

液体窒素浸漬冷却永久電流モード高温超電導磁石の開発 Persistent current mode HTS magnet cooled by liquid Nitrogen

石川裕記 (東海旅客鉄道); 安井竜之介 (東海交通機械); 根本 薫 (東海旅客鉄道)
ISHIKAWA Hiroki (CJR); YASUI Ryunosuke (CKK); NEMOTO Kaoru (CJR)
 E-mail: hiroki_ishikawa@jr-central.co.jp

1. はじめに

我々はこれまで沸騰液体窒素浸漬で冷却し、永久電流モードで運用する RE 系高温超電導磁石の基礎研究を行ってきた。その一環として、矩形ダブルパンケーキコイルを内蔵する超電導磁石を製作し、永久電流モード試験を実施した。

2. 超電導線とアルミニウムテープの共巻きコイル

冷却温度 77K で最大経験磁界強度~2T を前提条件に、超電導線材として RE 系を選択した。さらに、ハンドリングが容易で軽量化および低コスト化に有利なことから銅安定化層の無いフジクラ製 FYSC-S12 (幅 12mm 厚み 0.8mm) を採用することとした。絶縁処理はポリイミドを主要材質とするテープを突合 1 重巻きとした。この超電導線と同じ幅のアルミニウムテープを重ね合わせて Fig.1 に示すような大きさ 0.58×1.09m の矩形のダブルパンケーキコイルを巻いた。今回採用していない銅メッキ線の場合は、標準的な銅安定化層厚みが両側 40 μ m であることから、アルミニウムテープの厚みもほぼ同様の 50 μ m とした。ダブルパンケーキコイルの断面は Fig.2 に示すようであり、アルミニウムテープはそれぞれのパンケーキコイルの内周側約 1/3 の経験磁界が比較的大きい部分の超電導線と共巻きとした。銅安定化層の無い超電導線と比重の小さいアルミニウムテープを共巻きとすることにより、コイルの周方向熱伝導を損なうことなく、コイルを軽量化した。

3. 液体窒素浸漬冷却永久電流モード高温超電導磁石

Fig.1-2 に示したダブルパンケーキコイル 2 組と永久電流スイッチ(PCS)を接続してクライオスタットに組み込み、Fig.3 に示すような液体窒素浸漬冷却高温超電導磁石を製作した。Fig.4 に永久電流モードの試験結果を示す。永久電流モードにおける電流減衰は、コイルが発生する磁場強度の変化で測定した。コイルに電流 69A(起磁力 220kA に相当)を通電し、永久電流モードに切替えた後の 2 時間の電流減衰から電流減衰率 0.2%/hour を算出した。この電流減衰率は、毎日励磁・消磁を行うことを前提とする永久電流モード高温超電導磁石に対しては、許容できる電流減衰率と考えている。

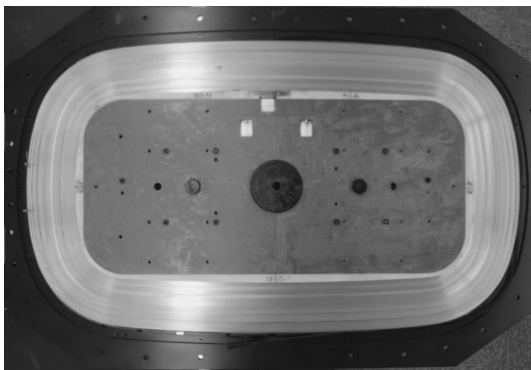


Fig.1 Pancake-coil wound with the REBCO-wire and aluminum-tape.

4. まとめ

銅安定化層の無い RE 系超電導線とアルミニウムテープとの共巻きによるダブルパンケーキコイルを 2 組内蔵する高温超電導磁石を製作し、液体窒素浸漬の冷却温度 77K において励磁起磁力 220kA、電流減衰率 0.2%/hour の永久電流モード試験に成功した。

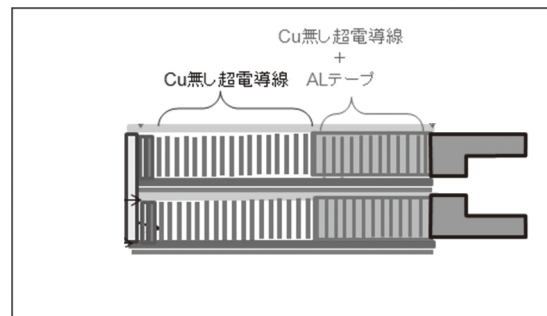


Fig.2 Cross section of double-pancake coil.

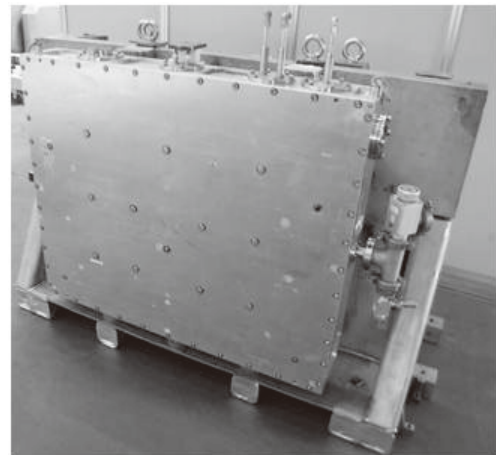


Fig.3 HTS magnet cooled by liquid Nitrogen.

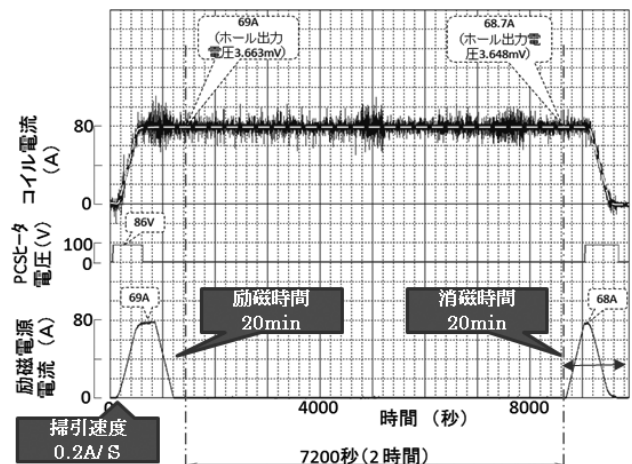


Fig.4 Result of persistent current mode test of the HTS magnet.

液体窒素浸漬冷却 REBCO 永久電流スイッチ REBCO persistent current switches cooled by liquid Nitrogen

石川裕記, 井上明彦 (東海旅客鉄道); 安井竜之介 (東海交通機械); 根本 薫 (東海旅客鉄道)
ISHIKAWA Hiroki, INOUE Akihiko (CJR); YASUI Ryunosuke (CKK); NEMOTO Kaoru (CJR)

1. はじめに

我々はこれまで沸騰液体窒素浸漬で冷却し、永久電流モードで運用する RE 系高温超電導磁石の基礎研究を行ってきた。その一環として、液体窒素中でのオンオフ切替えを数分で行うことを目標とし、薄いテープ状ヒータを沿わせた RE 系超電導線を無誘導巻きとする構成の円環型永久電流スイッチを開発した。

2. 永久電流スイッチの構成

Table 1およびFig. 1に今回試作した永久電流スイッチの基本仕様、および外観と概念構成を示す。

オンの通電容量は組込み予定の超電導磁石の最大励磁電流85Aと永久電流スイッチを設置する超電導磁石中央部の磁界0.6Tをもとに設定し、オフの抵抗値は励磁回路の保護抵抗値0.25Ωの20倍程度として設定した。超電導線はオフの抵抗値を大きくしやすいうように、安定化銅層の無いRE系超電導線を採用した。

オフ→オン切替えを短時間で行えるようにするため永久電流スイッチの形状を円環型とし、超電導線を均一に冷却するため超電導線巻部を細くしてG-FRPの熱絶縁層で覆う構成とした。さらに、オン→オフ切替えも短時間で行えるようにするため、Fig. 2に示すように、電流が往復する2本の超電導線を束ね、その超電導線間にヒータを沿わせて密着共巻きとした。

3. 試作結果

永久電流スイッチの試作試験結果をTable 2に示す。

試作機AおよびBにそれぞれ101Aおよび120A通電したときの超電導線単位長さ当たりの平均電圧は、0.02μV/cmおよび0.03μV/cm (≪1μV/cm) と十分小さく、試作機はいずれも仕様値85Aより大きい通電容量を確認できた。

ヒータ出力36Wおよび23Wは、それぞれ試作機Aおよび試作機Bのオフの抵抗値が5Ωに到達する加熱量であり、

Table 1 Fundamental performance and factor of persistent current switch.

オンの通電容量	85A@77K,0.6T// (巻込み超電導線のab面)
オフの抵抗値	5Ω@94K(≧Tc)
形状、寸法	円環型、内径×外径×幅: φ120×φ160×20mm 径方向厚: 20mm
RE系超電導線	幅: 6~8mm、 安定化銅層: 無し、銀保護層厚: 2μm 絶縁材: フッ素コートカプトン

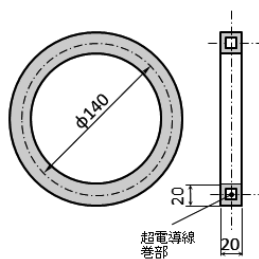
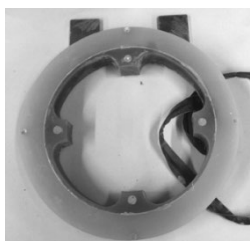


Fig. 1 Overview and structure of persistent current switch.

67Wは試作機Aの温度がほぼ室温に到達する加熱量である。これらのヒータ出力により、試作機Aはオフ(5Ω)→オン(0Ω)の切替り時間が104秒およびオン→オフの切替り時間が24秒となり、試作機Bはオフ→オンの切替り時間が160秒およびオン→オフの切替り時間が28秒となった。

なお、試作機 B については保護抵抗 0.25Ωを並列に接続し、電流 100A を通電した状態からヒータ加熱 67W でオフに切替えて有電流遮断試験を行い、焼損や劣化などの異常が発生しないことを確認した。

4. まとめ

オン⇄オフ切替えを短時間で行えるようにするため、RE系超電導線にテープ状ヒータを密着共巻きとした構成の円環型永久電流スイッチを試作した。オンオフ切替り時間の実測結果は、いずれの試作機もオフからオンへの切替り時間が3分以内、オンからオフへの切替り時間が0.5分以内であることから、今回試作した永久電流スイッチはオンオフ切替り時間の目標を達成できたと考えている。

なお、試作機 B は本低温工学・超電導学会における発表「液体窒素浸漬冷却永久電流モード高温超電導磁石の開発」の超電導磁石に組込み、その永久電流モード運転に供した永久電流スイッチである。

Table 2 Test manufacture of persistent current switches.

	試作機 A	試作機 B
超電導線 寸法 室温抵抗値 臨界電流	幅6mm×長さ10m 8.4Ω 133A@77K,0.6T//ab面	幅8mm×長さ20m 10.8Ω 176A@77K,0.6T//ab面
通電試験時に 測定した電圧	0.02μV/cm@101A,77K,0.6T	0.03μV/cm@120A,77K,0.6T
ヒータ 寸法 室温抵抗値 出力	厚5μm×幅4mm×長さ3.8m 159Ω 36W(でオフ抵抗5Ω到達)	厚5μm×幅4mm×長さ9.5m 388Ω 23W(でオフ抵抗5Ω到達)
オフ _{5Ω} →オン _{0Ω} 切替り時間	(ヒータ36W出力停止後) 104秒	(ヒータ23W出力停止後) 160秒
オン _{0Ω} →オフ _{5Ω} 切替り時間	(ヒータ67W出力開始後) 24秒	(ヒータ67W出力開始後) 28秒

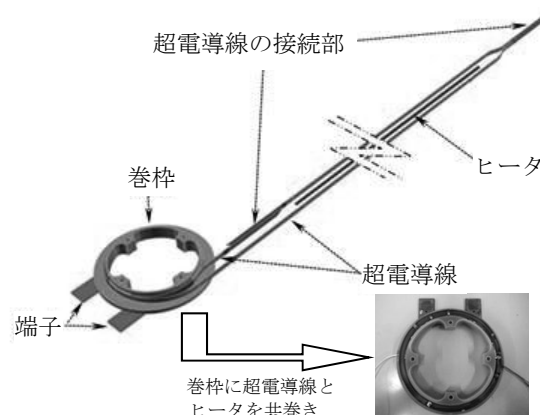


Fig. 2 Arrangement of superconducting wires, heater, former and terminals before winding.

REBCO 線材を無誘導巻きした伝導冷却型高温超電導スイッチの開発

A HTS switch composed of a non-inductive winding with REBCO coated-conductors for conduction cooling system

岩井 貞憲, 大谷 安見, 宮崎 寛史, 伊藤 智庸, 野村 俊自 (東芝エネルギーシステムズ);
 IWAI Sadanori, OHTANI Yasumi, MIYAZAKI Hiroshi,
 ITO Toshinobu, NOMURA Shunji (Toshiba Energy Systems & Solutions)
 E-mail: sadanori.iwai@toshiba.co.jp

1. はじめに

高温超電導コイルの保護手法の1つとして、熱暴走前にコイルが発生するフラックスフロー抵抗を利用し、コイル両端に並列接続した微小抵抗体へ電流を迂回させる方式を提案している[1, 2]。本構成では、励磁時に微小抵抗体への分流を防止するため、励磁時には高抵抗にしておく必要がある。そこで永久電流スイッチ(PCS)のようにヒーターでオン・オフを切り替えられる高温超電導スイッチを試作した。本発表では、REBCO 線材をパンケーキ状に無誘導巻きした高温超電導スイッチの試作結果、および伝導冷却下で動作検証した結果について報告する。

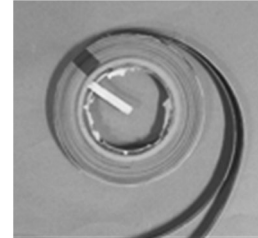


Fig. 1 HTS switch composed of a non-inductive winding with REBCO coated-conductors.

