határoztuk meg.

Mikroszkópi vizsgálatok

A kisebb felbontású elektronmikroszkópos vizsgálatok az intézetben található Zeiss EVOMA10 típusú pásztázó berendezéssel készültek EDAX típusú energia diszperzív mikroszondával (EDX). A nagyobb felbontású vizsgálatokat és a vonalelemzést, az egyetem 3D Laboratóriumában található Thermo Scientific Helios G4 PFIB CXe DualBeam SEM (PFIB-SEM, ThermoFisher Scientific, Waltham, MA, USA) berendezésével végeztük. A detektálás ICR detektorral történt 20 kV gyorsítófeszültség és 0,8 nA áramerősség mellett. Az elemanalízishez szintén EDAX szonda áll rendelkezésre. A TEM vizsgálathoz a mintákat fókuszált Xe nyaláb segítségével vágtuk ki. A hengerlési irányban beágyazott mintából úgy, hogy a metszet Cu rétegeket is tartalmazza. A mintaelőkészítés során a Cu réteget levágtuk a Nb-Ti rétegekről. A vékonyítás során a Nb-Ti lamella vastagsága ~50 nm volt. A lamella preparálásának lépései a következők voltak: (i) az vizsgálati hely kiválasztása és egy Pt védőréteg lerakása; (ii) a lamella körüli területek FIB marása (20 kV és 60 nA mellett); (iii) a lamella mikromanipulátorral segített kiemelése; (iv) a lamella elhelyezése a TEM rácson; (v) kezdeti (500 nm felett 20 kV és 4 nA mellett) és végső (500 nm alatt 12 kV és 0,3 nA) elvékonyítása a lamellának STEM-elemzéshez. A lamella készítés menetét, világos látóterű, valamint STEM módban készület felvételeket a **5. ábra** szemlélteti.



(a)



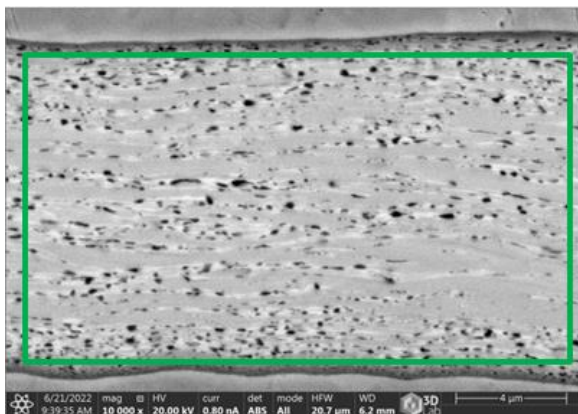
(b)

5. ábra A 700H_12_672 kompozitról készült a) TEM lamella kimunkálása b) lamella felvétel STEM módban

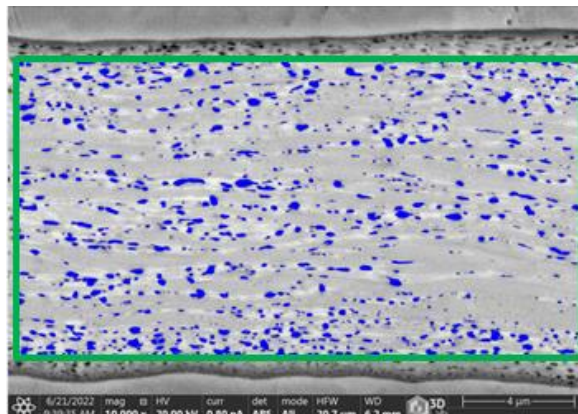
A TEM-mérésekhez Fei Tecnai G220 X-Twin berendezést használtunk volfrámkatóddal és 200 kV-os gyorsítófeszültséggel. A világos - és sötétlátómezős felvételeket FEI Eagle 2k CCD kamerával rögzítettük. A STEM felvételeket Fischione Model 3000 HAADF detektorral készítettük. A kiválasztott terület elektron-diffrakciós kamerahossza 550 mm volt. Az elemanalízis méréseket AMETEK EDAX detektorral végeztük, amelynek aktív területe 30 mm² volt.

A kiválások területhányadának meghatározása képelemzéssel

Kutatómunkám során a szerkezet pontosabb leírása és az α -Ti kiválások mennyiségének pontosabb definiálása érdekében területhányad elemzést is végeztem Cprob nevű szoftverrel. Területhányad mérése során a skálázást követően a mérni kívánt területen egy mérőkeretet jelölünk ki (6. ábra (a)). A megfelelő szűrkeségi szint beállítása után a mátrix (Nb-Ti szilárdoldat) és a második fázis (α -Ti kiválások) területe elkülöníthető (6. ábra (b)). A szűrkeségi szint beállítása után a program a mérőkeret területe és a jelenlévő mért második fázisok területe alapján határozza meg a területhányad értéket [16]. Méréseim során alkalmazott szűrkeségi szint minden esetben 0-255-ös skálán 136 volt.



(a)

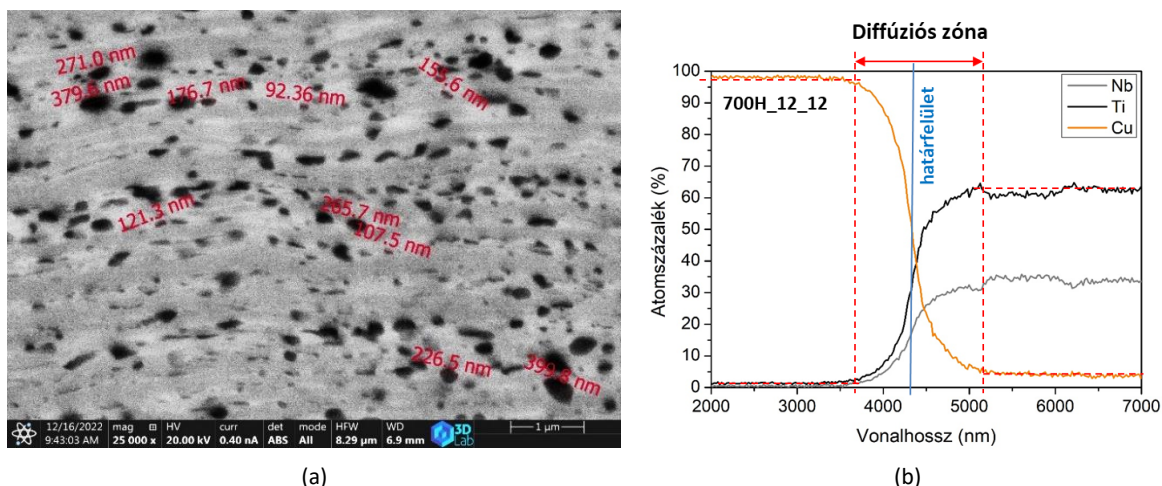


(b)

6. ábra Területhányad meghatározásának menete (a) elektronmikroszkópos felvétel szürkeképpé alakított felvétele a mérőkerettel (b) második fázis elkülönítése szűrkeségi szint beállításával

A kiválások méretének és a diffúziós zóna vastagságának meghatározása

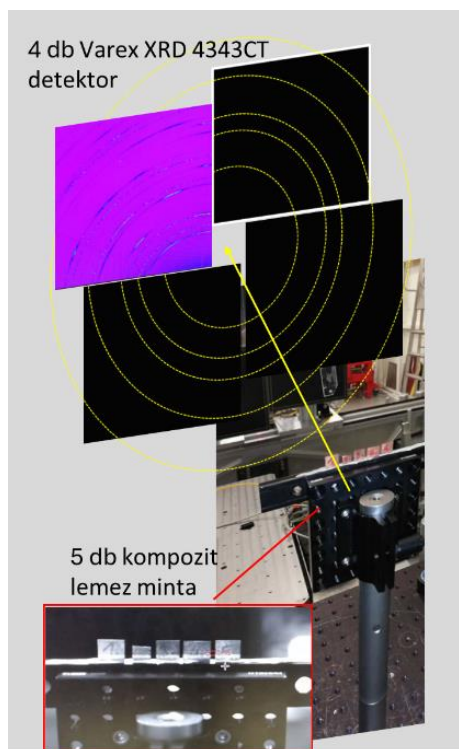
A kiválások átlagos méretét az elektronmikroszkópos felvételeken, több látótéren mért adatok eredményének átlagaként határoztam meg. Erre mutat példát a 7. ábra (a). A diffúziós zóna kezdetét és végét a határon történő, EDX vonalelemzés lefutásából, a Cu, Ti, Nb átlagos koncentrációiktól való eltéréséből határoztam meg. Az eredeti Nb-Ti/Cu határfelületet a Nb koncentrációs profil inflexiós pontjánál húztam meg (7. ábra (b)). Az elektronmikroszkópos vizsgálatokat és a vonalelemzést, az Intézetünk 3D Laboratóriumában található Thermo Scientific Helios G4 PFIB berendezésével végeztük. A detektálás ICR detektorral történt 20 kV gyorsítófeszültség és 1,6 nA áramerősség mellett.



7. ábra (a) Kiválások (fekete objektumok) mérése, (b) a határfelületen mért, majd szerkesztett koncentrációs profil, a diffúziós zóna jelölésével

Kiválások azonosítása és tömeghányadának meghatározása Rietveld analízissel

Vizsgálataim során az α -Ti kiválások mennyiségi meghatározását röntgendiffrakción alapuló Rietveld analízissel végeztük. A méréseket az alakított lemezek normál felületén történtek, ezért a mintakivágást követően a Nb-Ti rétegen lévő fedő rézréteget salétromsavas maratással eltávolítottam. A fázisok pontos mennyisége Rietveld illesztéssel meghatározható abban az esetben, ha az ötvözetben lévő fázisok ismertek. A Rietveld illesztés során a mintából kapott mért intenzitás görbét illesztjük az azonosított fázisok kristályszerkezeteiből számított egyes görbékből kapott kumulatív számított görbével, amely tartalmazza az összes általunk alkalmazott korrekciót (kitüntetett orientáció) és szélesedés modellezést (méret és rácsfeszültség). A legeredményesebb illesztés során az alkalmazott függvény paraméterei információt adnak a fázisok kristálytani jellemzőiről, amely alapján a fázis arány számítható [17], [18], [19]. A röntgendiffrakciós méréseket a Bruker D8 Discovery XRD berendezéssel Cu $K\alpha$ sugárzással (40 kV és 40 mA) végeztük hevítőkamrában, Göbel tükör alkalmazásával, 20-120 $^{\circ}(2\theta)$ között, 0,004 $^{\circ}(2\theta)$ lépésközzel és 0,30 s gyűjtési idővel a Miskolci Egyetem 3D Laboratóriumában. A kiértékelés során a fázisok azonosítása a Bruker EVA 5.0 szoftverrel és PDF2 adatbázis használatával történt. A mennyiségi eredményeket adó Rietveld illesztés pedig a Bruker TOPAS 6.0 szoftverével történt.



