コルゲート管内における液体窒素気液二相圧力損失 Pressure drop of vapor-liquid nitrogen flow in a corrugated pipe

<u>太田 純平</u>,大平 勝秀,宮田 一司,高橋 幸一 (東北大 流体研); 小林 弘明、田口 秀之 (宇宙航空研究開発機構);青木 五男 (ジェック東理社) <u>OTA Jumpei</u>, OHIRA Katsuhide, MIYATA Kazushi, TAKAHASHI Koichi (IFS, Tohoku Univ.); KOBAYASHI Hiroaki, TAGUCHI Hideyuki (JAXA); AOKI Itsuo(JECC TORISHA) E-mail: johta@luna.ifs.tohoku.ac.jp

1. 緒言

宇宙航空研究開発機構(JAXA)が開発を進めている 巡航速度マッハ5の極超音速旅客機は、エンジン内に液 体水素を冷媒とする熱交換器を搭載し、1000 K 以上の流 入空気を冷却する[1]。熱交換器内で液体水素は容易に沸 騰し、流動の不安定な気液二相流となるが、極低温流体 の気液二相流動・伝熱に関する研究は十分でない[2]。コ ルゲート管は極低音時の配管収縮の吸収に用いられるが、 極低温流体および気液二相流の流動特性に関する研究は 少ない。本研究では、コルゲート管内を流動する液体窒 素気液二相流の圧力損失に関する実験結果を報告する。

2. 実験装置

実験装置は、ランタンク、予熱部、供試体であるコル ゲート管、可視化部、キャッチタンクからなる。予熱部 で気液二相流のクオリティを制御し、コルゲート管にお いて圧力損失を計測した。可視化部では、高速度カメラ による流動様相の観察および静電容量変化によるボイド 率測定を行った。実験条件を表1に、使用したコルゲー ト管の詳細を図1に示す。

3. 結果と展望

図2に非加熱条件における液単相流の管摩擦係数と レイノルズ数の関係を示す。実験結果はDanielsの実験曲 線[3]と良く一致(±20%程度)するが、管摩擦係数はレ イノルズ数の累乗に比例する傾向が見られた。図3に、 加熱後の気液二相条件における結果の一例として、予熱 部熱流束10kW/m²、ランタンク圧力0.11 MPaの場合の各 流動における流速、圧力損失、流動様相を示す。圧力損 失について、McAdamsの均質流モデルは実験値と比べて 0~30%低く、Chisholmの分離流モデルは0~30%程度高 い値を示した[4][5]。今後は形状の異なるコルゲート管を 用いて実験を行い、管形状が及ぼす影響について考察を 行う。

参考文献

- H. Kobayashi et al., "Development of a Hypersonic Turbojet Engine Controller Designed for a Flight Experiment", JAXA-RR-08-012 (2009).
- [2] K. Ohira et al., "Heat transfer characteristics of boiling nitrogen flow in a horizontal square pipe", Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 89(2014), p. 187.
- [3] C.M.Daniels et al., "Determining pressure drop in FLEXIBLE METAL HOSE", MACHINE DESIGN, Nov.25 (1965), p. 187-188.
- W.H. McAdams et al., "Vaporization inside horizontal tubes II-benzene-oil mixtures", Trans. ASME, Vol. 64(1942), p. 193-200.
- [5] D. Chisholm et al., "A theoretical basis for the Lockhart-Martinelli correlation for two-phase flow", Heat and Mass Transfer, vol. 10 (1967), p. 1767-1778.

Table 1 Test conditions.



Fig. 2 Friction factor vs. Reynolds number in unheated liquid flows.



Fig. 3 Comparison of experimental data with predicted values for two-phase pressure drop per unit length.

水平三角形管内を流動するスラッシュ窒素の圧力損失特性 Pressure Drop Characteristics of Slush Nitrogen in Horizontal Triangular Pipes

黒瀬 築, 奥山 惇, 齋藤 悠太郎, 高橋 幸一, 大平 勝秀(東北大 流体研);青木 五男(ジェック東理社) KUROSE Kizuku, OKUYAMA Jun, SAITO Yutaro, TAKAHASHI Koichi, OHIRA Katsuhide (Institute of Fluid Science, Tohoku Univ.); AOKI Itsuo (JECC TORISHA) E-mail: kurose@luna.ifs.tohoku.ac.jp

1. 緒論

水素エネルギーの有効利用を目的として、極低温スラッシュ流体(液体中に同成分の固体粒子が混在する極低温流体) の研究を行っている.スラッシュ流体は、液単相と比較して、 固体粒子の存在による高密度化、融解熱によるボイルオフ抑 制などのメリットがある.

本研究室では、スラッシュ水素を利用した高効率水素エネ ルギーシステム[1,2]を提案している.本研究は、このシステム の実用化に向けて、正三角形流路を流れるスラッシュ窒素の 流動特性の把握を行った.三角形管は断面積が等しい円管 と比較して、伝熱面積が大きく、集積性が高いという特徴があ る.本発表では、水平三角形管内を流動するスラッシュ窒素 の圧力損失特性について報告する.

2. 実験装置および実験条件

装置は主に、スラッシュ窒素を製造するランタンク、データ を計測するテストセクション、流動後の流体を貯蔵するキャッ チタンクから成る.流速と固相率は、ランタンク内の静電容量 型液位計および静電容量型密度計によりそれぞれ計測した.

Fig. 1 にテストセクションの詳細を示す. テストセクションは, 無酸素銅製(肉厚 1.2 mm)で, 流路断面は一辺 20 mm の正 三角形であり, 3 種類の姿勢でそれぞれ実験を行った. 圧力 取出し口を 550 mm 間隔で設置し, この区間の圧力損失を測 定した. また, 装置は真空断熱を施している.

実験条件は, 平均流速 0.3-4.2 m/s, 質量固相率 7-20 wt.%である.

3. 実験結果および考察

Fig. 2 に平均流速に対する単位長さ当たりの圧力損失を, 各タイプをパラメータとして示す. 図中,実線はサブクール液 体窒素の実験結果から得られた最小二乗近似値であり,点 線はブラジウスの式による計算値である.

Fig. 2 より, Type-A では平均流速が約 1.8 m/s 以上, Type-B, Type-C では約 1.6 m/s 以上で, スラッシュ窒素の圧 力損失がサブクール液体窒素よりも小さくなる圧力損失低減 が発生していることが分かる.

また,液体窒素(63.15K)の粘性係数 µ 」と2 種類の固液二 相流のみかけの粘性係数 µ _{st}を用いて,結果を整理した.