2. 高温超電導スイッチの試作結果

試作した高温超電導スイッチの外観を Fig. 1 に、諸元を Table 1 に示す。本スイッチは2本の REBCO 線材を最内周でハンダ接続した無誘導巻の樹脂含浸コイルとなっている。オフ・オフの切り替え時間を短くする観点で、熱容量は小さい方がよい。一方、励磁時には高抵抗を発生させる必要がある。そこで、単位長さ当たりのオフ抵抗を高くするため、安定化層が付属されていない、外表面が銀保護層の REBCO 線材を使用した。試作した高温超電導スイッチに 0.1 A を通電した状態で液体窒素温度 77 K まで冷却した際の、抵抗値の温度変化を Fig. 2 に示す。92 K で超電導転移による抵抗の減少が見られ、オフ抵抗は 100 K で設計値 10 Ω に対し 11 Ω となり、ほぼ一致することを確認した。

Table 1 Specifications of the HTS switch.

Parameter	Value
Tape width (mm)	4
Tape thickness (mm)	0.055
Tape length (m)	20
Inner diameter (mm)	50
Outer diameter (mm)	81
Number of turns	57×2
On resistance at 77 K(nΩ)	160
Off resistance at 100 K(Ω)	11

3. オン・オフ切り替え動作の検証

伝導冷却するため、高温超電導スイッチのパンケーキ端面に高純度アルミ伝熱板を接着し、また、その上にスイッチ直近にて温度調整用のヒーターを取り付けた。高純度アルミ伝熱板を GM 冷凍機の冷却ステージに接続し、高温超電導スイッチを伝導冷却した。約 40 K まで初期冷却したのち、Fig. 3 に示すようにヒーターに 10 W を投入し、オフ状態への切り替え動作を検証した。約 3 分で 100 K を超えており、10 分間オフ状態を保持した。さらに、ヒーターを切ってスイッチを再冷却し、オン状態への切り替え動作を検証した。約 80 分で再冷却を完了しており、試作した高温超電導スイッチが伝導冷却下でオン・オフ動作することを実験的に確認することができた。

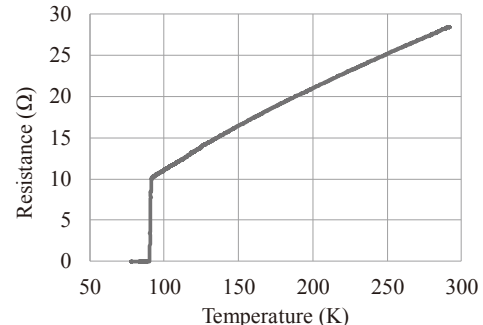


Fig. 2 Temperature dependence of the resistance with 0.1 A supplied to the HTS switch cooled by liquid nitrogen.

4. まとめ

伝導冷却下で PCS のようにヒーターでオン・オフを切り替え可能な高温超電導スイッチを試作し、動作検証を行った。伝導冷却下で初期温度 40 K から、約 3 分で 100 K を超えるオフ状態に、約 80 分でオフからオン状態に切り替えられることを確認した。今後、より短時間で切り替えが求められる緊急遮断動作についても検討を進めていく。

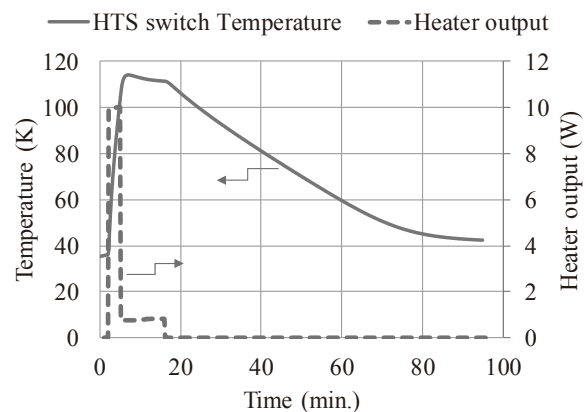


Fig. 3 Switching test result of the HTS switch under conduction cooling configuration.

参考文献

- 岩井貞憲, 戸坂泰造, 宮崎寛史他: 第92回2015年度秋季低温工学・超電導学会講演概要集, 3A-p12 (2015)
- 岩井貞憲, 戸坂泰造, 宮崎寛史他: 第95回2017年度秋季低温工学・超電導学会講演概要集, 1A-p05 (2017)

過渡的・局所的擾乱により発生したクエンチに対して伝導冷却薄膜線材コイルを保護可能な検出電圧・電流減衰時定数の実験的調査

Experimental study on detection voltage and current-decay time constant enabling protection of conduction-cooled RE-123 coils against quench initiated by transient and local thermal disturbance

羅 熙捷, 井上 覚, 雨宮 尚之(京大)

LUO Xijie, INOUE Satoru, AMEMIYA Naoyuki (Kyoto University)

E-mail: x-luo@asl.kuee.kyoto-u.ac.jp

1. Background

A conventional quench protection method is to monitor the voltage across the coil, if it exceeds a threshold (detection voltage), a circuit breaker is activated, and then the coil current transfers to the external dump resistor and decays exponentially with a time constant, which is equal to coil inductance / resistance of dump resistor. The conditions for successful quench protection (detection voltage, time constant for current decay, operating current, etc.) have been studied theoretically but were not well clarified experimentally for conduction-cooled RE-123 coils. In this study, we discussed the influence of detection voltage and current-decay time constant on quench protection experimentally using short pieces of sample.

2. Experimental method

The standard coated conductor fabricated by SuperPower Inc. (SCS4050) was used in this study. The procedure of experiment is as follows.

1. Apply magnetic field.
2. Control the temperature of sample to a certain value and measure the critical current.
3. Apply a certain current and control the temperature of sample to a certain value.
4. Using quench heater to initiate normal zone.
5. When a normal voltage over some threshold was detected, the current provided to the sample from a power supply was decayed exponentially. This procedure simulated conventional quench detection (detection voltage) and protection (using a dump resistor, where current decays with a time constant = coil inductance / resistance of dump resistor).
6. Measure critical current to verify if there is degradation.

The experiments were done with the procedure above varying detection voltage, time constant and so on.

3. Experimental results

Summarize of the experimental results when time constant and current were varied with detection voltage of 100 mV and 20 mV are shown in Fig. 1 and Fig. 2. In these figures, circles represent that there was no degradation after quench, and crosses represent that there was degradation after quench. There are two dot lines in each figure, one represents the limitation for a successful quench protection (no degradation after quench) and one represents the boundary where hot spot temperature is 300 K.

Using these results, it is possible to verify whether a quench protection system is suitable for an HTS coil or not. For example, if the threshold of 100 mV is allowable for detection and it costs 0.1 s for activating circuit breaker, when transition current is 100 A, we can know that if inductance / resistance is less than 3, the protection system may help coil from degradation when quench occurs, but if inductance / resistance is more than 6, it is hard to protect coil with the same system.

The results also suggest that how we can increase the current density in a coil under a certain quench protection system. For example, if we can achieve the inductance / resistance to be 1, with 100 mV threshold and 0.1 s delay, we may be able to apply

125 A to a coil safely, at which overall current density is 312.5 A/mm².

Acknowledgment

This work was supported by the Japan Science and Technology Agency under the Strategic Promotion of Innovative Research and Development Program (S-Innovation Program).

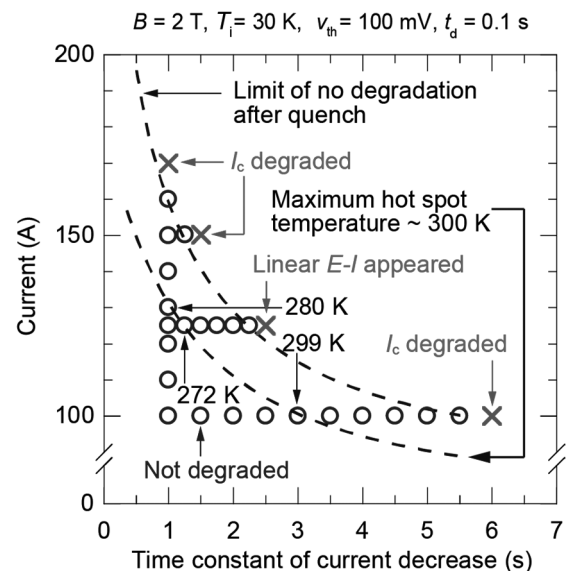


Fig. 1 Summarize of the experimental results (detection voltage = 100 mV)

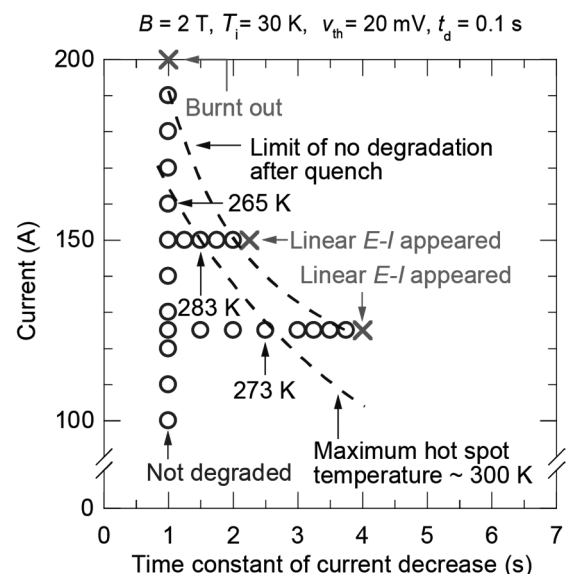


Fig. 2 Summarize of the experimental results (detection voltage = 20 mV)

導電性樹脂を用いた 6 積層 REBCO パンケーキコイルの伝導冷却試験

Test results of a stacked REBCO pancake coil with electrically conductive epoxy resin under conduction-cooled conditions

宮崎 寛史, 岩井 貞憲, 宇都 達郎, 草野 貴史, 伊藤 智庸, 野村 俊自 (東芝エネルギーシステムズ); 石井 宏尚 (東芝)
 MIYAZAKI Hiroshi, IWAI Sadanori, UTO Tatsuro, KUSANO Takashi, ITO Toshinobu,
 NOMURA Shunji (Toshiba Energy Systems & Solutions); ISHII Hirotaka (Toshiba)
 E-mail: hiroshi17.miyazaki@toshiba.co.jp

1. はじめに

高温超電導コイルの熱暴走による焼損を防止する方法として、パンケーキコイル側面に塗布した導電性樹脂を用いてターン間を短絡させ、異常時には、導電性樹脂を介して電流を迂回させる方法を開発している。これまで小型のパンケーキコイルで本手法の効果を確認してきたが、より蓄積エネルギーが高いコイルにおいても本手法の有効性を検証するため、内径 500 mm のシングルパンケーキコイル 6 枚を積層した 6 積層コイルを試作し、伝導冷却下にて過電流試験を実施した。本講演では、導電性樹脂を塗布した 6 積層 REBCO パンケーキコイルの構成および伝導冷却下での通電試験結果等について報告する。

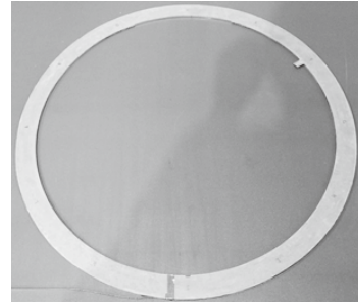


Fig. 1 Photograph of impregnated single pancake coil using electrically conductive epoxy resin.

2. 導電性樹脂を塗布した 6 積層コイル試作

Fig. 1 に示したシングルパンケーキコイルを 6 枚積層した 6 積層コイルの概略図および諸元を Fig. 2 および Table 1 に示す。REBCO 超電導線材と離形処理したポリイミドテープを共巻き、シングルパンケーキコイルの片側に導電性樹脂を塗布した。また、シングルパンケーキ間は FRP シートで絶縁し、内周または外周に取り付けた金属板で各シングルパンケーキコイルを電氣的に接続している。フラックスフロー抵抗が発生した際には、各シングルパンケーキコイル内で導電性樹脂を介して電流を迂回させる構成とした。今回、電流密度が高い状態で導電性樹脂の有効性を検証するため、伝導冷却下で通電試験を実施した。

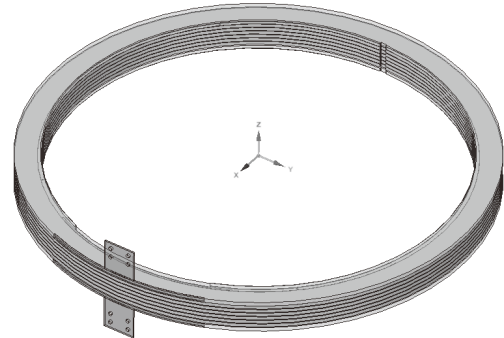


Fig. 2 Schematic drawing of a stacked REBCO pancake coil with electrically conductive epoxy resin.

