

# 極低温におけるアルミニウム合金A356-T6鋳造材の高サイクル疲労特性

## High Cycle Fatigue Properties of Cast A356-T6 Aluminum Alloy at Cryogenic Temperature

由利 哲美、小野 嘉則、長島伸夫、緒形 俊夫(物質・材料研究機構); 砂川 英生(宇宙航空研究開発機構)  
 Tetsumi Yuri, Yoshinori Ono, Nobuo Nagashima, Toshio Ogata (NIMS); HIDEO Sunakawa (JAXA)  
 E-mail: YURI. Tetumi@nims.go.jp

### 1. はじめに

我々はこれまでに、液体ロケットエンジンの実機に使用されている部材の材料特性評価を行い、宇宙関連材料強度データシートとして発刊している。得られた材料特性データは、製造・開発中に発生した不具合解析や改良機器の設計等に活用されている。軽量で高比強度に優れる Al-Si-Mg 系アルミニウム合金 A356-T6 鋳造材は、ロケットエンジン用部材として液体水素および液体酸素環境下で使用されている。これまでに、鋳造材ではシュリンケージ等の鋳造欠陥が材料特性に悪影響を及ぼすことはよく知られている。機器の高信頼性のためには、使用部材の材料特性を十分に把握することが重要である。本研究では、極低温において A356-T6 鋳造材を用いて高サイクル疲労試験を行った結果について報告する<sup>1)</sup>。

### 2. 実験方法

供試材は、A356-T6 鋳造材であり、AMS4218H に準拠して作成した。各試験は、室温(293K)、液体酸素温度(77K)および液体水素温度(20K, LH<sub>2</sub>)で実施した。引張試験には、平行部径  $\phi$  6.25、平行部長さ 35mm の丸棒試験片を用いた。高サイクル疲労試験は、砂時計型疲労試験片を用い、試験片表面はエメリー紙 600 番で軸方向に仕上げたもので実施した。試験条件は、正弦波での荷重制御にて行い、応力比は R=0.01 とした。試験周波数は、20K LH<sub>2</sub> 中では 10<sup>5</sup> 回まで 5Hz で行い、破断しなかった場合には 10Hz に加速し、77K および 293K では 10Hz で行った。20K では 10<sup>6</sup> 回を、また 77K および 293K では 10<sup>7</sup> 回を試験の打ち切り回数とした。なお、LH<sub>2</sub> 中の各試験は、新日鐵に委託した。光学顕微鏡(光顕)による組織観察、各試験後、SEM による破面観察や EDS による組成分析も併せて行った。

### 3. 結果

A356-T6 鋳造材の光顕組織写真を Fig.1 に示す。共晶 Si 相が初晶  $\alpha$ -Al デンドライトを縁取るような組織を呈している。光顕観察では、シュリンケージ等の鋳造欠陥は認められなかった。引張試験では、0.2%耐力( $\sigma_{0.2}$ )および引張強度( $\sigma_B$ )は、試験温度の低下とともに上昇した。また、各試験温度における伸びは約 3~5%で温度依存性は小さいが、絞り率は試験温度の低下とともに減少した。各試験温度における A356-T6 鋳造材の S-N 曲線を Fig.2 に示す。 $\sigma_{0.2}$  および  $\sigma_B$  同様、試験温度の低下とともに疲労強度は上昇した。20K で疲労試験した試験片破面の SEM 写真を Fig.3 に示す。疲労破壊起点部は表面近傍に観察される(矢印)。疲労破壊起点部の EDS による組成分析結果では、Al, Si の濃度が認められたことから、共晶 Si 相と考えられる。

### 【参考文献】

- (1) NIMS SPACE USE MATERIALS STRENGTH DATA SHEET, No.12: National Institute for Materials Science, Japan (2009)

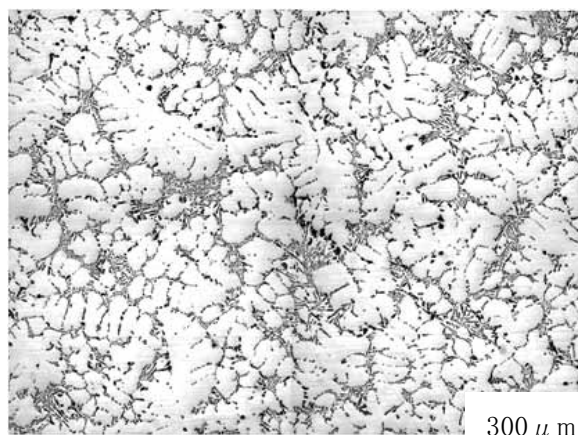


Fig. 1 Optical micrograph of cast A356-T6 aluminum alloy.

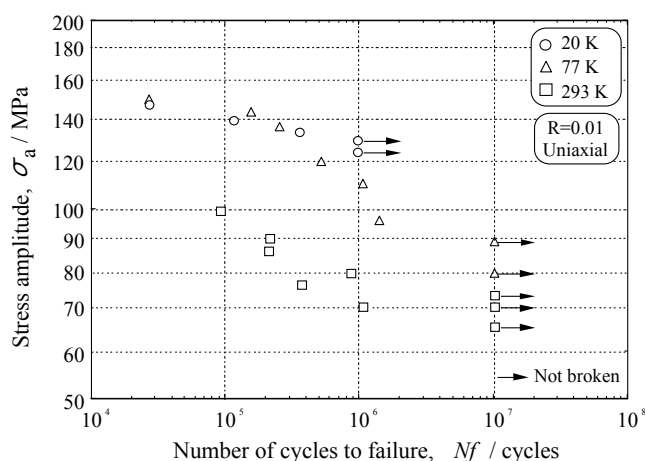


Fig.2 S-N curves of cast A356-T6 aluminum alloy at 20K, 77K and 293K.

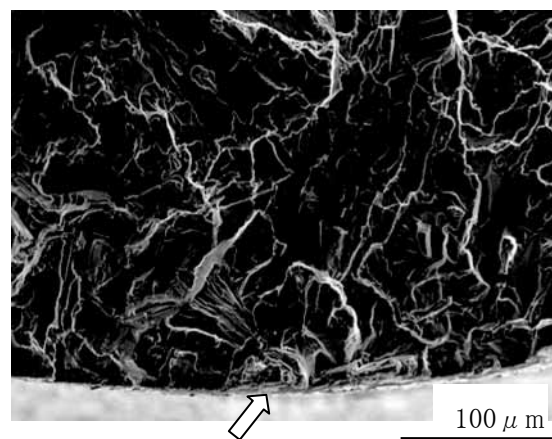


Fig.3 SEM micrograph of fracture surface of the specimen fatigue-tested at 20K ( $\sigma_a = 139$ MPa,  $N_f = 1.15 \times 10^5$  cycles).

# Alloy718 鍛造材の低温疲労特性に及ぼす応力比の影響 Effect of stress ratio on low-temperature fatigue properties of Alloy718 forging

小野 嘉則 由利 哲美 竹内悦男 長島伸夫 緒形 俊夫 (物質・材料研究機構)  
砂川 英生 (宇宙航空研究開発機構)

ONO Yoshinori, YURI Tetsumi, TAKEUCHI Etsuo, NAGASHIMA Nobuo,  
OGATA Toshio (National Institute for Materials Science), and SUNAKAWA Hideo (Japan Aerospace Exploration Agency)  
E-mail: ONO. Yoshinori@nims.go.jp

### 【1. 緒言】

Alloy 718 Ni 基超合金は、優れた強度-延性バランスを有し、溶接性も良いことから、航空・宇宙機器に多用されている。同合金は、液体ロケットエンジンの部材としても使用されており、種々の製造状態(鍛造材、鋳造材、溶接材)や使用温度での強度特性データの蓄積が図られている[1]。同合金鍛造材は、液体酸素環境下で回転部品として使用されており、運転時には遠心力と大量の液体酸素の流れに伴う曲げ応力により、高い平均応力下で変動応力を受ける。そのため、低温下での疲労特性に及ぼす平均応力の影響を把握しておくことが重要である。本研究では、Alloy718 鍛造材の低温高サイクル疲労特性に及ぼす応力比(平均応力)の影響について調査した。