Fig. 3 に, Type-A での, 粘性係数に液単相の値を用いた スラッシュレイノルズ数と管摩擦係数の関係を示す. スラッシュ レイノルズ数と管摩擦係数はそれぞれ以下の式(1), 式(2)か ら算出した.

$$Re = \frac{\rho_{SL} U_m D}{\mu_{SL}} \tag{1}$$

$$\Delta P = \lambda \cdot \frac{\rho_{SL} U_m^2}{2} \cdot \frac{L}{D}$$
⁽²⁾

ここで, ρ_{st}はスラッシュ窒素の密度, D は水力直径, L は管 長である.

Fig. 3 より, 固相率に関わらず, 実験値を(3)式で, 標準偏差 6.3%以内で結果を整理できた.

$$\lambda = \frac{5.131}{\sqrt{Re_{SL}}} \tag{3}$$

Type-A では、粘性係数に液単相の値を用いたとき最もよ く実験値を整理できた.この結果は、内径 15 mm の円管 において、実験値を最も良く整理した見かけの粘性係数 [1]とは異なる.これは円管と三角形管の断面形状の違い に起因して圧力損失特性に違いが現れたと考えられる.







Fig. 2 Pressure drop vs. mean velocity of slush $\ensuremath{\text{N}}_2.$



Fig. 3 Slush Reynolds number vs. friction factor of slush $\rm N_2$ in Type–A.

参考文献

- 1. K. Ohira: Cryogenics Vol. 51 (2011), pp. 389-396.
- K. Ohira: "Chapter 5. Slush Hydrogen Production, Storage and Transportation" in "Handbook of Hydrogen Energy Vol.2", Woodhead Publishing (2014). (to be published)

— 208 —

気泡収縮過程の可視化から求めた微小重力中の He II-vapor 界面の熱輸送

Study of Heat transport across He II-vapor interface based on the visualization results of bubble shrinking under microgravity condition

<u>高田 卓</u>(核融合研);木村 誠宏(高エネ研);村上 正秀(筑波大);岡村 崇弘(高エネ研) <u>TAKADA Suguru (NIFS)</u>; KIMURA Nobuhiro (KEK); MURAKAMI Masahide (U. Tsukuba); OKAMURA Takahiro (KEK); E-mail: takada.suguru@LHD.nifs.ac.jp

1. 研究背景

超流動ヘリウム (He II) を微小重力空間で使用する際を 考慮するうえで、気液界面を横切る熱輸送能力について の研究は重要である。これまで、我々のグループでは、 落下塔を使用した微小重力環境を利用して、He II 中にヒ ータ加熱による単気泡を生成する実験を行いその気泡成 長を観察してきた¹⁾。本報告では、こうした実験の中で行 った微小重力下でヒータによる加熱を中断し、気泡収縮 に転じる過程を観察した実験結果を取り上げ考察する。

2. 実験方法

微小重力下において、小型の窓付き超流動クライオスタ ット¹⁾内に水平に設置した直径 50μm 長さ 2 mm 程度の極 小マンガニン細線ヒータを水平に設置し、通電すること で沸騰を引き起こし球状の単気泡を作った後、通電を停 止し、気泡が収縮消滅に至るまでの様子をハイスピード カメラで撮影した。 照明は LED 光源による拡散光では あるがテレセントリックレンズを使用している為、平行 光で撮像するシャドウグラフ法のように密度に高い感度 を持つ撮影が可能になっている。

微小重力環境については、産業技術総合研究所北海道セ ンターの微小重力落下塔を使用した。微小重力環境 1mG 程度を実現できる時間は 約1.4 秒間である。落下開始 0.1 秒後から定電流モードで通電を開始し、0.4 秒間通電後に 停止した。

気泡体積の算出方法は、まず撮影された画像で気泡投影 面積を測定し、投影面が理想的な球形であると仮定して 直径を算出、その直径を使って完全な球を仮定して気泡 体積を求めている。

3. 実験結果と考察

代表的な気泡の収縮の推移を Fig.1(a)-(c)に示す。イメージは約20x20 mmの領域を撮影している。気泡はおおよそ球形を保ちながら収縮していき、どちらかに数 mm 程度流れて消滅に至る。こうした消滅の様子は、地上重力においては、気泡が小さく、気泡消滅までのスピードも速いために実現しない。微小重力環境を使った本実験で初めて可能になったものである。

この収縮から消滅までの気泡サイズの時間変化をグラフにすると Fig.2 のようになる。Fig.2 は、気泡消滅の瞬間を 0 秒として、気泡消滅までの時間と気泡体積プロットしたものである。どういった気泡成長を経験したかに関わらず収縮過程においては、各ケース共に気泡径と時間の関係は非常に近い値を取る。

こうして求めた気泡サイズの時間変化を微分して算出 された体積変化がすべて凝縮の結果であるとの仮定を元 に、計算された気液界面から運ばれた熱流束が Fig.3 のよ うになった。ここで、実験値に比較して示した曲線は気 体分子運動論の議論を元にした気液界面を貫く非定常熱 輸送方程式に近似を施した下記の式を使用した。

$$q_{i} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left(-2\sqrt{\pi} \left(\frac{1-0.4\beta}{\beta} \right) j + \left(\frac{4\sigma}{D} \right) \sqrt{2RT_{i}} \right)$$
(1)

 β は expansion rate *j* は mass flux, σ は表面張力 *D* は気泡直 径, R はヘリウムの気体定数, *T_i* は気液界面の温度を示す。 こうした計算結果と測定データを元にした潜熱輸送の計 算結果(Fig.3 測定点)が非常に近い値を示す。式(1)に よる計算結果との差異は気泡径が小さくなるほど小さく なる。気泡径の大きなときに見られる比較的大きな差異 は、気泡内部の温度が飽和蒸気圧温度よりも高いために 計算に使われた密度が実際よりも小さいこと、気泡収縮 がガスの熱収縮によっても起こることの 2 つの要因によ るものと考えられる。



Fig.1 A typical series of pictures of single bubble shrinking in He II under microgravity at 1.9 K (a) 0.104 s (b) 0.208 s (c) 0.312 s after the heater turning off





Fig.3 Estimation of heat flux at He II-vapor interface at 1.9K

4. まとめ

微小重力下で実験を行うことで観測が可能になった He II 中の気泡収縮の可視化データを用いて、気泡体積の凝縮 による収縮速度を測定し、He II-vapor 界面の熱輸送を算 出した。この結果、この気液界面を貫く熱流束が He II 中 にあっても古典理論である気体分子運動論で解説される 気液界面の熱輸送こそが支配的であることが見いだされ た。

参考文献

1. <u>S.Takada</u>, N. Kimura, et al, Adv. in Cryo. Eng. vol.59A (2014)p.292-299

水素流路中心の垂直発熱線における DNB 熱流束 DNB Heat Flux on a Vertical Wire in Liquid Hydrogen Flowing in Annulus