3. 伝導冷却試験

6 積層コイルを伝導冷却試験装置に組み込み、冷凍機 2 段階ステージに取り付けたヒータにより、コイル温度を 40 K に保つように制御し、過電流通電試験を実施した。コイル通電中にフラックスフロー抵抗によるコイル電圧の発生を確認後、電流を 1 A 刻みで増加させ、電圧が急激に上昇し、クエンチ検出器が動作して、電源が遮断するまで通電した。ここで、クエンチ検出器の動作電圧は 0.1 V、検出後遮断するまでの時間を 0.1 s に設定した。また、電流の迂回を実測することは困難であるので、コイル中心磁場を測定し、中心磁場の変化で電流の迂回を観測した。40 K の通電試験結果を Fig. 3 に示す。256 A 通電時にコイル電圧が徐々に上昇し、最終的に 0.1 V を超えて、クエンチ検出器が動作し、電源が遮断した。遮断動作前に、中心磁場が約 0.25% 低下し、電流の導電性樹脂への迂回が観測された。また、過電流試験後、再度通電試験を実施し、コイル n 値の低下がないことを確認した。

4. まとめ

導電性樹脂を塗布した 6 積層コイルを伝導冷却下で過電流試験を実施し、コイル温度 40 K で電流密度 277 A/mm²、蓄積エネルギー 31 kJ という条件において、熱暴走直前に中心磁場が 0.25% 低下し、電流が導電性樹脂に迂回する現象を観測した。また、過電流試験前後でコイル n 値の低下がなく、導電性樹脂を用いたコイル保護方式の有効性を確認した。

Table 1 Specifications of a stacked REBCO pancake coil

Tape width	4.1 mm
Tape thickness	0.15 mm
Inner diameter	501 mm
Outer diameter	567 mm
Height	30 mm
Turns per single pancakes	156
Number of pancakes	6
Inductance	0.89 H

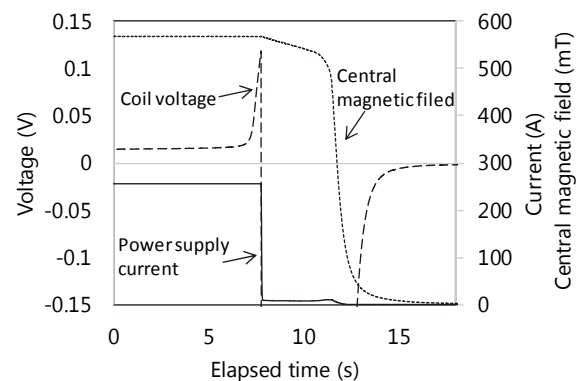


Fig. 3 Over-current test of a stacked REBCO pancake coil with electrically conductive epoxy resin at 40 K.

船舶の脱磁用超伝導コイル(海底設置)の冷却 II 液体水素冷却 Refrigeration of Superconducting Coil on Seabed for Ship Magnetic Deperming II Liquid Hydrogen Cooling

廣田 恵 (艦磁研)

HIROTA Megumi (Naval Ship M&UEP R. C.)

E-mail: kanjiken@nmurc.com

1. はじめに

鋼鉄を主な建造材とした船舶全体を脱磁する技術に取り組んでいる。海底に平らに設置した、船影を覆う形状の超伝導コイルシステムについて必要とする発生磁場から電線の超伝導構造を設計した。当初の高温超伝導 ReBCO テープ線材を50Kで動作する設計は製造材料費用が高騰し、これを抑制するため動作温度を低下し、電流-磁場特性のより高い状態での動作が必要と認めた[1]。そこで動作温度を20K とし、低価格化が期待できる MgB₂ を導体とした全体システム(電線長1,100m)について冷媒を液体水素とした冷却諸元について計算した。この完成システムの検討は電磁場及び冷媒の技術的な検討に止め、電線製造技術については考慮していない。電線設計の実証は、現時点で確立された電線の製造技術になる短尺ケーブルについて液体水素に替わる手段の冷却による性能試験の可能性を述べる。

2. 完成システムの冷却

1条の電線に100kAの電流を流すものとしてMgB₂を導体とした断面構造を図1に示す。このときの導体部分全体の外径最大寸法 a=0.06m に対し、冷媒の流れる冷却管内径を b=0.08、熱侵入は液体窒素冷却の輻射シールドの効果で伝導によるものが支配的として W=500W とした[2]。導体は超伝導線材を巻付けたユニットケーブルを束ねた構造であり複雑な表面構造を形成するため、冷却は単一種類の冷媒原料を使用し通常多用される液体窒素による予冷のないものとした。

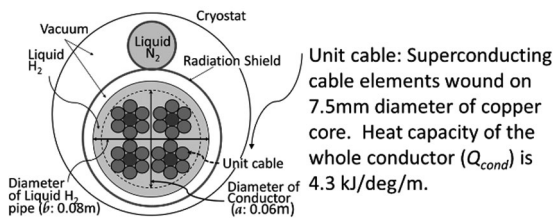


Fig. 1. Cross-section image of deperming cable set on seabed.

動作温度 20K で平衡状態の冷却は液体水素循環 Q (L/min) によるものとする。コイル出口の冷媒温度の上昇 ΔT に対し、内径 a 外径 b の二重管モデルの圧力損失 Δp、摩擦抵抗 λ の効果による Δpf を下式とする計算値を図2に示す。

$$Q(\Delta T) = W \times 60 \times 10^3 / (C_{H2} \times \Delta T) \quad C_{H2}: \text{Heat capacity of liquid H}_2$$

$$\Delta p(\Delta T) = \frac{8\mu Q(\Delta T) \text{length}}{6 \times 10^4 \frac{\pi}{24} \left[\frac{-(b^2 - a^2)^2}{\ln\left(\frac{b}{a}\right)} + (b^4 - a^4) \right]}$$

Reynoldz number: $Re(\Delta T) = \frac{a + b v(\Delta T)}{2 \frac{\mu}{\rho}}$

μ : Viscosity
 $Length$: Cable length
 v : Velocity
 ρ : Density

$$\lambda(\Delta T) = \frac{64}{Re(\Delta T)} \frac{(1 - \gamma)^2}{1 + \gamma^2 + \frac{1 - \gamma^2}{\ln(\gamma)}} \quad \gamma = b/a$$

$$\Delta pf(\Delta T) = \frac{\lambda(\Delta T) \text{length} \times v(\Delta T)^2 \rho}{2(a + b)}$$

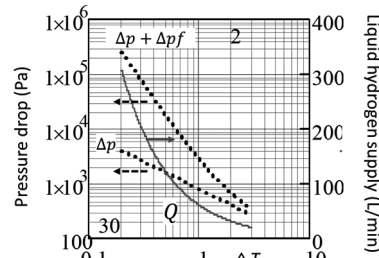


Fig. 2. Calculated refrigerant supply and pressure drop through full length of cryogenic pipe in the stable state at 20K.

2Kの冷媒温度上昇を許容する場合、液体水素の必要流量は30 L/minとなり圧力損失も問題ない。

室温から動作温度 20K までの導体の冷却は、熱収支の計算(下式)から、液体窒素との熱交換で冷却した水素ガス(80K, 700L/min, 8atm)により87Kまで4日間、これより液体水素3 L/min の流量によって蒸発潜熱を利用して3日間で達する。この冷却時間は完成システムの動作準備の期間として許容範囲である。

$$\frac{dT}{dt} = \frac{-\alpha[(T - T_{ref})C_{H2} \times g_h] + \epsilon(T_{77}^4 - T^4) \times \text{length} + W}{Q_{cond} \times \text{length}}$$

T_{ref} : Temperature of refrigerant g_h : Gas supply.
 α : Heat exchange efficiency. ϵ : Radiation parameter.

3. 短尺ケーブルによる試験評価

完成システムの液体水素による冷却に替えて短尺ケーブル(140m)をヘリウムガスによって冷却し、電線の基本性能である最大電流及び発生磁場の試験をする条件を考える。短尺ケーブルの導体としては入手が容易な ReBCO テープ線材とし、20Kにおいて MgB₂ 線材による電線と同等電流、磁場性能が実現できるユニットケーブル構造、寸法及び配置とし、図1を踏襲する。

室温からの導体の冷却は液体窒素と熱交換した 80K の圧縮ヘリウムガス(700 L/min, 8atm at rt)循環として1.1日で導体温度89Kに達する。次いで10Kに冷却した同一供給量のヘリウムガス循環により1日で導体温度20Kに達する計算となった。

4. 結論

完成システムとして液体水素冷却による MgB₂ 線材を使用した電線が低価格化、温度維持の点で実現性があり、電線設計の性能確認には ReBCO 線材及びヘリウムガス冷却による代替とできることが分かった。

謝辞 この研究の進展のため液体水素冷却を提案されたジェック東理社青木五男氏に感謝します。また水素冷却施設の見学を受け入れていただいた麻生智一氏(原研)に感謝します。

参考文献

[1] Hirota, M., JSAP Spring Meeting, 2019, 10p-s224-17.
[2] Watanabe, H. et al., 2017, IEEE Trans. Appl. Supercond. 27 (4), 5400205.

1970 年代の超伝導材料開発と太刀川研究室の貢献

Contributions of Prof. Tachikawa's Laboratory in the Superconducting Materials Development in the 1970's

戸叶一正 (NIMS)

TOGANO Kazumasa (NIMS)

E-mail: ktokano@khe.biglobe.ne.jp

1. はじめに

周知のように 1911 年に発見された超伝導の本格的応用が始まったのは、約半世紀後の 1960 年代に入ってからである。特に 1961 年、Kunzler による Nb₃Sn 線材の磁場中高 J_c の観測と [1]、それに続く高磁場国際会議 (MIT) における相次ぐ高磁場超伝導マグネットの作製成功の報告は、世界に衝撃を与えた。太刀川はその重要性をいち早く察知し、翌 1962 年には金属材料技術研究所 (現物質・材料研究機構) に超伝導研究室を立ち上げ超伝導線材の開発を開始した。太刀川らは T_c 、 H_{c2} が高いものの加工性に難があった金属間化合物超伝導体の研究にいち早く着手し、V₃Ga、Nb₃Sn、Nb₃Al など数多くの材料を対象にして斬新なプロセスを開発し、今日の高磁場超伝導線材発展の礎となる重要な貢献をしてきた。本報告では、1960 年代後期から 1980 年代初頭にかけての開発動向を、太刀川グループの活動を中心にして振り返ってみる。

2. 表面拡散テープとブロンズ法の発明

太刀川グループの最大の功績は 1970 年のブロンズ法の発明である [2]。しかし、発明のきっかけになったのは、1967 年、V₃Ga 表面拡散テープを開発中に発見した Cu の触媒効果である [3]。表面拡散法自身は、1965 年に GE のグループが Nb₃Sn テープの開発で成功していた [4]。一方、V₃Ga に同じ手法を適用すると、Ga に富んだ非超伝導化合物が優先的に生成されてしまう。しかし、太刀川らは銅めっきを加えて熱処理すると目的とする V₃Ga の生成が著しく促進されることを偶然発見した [3]。この Cu の触媒効果にヒントを得て、太刀川らは V と Cu-Ga 合金との複合体を加工、熱処理することを試み、V₃Ga を固体拡散で生成させることに成功した。米国では直ちに Nb/Cu-Sn の複合体で同様の実験を行って Nb₃Sn の生成に成功した [5]。以降この手法はブロンズ法と呼ばれるようになるが、硬く脆い化合物でも安定な多芯線材の作製を可能となり、超伝導マグネット応用にとっては画期的な発明であった。

このようにブロンズ法は V₃Ga で生まれたが、その後加工性が良い Nb₃Sn が開発の主流になっていく。そこで太刀川らは Nb₃Sn ブロンズ線材の弱点であった高磁場特性を改善する目的で、種々の元素を添加する系統的な研究に着手した。その結果、Ti 添加が高磁場特性の改善に最も有効であることを発見した [6]。現在では実用 Nb₃Sn 線材の殆どに Ti が添加されている。

3. ブロンズ法の改良型

ブロンズ法の最大の欠点は、Cu-Sn 合金が加工硬化するため Sn 濃度が限定され、加工中に中間焼鈍を数多く繰り返さなければならないことである。これを解決する手段として、1972 年に Suenaga らは Nb/Cu 複合体を加工して Sn を外部から拡散させるいわゆる外部拡散法を発表している [7]。その後も、内部拡散法、ニオブチューブ法、ジェリーロール法、粉末法など多くの改良されたプロセスが編み出され、現在でもプロセスの改善が進められている。

一方複合体でなく、溶製した Cu-Nb 合金からスタートする *in situ* 法と呼ばれる方法が 1973 年に Tsuei によって提案された [8]。Cu-Nb 合金を強加工すると、Cu 母相内に Nb 繊維が分散した状態が得られ、この線材に Sn を外部から拡散させる方法である。Nb₃Sn は繊維状に分散した形で存在するが、一定以上の体積率があれば近接効果によって十分に大きな J_c が得られる。熊倉らはこの *in situ* 法を V₃Ga に適用し、ブロンズ線材に匹敵する overall J_c を持つことを示した [9]。さらに消耗電極型アーク溶解や連続的な Ga 塗布によるスケールアップにも成功し、1986 年に金属材料技術研究所に設置された 18.1 T 超伝導マグネットの内層用線材として使われた。

4. Nb₃Al, Nb₃(Al,Ge)線材の開発

Nb₃Al, Nb₃(Al,Ge) は V₃Ga, Nb₃Sn よりも高い T_c 、 H_{c2} をもつため早くから興味が持たれていた。1970 年代の初頭には MIT のグループが複合法で線材を試作している [10]。しかし、化学量組成が極めて高温でしか存在しないため、期待したような特性が得られなかった。その後、この問題を解決するために非常に数多くの研究が行われたが、それらは原理的には二つに分類できる。

一つは複合体を構成する Nb と Al (Al-Ge) のサイズを微小化して反応を容易にし、低温の熱処理で化学量論組成に近づける方法である。最初に成功したのは 1975 年イタリアのグループで、微細化の方法としてはジェリーロール法を採用した [11]。その後、複合体の微細化のために、粉末法やニオブチューブ法など多くの方法が試みられた。

もう一つは高温から高速急冷する方法である。筆者らは、Nb₃(Al,Ge) を融液から超高速急冷し、生成された非平衡の過飽和 bcc 相を低温で微細な A15 相に変態させ、非常に優れた高磁界特性を達成した [12]。その後、太刀川グループでは急冷法を連続化したビーム照射法も試みられた [13]。なお、後に竹内らは、直接通電を利用した急速急冷変態法によって、工業規模の長尺 Nb₃Al の作製に成功し、現在も引き続き開発が進められている [14]。

