VAMAS・超電導・低温構造材料部会の活動

太刀川 恭 治

東海大学工学部 平塚市北金目 1117

(1992年7月15日受理)

VAMAS Activities in the Area of Superconducting and Cryogenic Structural Materials

Kyoji TACHIKAWA

Faculty of Engineering, Tokai University, 1117 Kita-Kaname, Hiratsuka, kanagawa 259-12

(Received July 15, 1992)

Synopsis:

The outline of following activities in the area of VAMAS TWA-6 will be reported. (1) Establishment of reliable measurement techniques for superconducting wires. 1.1 Critical current measurement in multifilamentary Nb₃Sn wires. 1.2 AC loss measurement in Nb-Ti wires. (2) Establishment of reliable measurement techniques for cryogenic structural materials. 2.1 Tensile measurement at 4.2 K in SUS 316 LN, YUS170 and Ti-Al-Sn alloy. 2.2 Fracture toughness measurement at 4.2 K in the same steels and alloy. 2.3 Electrical strain gauge calibration at cryogenic temperatures. Future possible cooperation programs of this area will be also described.

1. 緒 言

VAMAS とは, Versailles Project on Advanced Materials and Standards の略称で, 新材料とその標準化を通して, サミット参加国間の経済交流を活性化しようというものである。現在, 14 の専門部会がおかれ, 超電導・低温構造材料部会は 1986 年 4 月より発足した¹⁾。部会への寄与が認められれば, サミット参加国以外の国も参加できる。この部会は, 超電導材料および低温構造材料の二つのサブグループにわかれ, 筆者が議長をつとめ, 金材技研が事務局となって運営に当たっている。現在まで, 9 回の国際専門部会が開催されて, 活動内容の打合わせおよびまとめを行ってきた。わが国では, 科学技術振興調整費が実質的に VAMAS の活動を支えてきた。また, 諸外国もそれぞれの国あるいは EC 本部から若干の財政支援をえている。超電導のような長期的なプロジェクトには国際協力が極めて有効であり, VAMAS もそのような雰囲気の育成に貢献してきた。次に活動内容の概略をのべる。

2. 超電導材料に関する活動

2.1 Nb₃Sn 線材の臨界電流測定法^{2~4)}

まず, 9 か国から, Table 1 に示した 24 研究機関が参加して第 1 回臨界電流, I_c 測定のラウンドロビンテストが行われた。製法のことなる A, B, C の三つの Nb₃Sn 極細多芯線が, EC, 日本および米国から測定用に提供された。Table 2 に A, B, C 3 種の試料の仕様を示した。測定法には, 各研究機関で用いられている方法が使われたため, 測定用ポピン材質, 線材のとり方, 線材長さ, 電極間距離等に大きい差異があり, これらの因子の I_c に与える影響を抽出するのに好都合であった。測定された I_c 値には, あらかじめ調べられた試料の長さ方向の I_c の不均一性に比べてかなり大きいバラツキがあり, バラツキ係数 = 標準偏差 / 平均値は, 12T において, 試料 A, B, C でそれぞれ 9%, 8%, 19% であった。Nb₃Sn の I_c 値にはかなり大きい歪効果があるが, その大ききの順はちょうどバラツキ係数の大ききの順と同じであった。Fig. 1 に, 一例として試料 B の I_c の各機関における測定結果を示した。

Table 1 Participant laboratories in the 1st I_c intercomparison of Nb₃Sn wires.

Europe (11)			
Atominstitut der Oesterreichischen Universitt (Austria)			
Inst. Experimentalphysik, Oester. Universitt (Austria)			
SCK/CEN (Belgium)			
SNCL, CNRS (France)			
Kernforschungszentrum Karlsruhe (FRG)			
Siemens AG (FRG)			
Vacuumschmelze GmbH (FRG)			
ENEA, Centro di Frascati (Italy)			
High Field Magnet Laboratory, Univ. Nijmegen (Netherlands)			
Clarendon Laboratory (UK)			
Rutherford Appleton Laboratory (UK)			
Japan (8)			
Electrotechnical Laboratory			
Furukawa Electric Co., Ltd.			
Hitachi Ltd.			
IMR, Tohoku University			
ISIR, Osaka University			
Japan Atomic Energy Research Institute			
Kobe Steel, Ltd.			
National Research Institute for Metals			
USA (5)			
Brookhaven National Laboratory			
FBNML, Massachusetts Institute of Technology			
Lawrence Livermore National Laboratory			
National Bureau of Standards			
University of Wisconsin

Fig. 1 I_c (10 μ V/m) versus magnetic field curves obtained in the 1st intercomparison of Nb₃Sn-B wire.