### 【2. 実験方法】

供試材は、AMS5663 に準拠して作製された鍛造材(φ 165 × 115 (mm))である。鋳塊を熱間鍛造後、1233K で 3.6ks の溶体化処理後水冷した。その後、993K で 28.8ks および 898K で 28.8ks の時効処理を施し、空冷した。引張試験片と高サイクル疲労試験片は、素材の径方向あるいはそれに平行に採取した。高サイクル疲労試験は、液体窒素温度(77 K)で、周波数  $f=10\sim 15$  Hz の正弦波軸荷重で行った。応力比  $R$  は、-1, 0.01, 0.5 とした。また、荷重制御で可能な最高応力比側の試験として、最大応力  $\sigma_{max}$  を 0.2%耐力( $\sigma_{0.2}$ )に固定し、応力比を固定しない試験( $\sigma_{max}=\sigma_{0.2}$ 試験)[2]を行った。なお、供試材の 77 K での  $\sigma_{0.2}$  は 1327 MPa、引張強度( $\sigma_B$ )は 1640 MPa である。

### 【3. 結果】

Fig. 1 は、下部組織の顕微鏡写真である。組織は、平均粒径が約 30 $\mu$ m の等軸  $\gamma$  組織であり、粒界には  $\delta$  相 ( $Ni_3Nb$ ) が析出していた。素材全体に粗大な炭化物 ( $NbC$ ) が分散析出していた[3]。Fig. 2 は、77 K の S-N 線図である。R=0.01 での試験で  $2 \times 10^5$  回未満で破断した試験片、および R=0.1, 0.2, 0.3 での  $\sigma_{max}=\sigma_{0.2}$  試験で破断した試験片の破面では、粗大炭化物を起点とした疲労破壊の様相が観察された。それ以外の試験片では、起点部に粒内破壊によって形成されたフェレットが観察された。すなわち、 $10^7$  回付近で破断した試験片の起点部は、試験条件によらず同じ様相をしている。Fig. 3 に疲労限度線図を示す。疲労限は  $10^7$  回強度とした。また、疲労強度は、 $10^7$  回未満で破断したデータと、 $10^7$  回で未破断のデータのそれぞれの最低応力値の平均とした。応力比  $R=-1$  での  $10^7$  回疲労強度と  $\sigma_B$  を結ぶ修正グッドマン則による予測(図中破線)では、 $R=0.625$  付近では安全側になるものの、 $R=0.01$  付近では危険側になることが明らかになった。講演では、室温での試験結果とも比較し、高サイクル疲労特性に及ぼす応力比の影響について、温度依存性を検討した結果を報告する。

### 【参考文献】

- [1] Space Use Materials Strength Datasheet, National Institute for Materials Science, No.2, 4, 5, 8, 9, 10, 15.
- [2] E. Takeuchi et al.: TRANS. OF JSME, A70, 698 (2004), pp. 1405-1411.
- [3] Y. Ono et al.: TRANS. OF JSME, A70, 696 (2004), pp. 1131-1138.

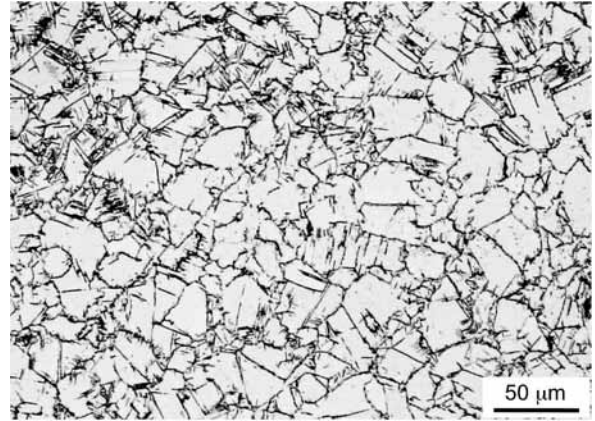


Fig. 1 Optical micrograph of Alloy718 forging.

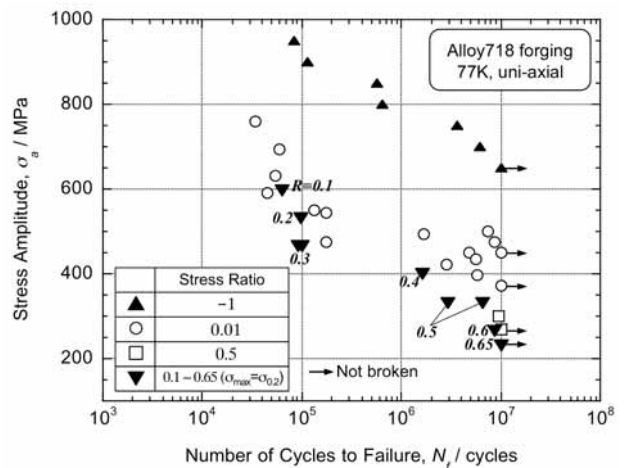


Fig. 2 S-N diagrams of Alloy718 forging.

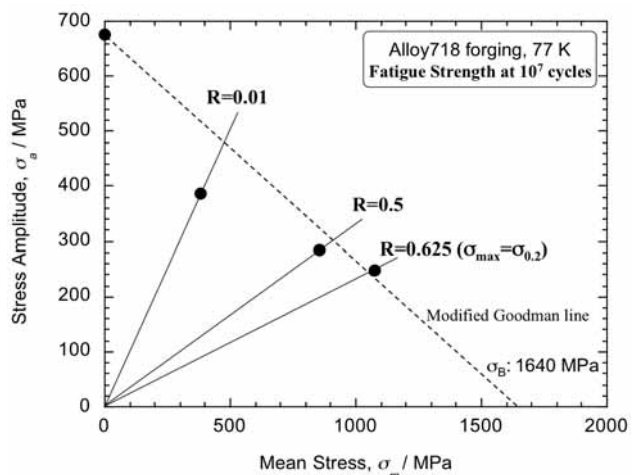


Fig. 3 Endurance limit diagram of Alloy718 forging.

## 超伝導空洞およびクライオスタットに使用する材料の低温引張り試験

### Cryogenic tensile tests of materials employed for superconducting cavities and their cryostats

仲井 浩孝, 寺島 昭男, 山本 明(KEK); 谷田部 英市(小池酸素)

NAKAI Hirotaka, TERASHIMA Akio, YAMAMOTO Akira (KEK); YATABE Eiichi (Koike Sanso)

E-mail: hirotaka.nakai@kek.jp

#### 1. はじめに

国際リニアコライダー (ILC) 用超伝導加速空洞およびクライオスタットに使用するニオブやチタンなどの金属材料およびその溶接部の機械的な性質を確認するために、液体ヘリウム温度と液体窒素温度、室温での引張り試験を行っている。この 3 つの温度での測定結果から、引張り強さや伸びなどの機械的な性質が、温度によってどのように変化するかを調べる。

#### 2. 試験装置

試験は、島津製作所製精密万能試験機 AG-5000C (容量 50 kN) を使用して行っている。室温での試験は、試験機に標準で付属するつかみ具を用いて行うが、低温での試験は、低温雰囲気を保持するためのクライオスタットを用いる必要があるため、特別なつかみ具を製作して使用している。また、低温での試験では、ロードセルを試験機のクロスヘッドではなく、試験機上部のヨークに取り付ける必要があるため(図1)、ヨークを補強してある。また、試験片が十分に低温になっていることを確認するために、圧縮円筒の外側に白金-コバルト測温抵抗体を取り付け、試験片周辺の温度を確認している。

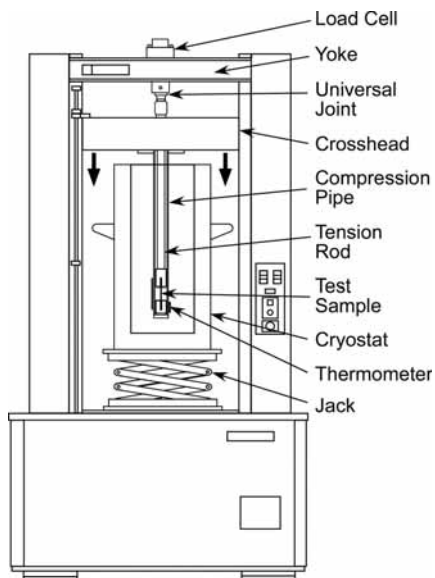


Fig.1 Setup of Tensile Test at Liquid Helium Temperature.