参考文献

1. J.E. Kunzler et al.: Phys. Rev. Lett. 6 (1961)
2. K. Tachikawa: Proc. ICEC., 3rd p.339. Iliffe Sci. and Tech. Publ. Berlin, 1970
3. K. Tachikawa et al: Jpn. J. Appl. Phys. 6 (1967) 782
4. M.G. Benz et al: Cryogenics 3 (1965) 248
5. A.R. Kaufman and J.J. Pickett: J. Appl. Phys. 42 (1971) 58
6. 例えば浅野稔久ら: 日本金属学会誌 47 (1983) 1115
7. M. Suenaga et al: Appl. Phys. Lett. 20 (1972) 443
8. C.C. Tsuei: Science : 180 (1973) 180
9. H. Kumakura et al: J. Less-Common Met. : 79 (1981) 181
10. R. Lohber et al: Appl. Phys. Lett. 22 (1972) 69
11. S. Ceresara et al: IEEE Trans. Magn. MAG-11 (1975) 263
12. K. Togano et al : Appl. Phys. Lett. 41 (1982) 199
13. 熊倉浩明ら : 日本金属学会誌 51 (1987) 465
14. 竹内孝夫 : 工業材料 55 (2006) 78

高エネルギービーム照射を適用した Nb₃Al ならびに Nb₃(Al, Ge) 線材の作製

Fabrication of Nb₃Al and Nb₃(Al,Ge) superconducting composite tapes

by high energy beam irradiation

熊倉浩明, 戸叶一正, 太刀川恭治 (物材機構)

KUMAKURA Hiroaki, Togano Kazumasa, Tachikawa Kyoji (NIMS)

E-Mail:KUMAKURA.Hiroaki@nims.go.jp

1. はじめに

Nb₃Al や Nb₃(Al,Ge)は上部臨界磁界 B_{c2} が Nb₃Sn よりも高く、強磁界マグネット用の線材として有望と考えられる。しかしながらこれらの化合物においては、特性の優れた化学量論組成を持つ化合物は約 1600°C 以上の高温でのみ安定に存在し、常温における平衡状態の化合物は化学量論組成よりも Al がかなり少なくなっている、という問題点がある。このため、 T_c や B_{c2} の高い化合物を得ようとすれば 1600°C 以上の高温で化合物を生成する必要があるが、これを通常の熱処理で行うと生成する Nb₃Al の結晶粒が著しく粗大化し、臨界電流密度 J_c が大幅に低下してしまう、という難点がある。 B_{c2} 、 J_c 共に優れた線材を得るためには、高温での反応を短時間で起こさせた後に急冷し、結晶粒の粗大化を抑制するのが有効と考えられる。

そこで筆者らは、レーザービームや電子ビームなどの高エネルギービーム照射を利用して Nb-Al 素線材を急加熱・急冷却することによって特性の優れた Nb₃Al 線材の試作を行った。本講演では主に電子ビーム照射についての概略を述べる。なお、レーザービーム照射については文献 [1,2]、電子ビーム照射については文献 [3] ですでに発表済であるので、詳細はこれらの文献を参照されたい。

2. 実験方法

ビーム照射する素線材(テープ)はパウダー・イン・チューブ法で作製した。粒径 40 μ m の Nb および Al 粉末、またはこれに粒径約 1 μ m の Ge 粉末を加えたものを良く混合して外径 20mm、内径 16mm の Nb 管に充填し、スウェーディングマシンならびに平ロールを用いて厚さ約 100 μ m、幅 4-6mm のテープに加工した。電子ビーム照射は電子ビーム溶接機を用いて行った。電子ビームの加速電圧は 20kV であり、ビーム電流は 5-30mA の範囲で変化させた。電子ビーム径はテープ表面での値が 2mm となるように焦点を合わせた。照射中に試料を 6m/分の速度でテープ長手方向に移動させて連続的に照射した。テープのある部分が電子ビーム照射されている時間は 0.02 秒と非常に短い、ビームのエネルギー密度が高いので、瞬間的に高温まで加熱される。照射後、いくつかの試料については 650-800°C で 100 時間のアニールを施した。

照射前後のテープの構造・微細組織を光学顕微鏡(OM)ならびに走査電子顕微鏡(SEM)で調べ、生成した相の同定を X 線回折にて行った。線材の T_c は標準的な抵抗法で測定した。 J_c は 4.2K、磁界中で 4 端子抵抗法により測定した。 J_c は T_c を照射によって反応が起こった領域の断面積で除して求めた。31T までの磁界をテープ面に平行、電流方向に垂直に印加した。17-31T での測定は東北大学金属材料研究所強磁場施設において行った。

3. 結果と考察

3-1. 構造・組織

加工直後のテープにおいては、Nb および Al は厚さが 1-2 μ m のファイバー状に加工されてテープ長手方向に存在している。また Ge はテープ加工後も粒径約 0.5 μ m の粒子としてテープ内に分散している。電子ビームの出力がある臨界値以内の場合はテープ内の Al ファイバーのみが照射によって熔融状態となって周囲の固層 Nb と反応し、照射後もファイバー状の組織が残る。この臨界のビーム出力は、Nb-Al テープで約 400W であった。臨界値以内の出力で照射したテープの OM 観察 (陽極酸化後) ならびに X 線回折から、照射領域には A15 型の Nb₃Al とともに正方晶の Nb₂Al が生成していることが判った。SEM 観察から、

Nb₃Al は未反応の残留 Nb ファイバーの周囲に粒状に形成されており、Nb₂Al は更にその外側に形成されているのがわかった。さらに一部のテープについて透過電子顕微鏡観察を行ったところ、Nb₃Al 結晶粒の大きさは数百 nm 程度であり、これはアーク溶解等を用いて高温で反応させた場合と比べて二けた程度小さく、電子ビーム照射法が結晶粒の粗大化の抑制に有効なことがわかる。生成した Nb₃Al の格子定数は 0.5185nm 前後であり、これよりほぼ化学量論組成の Nb₃Al が生成していると考えられる。

3-2. 超電導特性

電子ビーム照射後のテープの T_c はビームエネルギーが増大するとともに急激に上昇して 200W 前後で最大値に達し、それ以後は出力が増大してもほとんど一定値となる。一方 J_c は電子ビームエネルギーとともに T_c よりも緩やかに上昇し、400W 近傍で最大値を取り、さらに出力が増すと J_c は急激に低下する。 J_c を最大にするビーム出力が T_c を最大にする出力よりも高くなるのは、生成する Nb₃Al 化合物の量がビーム出力とともに増大するためと考えられる。Nb-Al テープの J_c を最大にする出力 400W は、3-1. で述べたファイバー組織から凝固組織に移行する直前の出力に一致しており、400W 以上で J_c が急激に低下するのは、Nb シースも含めたテープ全体の溶融が起こり、生成される Nb₃Al の量が大幅に減少するためと考えられる。

照射直後の T_c は化学量論組成の Nb₃Al に比べると低いが、これは高温から急冷したために生成した Nb₃Al 結晶の不規則性がそのまま残っているためと考えられる。そこで照射後に低温でアニールをすると結晶の規則性が向上し、 T_c も上昇する。最適なアニール温度は 700-750°C であり、その時の T_c (遷移開始点) は Nb-Al テープで 18.5K、Nb-Al-Ge テープで 20.2K と、これまでに報告されている Nb₃Al および Nb₃(Al,Ge) の最高値に近い値が得られた。Nb-Al テープについては、レーザービーム照射の場合もほぼ等しい T_c が得られている。

J_c - B 特性については、照射した直後のテープでは、Nb-Al、Nb-Al-Ge 共に J_c は 17~18T で緩やかな極大値を取り、さらに磁界が上昇すると低下する。この低下の仕方は Nb-Al-Ge の方が緩やかであるが、これは Nb₃(Al,Ge) の方が Nb₃Al よりも B_{c2} が高いためである。一方、照射後 700°C でアニールしたテープでは、アニールしないテープに比べて明らかに J_c - B 特性が改善されており、Nb-Al テープでは 23T まで、また Nb-Al-Ge テープでは ~27T の高磁界まで J_c はほとんど低下しない。照射後のアニールによって高磁界での J_c が向上するのは、アニールによって T_c が上昇しこれに伴って B_{c2} も上昇するためである。高磁界側の Kramer プロットから B_{c2} (4.2K) を概算すると、Nb-Al テープで ~31T、Nb-Al-Ge テープでは 35~40T と見積もられる。電子ビーム照射したテープの J_c は Nb-Al テープでは 25T まで Nb-Al-Ge テープでは 30T の磁界まで 10⁴A/cm² 以上と、通常の熱処理により得られたテープと比較して高磁界特性が格段に優れている。同様な優れた J_c 特性はレーザービーム照射によっても得られている。また、Ti 添加した Nb₃Sn 実用線材と比較しても、高磁界における J_c 特性はビーム照射したテープの方がはるかに優れていることがわかった。

参考文献

- [1] 山田 穰他 低温工学 第 21 巻(1986)339-342.
- [2] 山田 穰他 低温工学 第 21 巻(1986)343-347.
- [3] 熊倉浩明他 日本金属学会誌第 51 巻 (1987)465-471.

古河電工における A15 型化合物超電導線材の開発

Development of A15 compound superconducting wires at Furukawa Electric Co., Ltd.

杉本 昌弘, 坂本 久樹, 遠藤 壮, 伊井 秀樹, 坪内 宏和(古河電工)

SUGIMOTO Masahiro, SAKAMOTO Hisaki, ENDOH Sakuru, II Hideki, Tsubouchi Hirokazu (Furukawa Electric Co., Ltd.)

E-mail: masahiro.sugimoto@furukawaelectric.com

1. はじめに

Nb₃Sn が Bell 研により 1954 年に発見された後、Nb₃Sn、Nb₃Al、V₃Ga 等の A15 化合物超電導体に用いた化合物系超電導線材は、10 T 以上の高磁界を発生する機器を実用化するために、超電導特性の基礎評価、性能および製造性向上といった幅広い研究開発が進められてきた¹⁾²⁾³⁾。現在、Nb₃Sn 線材は、実用線材として、様々な超電導応用機器に使用されている。ここでは、古河電気工業株式会社(古河電工)における A15 型化合物超電導線材(Fig.1 参照)の開発経緯と最近の開発動向について報告する。

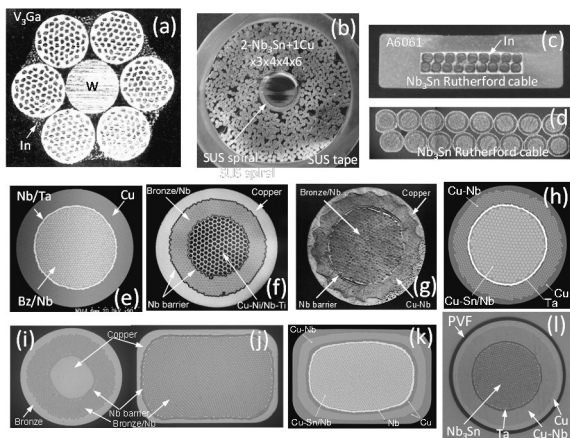


Fig.1. Cross-sectional views of distinctive A15 compound superconducting wires developed by Furukawa Electric Co., Ltd. (a)Stranded V₃Ga wire, (b)ITER-CS cable, (c)Al-jacketed Nb₃Sn cable, (d)High-strength Nb₃Sn Rutherford-cable, (e)ITER-CS-type strand, (f)CuNi-NbTi- Nb₃Sn wire, (g)In-situ-CuNb/Nb₃Sn wire, (h)Nb-rod-method-Cu-Nb/Nb₃Sn wire, (i)NSN-100, (j)NSS-Rec, (k)Cu-Nb/Nb₃Sn-Rec, (l)PVF-insulated Cu-Nb/Nb₃Sn wire

2. 1970 年代～1980 年代の開発

太刀川先生らにより、A15 化合物の持つ硬く脆く加工が困難であるという問題点を克服した製造方法の一つであるブロンズ法が 1967 年に発明された。1970 年代には、数々の V₃Ga および Nb₃Sn の線材開発を行っており、特徴的なものとして、55 芯の 10 μm の V₃Ga フィラメントを有する素線を 6 本、タングステンからなる中心線周囲に撚り合わせ、インジウムで固めた後、外周部を絶縁した 0.375mm Φ の V₃Ga 線材開発がある⁴⁾⁵⁾。1980 年代にかけて、A15 型化合物超電導線材の歪特性が詳細に調査された⁶⁾。ブロンズ法を適用した Nb₃Sn 線材は、内部拡散法などの Sn 単体(または Sn 合金)を用いる他の製造方法と異なり、高温押出が可能であり、複合ピレットを大型化できるため量産製造に適しており、フィラメント極細化による低交流損失化や、ブロンズ中のスズ濃度の増大や Ti 添加によって高磁界特性が向上するなどの特長があることに注目した。

3. 1990 年代～2000 年代の開発

1990 年代は、超電導応用機器に応じた要求事項を満足するために高性能化と長尺化といった実用的な線材開発が行われた。超電導発電機用の低交流損失タイプ、核融合

実験炉用の高銅比・高電流密度タイプ、NMR 用高臨界・高電流密度タイプなどの線材が開発された。2000 年代は、NMR ハイブリッドマグネットの高磁場化が進み、素線内部に CuNi-NbTi 金属間化合物や In-situ 法 CuNb 合金と複合化することにより、250MPa といった強い引張応力下でも使用できる高強度 Nb₃Sn 線材が開発された⁷⁾。