Fig. 2 Comparison of I_c 's measured on different sample holders. I_c 's are for sample B at 12 T and 10 μ V/m. Combinations of holder/bonding materials are indicated on vertical axis.

Table 2 Specifications of 3 different Nb₃Sn wires used in the 1st intercomparison of I_c .

	Sample A	Sample B	Sample C
Fabrication method	Bronze	Bronze	Internal Sn
Wire diameter (mm)	0.8	1.0	0.68
Structure	NbTa/CuSn	Nb/CuSnTi	Nb/Cu/Sn
Cu/non-Cu	0.22	1.68	0.88
Bronze/Cores	2.8	2.5	3.1
Filament diameter (μ m)	3.6	4.5	2.7
No. filaments	10,000	5,047	5,550
Heat treatment	700 $^{\circ}$ C for 96 h	670 $^{\circ}$ C for 200 h	700 $^{\circ}$ C for 48 h

I_c 値のバラツキの主な原因は歪効果であり、試料と測定ホルダーの熱膨張係数の差、したがってホルダーの材質や試料のとめ方が I_c 値に影響を与えた。Fig. 2 にホルダー材質と I_c の関係を試料Bについて示した。試料の種類にかかわらず、ホルダー材質の I_c に対する同様な影響がみられた。

これらの検討の結果を基にして、Nb₃Sn に対する歪効果のなるべく小さい同一の試料ホルダーを用いて、第2回のラウンドロビンテストを行った。試料は同じ枠にまかれて金材技研で熱処理され、各機関に配布された。試料としては、第1回ラウンドロビンテストのB試料が用いられ、また、比較のため歪効果の極めて小さいNb-Ti も同時に測定された。Fig. 3 に第2回ラウンドロビンテストで使用された試料ホルダーと電極間距離等を示した。なお、試料のとめ方は、うすく真空グリースを塗布することとした。

Fig. 4(a), (b) にそれぞれ Nb₃Sn および Nb-Ti 線の I_c 測定結果を示した。Fig. 4(a) にみられるように、Nb₃Sn 線の I_c のバラツキは格段に小さくなり、12 Tにおけるバラツキ係数が第1回の8.3%から2.2%に減少した。この値はNb-Ti 線の8 Tにおけるバラツキ係数とほぼ同じである。このように2回のラウンドロビンテストにより、適当な測定ホルダーを用いれば、歪に敏感な Nb₃Sn 線の I_c のバラツキも Nb-Ti 線と同程度に低下させることが明らかになり、標準的な I_c 測

Fig. 3 Sample holder (G10-CR) used in the 2nd intercomparison of I_c of Nb₃Sn wire.

定法を確立するための基礎データがえられた。 I_c のバラツキの残された要因としては、磁界測定の誤差等が考えられる。

2.2 交流損失測定法^{5,6)}

超電導線材の交流損失の測定法の標準化は、超電導回転機や加速器の開発に伴い重要性を増している。Nb₃Sn 線の I_c 測定に引続いて、4種類の Nb-Ti 線 (D, E, F, G) を用いて交流損失測定のラウンドロビンテストが行われた。これらのうちFとGは商用周波数用に試作されたものである。Fig. 5 には、交流磁化法、振動試料磁力計 (VSM) 法等により測定されたD

(a)

(b)

Fig. 4 (a) I_c ($10 \mu\text{V/m}$) versus magnetic field curves obtained in the 2nd intercomparison of Nb₃Sn-B wire. (b) I_c ($10 \mu\text{V/m}$) versus magnetic field curves obtained in the intercomparison of the standard Nb-Ti wire.

Fig.5 Relation of hysteresis loss between Nb-Ti wires D and E measured at different laboratories.

およびEの線の履歴損失を示した。バラツキ係数は約10%で、第1回のNb₃Sn線の I_c 測定と同程度であった。各研究機関における磁化の補正法の相違が、Fig.5の破線に示すような系統的なバラツキを生じたものと考えられる。FおよびGの線の交流損失はコイルにまかれて、熱量法および $\tan \delta$ 法により測定されたが、DとEの損失より大きいバラツキを示した。

第2回の交流損失測定ラウンドロビンテストは、同じ線径でCuまたはCu-Niマトリックスを用い、芯径を系統的に変えたNb-Ti線について行われた。第2回ラウンドロビンテストは、Table 3に示した参加機関をグループわけして、交流磁化法とVSM法に集中して、磁化履歴損失と結合損失（交流磁化法のみ）の測定を行った。磁化補正の標準物質としてNb箔も配布された。現在、測定を終了し、結果をとりまとめ中であるが、磁化履歴損失についてはよい一致がえられている。 T_c , H_{c1} , J_c 等の補足データと交流損失に関する理論等を加えて第1回および第2回ラウンドロビンテストの結果の報告が作製される。