8. ábra 5 db kompozit lemez minta, a 4 detektor és a sugármenet sematikus elrendezése szinkrotronos vizsgálatnál

Diszlokációsűrűség meghatározása szinkrotronos vizsgálatokkal

A szinkrotron röntgendiffrakciós vizsgálatok a hamburgi DESY (Deutsches Elektronen Synchrotron) PETRA III szinkrotronberendezésének P21.2 sugárforrásánál történtek [20], 67,5 keV sugárenergiával, transzmissziós geometriában. A sugárnyaláb mérete 2 μm x 200 μm volt. A minták mérete 10 mm x 10 mm volt és a nyaláb a normáliránnyal párhuzamosan esett a mintára. A mérések során minden egyes mintánál több felvétel is készült, melynek során a nyaláb a minták középvonalán (állandó magasságban) vonult végig. A Debye diffrakciós gyűrűket a primér nyaláb körül, a mintától 2,8 m távolságra elhelyezett négy Varex XRD 4343CT detektorok rögzítették, melyek mérete egyenként 2880 x 2880 pixel, felbontása pedig 150 μm volt pixelenként. A kísérleti elrendezést az 8. ábra szemlélteti. A detektorok helyzetének és távolságának kalibrálása CeO₂ etalonnal, és nyílt felhasználású PyFAI python könyvtár [21] alkalmazásával történt. A felvett 2D jelek egydimenziós patterné integrálása szintén pyFAI segítségével történt. A vonalprofilokon ezt követően fázisazonosítás történt a Bruker EVA 5.0 szoftverével és PDF2 adatbázis használatával. Az azonosítást követően a diffrakciós eredményekből a diszlokációsűrűség és a krisztallitméret

meghatározása a CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile) eljárással [22], [23], [24], míg a tömeghányad Rietveld illesztéssel történt. Itt kell megjegyezni, hogy az α -Ti mennyiségének meghatározására három eljárást alkalmaztam. Az eredmények összehasonlításánál figyelembe kell venni, hogy a három eljárás különböző térfogattól, különböző felbontással szolgáltat eredményt, így nem várható el, hogy számszerűen azonos eredményt adjanak. A mikroszkópi képen képelemzéssel meghatározott fázismennyiségnél hiányoznak a kisméretű, kb. 50 nm alatti kiválások. A röntgendiffrakciós méréseknél a jel a normál irányra merőleges felületről jön, maximum néhány 10 μ m behatolási mélységből. Egyes mintáknál kitüntetett lesz a csíráképződés ezeken a helyeken így az össztérfogatra vonatkozóan nem feltétlen lesz jellemző ez az érték. Viszont nagyszámú minta mérésénél egy jól alkalmazható eszköz a trendek kimutatására, hisz egy minta vizsgálata 2 óra. A szinkrotronos mérések a teljes vastagságból adják a jelet viszont a mérési lehetőség limitált.

Kritikus áramsűrűség mérési módszere

A II-es típusú szupravezető anyagok a kritikus áramsűrűség eléréséig szorítják ki magukból a mágneses teret vagy kritikus áram mérése során a mágneses fluxust [25]. Fontos hangsúlyozni, hogy ez a jelenség eltér az I-es típusú szupravezető anyagok esetében jelentkező Meissner effektustól: a mágneses teret a szupravezető anyag felületén indukált (az angol irodalomban „persistent current” néven ismert) örvényáramok szorítják ki a szupravezető anyag belsejéből. A mágneses tér egy véges mélységig behatol a szupravezető anyagba; a behatolási mélységet a kritikus áramsűrűség értéke határozza meg. A kritikus áramsűrűség mérésnek sokféle módja ismert, ezek egyike az úgynevezett négy terminálos módszer. A módszer során a terminálok között méri a feszültségesést (U, V) a transzportáram (I_c ; A) függvényében. A kritikus áramértéket az az áramérték határozza meg, amelynél a szupravezető anyag elér egy bizonyos feszültség értéket (U_c , V). A módszer figyelembe veszi a szupravezető geometriai paramétereit is (keresztmetszet S, m^2), így a kritikus áramsűrűség (J_c , A/m^2) az alábbi képlettel számolható (3) [26]:

$$J_c = \frac{I_c}{S}, \left(\frac{A}{m^2} \right) \quad (3)$$

Az említett módszerrel határozták meg a 1990-es években a szupravezető huzalok és lemezek kritikus áramsűrűség értékét. Egy másik módszer a szupravezető anyagok átmágnesezettségének mérése. A mérés során a szupravezető kompozitot külső mágneses térbe helyezik és méri, hogy mekkora a mágnesezettsége a mintának. A minta felületén indukált örvényáramok egy látszólagos diamágnesezettséggel, tehát az anyag belsejében a külső mágneses térrel ellentétes irányú mágnesezettséggel írhatóak le. A külső mágneses tér valamelyest behatol az anyagba, majd a behatolási mélység mentén folyamatosan csökken a kritikus áramnak megfelelő meredekséggel és kellően nagy minta (vagy kritikus áramsűrűség) esetén eléri a nulla értéket. Minél nagyobb a kritikus áram érték, a lecsengés annál nagyobb meredekséggel történik, annál gyorsabban közelít a nullához. Ebből következik, hogy az átmágnesezettség függ a kritikus áramsűrűségtől, így a diamágnesezettséget szükséges mérni. Ezt a gyakorlatban magnetométerrel lehet meghatározni [27], [28]. A diamágnesezettség mértékéből lehet számolni a kritikus áramsűrűséget. A kritikus áramsűrűség értéket (J_c) különböző mágneses terek függvényében ábrázolják (B, T).

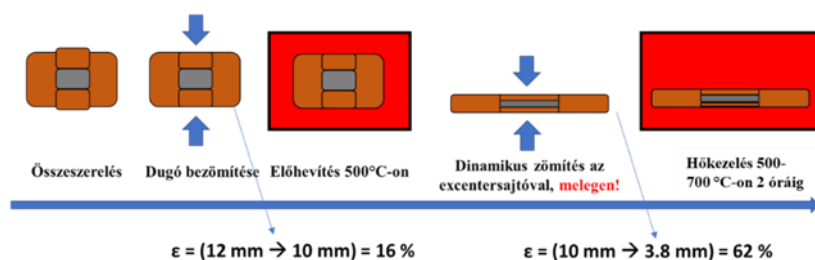
A kritikus áramsűrűség mérést a Bécsei Műszaki Egyetemen Prof. Dr. Michael Eisterer végezte. A mérésekhez a hőkezelt Nb-Ti/Cu kompozitokból 1x1 mm-es mintákat kellett kivágni, valamint a geometriai paraméterek meghatározásához szükséges volt az átlagos Nb-Ti rétegvastagságok (t_{Nb-Ti} , m), az összes Nb-Ti rétegszám (n_{Nb-Ti}), valamint a kompozit lemezvastagságának (t_{full} , m) a megadása. A kritikus áramsűrűség esetben az alábbi egyenlettel adható meg egy Nb-Ti rétegre nézve (4):

$$J_c = \frac{J \cdot t_{full}}{t_{NbTi} \cdot n_{NbTi}}, \left(\frac{A}{m^2} \right) \quad (4)$$

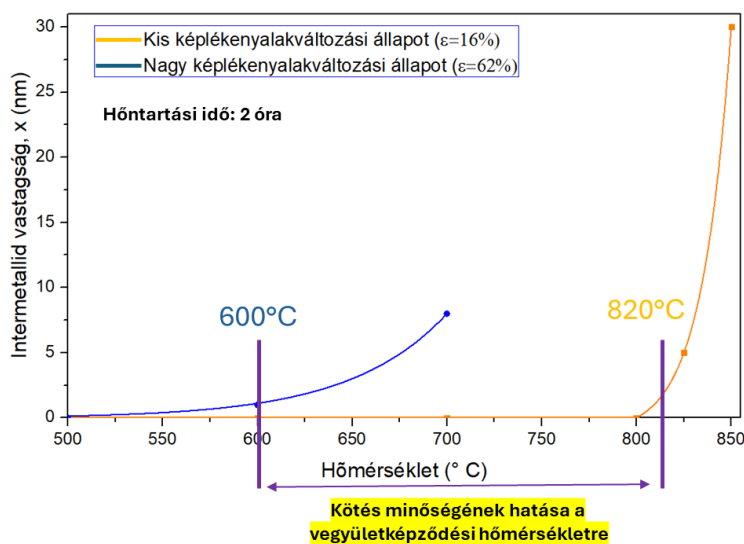
A mintakivágás huzalszikkás (EDM) módszerrel történt a Debreceni Egyetemen, Dr. Daróczi Lajos segítségével. Az átlagos rétegvastagságot a mikroszkópi felvételek alapján adtam meg. A rétegszám a kísérleti körülményekből adódóan természetesen ismert volt. A kritikus áramsűrűség mérése során a minta mágneses térhez viszonyított pozíciójának ismerete is meghatározó, ugyanis a hengerlési irányra merőleges mágneses térnek kitett próbatestek kritikus áramsűrűsége a párhuzamos mágneses térnek kitett próbatestek kritikus áramsűrűségének körülbelül 40%-a. Ez a jelenség az erős hengerlési anizotrópia és a kiválások morfológiájának köszönhető [6], [29]. A kritikus áramsűrűség mérés során a mágneses tér a lemezek normálfelületére és a hengerlési irányra merőleges volt.

4 Eredmények összefoglalása

A kompozitok meleghengerlés során kis és nagy alakváltozások alkalmazásával történik az alakítás. Annak érdekében, hogy a vegyületképződési hajlam becsülhető legyen az említett alakváltozások során gyűrűpróbas Nb-Ti/Cu diffúziós párokat hoztam létre (9. ábra).



9. ábra Gyűrűs kialakítású diffúziós párok kísérletének menete kis- és nagymértékű képlékenyalakváltozás esetén



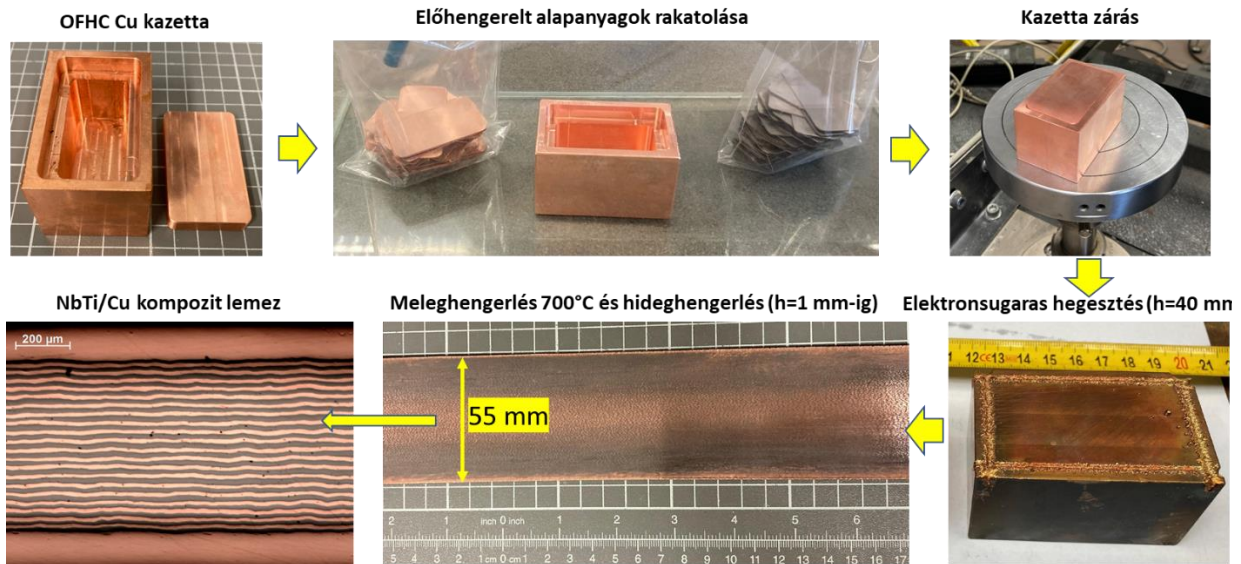
10. ábra A lemezek közötti kötés minőségének a hatása a vegyületképződési hőmérsékletre

esetén bemutattam, hogy a vegyületi képződési mechanizmus eltér a kis alakváltozások esetén bemutatottaktól. A vizsgált hőmérséklettartományban a diffúziós zóna alakul ki már 500 °C, 2 óra hőntartás esetén és vegyület megjelenés figyelhető meg 600 °C, 0,5 óra hőntartás hatására, így a vegyületképződési hajlam ~ 820 °C-ról praktikusán 600 °C-ra csökken (10. ábra). Fontos megjegyezni, hogy az 500 °C-os kísérletek esetén az α -Ti kiválások megjelentek a β mátrixban.