塩津 正博, 白井 康之, 堀江 裕輝, 米田 和也, 松澤 崇之(京大); 達本 衡輝(原子力機構); 畑 幸一(京大)

小林 弘明, 成尾 芳博, 稲谷 芳文(JAXA)

<u>SHIOTSU Masahiro</u>, SHIRAI Yasuyuki, HORIE Hiroki, YONEDA Kazuya, MATSUZAWA Takayuki (Kyoto Univ.); TATSUMOTO Hideki (JAEA); HATA Koichi (Kyoto Univ.); KOBAYASHI Hiroaki, NARUO Yoshihiro, INATANI Hirohumi (JAXA) E-mail: shiotsu@pe.energy.kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

狭いギャップの流路内における沸騰熱伝達とDNB熱流束 の理解は、液体水素冷却超電導機器のクエンチ時の安全解 析や設計に重要である。本報では、直径8 mmの液体水素流 路中心に支持した1.2 mm 径 PtCo 発熱体における DNB 熱流 束をサブクール度や流速を変えて測定して各パラメータの影 響を明らかにし、等価直径の類似な円管発熱体の結果との比 較検討を行った。

2. 試験発熱体

実験装置や実験方法の詳 細は既に報告した[1]ので 省略する。試験発熱体は、直 径 D_2 =1.2 mm,長さ120 mm のPtCo(0.5 wt.%)合金線で、 Fig.1 に示すように FRP ブロッ クを貫通する内径 D_1 =8.0 mmの流路中心に支持されて いる。このブロックを試験槽内 トランスファーチューブー端に 垂直に支持し発熱体を直流 電流加熱した。電気抵抗変化 から発熱体平均温度を測定した。



Fig.1 Test heater block.

3. 実験結果と考察

実験は圧力0.4, 0.7, 1.1 MPa, サブクール度0から8 K, 流 速を 0.3 m/s から 10 m/s まで変えて行った。発熱率を指数 関数状($Q = Q_e^{t/\tau}$) に $\tau = 10.0$ s でゆっくり連続的に上昇 させ核沸騰領域から離脱する点の熱流束(DNB 熱流束)を求 めた。Fig 2.は代表的 熱伝達経過をしめす。縦軸は熱流束 q,横軸は発熱体表面温度の入り口液温からの上昇分 ΔT_L で ある。AB は非沸騰域 BC は核沸騰域、C は DNB 点で以後急 激に温度上昇して膜沸騰にいたる。非沸騰域の熱伝達は流 速が大きいほど良く、水力的等価直径 $D_w(=D_1 - D_2)$ を代表 長さとした Dittus Boelter 式の値と殆ど一致している。核沸騰 熱伝達は流速が変わっても殆ど変わらない。

Fig. 3 は、0.7MPa の DNB 熱流束と流速の関係をサブクール度をパラメータとして示す。各流速のデータは、流速 2 m/s 程度以下の勾配の急な部分とそれ以上の勾配の緩やかな部分からなっており、流速やサブクール度が大きいほど DNB 熱流束は大きい。流路の長さ及び D_w が本実験($D_w = 6.8$)とほぼ等しい内径 6 mm の円管発熱体(長さ 100 mm)における DNB 熱流束をFig. 3 上に比較のため本実験と比較してしめす。各サブクール度のデータ共本実験の方が大きい。

DNB 熱流束には、流路出口のボイド率やサブクール度が 影響する。流路断面積は等価でも、本実験の方が加熱面積 が小さいことから、同一流速に対するDNB熱流束が大きくなる と考えられる。筆者等(2)は、加熱垂直円管内の飽和沸騰 DNB 熱流束表示式として次式を提示している。

$q_{DNB} = Gh_{fg}$	$f_{g}(\rho_{v} / \rho_{l})^{0.43} (L / D)^{-0.35} F_{b}$	(1)
	TT 0.45 0.004 = 0. TT . TT	(0)

$F_b =$	$= 0.32We^{-0.43} + 0.0017$	for	$We \ge We_b$	(2)
_	a = a = a + a + a = 0.45	~	*** ***	(2)

$$F_{b} = 0.038(L/D)^{-0.45}$$
 for $We < We_{b}$ (3)

$$0.32We_b^{-0.45} + 0.0017 = 0.038(L/D)^{-0.45}$$
(4)
We = G²D/($\rho_i \sigma$), D, L: 円管内径と長さ、G: 質量流量。

そこで、(1),(3)式の *Dを*加熱等価直径 $D_{H} = (D_{1}^{2} - D_{2}^{2})/D_{2}$ で、*We* 式の *DをD*_wで置き換えた式と圧力 0.4, 0.7, 1.1 MPa の飽和沸騰 DNB 熱流束とを比較しFig.4 に示す。実験結果は 大略記述されているが、さらに次式のように修正すると良い一 致が得られた。

$$F_b = 0.29We^{-0.45} + 0.001 \tag{5}$$

サブクール沸騰DNB表示式についても今後検討する。

- Y. Shirai et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol.81 (2009) p.64.
- [2] H.Tatsumoto et al.: Adv. in Cryo. Eng., 59A (2014) p.403.



Fig.2 Typical heat transfer processes for various flow velocities.



Fig. 3. DNBheat flux versus flow velocity with liquid subcooling as a parameter. Comparison with the results for a round tube.



Fig. 4. Comparison of the DNB heat flux for the wire inserted into the pipe with the authors' equations.

強制対流下におけるサブクール液体水素の過渡熱伝達特性 Transient heat transfer from a wire inserted into a vertically mounted pipe to forced-flow subcooled liquid hydrogen.

<u>達本 衡輝</u>(原子力機構);白井 康之,塩津 正博,堀江 裕輝,米田 和也,松澤 崇之(京大); 小林 弘明,成尾 芳博,稲谷 芳文(JAXA)

TATSUMOTO Hideki (JAEA); SHIRAI Yasuyuki, SHIOTSU Masahiro, KOBAYASHI Hiroto, YOSHIKAWA Kotaro, HORIE Yuuki, YONEDA Kazuya, MATSUZAWA Takayuki (Kyoto Univ.); KOBAYASHI Hiroaki, NARUO Yoshihiro, INATANI Yoshifumi (JAXA) E-mail: tatumoto@post.i-parc.jp

1. はじめに

液体水素は、高い熱伝導率や比熱を有するため、高温超伝導機 器の冷媒として期待されている。高温超伝導導体の冷却設計や安定 性評価に必要不可欠な液体水素の強制流動下における過渡熱伝達 特性を把握するために、本研究では、CICC 導体のような直接冷却 方式の超伝導導体を模擬した供試体を用いて、指数関数状に上昇 発熱を与えた場合の 20.9 K のサブクール液体水素(0.4MPa と 0.7MPa)の強制対流過渡熱伝達特性を測定した。