4. 2010 年代の開発

2010 年代に入ると、核融合実験炉(ITER 計画)、高磁場施設、NMR などの超電導マグネットの性能向上のため、ブロンズ法 Nb₃Sn 線材に対する要求特性は、さらに高くなった。線材構造、ブロンズ原料、Nb₃Sn 生成熱処理条件の適正化により、非銅部当り臨界電流密度を大幅に向上(約 1200A/mm²@12T,4.2K、1990 年代の約 2 倍)させた⁷⁾。熱処理後、適正な繰返し曲げ歪を印加することにより、超電導特性を向上させた、高磁場マグネット用リアクト・アンド・ワインド(R&W)型 Nb ロッド法 Cu-Nb/Nb₃Sn ラザフォード導体を開発し、東北大 25T 無冷媒超電導マグネットに適用した。また、摩擦撚拵接合法を適用したアルミ複合 Nb₃Sn 導体を開発した⁸⁾。昨年度は、ポリビニールホルマール(PVF)被覆 Cu-Nb/Nb₃Sn モリス線を開発し、絶縁被覆後の臨界電流特性を向上させる要素技術を確立した⁹⁾。今年度も、各種超電導マグネットの要求特性に応じて、さらに高い超電導特性を有する Nb₃Sn 線材の開発を進めている。

5. まとめ

古河電工は、現在に至るまで、各種超電導応用機器の要求性能を満足する実用的な Nb₃Sn 線材の開発と製造を継続している。今後、Nb₃Sn 線材は、NbTi 線材よりも優れた超電導性能を有する実用線材として、超電導応用機器の性能向上に応じて、その用途がさらに拡大していくと考えられる。

謝辞

当社が A15 型化合物超電導線材を開発するにあたり、故・太刀川恭治先生から、多大なご指導をいただきました。感謝の意を表し、先生のご冥福を心よりお祈りいたします。

参考文献

1. 太刀川恭治:「ニオブ3・すず線材物語」, 低温工学 **39** (2004) 377-382.
2. 太刀川恭治:「金属系超電導線材[3]-Nb₃Sn 線材及び V₃Ga 線材(その1)」, 低温工学 **45** (2010) 88-98.
3. 太刀川恭治:「金属系超電導線材[4]-Nb₃Sn 線材及び V₃Ga 線材(その2)」, 低温工学 **45** (2010) 226-237.
4. Y. Furuto et al., : "Current-carrying capacities of superconducting multifilamentary V₃Ga cables," Appl., Phys. Lett. **24** (1974) 34-36.
5. Y. Tanaka et al., : "Multifilamentary stranded compound superconductor," *Cryogenics* **17** (1977) 233-241.
6. 例えば, J.W. Ekin, "Strain scaling law and the prediction of uniaxial and bending strain effects in multifilamentary superconductors," in *Filamentary A15 Superconductors*, M. Suenaga and A. Clark, Eds. New York, NY, USA: Plenum, 1980, pp. 187-203.
7. 杉本昌弘ら:「ブロンズ法 Nb₃Sn 超電導線材の開発動向-素線の高性能化と導体化-」低温工学 **47** (2012) 479-485.
8. 杉本昌弘ら:「リアクト・アンド・ワインド型 Nb₃Sn 超電導線材の実用化-要素技術開発の現状と展望-」低温工学 **50** (2015) 172-179.
9. M. Sugimoto et al., : "Performance of Polyvinyl Formal Insulated Cu-Nb/Nb₃Sn Wires for React-and-Wind Process," *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **29** (2019) 6001205.

高臨界電流密度Nb₃Sn線材の開発 Development of High J_c Nb₃Sn wire

川嶋 慎也, 川原田 喬生 (神戸製鋼); 加藤 弘之, 村上 幸伸, 斉藤 一功 (JASTEC);
荻津 透, 菅野 未知央 (KEK); 小黒 英俊 (東海大); 淡路 智 (東北大)

KAWASHIMA Shinya, KAWARADA Takao (Kobe Steel, Ltd.);
KATO Hiroyuki, MURAKAMI Yukinobu, SAITO Kazuyoshi (JASTEC); OGITSU Toru, SUGANO Michinaka (KEK);
OGURO Hidetoshi (Tokai Uni.); AWAJI Satoshi (Tohoku Uni.)
E-mail: kawashima.shinya@kobelco.com

1. はじめに

当社グループは、量産に適したNb₃Sn線材として太刀川先生発明のブロンズ法を採用し15-16Wt%の高Sn濃度ブロンズ法Nb₃Snの量産にいち早く成功した。さらにこの成果は高磁場NMRマグネットの開発や国際熱核融合実験炉 (ITER) 用コイル開発にも貢献している。加えて、23T以上の磁場を発生する1GHz級の超高磁場NMRマグネット向け線材としてTS-PIT法線材の開発を太刀川先生の協力も得ながら進め、実用的な特性を満足することを示した。近年当社グループは、次世代の大型加速器などへの適用を目指し、従来の開発で得られた成果を活用し、分散Sn法Nb₃Snの開発を行っている。以下、各製法についての性能を詳細に述べる。

2. ブロンズ法 Nb₃Sn

高磁場化での高J_c化を図る上で、Cu-Sn(ブロンズ)合金中のSn濃度の増加、Nb₃Snの臨界磁場の向上のために、太刀川先生発明のTi添加ブロンズを用いたNb₃Sn線材の開発を行った。Sn濃度増加による加工性の課題に対しては、断面設計に加えて加工条件や焼鈍条件等のプロセス適正化によって対応し、高Sn濃度Cu-Sn-Ti合金を用いたNb₃Sn線材開発に成功した。当社グループはこれらの成果を活用し、2000年代には22T前後の定常磁場を発生する高磁場NMRマグネットの開発に貢献している[1]。

さらに高磁場NMR用途に開発した技術の中磁場用途ブロンズ法Nb₃Sn線材にも展開している。ITER用Nb₃Sn線材は、トロイダル磁場 (TF) コイル用線材と中心ソレノイド (CS) コイル用線材の2種類があり、共に12T付近の磁場領域で使用される。

ITER用Nb₃Sn線材には15~16wt%SnのCu-Sn合金を用い、さらにJ_c向上のために従来のNMR用よりもNb芯を細径化してNb₃Sn相の反応を促進し、熱処理条件についても最適化を行なった。4.2K, 12Tにおけるnon Cu J_cとしてTFコイル用:約900 A/mm², CSコイル用:1,177 A/mm²という、ブロンズ法としては極めて高いJ_cを達成している。

3. 粉末法 Nb₃Sn

粉末法Nb₃Sn線材は、Nb合金チューブの内部にSnを含む粉末(純Sn, Sn合金, Sn化合物)を充填し、その外周にCuを配置したものを複数束ねた断面形状である。太刀川先生が提案したTa-Sn粉末を用いたパウダーインチューブ法 (TS-PIT法)では、TaおよびSn粉末をモル比6:5の割合で混合し、950℃, 10時間の熔融拡散熱処理を施した上で粉碎しコア粉末とし、さらにNb₃Sn生成反応を助長するCu粉末が混合される。

商業規模に近い重量50 kgクラスのTS-PIT法Nb₃Sn線材を製作し、量産性と全長での特性安定性を評価し、4.2K, 18.5Tにおけるnon Cu J_c = 295 ± 10 A/mm², n = 46.5 ± 1.2という結果が得られ、長手方向での特性が均一であることを実証した[2]。また、その他の特性として残留抵抗比RRR =

289, 4.2Kでの0.2%耐力が168 MPaであることも確認し、これらの特性はブロンズ法Nb₃Sn線材と同等の値であり、TS-PIT法Nb₃Sn線材が実用的な特性を満たすポテンシャルを持つことを実証した。

4. 分散 Sn 法 Nb₃Sn

欧州原子核研究機構の計画する次々世代量子加速器 (Future Circular Collider (FCC)) マグネット向けNb₃Snは、非常に高いJ_cの線材が大量に使用される[3]。そこで当社グループは内部拡散法の一つである分散Sn法Nb₃Sn線材を選択した。分散Sn法は、Cuマトリクス中に複数のNb芯が埋め込み配置されたNbモジュールとCuマトリクス中にSn合金が埋め込まれたSnモジュールとを組み合わせる。これまでに、Sn拡散距離低減による拡散状況の改善、Ti添加量の制御により、4.2K, 16Tにおけるnon Cu J_c = 1,100 A/mm²を達成している。今後、熱処理条件や断面設計の改善によりさらなる高J_c化が可能と考えている。

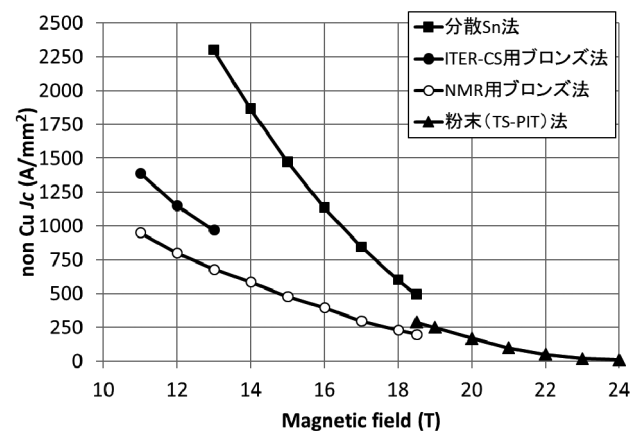


Fig. 1. Non Cu J_c versus magnetic field.

謝辞

本研究の一部は、高エネルギー加速器研究機構 (KEK)、欧州原子核研究機構の支援 (ICA-JP-0103) を受けて行ったものである。

参考文献

- [1] T.Kiyoshi, et al.: "Operation of 930-MHz High-Resolution NMR Magnet at TML," IEEE Transaction on Applied Superconductivity, 15 (2005) 1330-1333
- [2] 財津享司ら: 「Ta-Sn パウダー・イン・チューブ法 (Nb,Ta)3Sn 超電導線材の開発」, 低温工学 43 (2008) 15-22
- [3] A. Ballarino and L. Bottura: "Targets for R&D on Nb₃Sn Conductor for High Energy Physics," IEEE Trans. Appl. Supercond. vol. 25, no. 3, 2015.

Cu-Sn-In 三元系合金母材を用いた Nb₃Sn 極細多芯線材における超伝導特性と微細組織

Superconducting properties and microstructure of Nb₃Sn multifilamentary wires using various Cu-Sn-In ternary bronze matrices

菱沼 良光(核融合研); 谷口 博康((株) 大阪合金工業所); 菊池 章弘(物質・材料研究機構)
 HISHINUMA Yoshimitsu (NIFS); TANIGUCHI Hiroyasu (OAW); and KIKUCHI Akihiro (NIMS)
 E-mail:hishinuma.yoshimitsu@nifs.ac.jp

1. はじめに

取扱が易く高強度特性を有する Nb₃Sn 線材の開発を目的に、三元系ブロンズからの固溶強化による内部マトリックス強化を検討している。これまで Zn を固溶した高 Sn 濃度 Cu-Sn-Zn 系について検討し、内部強化による高強度 Nb₃Sn 極細多芯線材を提案した。その結果、Zn は Nb₃Sn 生成熱処理後の母材中に均質に残存し、(Cu,Zn)固溶体を形成することで強度を向上しており、内部強化の可能性が明らかになった。更なる高強度化が見込める溶質元素として In に注目し、前報では種々の Cu-Sn-In 三元系合金の微細組織や Nb₃Sn 拡散相の特性について報告した。本研究では、種々の Nb/Cu-Sn-In-(Ti)の極細多芯線材を作製し、微細構造及び超伝導特性について報告する。

2. 実験方法

本研究では、Cu-10Sn-5In-0.3Ti (10Sn-5In)及び Cu-14Sn-2In-0.3Ti (14Sn-2In) の2組成の Cu-Sn-In 合金を溶製し、600 °C の溶体化処理を実施した。その後、19 本の Nb 芯の多芯線材を作製し、409 本を Cu 管に組み込むことで、Nb₃Sn 極細多芯線材(Nb 芯:7771 芯、線径:0.90mm)を得た。同様の方法で、16Sn-0.3Ti (16Sn) 母材線材も比較として用意した。これらの極細多芯前駆体を真空中で Nb₃Sn 生成熱処理を行った。

Nb₃Sn 生成熱処理前後の Nb₃Sn 相及び母材における微細組織は、微小領域 XRD (100µm)及び FE-EPMA にて評価した。Cu-Sn-In 母材における熱処理前後の硬度は、ビッカース硬度計にて評価した。試験は 9.8mN (1gf)の荷重とし、任意の 5 箇所での硬度の平均値を硬度とした。

臨界電流密度 (J_c) 特性については、4.2K 中で 18T までの外部磁場を印加させて直流 4 端子法にて臨界電流 (I_c) を測定した。本研究における J_c 特性は、Cu 部を除いた断面積で I_c 値を除いた non-Cu J_c 値とした。

3. 実験結果

Fig.1 に各種極細多芯線材における熱処理後の母材領域 XRD を示す。比較基準として安定化銅部における図形も示した。16Sn 母材のピークは、銅部のピークとほぼ同じ回折角で得られることから Cu(200)と同定した。これは、母材から Nb₃Sn 相生成のための Sn が母材から Nb にほぼ全量拡散し、母材は Cu に相変態したと考えられる。一方、10Sn-5In 母材のピークも 16Sn 母材と同様に Cu(200)と同定した。しかしながら、回折ピークは低角度側にシフトしており、Cu の格子定数が長くなっていることを示している。これにより、In が母材中に残存し、(Cu,In)固溶体を形成していると考えられる。

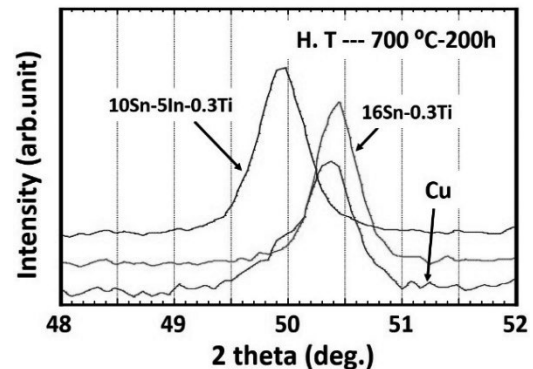


Fig. 1 Micro-focused XRD in Nb₃Sn multifilamentary wires using 16Sn-0.3Ti and 10Sn-5In-0.3Ti alloy matrices after heat treated at 700 °C for 200h.