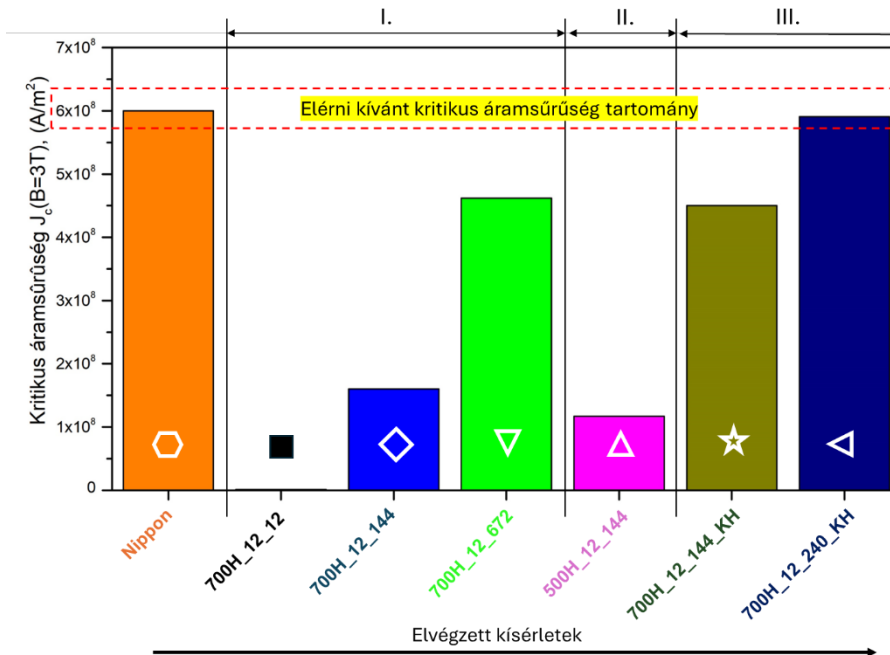
Az elvégzett szisztematikusan felépített fizikai szimulációk és termodinamikai számítások alapján nióbium réteg mentes Nb-Ti/Cu lemezes kompozit előállítható, nagyméretű összefüggő és alakíthatóságot rontó Cu-Ti vegyületek képződése nélkül 700 °C-os meleghengerlési hőmérsékleten (11. ábra). A szerkezetben helyenként megtalálhatók pontszerű Cu-Ti vegyületek, viszont ezek a teljes térfogat szempontjából elhanyagolhatók, és a lemezek tovább hengerelhetőségét nem rontják.

A hengerelt Nb-Ti/Cu kompozit jelen állapotban nem szupravezető, a szupravezető tulajdonságok biztosításához a mikroszerkezet megfelelő módosítása szükséges. Mivel a Nb-Ti szilárdoldat átalakulási görbéi nem ismertek, így a következő paraméterek hatását vizsgáltam: (i) véghőkezelési idő növelése, (ii) hengerlési hőmérséklet csökkentése, (iii) keresztengerlés hatása. A 12. ábra szemlélteti a különböző paraméterek változtatásának 3 T mágneses térben a kritikus áramsűrűsége gyakorolt hatását.

A kis alakváltozás ($\epsilon=16\%$) alakváltozásokkal esetén kísérletileg meghatározott Nb-Ti/Cu határfelületen létrejövő intermetallidok hőmérséklet függésének extrapolálási eredményei alapján az intermetallidok képződése 820°C körül kezdődik. A kísérletileg meghatározott eredmény jól korrelál a CALPHAD számítási eredményeivel, miszerint 819°C -on az olvadék fázis megjelenik a Cu-Ti rendszerben. Az olvadék fázisban ezen és ez a feletti hőmérsékleten a megnövekedett diffúziós sebesség miatt, intenzív intermetallid képződés várható, már 819 °C-on 2 óra után vagy a feletti lehűlés után. Természetesen az olvadékfázis jelenlétét minden esetben kerülni kell. A kísérleti eredmények nagy pontossággal modellezhetők, amennyiben az intermetallidokat kizárva, nem egyensúlyi fázisdiagramokat számolunk. A nagy ($\epsilon=62\%$) alakváltozások alkalmazása



11. ábra Kísérleti eredményeket összefoglaló ábra, ahol az adott kísérleti eredményhez tartozó kritikus áramsűrűség eredmények láthatók 3 T mágneses térben



12. ábra A különböző módon előállított kompozitok kritikus áramsűrűség eredményei 3 T mágneses térben (jelmagyarázat: hengerlési hőmérsékletH_közbenső hőkezelési idő, óra_vég hőkezelési idő, óra_KH keresztengerlés)

Az ábrán látható a Nippon – referencia lemez – értékei és a piros négyzettel jelölt érték, melyet szükséges elérni. A kísérleteim során minden esetben a hidegalakítási tartomány $\varphi=2,66$ volt, ami nem számít extrém nagy hidegalakításnak,

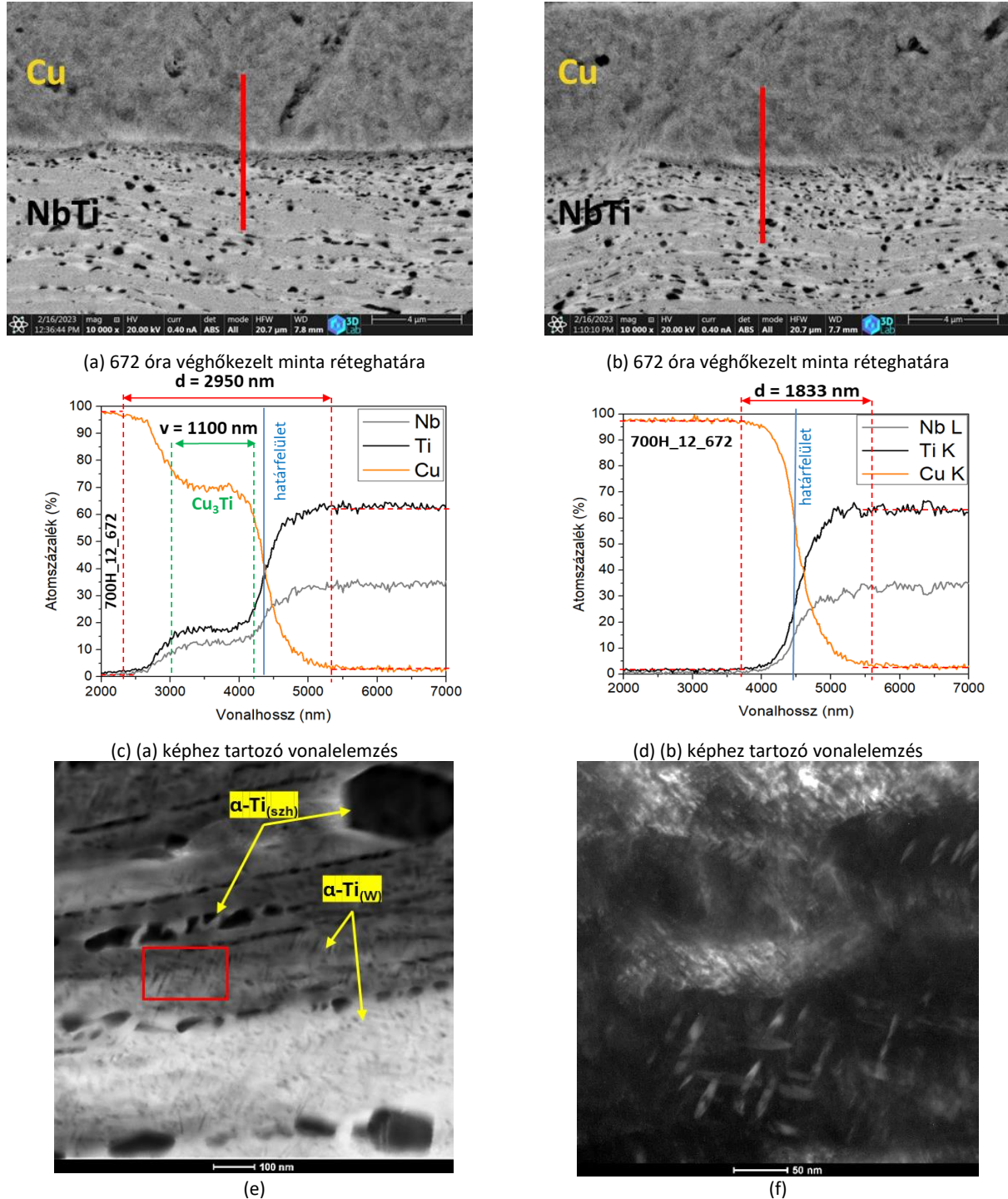
viszont az Intézetünkben található VON-ROLL

szalaghengerállvány kialakításából adódóan a kísérlet geometriai korlátok közé szorult. Kezdetben az 1 mm vastag Nb-Ti/Cu kompozit lemezeket 375 °C-on 12 órás közbenső hőkezelésével végeztem, majd tovább hengereltem 0,5 mm

végvastagságig, végül öregítő hőkezelést végeztem 375 °C-on. A kísérletek során a meleghengerlés hőmérsékletét, a tovább hengerlés módját és a vég hőkezelés idejét változtattam.