#### 3. 試験片

試験片の形状としては、クライオスタット内の空間が限られているため、JIS 7号試験片を採用している。この形状は、現在の JIS 規格からは外れているため、同じロッドのニオブから現規格の最小形状である JIS 13B 号試験片と JIS 7 号試験片を作成し、室温での引張試験を行って、形状の違いによる試験結果に違いがないことを確認している(5. 試験結果を参照)。試験片の曲げひずみを除去するため、試験片直線部の両面には、共和電業製低温用ひずみゲージ(KFL-1-120-C1-11)を接着剤(PC-6)で貼り付けてある。製作した試験片の内の1本は温度補正用として圧縮円筒の外側に応力が生じないように取り付け、試験を行う試験片の

ひずみゲージと共に4ゲージ法のブリッジ回路を形成する。試験片の伸びを求めるために、試験片には予め標点を付けておき、破断前後の標点間距離をノギスで測定する。

#### 4. 試験方法

液体窒素温度での引張り試験は、試験片が十分に液体窒素中に浸漬するようにし、熱平衡に達したのを確認してから試験を行う。液体ヘリウム温度での試験は、試験片を液体窒素で予冷してから、液体ヘリウムを注入したクライオスタットをジャッキで持ち上げて、試験片を液体ヘリウム中に浸漬する。引張り試験中は、試験片に作用する試験力、クロスヘッドの移動量、ひずみを測定する。試験力-ひずみ曲線から、最大引張り強さ、縦弾性係数、さらに可能であれば、0.2%耐力を求める。また、試験片に付けた標点間の距離から、伸びを計算する。

#### 5. 試験結果

現在までに、低温引張り試験は、超伝導空洞およびクライオスタットに使用する (1) ニオブ、(2) チタン、(3) ニオブ-チタン合金、(4) ニオブとニオブの溶接部、(5) ニオブとチタンの溶接部、(6) チタンとチタンの溶接部、(7) ニオブ-チタン合金とチタンの溶接部および (8) ニオブとステンレス鋼(SUS316L) の HIP (熱間等方圧加圧加工) 接合部について行った。1つの温度について、3本の試験片を試験している。図2にニオブの引張り強さの試験結果の一例を示す。横軸は試験温度、縦軸は引張り強さを示している。グラフ中の実線はデータ点をスムージングした曲線である。室温での結果に限るが、JIS 7号試験片(●)とJIS 13B号試験片(■)では、試験片形状による引張り強さに違いは見られない。また、引張り強さは、試験温度が下がるにつれて単調増加することが分かる。

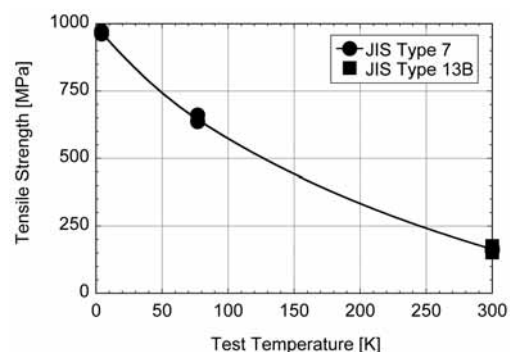


Fig.2 Temperature Dependence of Tensile Strength of Niobium.

#### 6. まとめ

超伝導加速空洞およびクライオスタットに使用する材料の引張り試験を、液体ヘリウム温度および液体窒素温度、室温で行った。概ね有意なデータが得られているが、同じ温度における試験でもデータのばらつきが大きくなったり、溶接部の試験では、必ずしも溶接部で破断しないなどの問題がある。したがって、試験数を増やしてデータの精度を上げる必要がある。

# 4K 環境下での試験片形状が引張機械特性に及ぼす影響

## The impact of specimen geometry on tensile mechanical property at 4K

齊藤 徹, 河野 勝己, 濱田 一弥, 井口 将秀, 堤 史明, 高野 克敏, 中嶋 秀夫(原子力機構)  
 SAITO Toru, KAWANO Katsumi, HAMADA Kazuya, IGUCHI Masahide, TSUTSUMI Fumiaki,  
 TAKANO Katsutoshi, NAKAJIMA Hideo (JAEA)  
 E-mail: saito.toru08@jaea.go.jp

### 1. はじめに

ITER トロイダル磁場 (TF) コイル用導体では、低炭素型 SUS316LN を用いた金属製保護管 (ジャケット) を使用する。日本原子力研究開発機構 (原子力機構) は、ジャケット製作を他極に先行して行っており、JIS に基づく引張試験を実施してきた。最近、ITER 他極からジャケットの試験結果が報告されてきたが、統一された方法でサンプル製作や試験を行っておらず、標準化に向けて ASTM ベースの試験片やサンプル製作方法が、ITER 機構より各極に提案された。JIS と ASTM では試験方法や試験片の形状に本質的な差は無く、同じ結果が得られるはずである。そこで、試験結果に試験片形状の影響がないことを確認することを目的として、3 種類の試験片を用いて 4K での引張試験を実施した。

### 2. ジャケット材料及びサンプルの加工条件

試験に使用した 2 種類のジャケットの化学成分を表 1 に示す。TF ジャケットは最初直径 48mm、肉厚 1.9mm の薄肉円管であり、最終直径 43.7mm に圧縮成型される。その後直径 4m に仮巻きされ、コイル製作メーカーに送られて巻線加工される。圧縮成型加工後、ジャケットに加わる曲げ等の加工率は 2.5% 程度と予想される。そこで、上記の加工を模擬するために圧縮成型したジャケットを引張試験装置で 2.5% の塑性伸びを加え、その後 Nb<sub>3</sub>Sn 超伝導生成熱処理 (650°C、200 時間) を施したもから試験片を採取した。

### 3. 試験片の形状

円管からサンプルを切り出すため、試験片形状は JIS の 14B 号試験片または ASTM E8M Fig.13 と同等で円弧状の断面である。まず平行部長さと平行部幅に着目して、次のような 3 種類の試験片を製作した。Type-A (JIS): 平行部長さ L / 平行部幅 W = 29mm / 8mm、Type-B (JIS) : L / W = 60mm / 8mm、Type-C (ASTM) : L / W = 60mm / 12.5mm。伸びの測定基準となる標点距離は Type-A、B、C についてそれぞれ、22、50、50mm とした。このうち、Type-C が ITER 機構から提案された標準試験片である。

### 4. 試験結果

試験には 100kN 引張試験機を使用し、試験片を液体ヘリウムに浸漬して実験を行った。Fig.1 にジャケット A の引張試験結果を示す。ジャケットの要求値は、耐力が 950MPa 以上、破断伸びが 20% 以上であり、日本のジャケットは ITER の要求値を満足していることを確認した。耐力は要求値に対して十分高く、変動は問題とならないが、伸びに関しては要求値 20% を超えるものの、比較的大きな変動 (最小 22.6%、最大 32.1%) が見られた。また、Type-C は Type-A や B に比べて低い値を示す傾向が得られた。Type-A と B では伸びに大きな違いは無いため、Type-B 及び C について、さらに別のジャケット B

を用いて引張試験を実施した。その結果を Fig.2 に示す。ジャケット B では、ジャケット A に比べて Type-B と C で伸びの変動幅が小さく、試験片形状の依存性は明確ではない。

Fig. 3 にジャケットの破断面 (圧縮成型+熱処理) の SEM 写真を示す。破断面はカップアンドコーン形状を有し、断面外周部分のせん断破断面については、ディンプルが明瞭で粒内破壊であるが、中央部の垂直破断面は粒界破壊であり、粒界面にはディンプルが見られる。

### 5. まとめ

伸びの変動は試験片形状よりも粒内破壊と粒界破壊が混在する本材料自身の特性による可能性が考えられ、今後試験数を増やして伸びの変動を詳細に調べる必要がある。詳細については、学会にて議論する。