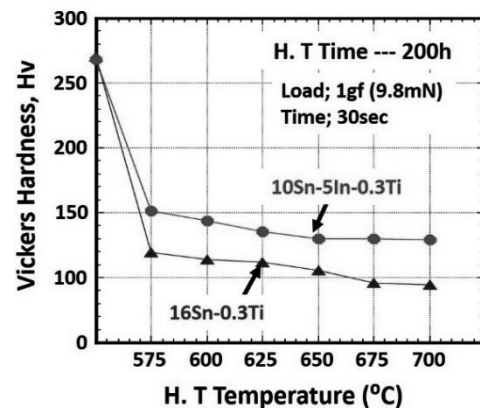


Fig. 2 Comparisons of the Vickers hardness between 16Sn-0.3Ti and 10Sn-5In-0.3Ti matrices before and after heat treatment for 200h.

Fig.2 に各種極細多芯線材の母材における熱処理前後のビッカース硬度の変化を示す。一般的に、Sn や In は Cu の固溶強化に寄与する溶質元素として知られており、熱処理前の母材のビッカース硬度はほぼ同等であった。熱処理後では Sn の拡散によって両組成母材ともに硬度は減少したが、全ての熱処理温度において 10Sn-5In 母材にて高い硬度を示した。これは、Fig.1 に示したように(Cu,In)固溶体が形成しているために高い硬度になっていると考えられる。このように、In は母材の固溶強化機構の溶質元素としてだけでなく、超伝導特性を改善することにも効果的であると考えられる。

本研究は、NIFS 核融合工学プロジェクト(UFFF036-1)、NIFS 一般共同研究(NIFS16KECF017)、及び科研費(基盤(B)16H04621)の支援を受けた。

内部拡散法 Nb₃Sn 線材における Zn 添加の効果 Effect of Zn addition for internal-tin Nb₃Sn conductors

伴野信哉(物材機構); 森田太郎(上智大, 物材機構); 谷貝剛(上智大)

BANNO Nobuya (NIMS); MORITA Taro (Sophia Univ., NIMS); YAGAI Tsuyoshi (Sophia Univ.)

E-mail: banno.nobuya@nims.go.jp

1. 緒言

Nb₃Sn 線材への Zn 添加効果の研究は、1978 年に遡る[1]。和田博士、太刀川博士らによる、この最初の研究はブロンズ線材への添加に関するもので、Ti 添加効果が発見される前のことであった。当該研究では、Zn 添加が Nb₃Sn 層の成長を促進することを確かめるとともに、Zn が Nb₃Sn 層に溶け込まず母材に残留するという重要な知見を得た。その後、Ti 添加効果が発見され[2]、研究の精力がそちらへ注ぎ込まれることになり、Zn 添加の効果はその後大きな進展を見せなかった。

その後、世界的に内部スズ拡散法の開発が進み、Sn 固溶限の問題が解決され、Nb₃Sn 線材の J_c 特性が飛躍的に向上した。それと同時に、核融合炉や加速器などへの大型マグネット応用研究が進むにつれ、Nb₃Sn 線材の機械的特性が再び大きな注目を集めるようになった。そんな中、2013 年初頭に太刀川先生より内部拡散法 Nb₃Sn 線材への Zn 添加の研究のご提案があり、太刀川先生と共に研究を進めさせていただくこととなった。Zn が母材に残留し、固溶強化が望めるかもしれないという点が本研究への大きなモチベーションの一つとなった。

本発表では、Zn 添加の効果(特に元素拡散)を明らかにするために、シンプルな拡散対構造を用いて得られた、元素拡散挙動・ボイドの成長に関するごく最近の実験結果を中心に報告し[3, 4]、Zn 添加の研究がどのような進展を見せているのかを紹介したい。

2. 実験方法

母材(Cu, Cu-15wt%Zn, Cu-12wt%Zn)となるロッド(外径/内径=20/12mm)に外径 11.5 mm の Sn-1.6wt%Ti 芯を挿入し、伸線加工により線径 0.6 mm の単芯線を用意する。これらを予備熱処理なしで 210°C、400°C、550°C(昇温 2 h)の熱処理を行い、組織形成過程を SEM、EDX 等で観察した。多芯線作製の詳細については[5]を参照願いたい。

3. 拡散挙動

Fig. 1 に Cu/Sn-Ti 及び Cu-12Zn/Sn-Ti 界面の生成層の温度変化を示す。両者で拡散挙動が全く異なっていて大変面白い。210°Cでは、Cu 母材では Cu 側反応界面に ε 相が生成するのに対し、Cu-Zn 母材では ε 相は生成されない。400°Cになると、Cu-Zn 母材では ε 相のさらに外側に β-CuZn 相と思われる層が形成された。興味深い点は、ε 相には多数のボイドが見られるのに対し、β-CuZn 相は非常に密でボイドが全く見られない点である。ボイドの成長は Sn の母材全体への拡散を阻害する要因となるため、できる限り抑制することが望ましい。拡散最前線で密な β-CuZn 相が形成されることは、Sn の均一拡散にとっては非常に効果的と考えられる。Cu-Zn 母材では、550°Cでも拡散反応領域に非常に密な ε + β 相が広がっている。

Fig. 2 は、Cu 母材の 684 芯線と Cu-12Zn 母材684芯線の 550°C×100 h 後の BSE 像である。Cu 母材ではサブエレメント間だけでなくフィラメント間にも多数のボイドが形成されており、その外側への Sn 拡散が阻害されているのがわかる。一方、Cu-12Zn 母材線ではフィラメント間のボイドはなく、サブバンドル間のボイドもより外側に形成されており、Sn が ε 相の形でより広範囲に拡散している様子がうかがえる。

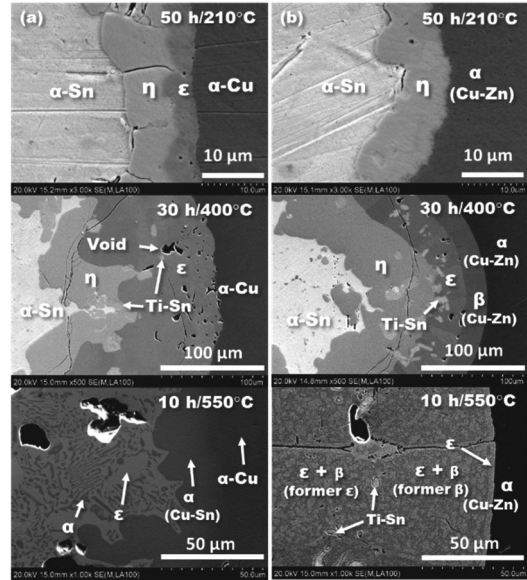


Fig.1. BSE images of reaction layer of (a) Cu/Sn-1.6wt%Ti and (b) brass (Cu-12wt%Zn)/Sn-1.6wt%Ti diffusion couples after heat treatment at 50 h/210 °C, 30 h/400 °C, and 10 h/550 °C.

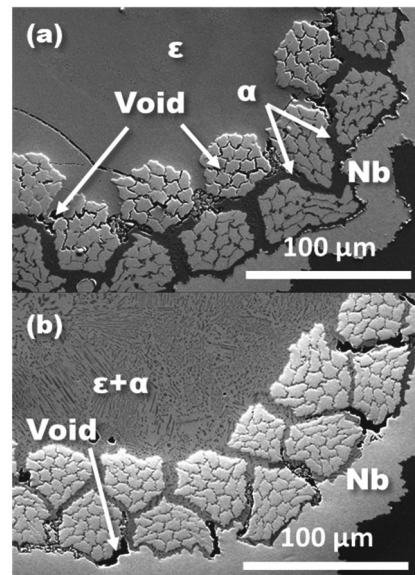


Fig.2. SEM images of the microstructures of (a) Cu matrix 684-core wire and (b) Cu-12wt%Zn matrix 684-core wire after 100 h/550 °C (ramp up time to 550 °C: 24 h).

参考文献

1. H. Wada, M. Kimura, K. Tachikawa, J. Mater. Sci. **13** (1978), 1943.
2. K. Tachikawa, T. Asano T, T. Takeuchi, Appl. Phys. Lett. **39** (1981), 766.
3. N. Banno, T. Morita, Z. Yu et al., submitted to SUST, 2019.
4. N. Banno, T. Morita, Z. Yu et al., submitted to JIM, 2019.
5. N. Banno, Y. Miyamoto, K. Tachikawa, Physica C, **546** (2018), 55.

本研究の一部は JSPS 科研費 JP18K04249 の助成を受けたものです。

東海大学における超伝導丸線開発

Development of superconducting round wires at Tokai University

小黒 英俊, 永澤 諒紀, 小野寺 裕紀, 長谷川 雄大, 藤原 淳, 鈴木 春菜,
肥村 康治, 小島 寛航, 小澤 優一朗, 山田 豊 (東海大)

OGURO Hidetoshi, NAGASAWA Masaki, ONODERA Hiroki, HASEGAWA Yuta, FUJIWARA Jun, SUZUKI Haruna,
HIMURA Koji, KOJIMA Hirokazu, OZAWA Yuichiro, YAMADA Yutaka (Tokai Univ.)
E-mail: h-oguro@tsc.u-tokai.ac.jp

1. はじめに

東海大学には、太刀川恭治先生によって当時の工学部金属材料工学科に超伝導応用の研究室が立ち上がって以来、様々な超伝導線材を開発してきた歴史がある。現在は材料科学科と名前を変えているが、研究室はこれを引き継ぎ、様々な超伝導線材の作製を行い、研究を行なっている。現在の主な研究対象は、 Nb_3Sn 、 MgB_2 、REBCO であるが、これらの研究の状況と最近の成果を報告する。

2. Nb_3Sn 線材

太刀川研究室時代より、A15 型超伝導体は活発な研究活動が行われていた経緯があり、第 3 元素添加の効果やジェリーロール法の開発など、多くの研究、開発がなされている。ただし、ひずみ効果に関しては積極的に研究していなかったようであるため、現在はひずみ効果に着目して研究を進めている。具体的には、第 3 元素が超伝導特性のひずみ効果に与える影響を詳細に調べることである。これは、数年前に竹内らが本学会で発表した、Ga 添加 Nb_3Sn 線材による耐ひずみ特性の改善を目指した研究[1]と同じ目的で、物理特性そのものを変化させることで Nb_3Sn のひずみ効果を低減させることが最終目標である。1980 年代に長村らによる測定例[2]があるが、その後はこれに注目した研究はない。この測定結果では、Ti 添加 Nb_3Sn 線材のひずみ効果が小さくなっていることが観測されている。これは、現在の実用 Ti 添加 Nb_3Sn 線材の Ti が、上部臨界磁場のみならず、ひずみ効果にも良い影響を与えていることがわかる。

我々の研究室では、さらに様々な元素を添加し、元素の拡散の様子を観測して、 Nb_3Sn への元素添加の効果を確認しながら、ひずみ効果に関する研究を進めている。その添加元素の中でも、特に Ge に注目している。Ge 添加 Nb_3Sn 線材は太刀川研究室でも研究されており、特に 20 T 以上の高磁場領域の臨界電流密度が大幅に向上することがわかっている[3]。また、Ge は Nb_3Sn と拡散層との境界に析出することを、太刀川先生よりご指導いただいている。この事実は、 Nb_3Sn フィラメントを包み込むように Ge が析出することで、Ge そのものが補強材となりうる可能性も秘めており、物理特性の変化とともに、補強効果も期待できるとして研究を進めている。実際に試作した、Ge1%添加 Nb_3Sn 線材の臨界電流の磁場依存性を図 1 に示した。線材の Nb_3Sn 層の厚さから臨界電流密度を比較する必要があるが、Ge による Nb_3Sn の超伝導特性が変化しうる可能性があることはわかった。Ge 添加 Nb_3Sn 線材および、その他の第 3 元素添加 Nb_3Sn 線材のひずみ効果に関する詳細は、1A-p09 および、1A-p10 で報告する。

3. MgB_2 線材

MgB_2 線材の開発も、研究テーマの一つとして引き継いでいる。特に、 MgB_2 はその臨界温度が 39 K であることから、液体水素温度での応用が進められており、その一つに液体水素液面計への利用が挙げられる。センサー応用であるため、臨界電流の小さな線材が求められており、これを作製する技術を我々の研究室で山田研究室より引き継ぎ、 MgB_2 細線の開発を行っている[4]。直径 0.1 mm の MgB_2 線材の作製を行

う必要があるため、直径 1 mm から加工を始めたとしても、加工硬化による断線が頻繁に起こる。これを避けるために線引きの途中で焼鈍を行なった。詳細な作製条件や作製した線材の超伝導特性は、2P-p07 にて発表予定であるが、断線することなく容易に細線を作製することができるようになった。

4. REBCO 線材

REBCO 線材は、coated conductor として非常に大きな臨界電流密度を達成する線材として成功したが、これを超伝導マグネットへ応用する試みは、成功例が少ない。これは、REBCO 結晶配向のために薄膜として作っていることによる剥離方向への弱さもあるが、最近では超伝導特性と熱伝導特性との兼ね合いで起こる Hot spot の問題の方が大きいと考えられる。これらの問題は、すでにいくつかのマグネット作製方法で解決できるとされているが、我々はこれを材料の観点から考え直すこととし、REBCO の丸線開発を行なっている。丸線材が開発されることで、剥離問題は無くなり、周りに熱伝導の良い金属を配置することで Hot Spot を起こりにくくすることも可能であると考えられる。現状では、30 年前に研究されていた REBCO 丸線材[5]の臨界電流にも全く届いていない状況であるが、現在進めている試みを紹介する。

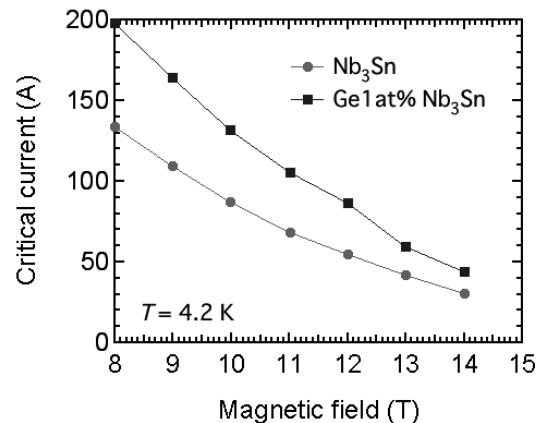


Fig. 1 Critical current as a function of Nb_3Sn wires with and without 1at% Ge addition.