Az I. kísérlet sorozatban a meleghengerlési hőmérséklet 700 °C volt és a kísérletben az öregítő hőkezelés hőtartási idejének (12; 144; 672 óra) kritikus áramsűrűsége gyakorolt hatását vizsgáltam. A minták kritikus áramsűrűség értékeit a fekete, világoskék és zöld oszlop szemlélteti a 12 ábrán. A 13. ábrán a legreprezentatívabb mikroszkópi eredményeket mutatom be a 672 órát vég hőkezelt mintánál. A szerkezetvizsgálat alapján megállapítottam, hogy az öregítési idő növelésével az szemcsehatáron létrejövő α -Ti kiválások (α -Ti_(szh)) mennyisége és mérete is nő, viszont a kritikus áramsűrűség nagyságrendekkel emelkedik. A 700H_12_12 minta kritikus áramsűrűség értéke 3 T mágneses térben $1,35 \cdot 10^6$ A/m² addig a 700H_12_144 mintáé $1,6 \cdot 10^8$ A/m², míg a 700H_12_672 mintáé $4,62 \cdot 10^8$ A/m². A 700H_12_672 tehát a 672 órát hőtartott mintában megjelennek nem egyensúlyi Widmanstätten morfológiájú 5-30 nm méretű, α -Ti fázisok és az α -Ti fázis diszlokációsűrűség

tartalma is jelentősen megnőtt. A Widmanstätten morfológiájú α -Ti (α -Ti_(W)) fázisok dróthúzási technológiában nem preferáltak, mivel ridegek és jelenlétük szálszakadáshoz vezet az irodalmi adatok alapján ezen fázisok megjelenését kerülni érdemes. A lemezes szerkezetek esetén viszont pont a Widmanstätten α -Ti fázisok okozzák a jelentős kritikus áramsűrűség emelkedését. Bár a kritikus áramsűrűség ugrásszerűen nőtt, mégsem értem el a kívánt szintet, illetve a Nb-Ti/Cu réteghatáron Cu₃Ti vegyületfázis is megjelent helyenként. A 672 órás (28 napos) hőkezelés a lemez piaci versenyképességét is rontja, így a következő lépésben a melegehengerlési hőmérsékletet csökkentettem.

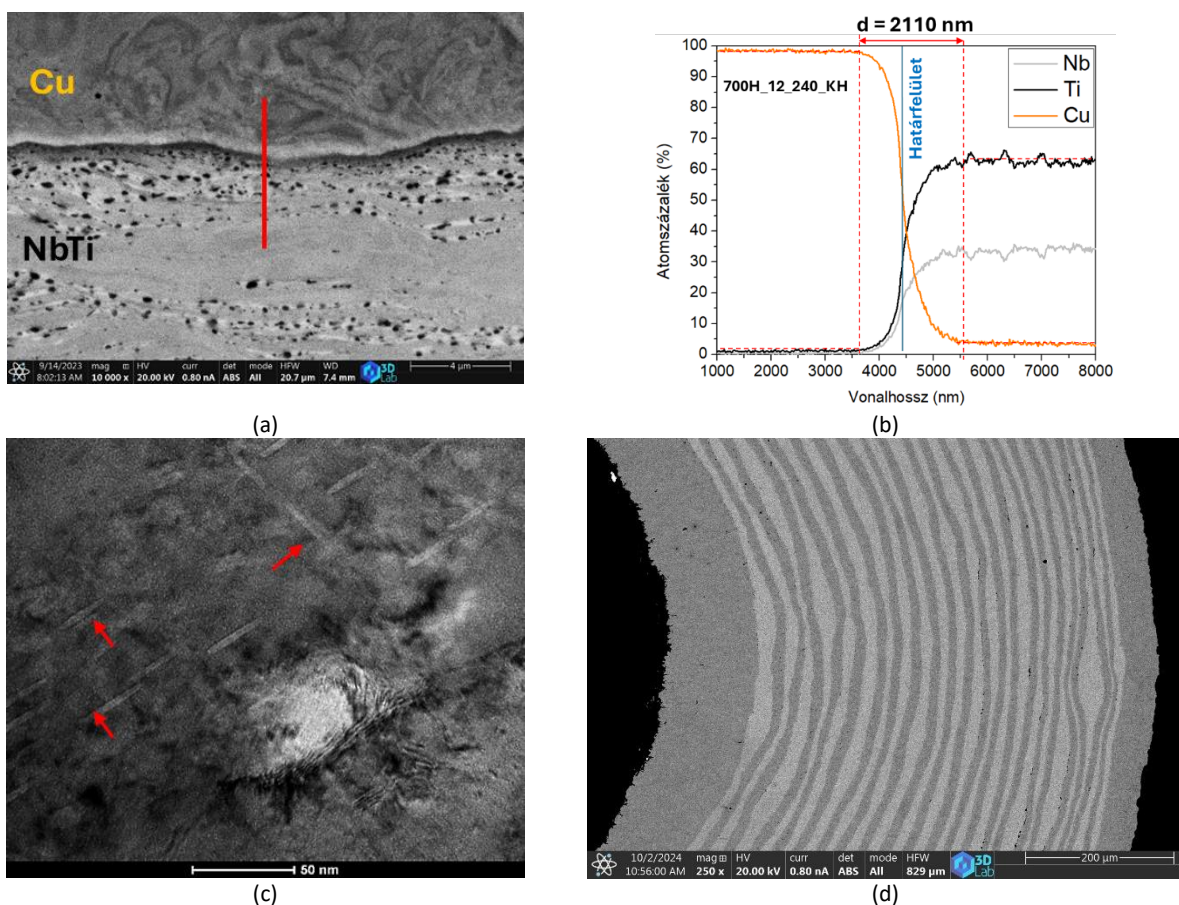


13. ábra A 700H_12_672 jelölésű kompozit lemez keresztmetszetének (a), (b) PFIB SEM felvételei, valamint a piros vonallal jelzett helyeken végzett (c), (d) vonalelemzés eredményei (e), (f) 700H_12_672 minta Nb-Ti rétegéből vett TEM lamella vizsgálata, a Widmanstätten fázisok α -Ti_(W) és a szemcsehatármenti α -Ti_(szh) megjelölésével

Mint az előzőekben leírtam a geometriai korlátok miatt a hengerlési hőmérséklet csökkentése elfogadható változásnak tűnt. A II. kísérletsorozatban a melegehengerlési hőmérsékletet 700 °C-ról 500 °C-ra csökkentettem. Tekintettel arra, hogy a gyűrűpróbás kísérletek során 500 °C-on már megjelent az α -Ti kiválás

a hengerlési hőmérsékletet 500 °C-ra módosítottam. A hengerlési kísérlet során viszont a kiválások hamar eldurvultak, így a 500H_12_144 (12. ábra lila oszlop) azaz 144 órát véghőkezelt minta kisebb $1,17 \cdot 10^8 \text{ A/m}^2$ kritikus áramsűrűség értéket mutatott 3 T mágneses térben, mint a 700 °C-on hengerelt párja a 700H_12_144 jelölésű minta. Az eredmények alapján a legfőbb megállapítás volt, hogy a Ti ötvözőt oldalban kell tartani a meleghengerlési folyamat során. A 500 °C-os meleghengerlési kísérletek folytatásának nem láttam értelmét a prezentált eredmények alapján.

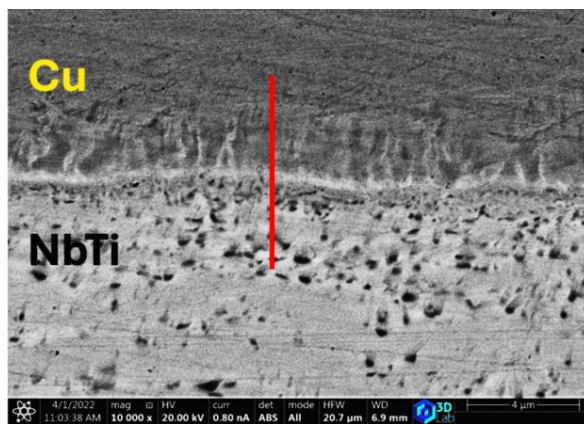
A III. kísérletsorozatban kritikus áramsűrűség növelésének lehetőségét a hengerlési mód változtatásában láttam. Az elvégzett kísérleteim során a 700 °C-on előállított Nb-Ti/Cu kompozit hideghengerlés során utolsó lépésként nem eredeti hengerlési irányú, hanem keresztirányú hengerlést alkalmaztam. A véghőkezelési idő 144 és 672 óra volt (700H_12_144_KH és 700H_12_240_KH). A felsorolt minták kritikus áramsűrűség értékeit a 12. ábrán méregzöld és sötétkék oszlop szemlélteti. Az ábra alapján megfigyelhető, hogy a 700H_12_144_KH minta a 700H_12_672 minta kritikus áramsűrűségét elérte úgy, hogy a hűntartási idő 80 %-kal csökkent. Bár a kritikus áramsűrűség növekedést mutatott, viszont 3 T mágneses térben még mindig nem érte el a Nippon lemez értékeit. A 700H_12_240_KH-es minta jó egyezést mutat a Nippon lemez értékeivel. Bemutattam, hogy a 700H_12_240_KH kompozitban szintén megjelentek a nem egyensúlyi Widmanstätten α -Ti kiválások úgy, mint a 700H_12_672 jelölésű mintában (14. ábra (a)(b)(c)). A kritikus áramsűrűség érték 3 T mágneses térben $4,62 \cdot 10^8 \text{ A/m}^2$ értékről viszont $5,91 \cdot 10^8 \text{ A/m}^2$ nőtt úgy, hogy a véghőkezelési idő viszont a 672 óra helyett annak 35%-ra, tehát 240 órára csökkent. A határfelületen vegyületképződés még a 240 órát hőkezelt kompozit esetén sem történt. A hajlíthatóság validálásaként a 700H_12_240_KH mintából egy 25x50 mm darabot vágtam, majd a lemezt saját magára visszahajtottam 180 °-ban a hajlított mintában rétegszétválás és rétegszakadás nem történt, így a lemez ($r \sim 1 \text{ mm}$ felett) tetszőleges rádiuszra hajlítható (14. ábra (d)). A bemutatott tudományos és technológiai eredmények alapján a SuShi mágnes geometriájához megfelelő Nb mentes Nb-Ti/Cu kompozitlemezek előállíthatók.



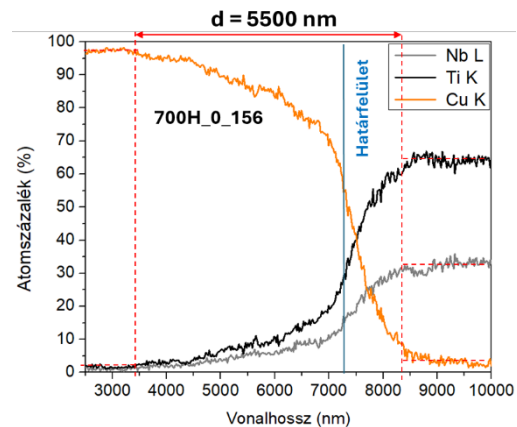
14. ábra A 700H_12_144_KH minta (a) határfelületéről készített PFIB SEM felvétel 10000x nagyításban és a piros vonallal jelzett helyről készült (b) vonalelemzés, (c) Nb-Ti rétegéből vett TEM lamella vizsgálata a piros nyilakkal a Widmanstätten α -Ti_(w) fázisok megjelölésével és (d) hajlított mintáról készült felvétel 250x nagyításban

Kutatómunkám során végeztem olyan kísérletet is, ahol a folyamatból a közbelső hőkezelési lépést kihagytam, így a kompozitlemez csak 156 óráig tartó véghőkezelésen esett át, így a minta jelölése 700H_0_156. A