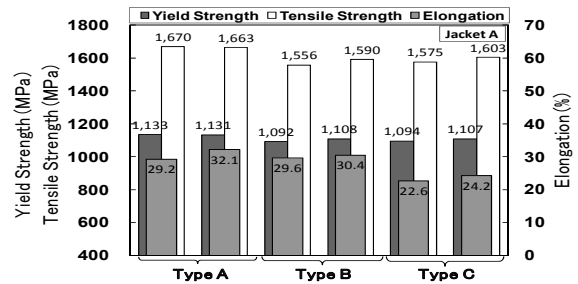


Fig.1 Test results of Jacket A at 4K

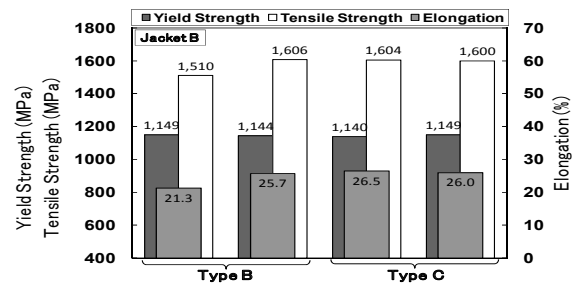


Fig.2 Test results of Jacket B at 4K

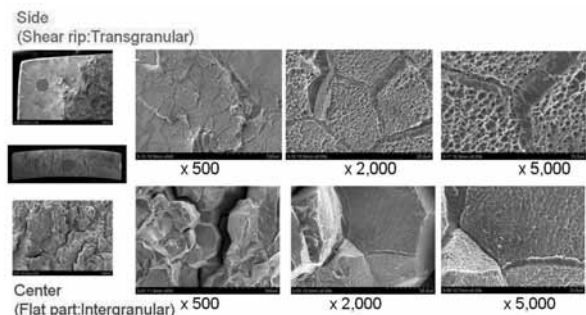


Fig.3 SEM photograph on fracture surface

Table 1 Chemical composition of TF jacket (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Co	N
Specification	≤0.02	≤0.75	≤2.0	≤0.035	≤0.030	11.0-14.0	16.0-18.0	2.0-3.0	≤0.10	0.14-0.18
Jacket A	0.007	0.09	0.57	0.017	0.001	11.50	16.30	2.12	0.08	0.16
Jacket B	0.007	0.13	0.18	0.018	0.001	11.46	16.52	2.10	0.05	0.16

## 極低温汎用温度計の開発(Ⅱ)

### Development of Low Temperature Thermometer(Ⅱ)

四谷 任, 田中峰雄(大阪府大 21 機構);佐藤和郎, 笈芳治(府産技研);石田武和(大阪府大工院)

Yotsuya Tsutomu, Tanaka Mineo(OPU-RO21);Sato Kazuo, Kakehi Yoshiharu(TRD);Ishida Takekazu(OPU)

E-mail: Yotsuya@21c.osakafu-u.ac.jp

#### 1. はじめに

極低温用温度計として要求される機能は①室温から極低温まで一つの温度計で計測可能なこと②小型で低熱容量③磁場下で使用可能④経時変化、サーマルサイクル安定性などである。これらの機能を満足するものとして“Cernox”がLake-Shore 社から市販されている。しかし、Cernox はZr,N,O の三元系のため互換性を欠いている。筆者らのグループはCrN薄膜が①~④の機能を満足し、しかも二元系のため互換性に富む温度計になり得ることを見いだした。前回の報告では rf-sputter で作成した CrN 薄膜温度計の特性について発表した。今回は dc-sputter で作成した CrN 薄膜温度計の特性について詳細に報告する。

#### 2. CrN 薄膜作成

CrN 薄膜は dc-magnetron sputtering 装置を用いて成膜した。2×10<sup>-5</sup> Pa 以下まで排気した後、1Pa まで所定のガス(Ar, N<sub>2</sub> 100sccm)を導入し、基板温度を100℃まで上昇させた。成膜直前に、アルゴンプラズマ(50W/30sec)で基板をたたくことで洗浄を行った。CrN の膜厚は 150nm とし、成膜時間を調整することで達成した。成膜後、フォトリソ及び硝酸第2セリウムアンモニウムでケミカルエッチングを行い、試料に供した。試料の典型的な大きさはポテンシャル電極間距離は 200 μm、幅 600 μm とし、4 端子法で電気抵抗を測定した。

#### 3. 電極形成

CrN 薄膜の電極として Nb を用いた。Nb 薄膜は CrN と同様に dc-magnetron-sputter で成膜した。Az1340E フォトレジストで電極パターンを形成し、Nb 薄膜を sputter 成膜後に、アセトン溶媒で lift-off を行い、電極に供した。Nb 上に In 半田で Cu 線を半田付けし、室温及び 4.2K で I-V 特性を測定し結果オーミックコンタクトがとれていることが確認された。

#### 4. DC-sputter で成膜した CrN の特性

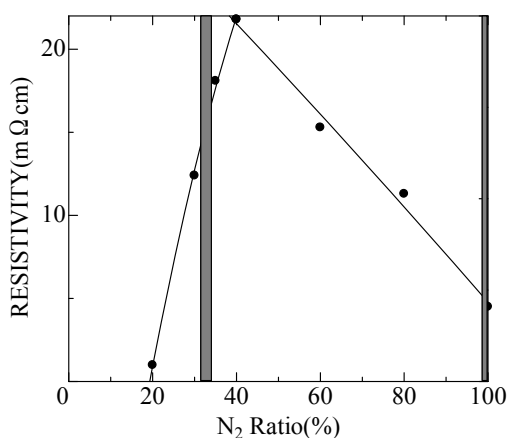


Fig.1 Resistivity of the CrN films as a function of N<sub>2</sub> ratio of the sputtering gases. The preferable area for thermometers were appeared at around 30% and 100%.

CrN 薄膜の電気抵抗や電気抵抗の温度依存性は成膜時の窒素分圧に強く依存する。CrN 薄膜の作成は以下の条件で行った。すなわち全圧(Ar + N<sub>2</sub>)を 1Pa、全流量 100sccm、dc-power 200W、基板温度 100℃、熱酸化 SiO<sub>2</sub> 付き Si(100)を基板とし Ar と N<sub>2</sub> の流量比を変化させて最適条件を求めた。CrN 薄膜の室温における電気抵抗の窒素分圧依存性を図1に示す。窒素分圧が 20%以下のとき Cr-N 薄膜は金属的な振る舞いを示すが、20%を超えると急速に半導体的な振る舞いに変化する。40%で電気抵抗の最大値を示した後、窒素分圧を増加させると逆に電気抵抗は減少に転じた。極低温で温度計として使用できる領域は 2 箇所存在する。すなわち 30~35%のときと 100%のときである。

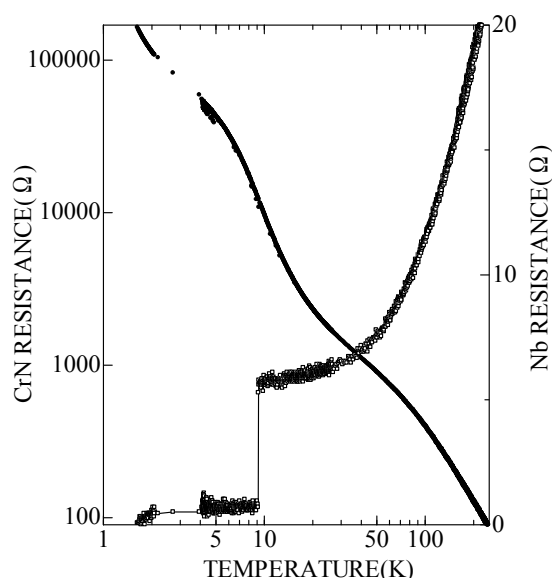


Fig.2 Resistance of CrN and Nb as a function of temperature. The superconducting transition of Nb electrodes was clearly observed. The transition width was as sharp as playing a roll of fixed-point.