2. 供試体

装置や実験方法の詳細は既に報告している[1]。内径 8 mm、全長が 120 mm の FRP 製流路の中心軸に沿って、直径(*d*) 1.2mm、加熱長さ 120 mm の PtCo 製ワイヤヒーターを設置した。この供試体は、実験槽内のトランスファーチューブの一端に接続し、垂直に支持した。圧力 0.4 MPa、0.7 MPa の条件下で温度 20.9 K のサブクール液体水素を強制流動させ、この PtCo ワイヤを指数関数状の発熱率 $Q = Q_0 exp(t/t)$ で直流電流加熱し、上昇周期tを変化させて過渡熱伝達特性を測定した。発熱体平均温度は、PtCo ヒーターの電気抵抗変化から測定し、発熱体表面温度は、平均温度の垂直軸方向分布を無視して、その平均温度と発熱率から半径方向の熱伝導方程式を解いて求めた。

3. 実験結果と考察

Fig.1 に圧力0.4MPaおよび0.7MPaの条件下においてサブクール 液体水素(入口液温:20.9 K)を強制流動させた場合の定常熱伝達特 性結果を示す。0.4 MPa と 0.7 MPa の場合で、定常限界熱流束 (CHF) q_{st} はほとんど同じである。また、CHF は流速が1 m/s 付近を境 に流速の依存性が大きく変化する。

Fig.2 に0.4 MPaにおける過渡CHF(q_{α})の τ 依存性を示す。 $\tau > 1s$ では、過渡 CHF は加熱速度の影響はなく、ほぼ一定であり、定常状態とみなせる。 $\tau < 1s$ では、 τ の減少(加熱速度を速くする)とともに、過渡 CHF は増加し、 τ が同じ場合、流速が速い方が過渡 CHF は大きい。Fig.3 に0.7 MPaにおける過渡 CHF(q_{α})の τ 依存性を示す。0.4 MPa の場合と同様に、 $\tau < 1s$ で τ が短くなると q_{α} は単調増加しており、サブクール液体水素による強制冷却の場合、液体窒素の浸漬冷却で報告[2]されているような核沸騰域がなく、膜沸騰へ直接遷移することによる過渡 CHF の急激な減少はないことが明らかになった。また、圧力が低い方が、 τ の減少に伴う過渡 CHF の増加傾向は大きくなるように見える。

過渡 CHF(q_{α})を定常 CHF(q_{st})からの上昇分 (q_{α} - q_{st}) として整理 した結果を Fig.4 に示す。 $\tau < 0.5 \text{ s}$ の領域で、 q_{α} - q_{st} は、流速にほ とんど依存せず、 $\alpha \tau^{-05}$ で表されることがわかった。その係数 α は、圧力が低い方が大きくなっている。

謝辞

この研究の一部は、JSPS 科研費(25289047)の補助を受けた。

- [1] H. Tatsumoto, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 81 (2009) p.65
- [2] A.Sakurai et al; Cryogenics, Vol.32 (1992) p.421



Fig.1 Steady-state critical heat fluxes, q_{st} , at P = 0.4 and 0.7 MPa











Fig.4 Effect of exponential period on increment of transient CHF from steady-state CHF.

液体水素流路内の円柱発熱体における超臨界圧下での強制対流熱伝達

Forced flow heat transfer from a cylinder set in vertically-mounted pipe to supercritical hydrogen

<u>堀江 裕輝</u>, 白井康之, 塩津 正博, 松澤 崇之, 米田 和也(京大); 達本 衡輝(原子力機構); 成尾 芳博, 小林 弘明, 稲谷 芳文(JAXA)

HORIE Yuki, SHIRAI Yasuyuki, SHIOTSU Masahiro, MATSUZAWA Takayuki, YONEDA Kazuya(Kyoto-Univ.); TATSUMOTO Hideki (JAEA); NARUO Yoshihiro, KOBAYASHI Hiroaki, INATANI Yoshifumi (JAXA)

E-mail: horie@pe.energy.kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

液体水素冷却高温超電導機器を設計する際に、液体水素の熱伝達特性を把握することは重要である。本研究では円管 流路の中心に PtCo 合金発熱体を支持することで CIC 導体を 模擬した試験体を用いて、超臨界圧力下(P=1.5 MPa)での 液体水素強制対流熱伝達特性を測定した。

2. 試験体

実験装置や実験方法の詳細は既に報告しているので省略 する[1]。直径 d1.2mm、長さL120mm および 54.5mm のPtCo ワイヤー発熱体をそれぞれ流路径 8.0mm および 5.7mm の垂 直支持 FRP 製円管流路の中心軸に沿って設置した。これら の試験体を実験槽内トランスファーチューブの一端に接続し、 発熱体を直流通電加熱した。電気抵抗変化から試験体平均 温度を測定し、試験体表面温度は、測定した試験体平均温 度と発熱率から半径方向の熱伝導式を解いて求めた。



3. 実験結果と考察

発熱率を指数関数状 ($Q = Q_0 exp(t/\tau)$ 、 $\tau = 5.0 s$)に上昇 させ、圧力 P=1.5 MPa、入口液温 $T_B=21$ K の条件下で流速 が 1.0~12.5 m/s の範囲内の液体水素強制流動下における 熱伝達特性を測定した。

Fig.2 に実験結果の代表例として L = 120 mm、流速 3.5 m/s での熱伝達特性と、過去に行った超臨界圧力近傍の圧 カ P = 1.1 MPa(未臨界圧力)での実験結果を示す。横軸は発 $熱体表面温度の入口液温からの上昇分 <math>\Delta T_L$ である。擬臨界 温度 T'_{cr} 以下の熱伝達はDittus-Boelter 式[2]の予測値と良 く一致した。 T'_{cr} 以上の領域では、超臨界圧力下での熱伝達 は膜沸騰遷後の未臨界圧力下での熱伝達より大きくなった。

Fig.3 に L = 120 mm、54.5 mm の発熱体における熱伝達 係数 $h = q/\Delta T_L$ と ΔT_L の関係をそれぞれ流速をパラメータ ーとして示す。流速が大きいほど、熱伝達係数が減少し始め る時の ΔT_L 値が大きくなる。

塩津等は円管発熱体内側を流れる種々の液体について超臨界圧力下の強制対流熱伝達の表示式を報告している[3]。 $Nu = 0.023 Re^{0.8} \overline{Pr}^{0.4} F_c$ (1)

ただし

$$\begin{split} F_c &= [1.0 + 108.7 (D_e/L)^2]^{0.25} \\ & [1.0 + 0.002 (l_t/l_h) (\Delta T_L/T'_{cr})] (\rho_w/\rho_B)^{0.34} (\mu_B/\mu_w)^{0.17} \\ \hline Pr &= \bar{c}_p \mu/\lambda, \bar{c}_p &= (h_w - h_{in})/(T_w - T_{in}) \\ Fig.3 に破線で式(1)を示す。ただし、<math>D_e = ($$
水力的等価直

径)、 $l_t/l_h = ($ 水力的等価直径)/(発熱体直径)を用いた。

実験結果と表示式は良く一致しているが、L = 120 mm、 54.5 mm の発熱体それぞれについて、 $\Delta T_L = 40 \text{ K}$ 、70 K 以 上の範囲では実験結果の方が表示式より大きくなった。

- Y. Shirai, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol.81 (2009) p.64.
- 2. Van Sciver S., Helium Cryogenics, (1986) p231-238.
- 3. Shiotsu, et al.: Proc.ICEC24-ICMC2012(2012) p165-168.