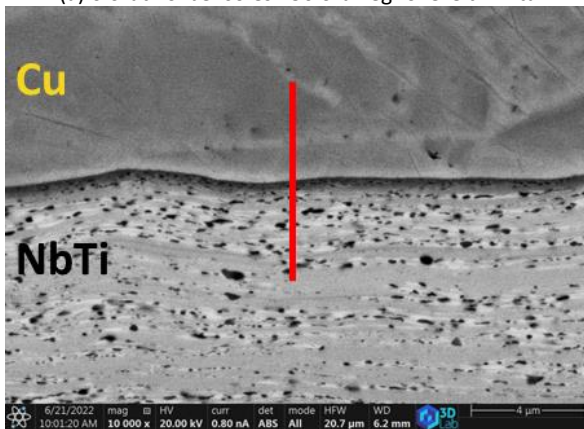
700H_0_156 minta réteghatárát a közbelső hőkezelésen is átesett, 700H_12_144 minták réteghatáraival hasonlítom össze. A 700H_0_156 és a 700H_12_144 minta véghőkezelési időben eltér, viszont a teljes hőkezelési időben azonos. A **15. ábra (a) és (b)** pontja alapján a 700H_0_156 mintánál a diffúziós zóna vastagsága $d=5500$ nm és kb. 2500 nm szélességben fűrészfog mintájú egybefüggő réteg látszik a Cu oldalon, a visszaszórt felvételen. Ezzel szemben a 700H_12_144 minta esetén a diffúziós zóna jelentősen keskenyebb, $d=1870$ nm és egybefüggő réteg nem jelent meg a réteghatáron, ahogyan a **15. ábra (c) és (d)** pontja mutatja. A bemutatott eredmények alapján egyértelműen megállapítható, hogy a 375 °C-on elvégzett 12 órás közbelső hőkezelés hiányában egy egybefüggő új összetételű szilárdoldat réteg alakul ki a diffúziós zónán belül. E jelenség oka feltételezhetően az, hogy az alapanyagok előhengerlésekor a lemezek keresztmetszetének felső és alsó része jobban alakváltozik. Így ott több lesz a csíráképző helyek száma és nagyobb lesz az α -Ti kiválások képződési hajtóereje. A 375 °C hőkezelési hőmérsékleten az α -Ti csíráképződése és növekedése gyorsabb, mint a vegyületképződés. A Nb-Ti szilárdoldat a kiválások környezetében titánban elszegényedik, ezért a Cu-Ti vegyületek kialakulása korlátozott, vagyis a képződésükhöz több időre van szükség. Ebből következően a határfelületen kialakuló vegyületképződés akkor mérsékelhető el, ha az α -Ti kiválások képződésének feltétele kedvező. Ennek eredményeként az oldott titán tartalma miatt a vegyület képződési folyamatok korlátozottak.



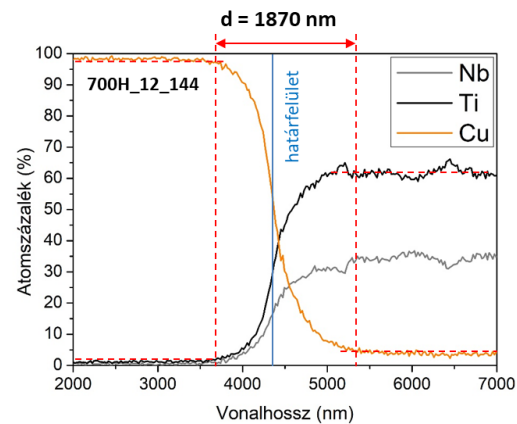
(a) 0 órát közbelső és 156 óra véghőkezelte minta



(b) 0 órát közbelső és 156 óra véghőkezelte minta



(c) 12 órát közbelső és 144 óra véghőkezelte minta



(d) 12 órát közbelső és 144 óra véghőkezelte minta

15. ábra Az (a) (b) 700H_0_156 minta (c)(d) 700H_12_144, minták határfelületéről készített PFIB SEM felvétel 10000x nagyításban és a piros vonallal jelzett helyről készült vonalelemzés, valamint a mintákhoz tartozó vonalelemzési eredmények

5 Tézisek összegzése

Első tétel - A Nb-Ti/Cu határfelületen kialakuló kötés jelentőségéről

Fizikai szimulációs kísérletekkel, CAPHAD számításokkal és hengerlési kísérletekkel bizonyítottam, hogy a 47 tömegszázalék Ti tartalmú β Nb-Ti és OFHC minőségű Cu lemezek fémtiszta érintkező felületein végbemenő kölcsönös diffúziós folyamatok a határfelületen létrejött kötés minősége jelentősen befolyásolja az alábbi módon:

- Szobahőmérsékleten, zömítéssel létrehozott kis mértékű dinamikus képlékenyalakváltozást ($\epsilon=16\%$) követő, 800-825 °C-os, 2 órás izoterm hőkezelés során a Nb-Ti/Cu határfelületen, ahol a fémfelületek

érdességcsúcsai egymásba érnek, pontszerűen alakulnak ki olyan helyek, ahol a kölcsönös diffúzió megindul. Ennek eredményeképpen pontszerű határfelületi olvadás történik. Ezt támasztja alá, hogy az intermetallidokat kizáró CALPHAD modell számítás alapján 819°C-on olvadék jön létre.

- b) Szobahőmérsékleten, zömítéssel létrehozott kis mértékű képlékenyalakváltozást ($\epsilon=16\%$ követő 500 °C-os 1 órás előhevítés majd, 500 °C-on nagymértékű dinamikus képlékenyalakváltozáson ($\epsilon=62\%$ vastagságcsökkenés) átesett minták esetében alkalmazott 500, 600, 700, °C-os, 0,5;1 és 2 órás izoterm hőkezelés során a teljes Nb-Ti/Cu határfelületen szemcsehatár kapcsolat alakul ki. Ezt támasztja alá az 500 °C, 2 óra izoterm hőkezelés esetén a Nb-Ti/Cu teljes határfelületén meginduló kölcsönös diffúzió, amelyet a vonalelemzés koncentrációs profilja igazol. A 600 °C, 0,5 óra izoterm hőkezelés esetén viszont már 800 nm - 1000 nm közötti egybefüggő intermetallid réteg alakul ki a Cu oldalon. Az elemzett összetétel, a 600 °C-ra számított egyensúlyi Nb-Ti-Cu ternér fázisdiagram, az egységnyi határfelületre eső kritikus csírámeret számítás, és a határfelületi koherencia alapján ez a réteg Cu₄Ti vegyületfázisból áll.

Második tézis - Nb réteg mentes Nb-Ti/Cu lemezes kompozit előállíthatóságáról

A 47 tömegszázalék Ti tartalmú, β Nb-Ti és OFHC Cu rétegekből álló kompozit esetén

- a) A gyűrűpróbás, diffúziós párok kis ($\epsilon=16\%$) és nagy ($\epsilon=62\%$) képlékenyalakváltozási kísérleti eredményei jól modellezik a Nb-Ti/Cu lemezes kompozit meleghengerlésének különböző szakaszait és a határfelületen létrejött kötés vegyületképződésre gyakorolt hatásának kimutatására alkalmasak. A különböző képlékenyalakváltozásra kidolgozott módszer és modellek felhasználhatók az alkalmazott meleghengerlési hőmérséklet meghatározáshoz Nb-Ti/Cu lemezes kompozit esetén az adott alakítási tartományig.
- b) A diffúziós párok eredményei és a CALPHAD modellek alapján azonos összetételű 21 db Nb-Ti és 20 db OFHC Cu rétegekből álló, 1 mm végvastagságú, (Nb lemez mentes) Nb-Ti/Cu lemezes kompozit 0,5 óra előmelegítés alkalmazása esetén 700 °C-os és 500 °C-os kezdeti meleghengerlési hőmérséklet alkalmazásával előállítható úgy, hogy rétegszétválás nem történik és alakítást rontó egybefüggő, 1 μ m-nél vastagabb vegyületfázis nem keletkezik a határfelületen. A megállapítás 40x45x75 mm geometriájú, argon védőgázban összeszerelt és elektronsugarasan lehegesztett OFHC Cu kazettába rakatolt kompozitra vonatkozik.

Harmadik tézis - A kritikus áramsűrűség növelésének módjáról és a közbenső hőkezelés szerepéről

Nagyszámú termomechanikus kísérlet, finomszerkezetvizsgálat és kritikus áramsűrűség mérési eredmények alapján megállapítottam, hogy a 47 tömegszázalék titántartalmú β Nb-Ti és OFHC Cu, egyenként 10 μ m átlagos vastagságú rétegeket tartalmazó,

- a) $\phi=2,66$ logaritmusos alakváltozáson (hengerlésen) átesett, 375 °C-on, 12 órát közbenső hőkezelt, majd 375 °C-on 672 órát véghőkezelt kompozitban, végállapotban a kritikus áramsűrűség ugrásszerűen növekedett. Ezt a növekedést az 5-20 nm nagyságú, a Nb-Ti szemcséken belüli, nem egyensúlyi, a fluxusméréssel közel megegyező méretű Widmanstätten α -Ti kiválások és azzal együtt járó, mind az α és a β fázisan megnövekedett diszlokációsűrűség eredményezi.
- b) lemezes kompozit előállítása esetén a meleghengerlési hőmérsékletet és időt úgy kell megválasztani, hogy a titán ötvöző szilárd oldatban maradjon, mert ha már meleghengerlés közben megjelennek α -Ti kiválások, akkor a ciklikus termikus-mechanikus (hidegalakítás és közbenső hőkezelés) kezelések során eldurvulnak, így a preferált kis méretű α -Ti kiválások (5-20 nm) - amelyek a nagy kritikusáram értéket biztosítják 3 T mágneses térben – nem, vagy csak korlátozott mennyiségben tudnak megjelenni véghőkezeléskor.
- c) lemezes szupravezető kompozit előállítása során alkalmazott hideg kétlépéses kereszthengerlés hatására a 375 °C-os izoterm véghőkezelés során a szemcsén belüli Widmanstätten α -Ti kiválások hamarabb megjelennek a szerkezetben, azonos redukciót eredményező, csak egyirányú hengerlést alkalmazó technológiával összehasonlítva. A Nb-Ti/Cu szupravezető lemezes kompozit előállítás esetén a kétlépéses kereszthengerlés a kritikus áramsűrűség növelésére alkalmas módszer. Ugyanakkor a kereszthengerlési lépés alkalmazásával a kritikusáram sűrűség növekedés mellett az izoterm véghőkezelés idő is csökkenthető.
- d) hidegen előhengerelt lemezekből álló, (Nb lemez mentes) Nb-Ti/Cu kompozit hengerléssel történő előállításakor a hideghengerlési szakaszban alkalmazott 375 °C-os 12 órás közbenső hőkezelés kedvezően hat a Nb-Ti/Cu határfelületeken, a hosszú idejű (144-672 órás) véghőkezelési szakaszban kialakuló intermetallikus vegyületképződés elkerülésére. A folyamat magyarázata: A Nb-Ti hidegen előhengerelt lemezek felületközeli rétegei, a hengerlés jellegéből adódóan nagyobb alakváltozást szenvednek el. A

kompozit max. 700°C-os meleghengerlési szakaszában az újrakristályosodás nem történik meg. A hideghengerlési szakaszban alkalmazott közbenső hőkezelés során a Nb-Ti réteg határfelületek közeli részein gyorsabb az α -Ti kiválás képződése, ami a mátrix Ti tartalmát csökkenti, így a Cu-Ti vegyületek képződését hátráltatja. Ez a magyarázata annak, hogy a 375 °C-os, hosszú idejű (144-240 órás) véghőkezelések során csak abban az esetben alakul ki Cu-Ti vegyület a Nb-Ti/Cu réteghatáron, ha közbenső hőkezelés nem történt.