図2に窒素比32%で作成した CrN 薄膜と Nb 電極の電気抵抗の温度依存性を示す。図 2 から明らかのように、この条件で作成した CrN 薄膜は室温から 1K 程度まで温度計として使用できることが分かる。また電極の Nb は 9.2K で超伝導転移を示した。転移温度幅は 1/100K 以下であり、温度計内部に内部標準点が付加されたことを示す。CrN は温度計として安定であるが、Nbは更に安定であり、内部標準を持たすことでより信頼性の高い温度計として動作することが期待できる。

#### 5. まとめ

窒素比 {  $P_{N_2} / (P_{N_2} + P_{Ar})$  } 30~35%で作成した CrN 薄膜は室温から 1K まで温度計として使用できる感度を有していることが分かった。また電極に Nb を用いることで温度定点を温度計内部に付与することができた。dc-sputter と rf-sputter で作成した CrN 膜の特性の差異について当日詳細に報告する予定である。

## Pulse tube/JT 冷凍機を利用した温度計校正装置による温度計の特性比較

## Comparison of thermometers using a thermometer calibration apparatus based on a Pulse tube/JT refrigerator

島崎 毅(産総研 計測標準研究部門)

SHIMAZAKI Takeshi

National Metrology Institute of Japan, AIST

Tsukuba Central 3, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305-8563, Japan

E-mail: t.shimazaki@aist.go.jp

## 1. はじめに

これまでに、パルス管冷凍機と  $^3\text{He}$  を動作ガスに用いた JT 冷却回路を組み合わせ、1990 年国際温度目盛(International Temperature Scale 1990, ITS-90)の定義下限温度である 0.65 K まで抵抗温度計を校正することのできる極低温用温度計校正装置の試作を行ってきた[1,2]。その校正装置の動作試験の一環として、市販されている低温用温度計の特性比較を行った。なお、比較を行った温度範囲は、校正装置の運用温度である 24 K から 0.65 K の範囲である。

ITS-90 では、 $^3\text{He}$  及び  $^4\text{He}$  の蒸気圧と温度の関係により 0.65 K から 5.0 K の温度目盛を、3.0 K から 24.5561 K (ネオンの三重点)の温度目盛を  $^3\text{He}$  または  $^4\text{He}$  を用いた気体温度計により定義している。しかし、これら定義に基づき、直接温度計を高精度(不確かさ mK オーダー)で校正しようとする、長期間にわたる大変手間のかかる測定が必要になる。その理由として、低温部にある試料ヘリウム圧力の絶対値を正確に測定する必要があるため、高精度な圧力計を用い、かつ様々な圧力補正項を考慮することが不可欠であることが挙げられる。

そこで通常は、特性の良く安定した限られた本数の抵抗温度計を、あらかじめ定義に基づき校正し、その後はそれら温度計を基準として、校正対象温度計と抵抗値を比較して校正する、圧力測定を伴わない比較法が採られる。

## 2. 温度計

通常、0.65 K までの比較法における基準温度計としては、標準用ロジウム鉄抵抗温度計が用いられる。標準用と呼ばれるタイプの温度計は、内部で感温部となる抵抗線をストレインフリーになるように巻いてあるため、直径 5 mm、長さ 50 mm 程度あり、工業用に比べ遥かに大きい、その分特性が安定している。ところが、近年この標準用ロジウム鉄抵抗温度計の生産並びに新規開発が停滞し、世界的に入手が困難な状況になってしまっている。

そこで、その代替として期待される、標準用白金コバルト抵抗温度計[3]についてその特性を調べた。広く利用されている工業用白金コバルト抵抗温度計については、メーカー指定の使用温度下限 4 K を下回る、1.6 K や 1.0 K まで評価した報告[4,5]などがあるが、ここでは、標準用とともに ITS-90 下限温度まで評価した。さらに、特性比較のために、ロジウム鉄抵抗温度計も標準用と工業用を測定に加えた。

## 3. 測定結果

測定した各温度計の室温付近での抵抗値は、工業用ロジウム鉄抵抗温度計が 27  $\Omega$  程度である他は全て 100  $\Omega$  程度である。感度を Fig. 1 に、0.2 mA の測定電流を用いた際の自己加熱を Fig. 2 に示した。図中、標準用は-standard、工業用は-industrial と凡例に付記した。白金コバルト抵抗温度計の感度は、標準用も工業用も Fig. 1 のスケールではデータが重な

った。一方、自己加熱は、標準用がかなり小さく抑えられている。発表ではより詳細な報告を行う。

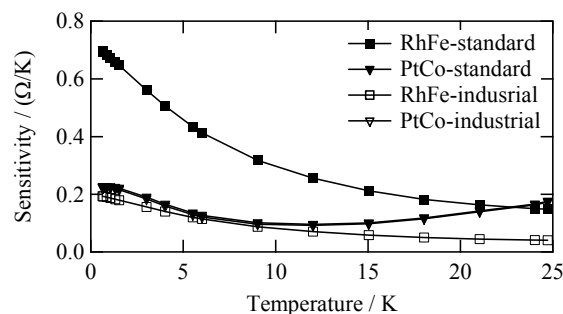


Fig. 1 Sensitivity of the measured Rhodium-Iron resistance thermometers and Platinum-Cobalt resistance thermometers. Lines are eyeguides.

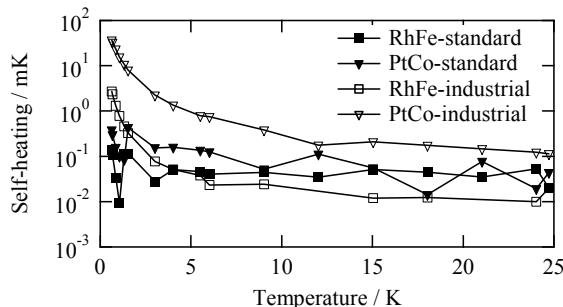


Fig. 2 Self-heating characteristics of the measured thermometers expressed as the temperature increase in thermometers induced by 0.2 mA of a measuring current. Lines are eyeguides.

## 謝辞

3 K から 24 K の基準温度計は、産総研計測標準研究部門の田村收氏により気体温度計で校正された温度計を借用し使用しました。ここに謝意を表します。

## 参考文献

1. T. Shimazaki, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 81 (2009) p.32
2. T. Shimazaki, et al.: Int. J. Thermophys. Vol. 29 (2008) p.42
3. T. Shiratori, et al.: JJAP, Vol. 17 (1978) p. 1289
4. K. Tanaka, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 45 (1991) p.167
5. H. Sakurai, et al.: Rev. Sci. Instrum. Vol. 56 (1985) p. 1232

## 液体水素用 MgB<sub>2</sub> 液面センサーの外部ヒーターに対する熱応答性 (2)

### - センサー長依存性 -

## Thermal response of MgB<sub>2</sub> level sensor for liquid hydrogen using external heater (2)

### - Dependence on sensor-length -

前川一真, 奈良洋行, 武田実 (神戸大学); 松野優, 藤川静一 (岩谷瓦斯); 熊倉浩明, 黒田恒生 (物材機構)

MAEKAWA Kazuma, NARA Hiroyuki, TAKEDA Minoru (Kobe University);

MATSUNO Yu, FUJIKAWA Shizuichi (Iwatani Ind. Gas.); KUMAKURA Hiroaki, KURODA Tsuneo (NIMS)

E-mail: 101w522w@stu.kobe-u.ac.jp

### 1. はじめに

本研究室では、液体水素用外部加熱型 MgB<sub>2</sub> 液面計を開発中であり、春季の学会では全長 800mm の MgB<sub>2</sub> 液面センサーの外部ヒーターに対する熱応答性について報告した[1]。全長 800 mm のロングセンサーの場合、外部ヒーターに対するセンサー出力の過渡的な熱応答時間は、6 W 以上では約 0.1 秒以内と早いことが分かった。また、外部ヒーターに対するセンサー温度の過渡的な熱応答時間は約 5 秒であった。しかし、これらのセンサー長依存性は明らかになっていないので、全長 200 mm のショートセンサーを対象として調べることにした。さらに、液面静止時における外部ヒーターに対する液面センサー及び気相部分の温度分布、液面振動時[2]におけるこれらの温度分布、センサー出力及び圧力変動にも注目した。

### 2. 実験装置

Fig.1 に示すように、高さ 1203 mm のメタルクライオスタットのサンプル槽に全長 200 mm の MgB<sub>2</sub> 液面センサーを取り付けている。そして、サンプル槽より上部の気相部分に上から熱電対①、②、③、④を取り付けた。また、Fig.2 の拡大図に示すように、センサー部分には上から熱電対⑤、⑥、⑦、⑧をそれぞれ、200 mm、160 mm、120 mm、80 mm の液面検知位置に取り付けた。実験システムは、光学観測クライオスタット、MgB<sub>2</sub> 液面センサーの他に、光学観測窓から液面を観測するための CCD カメラ、LED 投光器、デジタル圧力センサー、横振動試験装置、KEYENCE 社製データロガー NR-600×2、定電流電源で構成されている。