謝辞

本研究は、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センターの課題の一部として行われた。また、本研究は、東海大学総合研究機構「研究奨励補助計画」、高度物性評価施設、及びイメージング研究センターの支援を受け、実施したものである。

参考文献

1. 竹内ら、2011 年度秋季低温工学・超伝導学会概要 3D-a03
2. 長村光造、「超伝導材料」p.150
3. 例えば、佐藤学、「東海大学工学部金属材料工学科 1996 年度卒業論文」など。
4. Y. Yamada et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 22 (2012) 6200304
5. K. Osamura et al., Supercond. Sci. Technol., Vol. 2 (1989) 111

Sn-Zn/Cu-Ti層拡散反応 Diffusion Reaction between Sn-Zn and Sn-Ti Layer

森田 太郎 (上智大, NIMS); 伴野 信哉 (NIMS); 谷貝 剛 (上智大)

MORITA Taro (Sophia Univ., NIMS); BANNO Nobuya (NIMS); YAGAI Tsuyoshi (Sophia Univ.)

E-mail: morita0079@eagle.sophia.ac.jp

1. はじめに

我々はこれまでに内部スズ法 Nb_3Sn 線材において、母材に元素添加したときの Nb_3Sn 生成過程における拡散挙動を研究し、線材の特性向上を試みてきた。これまでの研究から、Cu 母材に Zn 添加することによって Nb_3Sn 生成が促進されることが確認されている [1]。一方、Ti は古くから超伝導線材の高磁界特性を飛躍的に向上させる添加元素として知られている。最近の研究では Ti を母材に添加した場合は、Nb 芯に添加する場合に比べ、微細な Nb_3Sn 結晶が得られることも報告されている [2]。こうした結果を踏まえると、結晶組織・特性の点から Nb 芯以外に Ti を添加することが望ましいが、Sn 芯に添加すると、Sn 及び Ti 拡散過程で Ti リッチ相がサブバンドル界面に形成され Sn 拡散を阻害する問題が顕在化した。そこで新たに母材に Ti を添加することを検討したが、Zn があるために Ti 固容量が大幅に制限される。そこで、今回新たに Zn は Sn コアに、Ti は Cu 母材に添加する新しい複合構造を提案した。その効果を調べるために、まず加工組織と Sn-Zn/Cu 拡散反応に関する基礎研究を行った。

2. 実験方法

拡散対試料として、単芯の (Cu-x wt%Ti)/Sn-20wt%Zn 線材 ($x = 0, 0.2, 0.5$) を準備した。まず $\varnothing 20$ mm の Cu-Ti 合金ロッドの中心に $\varnothing 12$ mm の穴をあけ、そこに $\varnothing 11.5$ mm の Sn-20wt%Zn を挿入した。この複合体をスエージング・冷間引抜加工によって $\varnothing 0.6$ mm まで伸線を行った。伸線加工後、 $210^\circ\text{C} \times 20, 35, 50$ 時間、 $400^\circ\text{C} \times 10, 20, 30$ 時間、 $550^\circ\text{C} \times 5, 10, 20$ 時間の条件でそれぞれ熱処理を行った。その後、反応相、拡散層厚等について、SEM 観察及び組成分析を行った。

3. 実験結果と考察

図 1 に伸線加工前後の Sn-20wt%Zn 組織を示す。Sn-Zn は共晶合金のため、加工前は典型的なデンドライト組織を呈するが、冷間引抜加工によって $\varnothing 0.6$ mm まで加工すると、Zn が Sn 中に微細に分散した組織が得られる。加工性は極めて良好である。図 2 は Sn-20wt%Zn/Cu における、生成組織の時間変化を示した図である。これまでの研究では、Sn-Ti/Cu 拡散対においては、 210°C 熱処理時、界面に ϵ 相が形成されることが報告されている [3]。本研究の Sn-Zn/Cu 拡散対では、すべての Zn が Sn から外側に向かって移動し、Cu に拡散して Cu-Zn 相を形成した。また文献 [3] では、Cu-Zn/Sn 拡散対では ϵ 相は形成されず、 η 相のみが形成されることも報告されているが、Cu-Ti/Sn-Zn 拡散対ではそれとはまた異なる相が形成されることも明らかとなった。組成分析からおそらく γ -CuZn 相と考えられる。それ以上に温度を上げると、拡散反応界面では、あたかも Sn/Cu-Zn の拡散反応を生じているかのように振る舞う。このように、Sn-Zn

コアを用いた場合でも、ブラス母材線材と同様の Zn 効果 (Nb_3Sn 生成促進効果) が得られることが期待できる。今後、Ti を Cu 母材に添加した際に、どのような拡散挙動を示すか明らかにしていく。

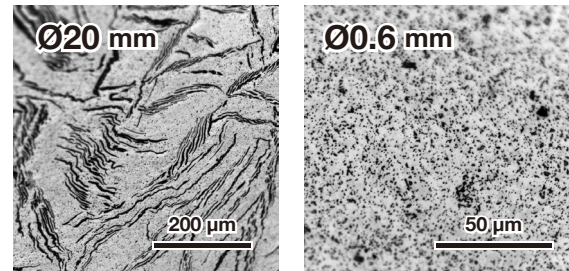


Fig1: The cross section of Sn-20wt%Zn of $\varnothing 20$ mm and $\varnothing 0.6$ mm

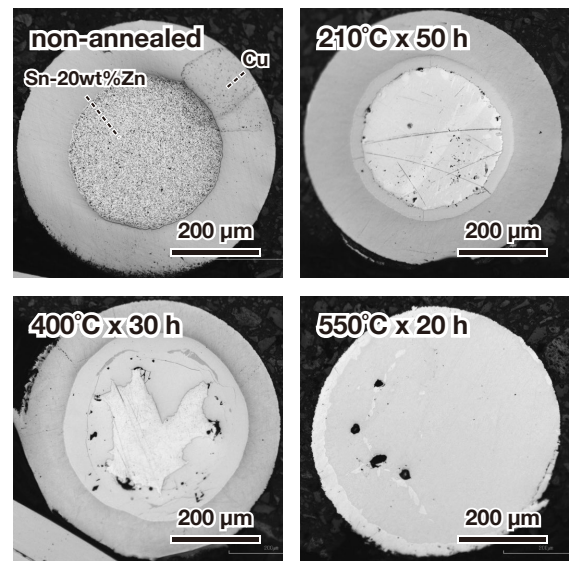


Fig2: The cross section of Cu/Sn-20wt%Zn diffusion couple with non-annealed (left-top), $210^\circ\text{C} \times 50$ h (right-top), $400^\circ\text{C} \times 30$ h (left-bottom) and $550^\circ\text{C} \times 30$ h (right-bottom) heat treatment

参考文献

1. N. Banno, Y. Miyamoto, and K. Tachikawa (2016), "Multifilamentary Nb_3Sn Wires Fabricated Through Internal Diffusion Process Using Brass Matrix," *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 26(3), 3–6.
2. E. N. Popova, I. L. Deryagina, and E. G. Valova-Zaharevskaya, "The Nb_3Sn layers formation at diffusion annealing of Ti-doped multifilamentary Nb/Cu-Sn composites," *Cryogenics*, vol. 63, pp. 63-68, 2014
3. N. Banno, T. Morita, Z. Yu, T. Yagai, "Effect of Zn addition and Ti doping position on diffusion reaction of internal-tin Nb_3Sn conductor," *Supercond. Sci. Technol.*, publishing

本研究の一部はJSPS 科研費 JP18K04249の助成を受けたものです。

Ge 添加 Nb₃Sn 線材の超伝導特性のひずみ効果に与える Ge の拡散の影響

Influence of Ge diffusion for strain effect of superconducting properties of Ge-doped Nb₃Sn wires

小野寺 裕紀, 永澤 諒紀, 長谷川 雄大, 小黒 英俊, 松村 義人 (東海大); 淡路 智 (東北大)

ONODERA Hiroki, NAGASAWA Masaki, HASEGAWA Yuta, OGURO Hidetoshi, MATSUMURA Yoshihito (Tokai Univ.);

AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)

E-mail: 4bex1111@fuji.tokai-u.jp

1. はじめに

Nb₃Sn 超伝導線材は、実用超伝導線材として 10 T 以上の超伝導マグネットに利用されている。その Nb₃Sn 線材には、小さなひずみで超伝導特性が大きく変化する問題[1]が残っており、これを解決できれば、巨大な電磁力が線材に加わる強磁場超伝導マグネットにとって、使いやすい線材が得られることになる。

ここで、Nb₃Sn に第 3 元素として、Ti や Ta を添加すると、マルテンサイト変態による臨界温度低下を抑制する効果や、B₂ 向上の効果などによって超伝導特性が向上することが分かっている[2]。これは、第 3 元素添加によって、ひずみ効果そのものを変えることができる可能性を示唆している。実際に、長村らによって過去に調べられた結果があり[3]、Ti 添加によって臨界電流のひずみによる変化(ひずみ感受性)が小さくなることが報告されている。ただし、このような研究は多くはないため、ひずみ感受性を低減できる可能性のある元素は調べられていない状況にある。

そこで我々のグループでは、Nb₃Sn の Nb もしくは Sn と、少量置換できる可能性がある元素を第 3 元素として Nb₃Sn に添加して線材を作製し、ひずみと超伝導特性の測定を行うことで、ひずみに強い Nb₃Sn 線材の作製を目指して研究を始めた。本研究では、第 3 元素として Ge に注目した。Ge は、過去に高磁場での臨界電流密度向上の効果があることや、Nb と Sn の境界に析出することが分かっている[4]。このため、超伝導特性の変化のみならず、Nb₃Sn フィラメントの境界に析出して、フィラメントを機械的に保護する役目も期待できる。このため、Ge を添加した Nb₃Sn 線材を作製し、Ge の拡散挙動と機械特性を評価したので報告する。

2. 実験方法

Nb₃Sn 線材は、Powder in tube 法で作製した。外径 8 mm、内径 5 mm の銅管に外径 5 mm、内径 4 mm の Nb 管を挿入し、一方に蓋をして Sn と Cu と Ge の混合粉末を詰めた。Sn 量は、Nb 管の体積から求めた mol 数に対し、Nb : Sn = 3 : 1 として決定した。Ge は Sn 量に対して 0.5, 1 mol% として加えた。管の残りの体積分は Cu の粉末で補い、これを混合して管に詰めた。管を溝ロール圧延機とダイスによる線引き加工によって、直径 1.5 mm まで線引きを行い、これを 670°C x 100 h、真空雰囲気中で熱処理した。

作製した線材は、東北大学金属材料研究所強磁場センターの、片桐式低温強磁場中引張り通電試験機によって、臨界電流のひずみ依存性を測定した。ひずみは、ひずみゲージを表裏に貼ってたわみ成分を除去した状態で、引張りひずみのみを測定した。線材長は 40 mm、電圧端子間距離 10 mm とし、4.2 K、18 T 以下、1 kN 以下の条件で測定を行なった。

作製した線材に対し、Nb₃Sn の生成の様子と第 3 元素の分布を正確に把握するため、電子線マイクロアナライザー (EPMA) による組成分析を行なった。測定は東海大学高度物性評価施設の島津製作所製 EPMA-1610 を使用した。

3. 測定結果

Ge を 1% 添加した Nb₃Sn 線材の臨界電流のひずみ依存性を測定したところ、ゼロ磁場中において 3 A 程度の臨界電流であることがわかった。これは、Ge が Nb₃Sn の生成を阻害した

ことが原因と考えられたため、電子顕微鏡による観察と EPMA による元素分析を行なった。Fig. 1 に、電子顕微鏡による熱処理後の線材の、Nb 管と原料粉末界面付近の後方散乱電子線画像を示した。これより、Nb₃Sn ができている層が非常に薄いことがわかった。Fig. 2 には EPMA により測定した、熱処理後線材の Nb と原料粉末界面の元素分析結果を示した。これより、Ge が Nb 管と粉末の界面に集中していることがわかった。また、Nb と Sn が重なる部分、つまり、Nb₃Sn が生成されている部分が非常に狭い領域であることが分かった。

作製した線材を用いて、臨界電流とひずみの関係を測定したが、0.2% のひずみで臨界電流が 50% 低下した。これが、ひずみ効果かクラックによる劣化を表すのか、引張り試験後の試料の組織観察により、現在検討しているところである。この結果に関しては、当日報告する。

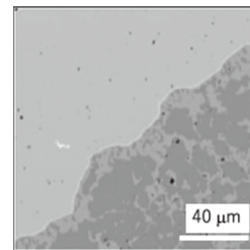


Fig. 1 Back scattering electron image of the cross section for the Ge doped Nb₃Sn wire.

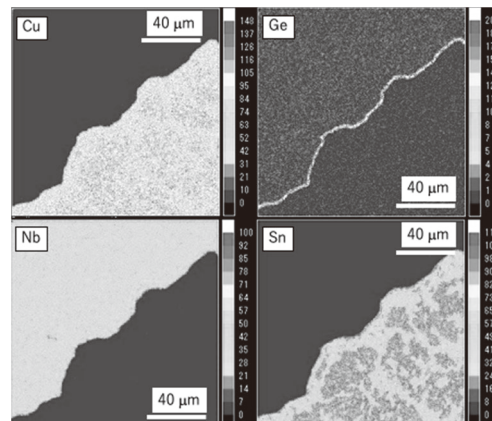


Fig. 2 EPMA composition mappings on the cross section of the 1% Ge doped Nb₃Sn wire.