Negyedik tétel - A szupravezető kompozit alkalmazhatóságáról

A 47 tömegszázalék titántartalmú β Nb-Ti és OFHC Cu, egyenként 10 μ m átlagos vastagságú rétegeket tartalmazó, 700 °C-os előmelegítést követő meleg majd egyenes és kétlépéses hidegalakítással 0,7 mm végvastagságú, 375 °C-on véghőkezelt kompozit alkalmas nagy kritikus áramsűrűségű fél hold alakú termékek előállítására. Ezt igazolja, hogy a nem egyensúlyi, szemcsén belüli 5-20 nm méretű Widmanstätten α -Ti kiválások megjelenése ellenére a kompozit hajlítható, mindaddig míg a szemcsén belüli kiválások nem érik el a több száz nanométeres mérettartományt. Egy 25x50 mm-es lemez saját magára, 180 °-ban történő visszahajlítása rétegszétválás és rétegszakadás nélkül elvégezhető, vagyis a lemez tetszőleges ($r=1$ mm feletti) rádiuszra hajlítható.

6 Saját publikációs jegyzék

A PhD témában megjelent publikációk:

- **V. Kárpáti**, J. Korozs, G. Kaptay, V. Mertinger - On formation of intermetallic compounds at the Copper / Niobium-Titanium interface. J Alloys Compounds 918, 11 oldal, (2022), doi: 10.1016/j.jallcom.2022.165567, nemzetközi folyóiratcikk, **Q1**
- Barna, D. Borburgh, J. Atanasov, M.G., Kirby, G., Giunchi, G., **Kárpáti, V.**, Szucs, M., Szabo, G., Mertinger, V. - The Superconducting Shield (SuShi) septum magnet prototype, IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY 32: 6 Paper: 4000505, 5 p. (2022), **Q2**
- Szűcs, M., **Kárpáti, V.**, Mikó, T., Tóth, L.S. - Compression Behavior and Textures of Ti57-Nb43 Alloy at High Temperatures, MATERIALS 16: 22 Paper: 7116, 19 p. (2023), <https://doi.org/10.3390/ma16227116>, nemzetközi folyóiratcikk, **Q2**
- Nagy Erzsebet, Kristály Ferenc, **Kárpáti Viktor**, Mertinger Valeria - In-situ investigation of the decomposition process in cold-rolled Nb53Ti47 alloy, HELIYON 10: 4 Paper: e26543, 9 p. (2024) <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e26543>, nemzetközi folyóiratcikk, **Q1**
- V Mertinger, I Aviles Santillana, M Benke, A Gallifa Terricabras, A Hlavács, D Janovszky, **V Kárpáti**, Gy Krállics, T Mikó, A B Palotás, M Sepsi, G Szabó, P Szobota, M Szűcs - Deformability Tests of Pure Niobium, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 903 (2020) 012019, 8 oldal, magyar konferencián megjelent idegen nyelvű cikk
- **Kárpáti Viktor**, Szabó Gábor, Szűcs Máté, Végh Ádám, Koncz-Horváth Dániel, Mertinger Valéria, Nb-Ti/Cu bimetal határfelületi diffúziós folyamatainak vizsgálata, Anyagok Világa, XVI. ÉVFOLYAM 1. szám, ISSN:1586-0140, magyar folyóiratban megjelent cikk
- **KÁRPÁTI VIKTOR**, SZŰCS MÁTÉ - Lemezek kötőhengerlésének elméleti alapjai és alkalmazásai, Bányászati és Kohászati Lapok, 154. évfolyam 2021/1. szám, HU ISSN 0005-5670, 12 oldal, 2021.03.25
- **V. Kárpáti**, M. Szűcs, Cs. Puskás, G. Szabó, Á. Kovács, V. Mertinger - Production of Nb-Ti/Nb/Cu multilayer sheet composites, Fókuszban a hazai felszín alatti természeti erőforrások: Nyersanyagok, energia és technológiák nexusa Miskolc-Egyetemváros, 6 oldal, 2022.12.06, ISBN 978-963-358-277-0, magyar konferencián megjelent idegen nyelvű cikk
- **Kárpáti V.**, Szabó G., Barna D., Nagy E., Koncz-Horváth D., Mertinger V. - Multiréteges szupravezető/árnyékoló lemezes kompozit előállítása új koncepciójú szeptum mágneshez. Fókuszban a hazai felszín alatti természeti erőforrások: Nyersanyagok, energia és technológiák nexusa Miskolc-Egyetemváros, 8 oldal, 2022.12.06, ISBN 978-963-358-277-0, magyar konferencián megjelent magyar nyelvű cikk
- **Kárpáti V.**, Kecskeméti K. Gy., Nagy E., Barna D., Kristály F., Mertinger V. - Nb-Ti szupravezető ötvözet ciklikus termikus-mechanikus kezelése Fókuszban a hazai felszín alatti természeti erőforrások: Nyersanyagok, energia és technológiák nexusa Miskolc-Egyetemváros, 10 oldal, 2022.12.06, ISBN 978-963-358-277-0, magyar konferencián megjelent magyar nyelvű cikk

A Phd témában tartott előadásaim:

- **Kárpáti Viktor**, Dr. Nagy Erzsébet, Dr. Barna Dániel, Hlavács Adrienn, Dr. Szabó Gábor, Dr. Szűcs Máté, Dr. Kristály Ferenc, Dr. Mertinger Valéria - Lemezes kompozit szerkezet előállítása termomechanikus kezeléssel, XXIX. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia, Balatonfüred, 2020.11.15., magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor**, Dr. Szabó Gábor, Dr. Barna Dániel, Dr. Koncz-Horváth Dániel, Korózs József, Végh Ádám, Dr. Kaptay György, Dr. Mertinger Valéria - Határfelületi folyamatok NbTi/Nb/Cu szupravezető lemezes kompozitban, XIII. Országos Anyagtudományi Konferencia, Balatonkenese 2021.10.11, magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor**, Dr. Kaptay György, Korózs József, Végh Ádám, Dr. Szabó Gábor, Dr. Barna Dániel, Dr. Koncz-Horváth Dániel, Dr. Mertinger Valéria - Határfelületi folyamatok NbTi/Nb/Cu szupravezető lemezes kompozitban, Magyar Tudomány Ünnepe, MTA székház, Miskolc, 2021.11.08, magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor** - Szupravezető NbTi/Cu lemezes kompozit előállítása hengerléssel és intenzív képlékenyalakítási eljárással, WIGNER Fizikai Kutatóközpont, NFO szeminárium, Csillebérc 2022.09.26, magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor**, Dr. Kaptay György, Korózs József, Dr. Nagy Erzsébet, Dr. Szabó Gábor, Dr. Barna Dániel, Dr. Koncz-Horváth Dániel, Dr. Mertinger Valéria - Nb-Ti/Cu szupravezető kompozit előállítása termikus-ciklikus-mechanikus kezeléssel, XXX. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia és Szakkiállítás, Balatonfüred, 2022. 11. 5.-7. magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor** - Multiréteges szupravezető/árnyékoló lemezes kompozit előállítása új koncepciójú szeptum mágneshez, Tématerületi Kiválósági program 2020 – Nemzeti kihívások alprogram, ZÁRÓ KONFERENCIA, Miskolc Egyetemváros, 2022.12.06., magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor**, Kaptay György, Végh Ádám, Koncz-Horváth Dániel, Nagy Erzsébet, Barna Dániel, Szabó Gábor, Mertinger Valéria - Kereszt diffúziós határfelületi folyamatok Nb-Ti/Cu szupravezető kompozitban, XXX. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia és Szakkiállítás, Balatonalmádi, 2023. október 8-10. magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás
- **Kárpáti Viktor**, Prof. Dr. Kaptay György, Dr. Szabó Gábor, Dr. Barna Dániel, Dr. Koncz-Horváth Dániel, Dr. Végh Ádám, Prof. Dr. Mertinger Valéria - Multirétegű Nb-Ti/Cu szupravezető kompozit előállítása SuShi szeptum mágneshez, XXXI. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia és Szakkiállítás, 2024. október 9.-11., Balatonfüred, magyar konferencián megtartott magyar nyelvű előadás

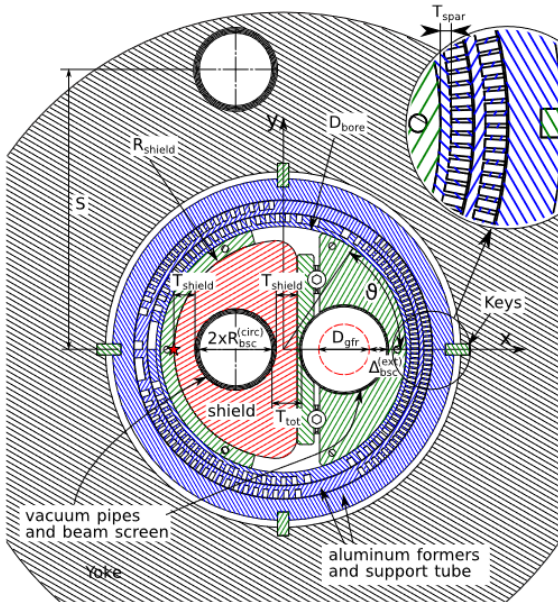
A Phd témában benyújtott szabadalom:

Kárpáti Viktor, Dr. Mertinger Valéria, Dr. Szabó Gábor, Dr. Barna Dániel - Nagy mágneses terek leárnýékolására alkalmas, nióbbium diffúziós szigetelő réteg mentes, szupravezető kompozit lemez előállítása, ügyiratszám: P2400489/3, bejelentés dátuma: 2024.10.25.

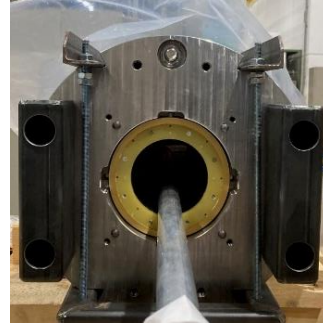
7 Kutatási eredmények gyakorlati hasznosulása

Az ipari konzulensem Dr. Barna Dániel és kollégája Brunner Kristóf a Wigner Fizikai Kutatóintézetben a SuShi – Superconducting Shield szeptum mágnes megépítésén dolgoztak. A **16. ábra (a)** része a SuShi szeptum mágnes keresztmetszeti modellábráját szemlélteti. A szürke vonalakkal ellátott alkatrész „yoke” a vasmag, a kék vonalakkal jelölt alkatrész „aluminium formers and support tube” az alumíniumból készült csövetest. A legbelső kék hengeren belüli rész az apertúra. Az apertúrán belüli, piros vonalakkal jelölt rész a pajzs („shield”). A fehér részek a keringő és a kilökött nyaláb csatornái. 2022.01.20.-án a csövetestet (**16. ábra (b)**) és a vasmagot összeszerelték, így a mágnes elkészült (**16. ábra (c)**), melynek súlya ~ 700 kg, melynek üres tesztje az Uppszaai Egyetemen megtörtént 2023 áprilisában. A D-alakú apertúrára lesz ráhajlítva összesen hét rétegben az általunk előállított Nb-Ti alapú lemezes kompozit. A beépítendő lemezek geometriája az alábbi: 0,7 mm vastagság, 250 mm szélesség és 900 mm hosszúság. Ebbe az apertúrába rakjuk a pajzsot.