Fig.2 Typical heat transfer curve in forced flow of liquid hydrogen.



Fig.3 Heat transfer coefficient of supercritical hydrogen at the pressure of 1.5 MPa and the bulk temperature of 21 K with velocity as a parameter.

ITER Nb₃Sn 線材における超電導フィラメントに生起する局所歪 Local Strain Exerted on Superconducting Filaments in the ITER Nb₃Sn Strand

<u>長村 光造</u>(応用科研); 町屋 修太郎(大同大学); ステファヌス ハルヨ(J-PARC); 中本 建志(KEK); Najib Cheggour (コロラド大学); Arend Nijhuis (トエンテ大学) <u>KOZO Osamura</u> (RIAS); MACHIYA Shutaro (Daido Univ); HARJO Stefanus (J-PARC); NAKAMOTO Tatsushi (KEK); CHEGGOUR Najib (Colorado Univ); NIJHUIS Arend (Twente Univ)

<u>E</u>-mail: kozo_osamura@rias.or.jp

1. はじめに

最近 ITER プロジェクトに使用される Nb₃Sn 線材の臨 界電流の歪依存性に関する国際ベンチマーク試験が実施 された[1]。臨界電流が極大になる印加歪の値は研究機関 が用いたホルダーの構造により異なることが明らかにさ れた。このホルダー構造依存性を議論するためには真に Nb₃Sn フィラメントに生起する局所歪を知らねばならな い。本報告では中性子回折法で求めた Nb₃Sn フィラメン トに生起する局所歪の印加歪依存性およびその解析結果 について詳述したい。

2. 実験方法

本研究で用いたブロンズ法 Nb₃Sn 線材は国際ベンチマ ーク試験に用いられたと同じ Twente 大学で熱処理された ものであった。局所歪測定は中性子回折により格子定数 変化を精密に測定する方法で J-PARC TAKUMI に装備さ れている低温引張装置を用いて実施した[2]。本装置では 線材の軸方向と横方向の歪を同時に求めることができる。 また同時に複数の回折線を測定できるので、Nb₃Sn の場合 には(210), (211), (321)回折線から歪を求めた。

3. 実験結果および考察

低温引張装置で到達最低温度まで冷却した状態で線材中のNb₃Snフィラメントに生起する熱歪(A^r_{Nb3Sn})を測定後、線材に印加歪を与え、その時の格子歪(A^{Lattice}_{Nb3Sn})を計測した。従ってNb₃Snフィラメントに生起する局所歪は

 $A_{Nb3Sn}^{local}(A) = A_{Nb3Sn}^{T} + A_{Nb3Sn}^{lattice}(A)$ (1) で与えられる。



Fig. 1 Local strain exerted on Nb₃Sn filaments at 8.5 K as a function of applied strain

Fig. 1に8.5 K における Nb₃Sn フィラメントに生起する局所 日盃の印加盃依存性を示す。線材軸方向の局所盃について は熱盃は-0.22%の圧縮盃であり、外部から印加した盃に対し てほぼ直線的に格子盃は増加した。3つの格子面から得られ た格子盃の印加盃に対する勾配は(210)面からの値が明らか に小さい。これは[210]方向のヤング率が他に較べて大きいこ とと矛盾しない。 印加歪を増加させて行くと、ある値(A_r: force free strain)で 局所歪はゼロとなる。ここで線材の軸方向のNb₃Snフィラメント に生起する局所応力はゼロとなる。Nb₃Sn 線材の臨界電流極 大に関していくつかの理論があるが、その妥当性を議論する ために重要なデータである。国際ベンチマーク試験の報告 によれば臨界電流極大はホルダーとして Ti-Al-V および Cu-Beを用いたときに 0.10%および 0.33%の印加歪のとき に出現していた[1]。

一方線材の横方向の局所歪の変化については、熱歪は 引張性で 0.043%であり、印加歪とともにほぼ直線的に圧縮方 向に減少する。横方向の force free strain は線材軸方向の値 とは異なっている。すなわち偏差歪が完全にゼロになる状態 は出現していない。





Fig. 2に銅およびブロンズマトリックスの格子歪の印加歪依存性を示す。ブロンズ中のスズ濃度は最初 15.5wt%であったが Nb₃Sn の生成により 0.9wt%に減少しており、観測された回 折線は重なっておりここでは一つの相と仮定して解析を行った。格子歪の印加歪依存性は典型的な弾・塑性挙動を示す。 塑性変形の程度は[111] > [220] > [200]の順に大きくなるが、 各々の結晶軸方向のヤング率の大きさと関係している。

4. まとめ

本報告では Nb₃Sn 線材を構成する超電導フィラメント、Nb バリヤー、Cu およびブロンズの極低温における局所歪の挙動 を詳細に解析した。これらのデータをもとに今後臨界電流極 大と局所歪の関係について明らかにしてゆきたい。

- [1] N. Cheggour et al; "International benchmarking of a selection of strain-measurement facilities available in the U.S.A., Europe, and Asia: First assessment at fixed temperature and magnetic field", submitted (SUST 2014).
- [2] 長村光造他; "量子ビームによる実用超電導線材および導体中の局所歪の非侵襲的測定の最近の進歩"、低 温工学 49 (2014) 475 - 484

CuNb/Nb₃Sn 線材の臨界電流に与えるコイル径の影響

Influence of coil diameter on critical current for CuNb/Nb₃Sn superconducting wires

<u>大村拓也</u>,小黒英俊, 淡路智, 渡辺和雄(東北大);杉本昌弘, 坪内宏和(古河電工) <u>T. Omura</u>, H. Oguro, S. Awaji, K. Watanabe(Tohoku Univ.); M. Sugimoto, H. Tsubouchi(Furukawa Electric) E-mail:daison.tk@imr.tohoku.ac.jp