### 3. 実験方法

熱応答性の実験では、センサー測定電流を 10 mA 流し、外部ヒーター入力値を瞬間的に 1 W、3 W、5 W 入力できるように設定し、センサー出力電圧及び 4箇所の MgB<sub>2</sub> 液面センサーの温度がそれぞれ一定になるまでの時間の計測を行う。液面静止時における実験では、測定電流を 10 mA 流し、ヒーター入力値が 1 W、3 W、5 W のときに、液体水素の液面が 200 mm から 0 mm に下がるまで液面センサー及び気相部分の温度分布計測を行う。液面振動時における実験では、振動時における液体水素用タンク内圧力変動を模擬するために、クライオスタットに取り付けてある、最大加速度 ±0.1 G、最大振幅 ±100 mm の制御が可能な横振動試験装置とデジタル圧力センサーを用いる。振動と停止を一定時間繰り返し、液面振動時におけるセンサー出力の測定を行うとともに、クライオスタット内の気相部分の鉛直方向温度分布及び圧力変動の測定を行う。

### 4. まとめ

熱電対温度計を用いて、液面センサーの外部ヒーターに対する熱応答性を調べるために、実験システムを構築した。予備実験として、液体窒素を用いて、そのシステムの妥当性を評価した。現在、実験中であり、実験結果の詳細は学会で発表する予定である。

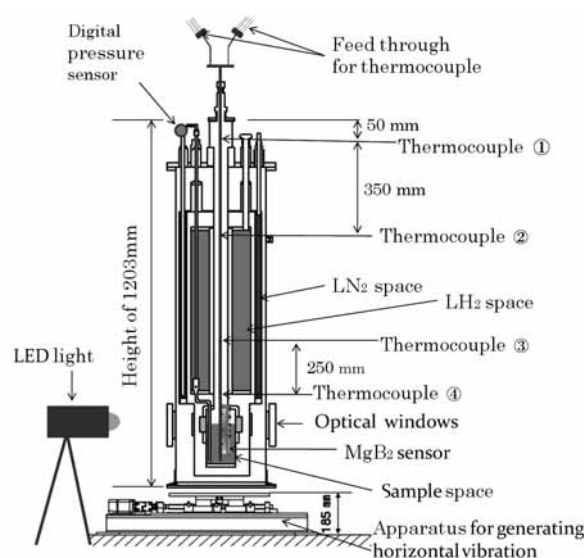


Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus.

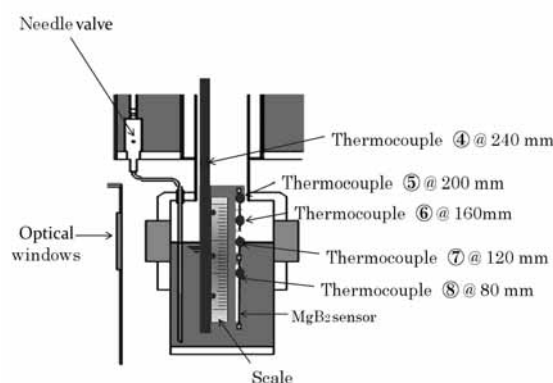


Fig.2 Schematic diagram of enlarged sample space.

### 謝辞

本研究の一部に対して、日本郵船・ヘイエルダール記念事業による助成金の援助を受けました。ここに感謝の意を表します。

### 参考文献

1. K.Maekawa, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 82 (2010) p.130
2. M.Takeda, et al.: Adv.Cryo.Eng., Vol.55 (2010) pp.311-318

# ツインスロットアンテナを集積した HTSC ジョセフソン接合の サブテラヘルツ波応答特性

## Sub-terahertz wave response characteristic of HTSC Josephson junction integrated with a twin slot antenna

山田 博信, 高橋 直子, 中島 健介 (山形大)

YAMADA Hironobu, TAKAHASHI Naoko, NAKAJIMA Kensuke (Yamagata Univ.)

E-mail: hyamada@yz.yamagata-u.ac.jp

### 1. はじめに

テラヘルツ波は、通信・イメージング・分析などへの応用が期待されており、そのために、高感度で汎用的な検出器が求められている。我々は、高温超伝導ジョセフソン接合 (JJ) とアンテナを集積することで、液体窒素温度動作・広帯域・高感度・高速度な検出器の実現を目指している。今回、JJ と2つのスロットダイポールアンテナ (SDA) をコプレーナ導波路 (CPW) で結合した検出器について、設計・作製・評価を行ったので、報告する。

### 2. 実験方法

#### 2-1. 検出器の設計

高周波3次元電磁界解析ツール (アンソフト社製 HFSS) を用い、シミュレーションにより、SDAとCPWの形状を決定した。ここでは、シミュレータの都合により、設定周波数を数 GHz 程度としている。そのため、検出器の作製時には、所望の周波数に合うように、形状を変えずに、大きさを変更する。

まず、SDA 単体について、所望のインピーダンスの値になるように、長さ ( $L_{SDA}$ ) を固定したまま幅 ( $W_{SDA}$ ) を変えていき、形状を決定した。そして、SDA と CPW を結合して組にした場合、この2組を集積した場合のそれぞれについて、リアクタンス成分が0になるように、CPWの幅 ( $W_{CPW}$ ) とギャップ ( $G_{CPW}$ ) を固定したまま長さ ( $L_{CPW}$ ) を変えていき、形状を決定した。

#### 2-2. 検出器の作製

所望の周波数に合うように大きさを決定した後、Au/YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> (YBCO) / 双晶 MgO 薄膜 (各層の厚さは 50 nm, 100 nm, 0.5 mm) を使用して、検出器の作製を行った。加工は、フォトリソグラフィでパターンニングした後、アルゴンイオンエッチングと紫外線レーザーにより行った。

#### 2-3. 検出器の評価

始めに、検出器をパルス管冷凍機により 30 K まで冷却した。その後、検出器の電力応答を調べるために、照射する高周波の周波数を固定し、電力を変化させて電流 ( $I$ ) - 電圧 ( $V$ ) 特性を測定した。また、検出器の周波数応答を調べるために、照射する高周波の電力を固定し、周波数を変化させて  $I$ - $V$  特性を測定した。

### 3. 実験結果および考察

Fig.1 は、0.2 THz 用に作製した検出器の外観であり、黒、灰、白色の部分、それぞれ、YBCO, Au, MgO である。

照射する高周波の周波数を 195 GHz に固定して、発振器の出力を 0 ~ -10 dBm で変化させたときの、 $I$ - $V$  特性を Fig.2 に示す。ここでは、各出力の特性が 500  $\mu$ V ずつずらして表示してあり、高周波の照射により、シャピロステップの発生が確認できた。したがって、良好な応答が得られていると判断できる。また、発振器の出力によって、シャピロステップが消失していく様子や、0次ステップの最大電流 ( $I_c$ ) が変化していく様子も確認できた。

発振器の出力を -6 dBm に固定して、照射する高周波の周波数を 185 ~ 205 GHz で変化させたときの、 $I$ - $V$  特性を測定したところ、Fig.3 に示すように、周波数によって  $I_c$  の値が変化す

る様子が確認された。 $I_c$  の値が最小になる周波数が共振周波数であると考えられるが、測定結果では 192 GHz 付近であるため、設計値とのずれが生じてしまっている。今後の課題として、設計や加工を再検討し、最適化を行っていくことが必要であると考えている。

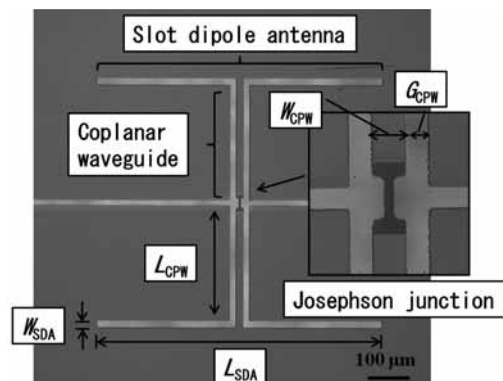


Fig. 1 High- $T_c$  superconducting detector for 0.2 THz

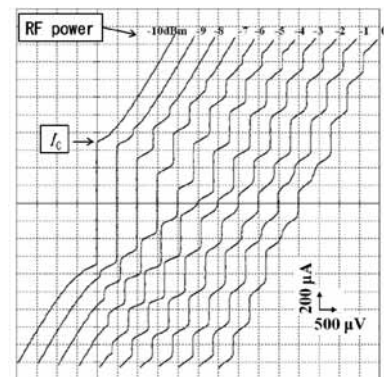


Fig. 2 Current-voltage characteristic for different RF power (at 30 K)