A kidolgozott tudományos munka eredményeként a CERN megrendelte a költségcsökkentett Nb mentes Nb-Ti/Cu, méretben felskálázott lemezes kompozitok gyártását, mely el is kezdődött a Miskolci Egyetemen. A melegalakítás utáni állapotot a 17. ábra szemlélteti. A lemezek hideghengerlésének egy periódusát a Freibergi Műszaki Egyetemen végeztük, a saját állványunk geometriai korlátait miatt, a véghőkezelések, az apertúra kialakítások és a mágnes 4 K-es tesztje a CERN-ben fog megtörténni.



(a)



(b)

16. ábra a) A SuShi mágnesről készített modellábra [13], b) Az alumínium csévetést a szupravezető kábelekkel való csévézése közben és a SuShi mágnes prototípusa



(a)



(b)



(c)

17. ábra (a) VON-ROLL hengerállvány és b) melegen hengerelt Nb-Ti/Cu többrétegű lemezek c) A Freibergi Műszaki Egyetemen hengerelt kompozitlemez

8 Irodalomjegyzék

- [1] D. Barna, 'High field septum magnet using a superconducting shield for the Future Circular Collider', *Phys. Rev. Accel. Beams*, vol. 20, no. 4, p. 041002, Apr. 2017, doi: 10.1103/PhysRevAccelBeams.20.041002.
- [2] D. Barna *et al.*, 'NbTi/Nb/Cu Multilayer Shield for the Superconducting Shield (SuShi) Septum', *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 29, no. 1, pp. 1–8, Jan. 2019, doi: 10.1109/TASC.2018.2872860.
- [3] X. Gui, B. Lv, and W. Xie, 'Chemistry in Superconductors', *Chem. Rev.*, vol. 121, no. 5, pp. 2966–2991, Mar. 2021, doi: 10.1021/acs.chemrev.0c00934.
- [4] S.-M. Park *et al.*, 'Effect of ECAP on Change in Microstructure and Critical Current Density of Low Temperature Super-Conducting Monowire', *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 20, no. 9, pp. 1563–1572, Sep. 2019, doi: 10.1007/s12541-019-00164-3.

- [5] P. Zhang *et al.*, 'NbTi superconducting wires and applications', in *Titanium for Consumer Applications*, Elsevier, 2019, pp. 279–296. doi: 10.1016/B978-0-12-815820-3.00010-1.
- [6] K. Matsumoto, M. Nakajima, Y. Tanaka, and K. Osamura, 'Superconducting properties and microstructures in NbTi superconducting wires', *IEEE Trans. Magn.*, vol. 27, no. 2, pp. 1125–1128, Mar. 1991, doi: 10.1109/20.133379.
- [7] H. B. Ouyang *et al.*, 'Influence of Final Drawing Strain on the J_c of NbTi Superconductor', *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 22, no. 3, pp. 6001003–6001003, Jun. 2012, doi: 10.1109/TASC.2011.2176892.
- [8] Y. V. Karasev *et al.*, 'The Superconducting NbTi Wire for the CBM Dipole Magnet', *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 35, no. 3, pp. 705–710, Mar. 2022, doi: 10.1007/s10948-022-06143-6.
- [9] X.-J. Sun *et al.*, 'Superconducting multipole wiggler with large magnetic gap for HEPS-TF', *Nucl. Sci. Tech.*, vol. 33, no. 2, p. 16, Feb. 2022, doi: 10.1007/s41365-022-01001-5.
- [10] Dr. Barna Dániel, 'A Future Circular Collider exotikus kicsatoló mágnes', Miskolc, Feb. 17, 2020.
- [11] Dr. Siklér Ferenc, 'Új tudományos és technikai kihívások a CERN kutatási programjában', Miskolc, Oct. 18, 2019.
- [12] I. Itoh, T. Sasaki, S. Minamino, and T. Shimizu, 'Magnetic shielding properties of NbTi/Nb/Cu multilayer composite tubes', *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 3, no. 1, pp. 177–180, Mar. 1993, doi: 10.1109/77.233699.
- [13] D. Barna *et al.*, 'Conceptual design of a high-field septum magnet using a superconducting shield and a canted-cosine-theta magnet', *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 90, no. 5, p. 053302, May 2019, doi: 10.1063/1.5096020.
- [14] Y. Zhang, B. Hu, G. Zeng, S. Liu, Y. Du, and H. Yin, 'Experimental investigation, thermodynamic modeling and solidified microstructure of the Cu–Ti–Nb ternary system', *Calphad*, vol. 76, p. 102395, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.calphad.2022.102395.
- [15] T. B. Massalski, H. Okamoto, and ASM International, Eds., *Binary alloy phase diagrams*, 2nd ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1990.
- [16] C. Pólska, Z. Gácsi, and P. Barkóczy, 'The Effect of Melt Flow on the Dendrite Morphology', *Mater. Sci. Forum*, vol. 508, pp. 169–174, Mar. 2006, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.508.169.
- [17] H. M. Rietveld, 'Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement', *Acta Crystallogr.*, vol. 22, no. 1, pp. 151–152, Jan. 1967, doi: 10.1107/S0365110X67000234.
- [18] H. M. Rietveld, 'A profile refinement method for nuclear and magnetic structures', *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 2, no. 2, pp. 65–71, Jun. 1969, doi: 10.1107/S00218898690006558.
- [19] R. A. Young and D. B. Wiles, 'Application of the Rietveld Method for Structure Refinement with Powder Diffraction Data', *Adv. X-Ray Anal.*, vol. 24, pp. 1–23, 1980, doi: 10.1154/S0376030800007114.
- [20] E. Weckert, 'PETRA III: A New High Brilliance Synchrotron Radiation Source at DESY', in *AIP Conference Proceedings*, San Francisco, California (USA): AIP, 2004, pp. 73–76. doi: 10.1063/1.1757737.
- [21] G. Ashiotis *et al.*, 'The fast azimuthal integration Python library: *pyFAI*', *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 48, no. 2, pp. 510–519, Apr. 2015, doi: 10.1107/S1600576715004306.
- [22] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, and A. Borbély, 'The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice', *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 32, no. 5, pp. 992–1002, Oct. 1999, doi: 10.1107/S0021889899009334.
- [23] T. Ungár, 'Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening', *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 8, pp. 777–781, Oct. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.05.007.
- [24] G. Ribárik, B. Jóni, and T. Ungár, 'The Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) Fitting Method, a Global Optimization Procedure for Microstructure Determination', *Crystals*, vol. 10, no. 7, p. 623, Jul. 2020, doi: 10.3390/cryst10070623.
- [25] S. Zou, *Magnetization of high temperature superconducting trapped-field magnets.*, vol. 19. KIT Scientific Publishing, 2017.
- [26] T. Matsushita, 'Measurement Methods for Critical Current Density', in *Flux Pinning in Superconductors*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007, pp. 209–231. doi: 10.1007/978-3-540-44515-9_5.
- [27] C. P. Bean, 'Magnetization of High-Field Superconductors', *Rev. Mod. Phys.*, vol. 36, no. 1, pp. 31–39, Jan. 1964, doi: 10.1103/RevModPhys.36.31.
- [28] S. Le Naour *et al.*, 'Magnetization measurements on LHC superconducting strands', *IEEE Trans. Applied Supercond.*, vol. 9, no. 2, pp. 1763–1766, Jun. 1999, doi: 10.1109/77.784796.
- [29] H. Otsuka, I. Itoh, and M. Sugiyama, 'Improvement of Critical Current Density in NbTi/Nb/Cu Superconducting Multilayer Sheet by Rolling Elongation of Ti Precipitates.', *TEION KOGAKU J. Cryog. Supercond. Soc. Jpn.*, vol. 35, no. 8, pp. 410–418, 2000, doi: 10.2221/jcsj.35.410.

9 Summary

In 2016, the European Organization for Nuclear Research (CERN), the Wigner Research Centre, started the development of a new concept of a septum magnet, and the University of Miskolc joined this collaboration in 2019. The key element of the SuSHi (Superconducting Shield) magnet is a Nb/Nb-Ti/Nb/Cu multilayer high magnetic field shielding superconducting composite, produced by Nippon Steel Ltd in the 1990s. Within the framework of the research project, the University of Miskolc undertook to produce a superconducting Nb/Nb-Ti/Nb/Cu layered composite with the same properties as the Nippon Steel Corporation superconducting sheet, but at a lower cost. It is known that superconducting materials lose their resistance below the so-called critical temperature. For superconducting materials, the critical current density (J_c , A/m²) is the value at which the transport current (I , A) passes without resistance at a given temperature (T , °C) in the applied magnetic field (B , T). In the sheet structure, the Nb-Ti layer provides the superconducting properties, namely through the combination of forming and annealing of the fine and dispersed α -Ti precipitates generated in the β solid solution. The more and the smaller, i.e. nanometre, precipitates are present in the structure, the higher the critical current density can be achieved with increasing magnetic field application. The Cu layer provides the thermal conductivity, the Nb layer at the Nb-Ti/Cu interface acts as a diffusion inhibitor during high temperature hot forming and is the most expensive component of the composite sheet.

Most of the fabrication technology of the composite plate was unknown, so initially we used a reverse engineering process based on the Nippon plate as a model to produce Nb/Nb-Ti/Nb/Cu layered composites. Various cold forming methods were used to try to form the interlayer bond, but experimental results confirmed the need for hot forming. Using the results of the preliminary experiments, hot and cold bond rolling was used in the research work to produce a ten- and 50-sequence Nb/Nb-Ti/Nb/Cu layered sheet composite. In many cases, Cu-Ti compounds appeared in the Nb-containing structure in the higher temperature experiments, and in the lower temperature experiments, layer splitting and the appearance of non-equilibrium fabric elements were regularly observed.

One of the main open questions of the research was therefore whether Nb can be omitted from the layered order as a diffusion inhibiting layer, without forming a coherent layer of compounds at the Nb-Ti/Cu interface, which would impair formability and stackability.

The other important open question is how to ensure the same critical current density value as the Nippon as reference plate for the new composite, and which modification of the nucleation condition for precipitation formation can ensure the expected critical current density of $\sim 6 \cdot 10^8$ A/m² in a 3 T magnetic field.

The composites are hot rolled using small and large strain changes. In order to estimate the susceptibility to compound formation during these deformations, ring-test Nb-Ti/Cu diffusion pairs were created. Based on the extrapolation results of the temperature dependence of the intermetallid formation at the Nb-Ti/Cu interface experimentally determined for small deformation ($\epsilon=16\%$), the formation of intermetallids starts around 820°C. The experimentally determined result correlates well with the CALPHAD calculation results that at 819°C the melt phase appears in the Cu-Ti system. Due to the increased diffusion rate in the melt phase at this temperature and above, an intense intermetallide formation is expected already at 819°C after 2 h or after cooling above 819°C. Of course, the presence of the melt phase should be avoided in all cases. The experimental results can be modelled with high accuracy if non-equilibrium phase diagrams are calculated excluding intermetallics. When using large ($\epsilon=62\%$) deformations, I have shown that the compound formation mechanism differs from that presented for small conformations. In the temperature range investigated, diffusion is formed as early as 500 °C, 2 h of annealing and compound appearance is observed at 600 °C, 0.5 h of annealing, so that the compound formation propensity is reduced from ~ 820 °C to 600 °C, practically. It is important to note that in the 500 °C experiments, α -Ti precipitates appeared in the β matrix.