1.はじめに

近年、Nb₃Sn 線材を改良し、高強度 Nb₃Sn 超伝導線材を 開発することで、機械的に強い線材が作製されるようになった。 この事から、Nb₃Sn 超伝導マグネット作製法として React & Wind 法(線材の超伝導層の生成熱処理を行った後にコイル に巻線する方法)の適用が考えられるようになった。この方法 は事前曲げ処理[1]と併用する事で、従来の方法である Wind & React 法(コイルに巻線した後に線材の超伝導層の生成熱 処理を行なう方法)よりも、低コストで高性能な超伝導マグネッ トを作製できる可能性を持つ。

ところが、NbaSn線材はひずみによって超伝導特性が劣化 する事は良く知られている[1]が、React&Wind法で作る際に コイルに巻いた際に生じる純粋曲げひずみと、事前曲げ処理 による特性変化との関係に関する報告はない。そこで本研究 では強磁場低温中において、事前曲げ処理した線材をコイル ボビンの径を変えて巻き付けることで、純粋曲げひずみを印 加させた状態で臨界電流測定を行なった。この結果より、 CuNb補強NbaSn線材(CuNb/NbaSn)の臨界電流に与える コイル径と事前曲げ処理の影響を調べた。

2.実験方法

測定に用いた線材は、線径が ϕ 0.8 mm であり、 ϕ 150 mm のボビンに巻かれた状態で 670°C × 96 h の熱処理を行っ た、古河電気工業製 CuNb 補強ブロンズ法 Nb₃Sn 超伝導線 材である。直線状に引き出すと-0.53%の逆曲げが印加される 熱処理となっている。この線材の事前曲げ処理による特性の 変化を測定するため、熱処理したままの状態の線材 (As-reacted wire)と、 ϕ 65 mm のプーリーを通して 0.75%の 事前曲げ処理を 10 回施した線材(Prebent wire)を用意した。 この 2 種類の線材に対し、純粋曲げひずみによる影響を調査 するため、線材を巻き付ける巻枠の直径を変えて、純粋曲げ ひずみを印加したコイルを作製し、臨界電流測定を行った。 実験に使用したコイル径はそれぞれ ϕ 60, 80, 96, 110 mm、 臨界電流測定は 10 T 無冷媒超伝導マグネットを使用し、温 度 9 K < T < 17 K、磁場 0 < B < 10 T の範囲で測定を行な った。

3.実験結果

 ϕ 80 での臨界電流特性を Fig. 1 に示す。また、そのデータ を基にして作成した臨界電流のコイル径依存性のデータを Fig. 2 に示す。左縦軸に臨界電流、下横軸にコイル直径、上 横軸にコイル径に対応する純粋曲げひずみの値を示した。印 加する磁場を2,3,4 T と変えた時の臨界電流を図中に示して いる。実験を行なった結果、Prebent wire の場合、96 mm 以上のコイル径では臨界電流が変化せず、80 mm 以下では 低下が見られた。また、As-reacrted wire の場合コイル径 80 mm 以上では臨界電流が変化せず、60 mm では低下が見ら れた。熱処理ボビンと同じコイル径 ϕ 150 mm に巻いた、純粋 曲げひずみ 0%での臨界電流特性については当日発表す る。



Fig.1 Critical current as a function of magnetic field for $CuNb/Nb_3Sn$ coil with a 80 mm diameter.



Fig. 2 Critical current as a function of bending diameter. Solid lines are the results of prebent wires. Dotted lines are the results of as-reacted wires.

4.謝辞

本研究は科学研究費補助金(基盤A)の援助を受けていま す。

参考文献

 H. Oguro, J. Cryo. Super. Soc. Jpn, vol.47, (2012) 486

素線軌跡を考慮した CIC 導体内の電流分布と素線変形に関する検討 Study on current distribution and strand deformation taking into account strand paths in CICC

渡部 一晃, 森村 俊也, 宮城 大輔, 津田 理 (東北大); 濱島 高太郎 (前川製作所); 谷貝 剛 (上智大);

梶谷 秀樹, 布谷 嘉彦, 小泉 徳潔 (JAEA); 尾花 哲浩, 高畑 一也 (NIFS) Kazuaki Watanabe, Toshiya Morimura, Daisuke Miyagi, Makoto Tsuda (Tohoku Univ.);

Takataro Hamajima (Maekawa MFG); Yagai Tsuyoshi (Sophia Univ.); Hideki Kajitani, Yoshihiko Nunoya, Norikiyo Koizumi (JAEA); Tetsuhito Obana, Kazuya Takahata (NIFS)

E-mail: ikko@ecei.tohoku.ac.jp

1. はじめに

ケーブル・イン・コンジット(CIC)導体の性能低下の原因の ーつとして,導体を構成する素線の一部に応力が働くことによ るキンク変形が考えられている。しかし,キンク変形の発生機 構は明確にされていない。そこで,本研究では,応力の発生 源として電磁力に着目し,導体内の電磁力と素線変形の関連 性について検討した。具体的には,実際の導体の素線軌跡 を用いて導体内の電流分布を求め,局所的な梁モデルに特 定の荷重を印加した際の素線の曲げ変形を評価した。

2. 導体内の素線軌跡と電流・電磁力分布

今回検討した導体の諸元を Table 1 に示す。Fig. 1 に示す 様に, CIC 導体に通電し, 導体中の2素線で形成される素線 間ループに変動磁場が印加されると、この素線間ループには 循環電流が誘起される。特に循環電流が大きい場合は、輸送 電流と循環電流の和が,ループを構成する2素線で逆向きと なり,その結果として,両素線に逆方向電磁力が作用する。こ の様な逆方向電磁力がキンク変形の要因となり得るかを検討 するために、実際の CIC 導体の素線軌跡[1]を用いて導体内 の電流分布ならびに電磁力分布を評価した。そして,この電 磁力分布を用いて,導体を構成する各素線の曲げ変形量を 解析し,実導体で観測されているキンク変形量と比較した。 Table 1 の導体に対して 1 方向磁場を 0.0347 T/s の速さで印 加した際の11.8Tの瞬間の電流分布をFig.2に示す。これよ り, 輸送電流(1本あたり75.5A)と逆向きの循環電流は最大で 137.4 A であった。このループ(ループ長 45 mm)を構成する2 素線の正味の電流量は 212.9 A と-61.9 A となり, 各素線に 働く電磁力はそれぞれ 2512.2 N/m と-730.4 N/m となる。そ こで、本ループに着目し、素線に働く電磁力を考慮した素線 の曲げ変位量を解析した。