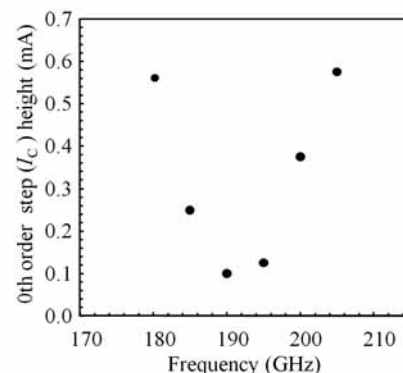


Fig. 3 Current-voltage characteristic for different frequency (at 30 K)



# HTS-rf-SQUID を用いた超低磁場 1 次元 MRI に関する研究

## 1D MRI measurements using ULF-MRI system with HTS-rf-SQUID

福元 翔平, 勝行 広, 鈴木 美帆, 森田 遼介, 長沼 悠介, 廿日出 好, 田中 三郎 (豊橋技科大)

FUKUMOTO S., KATSU Y., SUZUKI M., MORITA R., NAGANUMA Y., HATSUKADE Y., TANAKA S. (TUT)

E-mail: S083833@edu.imc.tut.ac.jp

### 1. 緒言

NMR は分子の組織や構造に関する情報を得ることができ、化学、生物学、薬学など広い分野で用いられる分子構造解析法である。NMR の応用技術の 1 つに、体内に多く存在するプロトン  $^1\text{H}$  に静磁場と勾配磁場を与えることによって得られる NMR 信号からプロトン強度分布を画像化する MRI がある。従来の MRI では数 T 以上の静磁場を発生する超伝導磁石をベースとしており、更なる高感度、高分解能を得るため、より強い 7T の静磁場を用いる MRI の開発が進められている。一方、近年、超伝導磁石を常温磁石に置き換えた  $\mu\text{T}$  オーダーの超低磁場 MRI に注目が集まっている[1,2]。超低磁場 MRI では、共鳴周波数が数 kHz の低周波数となるため、通常の誘導コイルでは感度が不足する。このため感度が周波数に依存しない高感度な SQUID 磁気センサが用いられている。また、低磁場による微弱なプロトン核磁気モーメントを増大するため、 $90^\circ$  パルスの役割も果たす分極 DC パルス磁場を用いた方法が提案されている。このような超低磁場 MRI は、従来技術よりもシンプルなシステムとなるため低コスト化、オープンな環境での使用、可搬性などのメリットが見込まれ、S/N 向上によりその実用化が期待されている。

そこで我々は、取り扱いが容易かつ高感度な HTS-rf-SQUID を用いた超低磁場 NMR/MRI システムの試作を行ってきた。今回、勾配磁場を印加するための勾配磁場コイルをシステムに導入し、水を区分けしたサンプルから 1 次元 MRI スペクトルを取得した。

### 2. HTS-rf-SQUID を用いた超低磁場 MRI システム

本研究で試作した超低磁場 MRI システムは、基板共振型 HTS-rf-SQUID マグネットメータとクライオスタット、SQUID エレクトロニクス、常温のヘルムホルツ型静磁場コイル、ソレノイド型分極磁場コイル、勾配磁場コイル、遅延パルス発生器、電流源、スペクトラムアナライザなどから構成される (Fig.1)。SQUID やコイルなど装置の一部は磁気シールドルーム内に設置した。図に示すように静磁場  $B_m$  ( $\sim 50\ \mu\text{T}$ ) を印加する方向を  $z$  方向とし、これに垂直な分極磁場  $B_p$  ( $\sim 40\text{mT}$ ) を印加する方向を  $y$  方向とすると、両者に対して垂直な磁場成分  $B_x$  を計測するように HTS-rf-SQUID を設置した。サンプル瓶 (容量 20ml) は分極磁場コイルの中に設置したため、SQUID とサンプル表面間のリフトオフは約 20mm となった。勾配コイルは、サンプル瓶付近の  $z$  方向の磁場に対して、 $xyz$  3 方向の勾配  $dB_z/dx$ ,  $dB_z/dy$ ,  $dB_z/dz$  を与える 2 個のゴーレイコイルと 1 個のマクスウェルコイルから構成される。ここでは遅延パルス発生器を用いて、Fig.2 に示すような自由誘導減衰 (FID) 信号を発生・計測するシーケンスを用いた。図に示すように、 $B_p$  をオフした直後に SQUID をロックし、発生する FID 信号を計測する。計測された FID 信号はスペクトラムアナライザにて高速フーリエ変換され、NMR スペクトルが記録される。本装置の磁場感度は約  $90\text{fT}/\text{Hz}^{1/2}$  である。

### 3. 一次元 MRI 信号計測実験

上記装置により、水を二つに区切った円筒状のサンプルから、それぞれの水の位置情報を含んだ NMR 信号が得られるかを実験により調べた。45  $\mu\text{T}$  の静磁場  $B_m$  (ラーモア周波数  $f_L$  は 1908Hz) に加え、32mT の分極磁場  $B_p$  を 5s 印加してオフした後、プロトンの NMR 信号を勾配磁場有りとなしの場合について計測した。結果を Fig.3 に示す。勾配磁場を印加しない場合は 1912Hz に一つのピークを持つ NMR 信号が測定さ

れたのに対し、勾配磁場をかけた場合は、勾配磁場強度と分割した水の位置に対応する、二つのピークに分裂した NMR 信号が得られた。また、磁場勾配を変化させたときのピーク間周波数差と信号強度を調べたところ、磁場勾配を増加させると、ピーク間の周波数差  $\Delta f$  は比例して大きくなった。一方、信号強度は指数関数的に減少した。以上より、HTS-rf-SQUID を用いた超低磁場 MRI システムを用いて、プロトン強度分布を示す 1 次元 MRI 信号を得ることができることが示された。

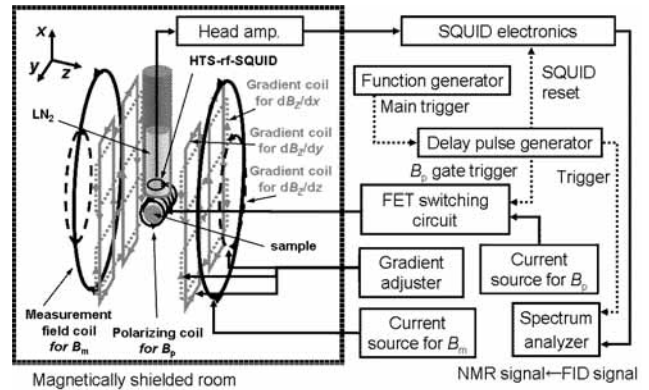


Fig.1 Schematic diagram of ULF-SQUID-MRI system.

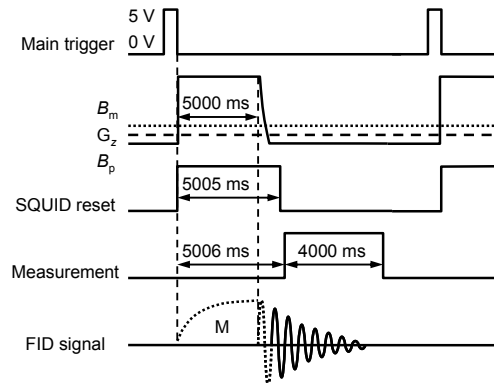


Fig.2 Typical pulse sequence for ULF-NMR/MRI data acquisition.

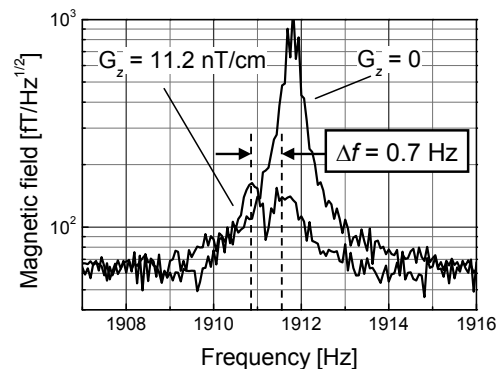


Fig.3 Measured spectra with  $G_z$  gradient of 11.2 nT/cm and without gradient.