Based on the systematically constructed physical simulations and thermodynamic calculations performed, a niobium layer-free Nb-Ti/Cu sheet composite can be produced without the formation of large coherent and ductility-impaired Cu-Ti compounds at a hot-rolling temperature of 700 °C. Dotted Cu-Ti compounds are present in the structure in places, but they are negligible in terms of overall volume and do not impair the further rollability of the plates. The as-rolled Nb-Ti/Cu composite is not superconducting in its present state, and appropriate modification of the microstructure is required to provide superconducting properties. Since the transformation curves of the Nb-Ti solid solution are not known, the effects of the following parameters

were investigated: (i) increasing the final heat treatment time, (ii) decreasing the rolling temperature, (iii) the effect of cross-rolling. **Figure 16** illustrates the effect of varying the different parameters in a 3 T magnetic field on the critical current density.

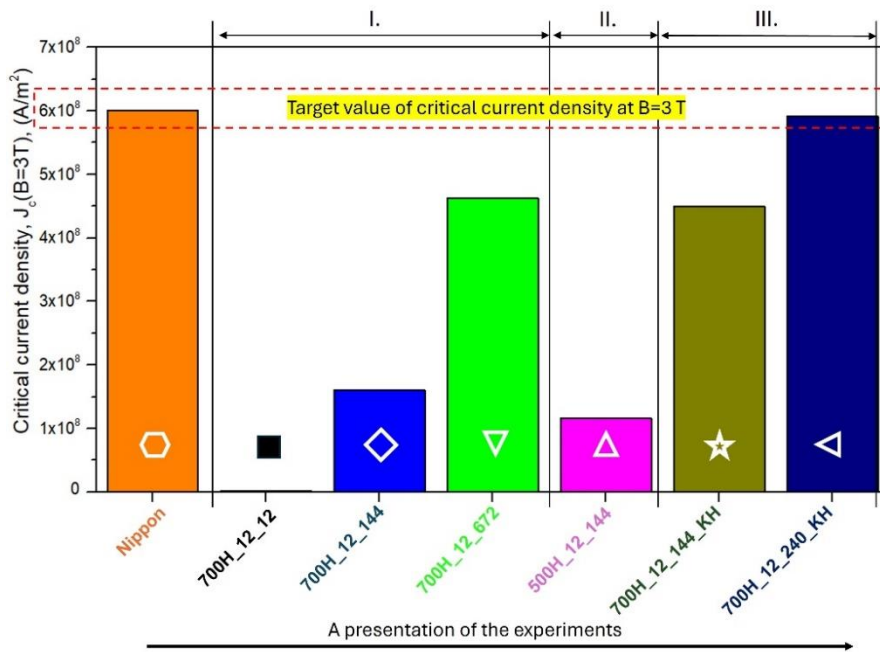


Figure 16. Summarising experimental results, showing the critical current density results for a given experimental result in 3 T magnetic field

finally subjected to an ageing annealing at 375 °C. During the experiments I varied the temperature of the hot rolling, the method of further rolling and the time of the final heat treatment.

In the first series of experiments, the hot rolling temperature was 700 °C and I investigated the effect of the ageing heat treatment duration on the critical current density. I aged samples for different times. The most representative results for the samples annealed for 12, 144, 672 (700H_12_12, 700H_12_144 and 700H_12_672) hours are shown in the figure. The critical current density values of the listed samples are shown in the black, light blue and green columns. Based on the structural analysis, I found that with increasing aging time, the amount and size of α -Ti precipitates increases, but the critical current density increases by orders of magnitude. The critical current density of sample 700H_12_12 is $1.35 \cdot 10^6$ A/m² in 3 T magnetic field, while that of sample 700H_12_144 is $1.6 \cdot 10^8$ A/m², and that of sample 700H_12_672 is $4.62 \cdot 10^8$ A/m². Thus, in sample 700H_12_672, which has been heat aged for 672 h, α -Ti phases with non-equilibrium Widmanstätten morphology appear and the dislocation density content of α -Ti phase is also significantly increased. The presence of α -Ti with Widmanstätten morphology is not preferred in wire drawing technology as they are brittle and their presence leads to fibre breakage and literature data suggests that the presence of these phases should be avoided. In the case of plate structures, however, it is the Widmanstätten α -Ti phases that cause the significant increase in critical current density. Although the critical current density increased by leaps and bounds, it did not reach the desired level, and Cu₃Ti compound phases appeared at the Nb-Ti/Cu layer interface in places. The 672 h (28 days) annealing also reduces the market competitiveness of the plate, so I reduced the hot rolling temperature in the next step.

As described above, due to geometric constraints, reducing the rolling temperature seemed an acceptable change. In Experiment II., I reduced the hot rolling temperature from 700 °C to 500 °C. In view of the fact that α -Ti precipitation had already occurred at 500 °C in the ring test experiments, I modified the rolling temperature to 500 °C. During the rolling experiment, however, the precipitates were quickly hardened, so that the sample 500H_12_144 (purple column), i.e. the sample that had been annealed for 144 hours, showed a lower critical current density value of $1.17 \cdot 10^8$ A/m² in a 3 T magnetic field than its 700 °C rolled counterpart, the sample labelled 700H_12_144. Based on the results, the main finding was that the Ti alloy should be kept on the side during the hot rolling process. It was not seen to make sense to proceed with the 500 °C hot rolling experiments based on the results presented.

The figure shows the values of the Nippon - reference plate - and the value marked with a red square that is required to be achieved. In all my experiments, the cold forming range was $\varphi=2.3$, which is not an extreme cold forming range, but the design of the VON-ROLL strip roller stand at our institute limited the experiment to geometric constraints. Initially, the 1 mm thick Nb-Ti/Cu composite plates were subjected to an intermediate annealing at 375 °C for 12 h, then further rolled to a final thickness of 0.5 mm, and

I saw the possibility of increasing the critical current density in the III. series of experiments by changing the rolling mode. In the experiments I performed, I used transverse rolling instead of the original rolling direction as the last step in the cold rolling of the Nb-Ti/Cu composite at 700 °C. The final heat treatment times were 144 and 672 h (700H_12_144_KH and 700H_12_240_KH). The critical current density values of the listed samples are shown in poison green and dark blue. From the figure, it can be observed that sample 700H_12_144_KH reached the critical current density of sample 700H_12_672 with a reduction of 80 % in the heat retention time. Although the critical current density showed an increase, it still did not reach the values of the Nippon plate in a magnetic field of 3 T. The sample 700H_12_240_KH shows good agreement with the values of the Nippon plate. I have shown that the 700H_12_240_KH composite also exhibited non-equilibrium Widmanstätten α -Ti precipitates as in the sample labelled 700H_12_672. However, the critical current density value in 3 T magnetic field increased from $4.62 \cdot 10^8$ A/m² to $5.91 \cdot 10^8$ A/m² such that the final heat treatment time could be reduced from 672 hours to 35%, i.e. 240 hours. At the interface, no compound formation occurred even for the composite heat treated for 240 hours. As a validation of the bendability, a 25x50 mm piece of the 700H_12_240_KH sample was cut and the plate was folded back on itself at 180°, no layer separation or layer rupture occurred in the bent sample, so the plate can be bent to any radius. Based on the scientific and technological results presented, Nb-free Nb-Ti/Cu composite plates suitable for the SuShi magnet geometry can be produced.

10 Köszönetnyilvánítás

Köszönetet mondok **Prof. Dr. Mertinger Valéria** tudományos témavezetőmnek, hogy lehetőséget biztosított a munkám elvégzéséhez, köszönöm a mindig segítőkész támogatását. Köszönetet mondok **Dr. Barna Dánielnek** ipari konzulensemnek a rendszeres szakmai konzultációkért. Köszönettel tartozom **Prof. Dr. Kaptay Györgynek** a CALPHAD számításokban nyújtott segítségért és a szakmai konzultációkért. A köszönettel tartozom **Dr. Szabó Gábornak** a hengerléssel kapcsolatos szakmai konzultációkért, a hengerlésben nyújtott segítségért a Miskolci Egyetemen és a Freibergi Műszaki Egyetemen. Köszönetet mondok **Puskás Csabának**, a hengerlési kísérletekben nyújtott segítségért. A Pandat és Thermo-Calc számolásokért köszönettel tartozom **Korózs Józsefnek** és **Dr. Végh Ádámnak**, **Dr. Bánhídi Olivérnek** az ICP vizsgálatokért, **Dr. Czél Györgyné Janovszky Dórának** a DSC vizsgálatokért, a Rietveld analízis elvégzéséért **Dr. Nagy Erzsébetnek** és **Dr. Kristály Ferencnek**. A zömítővizsgálatokban nyújtott segítségért **Dr. Mikó Tamásnak**, valamint az adatok kiértékelésében nyújtott segítségéért **Dr. Szűcs Máténak**. A szinkrotronos mérésekért és kiértékelésükért **Prof. Dr. Ungár Tamásnak** és **Dr. Ribarik Gábornak** mondok köszönetet. Köszönettel tartozom **Dr. Daróczi Lajosnak** a kritikus áramsűrűség minták kivágásáért, valamint **Prof. Dr. Michael Eisterének** a kritikus áraműrűség vizsgálatok elvégzéséért. Az elektronmikroszkópos felvételekért köszönetet mondok **Kovács Árpádnak**, a vonalelemzésért és a plazmavágásért és a TEM lamellák elkészítéséért **Dr. Koncz-Horváth Dánielnek**, a transzmissziós elektronmikroszkópi felvételek elkészítéséért **Karacs Gábornak**. A minták kimunkálásáért és előkészítéseikért köszönettel tartozom **Boda Sándornak** és **Márkus Zoltánnak**. A közös projekt sikeres előrehaladásában a CERN részéről nagy segítséget nyújtott **Dr. Akira Yamamoto** és **Jan Borburgh, Friedrich Lackner**, valamint **Miroslav Georgiev Atanasov**. Köszönettel tartozom **Dr. Lévai Péter József** főigazgatónak, hogy a KDP program keretein belül alkalmazást biztosított HUN-REN Wigner Fizikai Kutatóközpontban. A kutatómunkám az Innovációs és Technológiai Minisztérium **Kooperatív Doktori Program Doktori Hallgatói Ösztöndíj Programjának** a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült. A tématerületi kutatás a Miskolci Egyetemen, egyfelől az Innovációs és Technológia Minisztérium támogatásával zajló **Tématerületi Kiválósági Program** keretében támogatott projekt részeként (Támogatói Okirat ikt. száma: **NKFIH-846-8/2019**), másfelől az Innovációs és Technológia Minisztérium Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatásával, a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal által kibocsátott támogatói okirat (Támogatói Okirat ikt. száma: **TKP-17-1/PALY-2020**) alapján támogatott projekt részeként valósult meg. **A 2019-2.1.6-NEMZ_KI-2019-00005 számú projekt** az Innovációs és Technológiai Minisztérium Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatásával, a 2019-2.1.6-NEMZ_KI pályázati program finanszírozásában valósult meg. A Kulturális és Innovációs Minisztérium **EKÖP-24-4-I. kódszámú Egyetemi Kutatói Ösztöndíj Programjának** a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült. **Köszönettel tartozom a családomnak és a páromnak a támogatásukért és türelmükért, amelyek jelentősen hozzájárultak a doktori munkám alatt elért sikereimhez.**