謝辞

本研究は、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センターの課題の一部として行われた。また、本研究は、東海大学総合研究機構「研究奨励補助計画」、高度物性評価施設、及びビメーシング研究センターの支援を受け、実施したものである。

参考文献

1. J. W. Ekin, Cryogenics, Vol. 20 (1980) 611-624
2. M. Suenaga et al., J. Appl. Phys., Vol. 59 (1986) 840-853
3. 長村光造, 「超伝導材料」p.150
4. 太刀川恭治, Private communication.

Hf または Ta を添加した Nb₃Sn 線材に対する超伝導特性のひずみ効果

Strain effect for Superconducting properties of Hf or Ta doped Nb₃Sn wires

永澤 諒紀, 小野寺 裕紀, 鈴木 春菜, 肥村 康治, 小黒 英俊 (東海大); 淡路 智 (東北大)
 NAGASAWA Masaki, ONODERA Hiroki, SUZUKI Haruna, HIMURA Koji, OGURO Hidetoshi (Tokai Univ.);
 AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)
 E-mail: 8bajm030@mail.u-tokai.ac.jp

1. はじめに

Nb₃Sn 超伝導線材は、実用超伝導線材として 10 T 以上の超伝導マグネットに利用されている。Nb₃Sn は、わずかなひずみでも超伝導特性が劣化してしまう性質を持っている[1]。ところで、Nb₃Sn への第 3 元素添加によって、その超伝導特性が大きく変わる事が知られている[2]。このことは、第 3 元素添加によって Nb₃Sn 線材の超伝導特性に与えるひずみ効果を変える事ができる可能性を示唆している。

本研究では、第三元素添加した Nb₃Sn 超伝導線材を作製し、作製した線材の引張りひずみ下での超伝導特性を調べることを目的とした。本報告では、Hf または Ta を添加した Nb₃Sn 線材を作製し、ひずみ効果を正確に測定できるのかどうか検討した結果を報告する。

2. 実験方法

Nb₃Sn 線材は、Powder in tube 法を用いて作成した。外径 8 mm、内径 5 mm の銅管に、Hf 添加試料は外径 5 mm、内径 4 mm の Nb 管を、Ta 添加試料は外径 5 mm、内径 3 mm の Nb 管を挿入した。この一方に蓋をした状態で、Sn と Cu と Hf の混合粉末を詰め、Sn の量は Nb 管の体積から求めた mol 数に対し、Nb:Sn=3:1 とした。Hf は Sn 量に対して 0.5, 1, 2 mol% として加えた。管の残りの体積分は Cu 粉末で補った。Ta 添加試料は、外径 5 mm、内径 3 mm の Nb 管を使い、その他は上記と同様の方法で作成した。Ta は 4% 添加した試料を作製した。作製した線材は 670°C x 100 h の熱処理を行なった。

熱処理した線材に、ひずみゲージを挟み込むように貼り付け、4.2 K、磁場中で臨界電流を測定した。また、引張通電試験機[3]によって、ひずみを加えた状態で、臨界電流を測定した。添加元素の状態を調べるため、熱処理した線材に対して電子線マイクロアナライザ (EPMA) を用いて、線材断面の組成分析を行った。

3. 結果、考察

Fig. 1 に、Hf もしくは Ta を添加した Nb₃Sn 線材の、臨界電流のひずみ依存性を示した。この結果からは、臨界電流の値、および、磁場の条件が異なるので簡単に比較はできないが、0.5% Hf 添加試料の臨界電流が 0.2% のひずみで 80% 程度と、著しく低下していることがわかる。4% Ta 添加試料は 0.1% が残留ひずみとなり、0.55% まで引張ると臨界電流が 50% まで低下する、典型的な Nb₃Sn 線材の臨界電流のひずみ依存性を示している。この振る舞いの違いから、Hf 添加試料は Nb₃Sn のひずみ効果ではなく、クラックの影響による劣化を観測していると考えられる。実際に、ひずみが 0.03% 発生したところで、臨界電流が低下した試料に対し、除荷して臨界電流を測定したところ、臨界電流は戻ることはなかった。

上記の状態を改善し、ひずみ効果を観測できる Nb₃Sn 線材を作成する必要があるため、線材断面の元素分析より、生成されている物質の検討を行った。Fig. 2 に、Hf を 0.5% 添加した Nb₃Sn 線材に対し、EPMA を用いて元素分布マッピングを行なった結果を示している。この結果から、Hf の量が 0.5% と少なかったため、その分布の様子を確認することはできなかった。Cu と Sn に対して、Cu が多い領域と Sn が多い領域とがあることがわ

かった。これは、Cu が多い部分は Cu-Sn の固溶体であり、Sn が多い部分は Cu と Sn の化合物ができているものと考えられる。中心部がこのように不均一な構成をしていることから、クラックが入りやすかったのではないかと考えられる。Ta 添加試料も同様の化合物はできているが、Ta の Sn 拡散効果が大きいいためか、Nb₃Sn 層と Cu-Sn 層の間に Sn と Nb の化合物層ができおり、これがクラックの発生を抑制していることが考えられた。断面組織などの詳細は当日報告する。

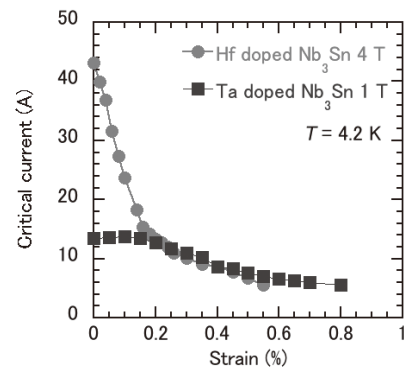


Fig. 1 Critical current as a function of a tensile strain for 0.5% Hf or 4% Ta doped Nb₃Sn wires.

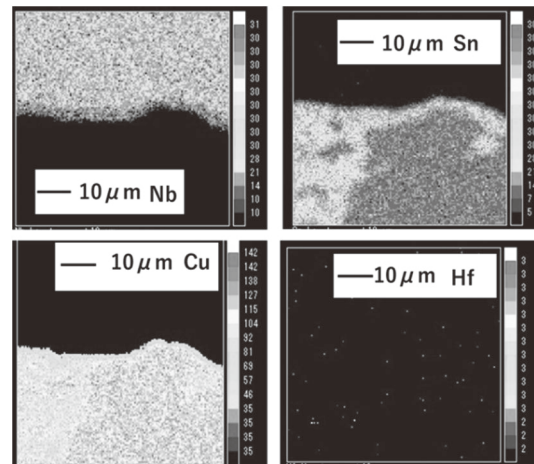


Fig. 2 EPMA composition mapping on the cross section of the 0.5% Hf doped Nb₃Sn wire.

謝辞

本研究は、東北大学金属材料研究所附属強磁場超伝導材料研究センターの課題の一部として行われた。また、本研究は、東海大学総合研究機構「研究奨励補助計画」、高度物性評価施設、及びイメージング研究センターの支援を受け、実施したものである。

参考文献

1. E. W. Ekin, Cryogenics, Vol. 20 (1980) 611-624
2. M. Suenaga et al., J. Appl. Phys., Vol. 59 (1986) 840-853
3. G. Nishijima et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 20 (2010) 1391-1394

リアクト&wind法に有望な RHQT 法 Nb₃Al テープ状導体の研究

Investigation of RHQT-Processed Nb₃Al Tape Shaped Conductors

Promising for React & Wind Method

山田番平 (上智大); 菊池章弘, 飯嶋安男, 瀧川博幸 (NIMS); 土屋清澄, 王旭東, 大内徳人, 寺島昭男 (KEK); 菱沼良光, 高畑一也, 三戸利行, 今川信作, 濱口真司 (NIFS); 小黒英俊 (東海大); 高尾智明 (上智大)
 YAMADA Kyohei (Sophia University); KIKUCHI Akihiro, IJIMA Yasuo, TAKIGAWA Hiroyuki (NIMS);
 TSUCHIYA Kiyosumi, WANG Xu-Dong, OHUCHI Norihito, TERASHIMA Akio (KEK);
 HISHINUMA Yoshimitsu, TAKAHATA Kazuya, MITO Toshiyuki, IMAGAWA Shinsaku, HAMAGUCHI Shinji (NIFS);
 OGURO Hidetoshi (Tokai University); TAKAO Tomoaki (Sophia University)
 E-mail: kyohei031425@eagle.sophia.ac.jp

1. はじめに

ヘリカル型核融合炉など複雑な形状の大型超電導磁石に応用する超電導体には、NbTi 合金のようなハンドリングが求められる。しかし、Nb₃Sn を代表とする高磁場用超電導体は、延性がなく脆い金属間化合物であり、わずかなひずみの印加で特性が劣化してしまう。このようなひずみに弱い化合物超伝導体でも、Nb₃Al 系だけは例外的に耐ひずみ特性に優れており、長年、リアクト&wind法の適用が期待されてきた。過去に原研(現量研機構)らの研究グループにより、拡散法 Nb₃Al 線材を用いたリアクト&wind法による大型ソレノイド磁石の試作研究が行われたが、急熱急冷・変態 (RHQT; Rapid-Heating/Quenching and Transforming) 法 Nb₃Al 線材は、拡散法線材より格段に高性能であるが、これまでリアクト&wind法を指向した線材開発は行われてこなかった。本研究では、曲げひずみに対して有利なテープ形状の RHQT 法 Nb₃Al 線材を試作し、テープ化による臨界電流及び臨界電流密度の変化等を検討した。

2. 実験方法

ジェリーロール法により Ta を母材として Nb/Al 多芯前駆体を NIMS でインハウス製造した。フィラメント数が 222 本で、外径が 1.36 mm の丸線材に対し、大気中で急熱急冷処理を施して Nb/Al フィラメントを Nb-Al 過飽和固溶体合金に変換した。近年、急熱急冷処理は安価で簡便な大気中で実施できることが判明している。急熱急冷処理した線材は、NIMS 材料創製ステーションが保有する 4 段ロール圧延機を使用して、直径 1.36 mm の丸線材を徐々に圧延し、途中段階の厚さでサンプリングしながら、最終的に厚さ 0.2 mm のテープ形状に冷間加工した。その後、丸線及び圧延したテープ試料は、800°C で 10h の追加熱処理を行って過飽和固溶体から A15-Nb₃Al へ相変態させた。超電導特性の評価については、SQUID による磁化測定その他、NIMS 強磁場共用ステーションが保有する 18T 超電導マグネット及びハイブリッドマグネットを用いて、最大 25T の外部磁場を印加して液体ヘリウム中 (4.2K) での臨界電流密度 (J_c) の測定を行った。

3. 実験結果

Fig. 1 に測定温度 4.2 K、測定磁場 18 T での断面積減少率と Non-Cu J_c の関係について示した。断面積減少率 10% 以上の圧延加工で Non-Cu J_c が 2 倍まで大幅に増加したことがわかる。また、伸線加工では断面積減少率を大きくしても Non-Cu J_c が増加する傾向が見られるが、圧延加工では断面積減少率 30% 以降で Non-Cu J_c が低下する傾向が見られた。これは、部分的フィラメントの異常変形が影響していると考えられる。

さらに、曲率が異なる真鍮製治具に厚さ 0.2 mm のテープ試料を沿わせて半田で固定して臨界電流の変化を確認した。治具半径は 15~80 mm として測定を行なった。Fig. 2 に測定温度 4.2 K、測定磁場 16~18 T での曲げひずみと臨界電流

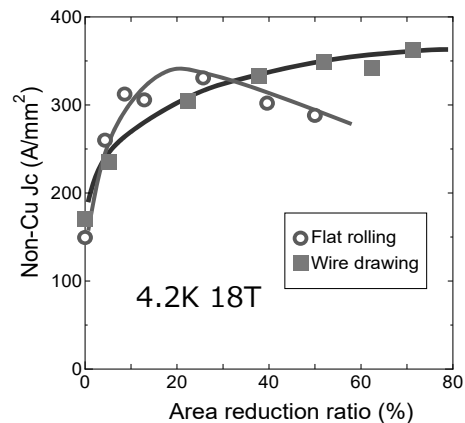


Fig. 1. Comparison of non Cu J_c between Nb₃Al wire and tape as a function of area reduction ratio.

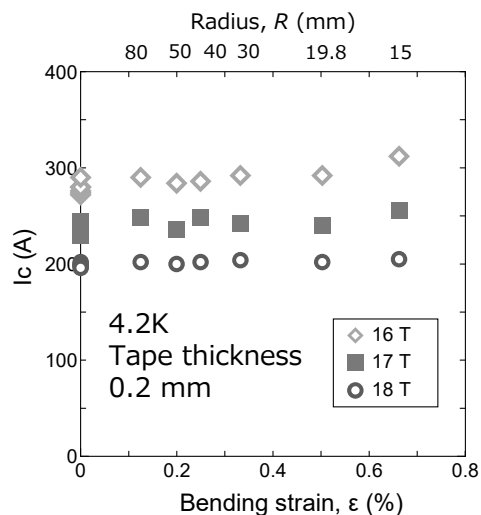


Fig. 2. Relationship between applied bending strain and critical current for Nb₃Al tape.

(I_c) の関係を示した。0.6% 以上のひずみを加えても I_c の劣化は一切認められなかった。

4. まとめ

本研究で RHQT 法 Nb₃Al 線材のテープ化による種々の特性変化を検討し、リアクト&wind法の適用の有望性が確認された。

謝辞

本研究の一部は、核融合科学研究所の H30 年度 LHD 計画共同研究からの支援を受けて実施した。