### 参考文献

- [1] R.McDermott, et al.: Science, Vol. 295 (2002) p.2247
- [2] Y.Zhang, et al.: Appl. Phys. Lett., Vol. 90 (2007) p.182503

# HTS-SQUID グラジオメータを用いた丸打 CFRP の非破壊検査に関する研究

## Nondestructive inspection of braided CFRP using HTS-SQUID gradiometer

新山 陽平, 廿日出 好, 田中 三郎(豊橋技科大); 高井 由佳, Mohamed S. A.-Hassan, 仲井 朝美, 濱田 泰以(京都工芸繊維大)  
SHINYAMA Y., HATSUKADE Y., TANAKA S. (TUT); TAKAI Y., S.A.-HASSAN Mohamed, NAKAI A., HAMADA H. (KIT)  
E-mail: hatukade@ens.tut.ac.jp

### 1. 緒言

近年、比強度や比剛性の高い炭素繊維を丸打状に組み込んだ編物を用いる Braided Carbon Fiber Reinforced Plastics (以下 BCFRP) が開発されている[1]。BCFRP は繊維束(バンドル)が途切れず繋がっているため、連続していない繊維の編込みを積層した従来の CFRP よりも引張強度などに優れ、設計の自由度も高い。このため、多機能性材料として航空宇宙産業や建設産業などへの応用が期待されている。

組物 CFRP の力学的特性は破壊検査により調べられているが、実用化に際しては非破壊検査が必要となる。CFRP の破壊特性は荷重を支える繊維によって主に決定されるため、非破壊で繊維の状態を測定できる手法が必要となる。しかし、炭素繊維のバンドル幅は通常数 mm であり、高い空間分解能が要求される。一方、我々はこれまでに高い空間分解能を持つ高感度磁気センサ HTS-SQUID を用いた電流注入法による材料の非破壊検査の研究を行ってきた[2]。この手法は、小型 HTS-SQUID グラジオメータを用いて導電性サンプルに印加した電流の分布を測定・可視化する手法である。本研究では BCFRP に対してこの検査方法を適用することで、炭素繊維のバンドルを流れる電流の分布を可視化して、バンドルの健全性を評価できるかどうかを明らかにすることを目的とした。

### 2. BCFRP サンプル内の電流分布可視化実験

今回、サンプルとして 48 本の炭素繊維の束(東レ T-700 12k)を  $\pm 45^\circ$  の角度で円筒形に組んだものを押しつぶしてエポキシ樹脂(JER828)で固めた組物 CFRP 板材を用意した。サンプルは長さ 307 mm、幅 32 mm、厚さ 1.5 mm、パッキングファクター約 63%、長手方向の電気抵抗  $0.32 \Omega$ 、バンドル幅 2 ~ 2.2 mm である。サンプル両端に電極を設置し、7mA、800Hz の電流を印加し、HTS-SQUID グラジオメータを用いた Fig.1 に示す非破壊検査装置を用いて、サンプルから 2mm 離れた  $xy$  平面上の磁場勾配分布  $dB_z/dy$  および  $dB_z/dx$  を計測した。磁場勾配  $dB_z/dy$ 、 $dB_z/dx$  はサンプル内電流密度  $J_x$ 、 $J_y$  と比例関係に近似できるため、勾配分布からサンプル内電流分布を可視化した。次に、サンプルの長手方向中央端で、一つのバンドルに長さ 1mm の切れ込みを作り、一つのバンドルだけ連続性を断った状態とし、上記と同様の条件で電流分布を計測した。最後に、サンプル長手方向両端を全て切断して全てのバンドルの連続性を断ち、同様に電流分布を計測した。そしてこれらの結果の比較を行った。

### 3. 実験結果

実験結果を Fig.2 に示す。ここではサンプルの写真を一緒に示しており、バンドルの一部切断、および両端切断位置も示した。Fig.2(a)に示すように、健全なサンプルでは、長手方向両端に右方向の大きな電流密度分布が見られ、サンプル中央付近の電流分布はおよそ一緒になった。一方、Fig.2(b)に示すように、サンプル端で連続性を断たれたバンドルを有するサンプルの場合、切断部両側の切断バンドルに沿って電流密度が低い分布が現れた。この結果から、電流は  $\pm 45$  度に配向するバンドル内を連続的に端から端まで流れ、バンドルの連続性が断たれた部分では電流がほとんど流れないことが示唆された。また、切断部から離れた位置の切断バンドルには電流が流れていることが示されており、電流はバンドル内のみを流れるのではなく、切断されたバンドルから接触している他のバンドルに流れ込むことが示唆された。一方、Fig.2(c)に示す両端で全てのバンドルの連続性が断たれたサ

ンプルでは、(a)に現れていた両端における高い電流密度が見られず、電流がサンプル中央を主に流れている。中央の電流分布が不均一で、斜め方向へのベクトルを有することから、バンドルの連続性が全て断たれた場合、電流は  $\pm 45$  度のバンドルに沿って右に流れるが、両端付近で接触抵抗の低い別のバンドルに流れ込むことが示唆された。これらの結果より、HTS-SQUID グラジオメータを用いた本検査法により、BCFRP の繊維束健全性の評価が行える可能性が示された。

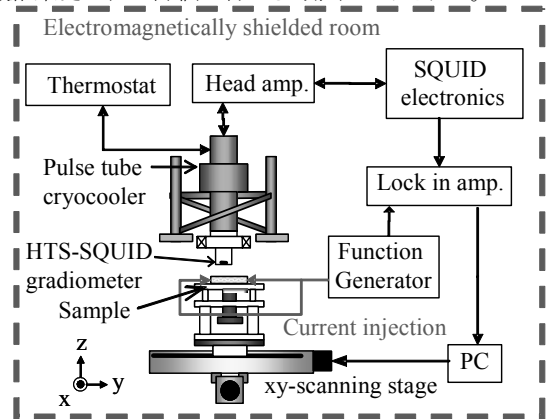


Fig.1 Schematic diagram of HTS-SQUID-NDE system

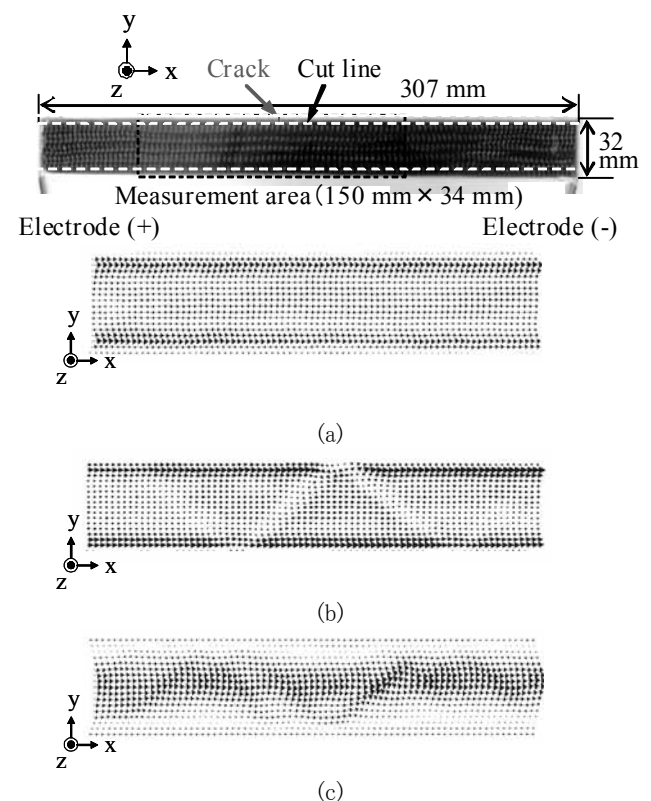


Fig.2 Experimental results. (a) Without defect (b) With crack on edge center (c) With cut edges.

### 参考文献

- [1] A.Fujita, et al., Journal of Reinforced Plastics and Composites **13** (1994) 740.  
[2] H.Hatsukade, et.al, IEEE Trans. Appl. Supercond. **13** (2003) 207.