3. 素線梁の曲げ変位

実導体の 4 次サブケーブルにはステンレスラップが巻かれ ており,素線の動きが制約される。Fig. 3 にキンク変形の一例 を示す。本例では、ステンレスラップ間距離は約30 mm で曲 げ変位は約8 mm であった。Fig. 2 において, 逆向き循環電 流が最大となるループにおける素線の曲げ変位を解析するた めに,素線を両端固定の梁モデルとして近似した。なお,梁 には荷重に対する純粋な曲げを評価するために直線梁を採 用した。また,逆方向電磁力が働いている素線の電磁力は, ループを構成する素線間の接触点(2 点)に均等に印加され るとし、順方向電磁力が作用する素線の曲げ変位を評価した。 その結果を Fig. 3 に示す。これより,素線の曲げ変位は 13.6 mm となった。また、ループ長(梁長)を、上記の実導体でのス テンレスラップ間距離と同じ30mmとした場合について,同様 の解析を行った。なお,解析条件は,梁長以外は全て45 mm の場合と同じとした。その結果, 梁長 30 mm 時の素線の曲げ 変位は3.0 mmとなった。これらの曲げ変位は、実導体の曲げ 変位である8mmと同レベルであることから,循環電流に起因 する逆方向電磁力がキンク変形の原因の一つである可能性 があることがわかった。ただし、今回は様々な仮定を前提とし ているため, 今後はより詳細に検討を行う予定である。

Table.1 Specifications of CIC conductor

Material of strand	Nb ₃ Sn	
Strand diameter [mm]	0.823	
Length of cable [mm]	4500	
Cabling layout	3×3×5×5×6	
Twist pitch [mm]	(45 90 135 225 450)	
Operational current [kA]	68	
Maximum magnetic flux density [T]	11.8	
Young's modulus of strand [GPa]	130	
0.2% proof strength of strand [MPa]	160	
Tangent modulus of strand [GPa]	29.92	



Fig.1 Schematic view of circulation current and electromagnetic force in a loop



Fig. 2 Circulation current distribution in a CIC Conductor



Fig.3 Bending displacement in real conductor and in analysis

参考文献

 D. Miyagi, S. Nakazawa, D. Arai, T. Morimura, M. Tsuda, T. Hamajima, T. Yagai, N. Koizumi, Y. Nunoya, K. Takahata and T. Obana, "Comparison of Analytical Estimation and 3-D Measurement of All Strands Location in CIC Conductor," *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 23 8400904.

分散Sn法Nb₃Sn線材の実用化開発 Practical Development of Distributed Tin processed Nb₃Sn wire

<u>川嶋 慎也</u>, 財津 享司(神戸製鋼) ; 加藤 弘之, 村上 幸伸(JASTEC)

KAWASHIMA Shinya, ZAITSU Kyoji (Kobe Steel, Ltd.); KATO Hiroyuki, MURAKAMI Yukinobu (JASTEC)

E-mail: kawashima.shinya@kobelco.com

1. はじめに

近年、NMRマグネットをはじめとした高磁場用超電導マグネットではコンパクト化が課題となっており、高磁場領域で高い特性をもつ線材の開発が進められている。これまで高磁場用超電導マグネットにはブロンズ法で製造されたNb3Sn線材が採用されることが多かった。^[1]ブロンズ法線材ではSn濃度の増加によって電流特性は向上するが、Cu中のSnの固溶限界が15.8wt%であり、これを超えるSn濃度のブロンズを用いた場合には硬いCu-Sn金属間化合物が生成してしまい、加工性に悪影響を及ぼす。このことから、ブロンズ法線材では15.8wt%以上のSn濃度増加による特性向上には大きな制約がかけられることになる。

本報告で取り上げる分散Sn法は高特性線材の候補のひと つであり、Sn濃度を高めてもプロセスを制御することでCu-Sn 金属間化合物の生成を抑制することが可能である。我々は分 散Sn法を採用し、高磁場下で高特性を示す、低Cu比のNb₃Sn 線材の開発を行っている。前回、小単重(15kg)の試作材にて、 Cu比0.34で、18T、4.2Kにおいてoverall Jc=264A/mm²の特性を示 す線材の開発に成功したことを報告^[2]した。その後、実製品規模で ある50kg級長尺線材の製作を行ったのでその過程で得られた長尺 線の加工性と超電導特性について報告する。

2. 実験方法

初めに、Nb棒をOFCケースに入れ、静水圧押出と伸線加工を行い、六角断面形状のNb単芯線を作製した。次に、Nb単芯線、583本をOFCケースに充填し、静水圧押出と伸線加工を行い、六角断面形状のNb多芯線を作製した。これとは別に、Tiを1.8wt% 添加したSn棒をOFCパイプに挿入し、伸線加工により六角断面形状のSn単芯線を 作製した。最後に、所望の銅比となる厚さのOFCパイプ内側にNbバリアを配置し、その中にNb多芯線 84本とSn単芯線 43本を組み込み、線径 \ 1.0まで伸線加工を行い、銅比 0.34の線材を作製した。伸線後の線材に熱処理を施して特性評価サンプルとした。

臨界電流測定は16~18.5Tの磁場中にて、電界基準 Ec=0.1µV/cmで実施し、得られた値を線材の全断面積で除し、 overall Jcを求めた。n値に関しては、臨界電流測定で得られたI-V 曲線より算出した。一部サンプルについては走査電子顕微鏡(SEM) で線材断面の観察を行った。

3. 実験結果

製作した線材は小単重試作時と同様の銅比0.34の設計でも良好

な加工性を示し、特性評価の線径である φ 1.0まで断線を生じずに 加工可能であった。Fig.1に熱処理前の線材横断面のSEMの反射電 子像を示す。最も明るく見える箇所がSn芯部である。本サンプルが 設計通りの銅比を示し、規則的なフィラメント配置と形状を維持した まま加工できていることが確認できる。

Fig.2にoverall Jcの磁場依存性を示す。18T、4.2Kにおいてoverall Jc=278A/mm²が得られ、n値は18Tで30以上の値を示した。

4. まとめ

分散Sn法を用いた、製品規模の50kg級の低銅比Nb3Sn線材の開発を行い、従来使用されている高Sn濃度ブロンズを用いた線材を 凌駕する高いoverall Jc特性を得た。さらに、良好な加工性や高n値 も再現性良く得られている。これらの結果から、本製法が量産工程 に適応可能な高特性Nb3Sn線材の製造法であることを確認できた。

参考文献

 T. Kiyoshi et. al, "Operation of a 930-MHz high-resolution NMR magnet at TML," IEEE Trans. on Appl. Supercond., vol. 15 in press.
 川嶋慎也ほか: 第88回2013年度秋季低温工学・超電導学会 公演概要集, p. 49



Fig. 1. Cross-sectional SEM image of non-reacted wire.



Fig. 2. Overall Jc versus magnetic field.

銀バリア Nb₃AI 線材の伸線加工性と超伝導特性 Drawability and superconducting characteristics of Ag-barrier Nb₃AI wires

<u>伴野信哉</u>, 竹内孝夫 (物材機構); 中川和彦 (SH カッパープロダクツ) <u>BANNO N</u>, TAKEUCHI T (NIMS); NAKAGAWA K (SH Copper Products) E-mail: banno.nobuya@nims.go.jp

1. はじめに

Nb₃Al 前駆体線材の作製においては、Nb と Al の融点の違い 等から、出発ビレットから最終線材伸線工程まで、材料の軟化 のための中間焼鈍を施すことは困難である。そのため、マトリク スは加工限界近くまで加工されることとなり、しばしば断線の問 題を誘発している。特にタンタルは磁気的なフィラメント間結合 の抑制に必要と考えられているが、ニオブに比べ加工性が低く、 加工性の改善が長尺化の大きな課題となっている。本研究で は、磁気的なフィラメント間結合を抑制しつつ伸線加工性を向 上させることを目指し、タンタルバリアに代わる新しい構造の線 材開発を進めている。今回はバリア材に Ag を用いた線材を開 発し、伸線加工性、急熱急冷処理時の反応性等を調査した。

2. 実験方法

線材はジェリーロール法により作製した。ジェリーロール単芯 材は、NbとAlシートを共巻きしたのち、Nbシートを数層巻き、 さらに Agシートを巻きつけた構造とした。これらをマルチスタッ クすることで、Nb/Ag/Nbフィラメント間バリア構造となる。線材 伸線工程は、従来通りで行った。その後、急熱急冷処理を行 い、Nb/Ag 界面の反応性を確認するために組織を FESEM で 観察した。得られた線材をさらに 800℃で熱処理し、Ic 測定を 行った。試作線材諸元を Table 1 に示す。

Table 1	Specifications	of fabricated	Ag-barrier	Nb ₃ Al strand
---------	----------------	---------------	------------	---------------------------

	ME595
Diameter (mm)	1.35
Filament No.	222
Filament dia.(µm)	66
Barrier thickness(µm)	14.2
Outer sheath	Nb
Matrix/SC ratio (overall SC fraction %)	1.43

3. 結果と考察

NbとAgの密着性が非常に悪いため、伸線中、外皮のAgの みが加工されて薄くなってしまったが、それ以外は問題なく、無 断線で所定の線径まで伸線することが可能であった。これらの 線材に対し通電加熱による急熱急冷処理を行った。急熱急冷 処理では、電流値 315 A 以上で BCC 相が得られた。Fig. 1 に - 急熱急冷電流 315 A 時の Ag/Nb 界面の SEM 像を示す。 界面 においてデンドライト組織は確認されず、AgはNbと全く反応し ていないことがわかる。さらに加熱条件を上げ、電流値327Aと したときの Ag/Nb 界面の様子を Fig. 2 に示す。より高温で熱処 理されたため、フィラメント部には2相分離の組織が見られるが、 このような高温でも Ag/Nb 界面には反応の痕跡は見られなか った。参考のため、Ta/Cu/Ta 三層バリア構造線材における急 熱急冷後のバリア組織の SEM 像を Fig. 3 に示す。Cu 部分に 明らかに反応相と思われるデンドライト組織が確認できる。反応 性の観点からも、Ag がバリア材として非常に有効であるといえ る。



Fig. 1. FESEM images for the as-quenched wire, when the RHQ current is 315 A. Ag did not react with Nb.



Fig. 2. FESEM images for the as-quenched wire, when the RHQ current is 327 A. Ag did not react with Nb even at a higher temperature condition.



Fig. 3. Microstructure of Ta/Cu/Ta barrier after the RHQ treatment. Cu obviously reacts with Ta, making dendrite structure.

HAADF-STEM による Nb₃AI 相における結晶欠陥の 3 次元構造解析 3D structural analysis for crystal defects formed in Nb₃AI phase by HAADF-STEM

<u>伴野信哉</u>(物材機構); 久留島康輔(東レリサーチセンター) <u>BANNO N</u>(NIMS); KURUSHIMA K (Toray Research Center) E-mail: banno.nobuya@nims.go.jp

1. はじめに

Nb₃Al 超伝導線材において、Nb₃Al 相内に観測される板状の 結晶欠陥が線材のピンニング特性と関わることを示唆する結果 がこれまでの研究により得られてきた [1]。今回高 J_c 化を念頭 に、鍵となりうる欠陥の構造を高角度環状暗視野(走査透過 電子顕微鏡)法(High-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy, HAADF-STEM)により原子 レベルで観察し、3次元的に解析した。HAADF像により原子配 列、EDX により元素の類推を行い、原子間距離や各々の配置 を3次元的にプロットすることで、結晶欠陥を含んだ Nb₃Al の結 晶構造を3次元的に構築した。その結果、欠陥部分が Zr₄Al₃ 型の結晶構造を持つと仮定して矛盾がないことが確認できた。

2. 実験方法

急熱急冷・変態法により作製した典型的な試料を用いた。 STEM 観察用試料は Ar-イオンミリングで作製した。観察・分析 は高分解能 HAADF-STEM 法、STEM-EDX 法により行った。 電子顕微鏡装置は JEOL の JEM-ARM200F を使用した。加速 電圧は 200kV、プローブ径は 0.1nm $\phi \sim 0.2$ nm ϕ 程度である。 EDX は 100mm² シリコンドリフト(SDD)型のもので分解能は 143eV 以下、取り込み立体角は 0.73sr である。

3. 結果と考察

Fig. 1は (100) 面から見た正常な A15 結晶格子の HAADF 像、およびそれに対応する格子モデルである。Nb 原子が相対的に大きく、AI 原子が小さく示されている。HAADF 像の強いコントラストの白い点は、Nb が紙面に対し垂直方向に重なった部分となる。それに対し、Fig. 2 は板状欠陥を含む領域での(100) 面から見た HAADF 像と格子モデルを表す。結晶欠陥位置では、本来 Nb があるべき位置に Nb がなく、代わりに空いた



Fig. 1. HAADF image regarding (100) plane and schematic illustrations of "normal" A15 Nb₃Al lattice.

部分に AI が存在するようなコントラストを示していることが確認 できる。さらに結晶組織を (110) 面および (120) 面から HAADF 像を取得し、STEM-EDX により各原子位置の組成分 析を行った。これらの情報に加え、原子間距離を考慮すること で欠陥部分を含む結晶構造を 3 次元的に構築することに成功 した。模式図の一例を Fig. 3 に示す。板状欠陥を境界に左右 の結晶格子が半格子分ずれた配置をしている。

[1] N. Banno, IEEE Trans. Appl. Supercond., 24 (2014) 8000104



Fig. 2. HADDF image regarding (100) and schematic illustration of A15 Nb₃Al phase including a plane defect.



Fig. 3. 3D model of A15 $\rm Nb_3Al$ phase including a plane defect.