3. 低温構造材料に関する活動⁷⁻⁹⁾

低温構造材料の性能試験は、各種超電導機器や低温装置の設計、製作上の鍵となる。本プロジェクトでは、4.2Kにおける標準的な引張り試験法および破壊靱性試験法の確立を目指して、Table 4に示した6か

Table 3 Participant laboratories in the 2nd AC loss intercomparison of Nb-Ti wires.

Europe	
Atominst.	Oester. Univ. (Austria)
Technische Univ.	Wien (Austria)
KfK	(FRG)
Vacuumschmelze	(FRG)
CISE Spa	(Italy)
Univ. Twente	(Netherlands)
USA	
NIST	
Teledyne Wah Chang	
Battelle Memorial Inst.	
Japan	
CRIEPI	
Electrotechnical Lab.	
JAERI	
Hitachi	
Kobe Steel	
NRIM	
Tohoku Univ.	
Toshiba	
Tokai Univ.	

Table 4 Participant laboratories in the tensile test and fracture toughness test intercomparisons of cryogenic structural materials at 4.2 K.

Institute	Nation
University of Tokyo	Japan
Kobe Steel, Ltd.	Japan
Toshiba Corp.	Japan
Mitsubishi Heavy Industry, Ltd.	Japan
Mechanical Engineering Lab.	Japan
Nat'l Res. Inst. for Metals	Japan
NKK	Japan
NSC	Japan
Hitachi	Japan
Tohoku University	Japan
JAERI	Japan
NIST	USA
LLNL	USA
MREI	USA
Teledyne	USA
KfK	FRG
EMPA	Switzerland
Techn. Univ. Wien	Austria
SEP	France

国, 19 研究機関が参加して, 2 回にわたるラウンドロビンテストが行われた。

第 1 回のラウンドロビンテストでは, SUS 316LN と YUS 170 の 2 種類のオーステナイト鋼が試料として用いられた。これらの鋼は, 市販されて広く用いられるとともに, 超電導機器の構造材料に適した高い強度と優れた靱性をもっている。また, これらの鋼は, セレクションとよばれる 4.2 K に特有の変形挙動を示す。第 1 回ラウンドロビンテストでは, 特別な試験条件は設けなかった。これに対して, 第 2 回のラウンドロビンテストでは, 試験片として SUS 316LN のほか, 軽量, 高強度で耐蝕性が優れた新しい低温構造材料として注目されている Ti-5 Al-2.5 Sn 合金が用いられた。また, 歪速度や歪測定 of 補正法等について条件が設けられた。

Fig. 6 に, 316 LN 鋼に対する第 1 回および第 2 回の引張り試験ラウンドロビンテストの結果をまとめて示

Fig. 6 Yield strength and ultimate tensile strength of 316 LN steel at 4.2 K obtained in the 1st (○) and 2nd (▲) inter-comparisons at different laboratories. Average value and standard deviation in the 2nd test are indicated by solid line and dotted line, respectively.

Fig. 7 Fracture toughness of 316 LN steel at 4.2 K obtained in the 1st (○) and 2nd (▲) inter-comparisons at different laboratories. Average value and standard deviation in the 2nd test are indicated by solid line and dotted line, respectively.

した。結果のバラツキは比較的小さかったが, 歪測定 of 補正法が誤差の原因になる可能性が指摘された。この点について注意が払われた第 2 回のラウンドロビンテストでは, バラツキが明瞭に小さくなった。例えば, 降伏応力におけるバラツキ係数は第 1 回の 4.4 % から, 第 2 回では 1.4 % に減少した。これら 2 回のラウンドロビンテストにより, 4.2 K で整合性の良い結果をうるための試験条件を把握することができた。

一方, Fig. 7 に, 316 LN 鋼についての, 第 1 回および第 2 回破壊靱性試験の結果を示した。第 1 回のラウンドロビンテストでは, 歪速度や試験片の厚さの影響が指摘された。破壊靱性試験では, 引張り試験より大きいバラツキがみられたが, バラツキ係数は第 1 回の 12.6 % から第 2 回の 5.8 % に減少した。

その他, 低温構造材料の分野では, 歪ゲージの 4.2 K および 77 K における補正に関するラウンドロビンテストがイタリアの IMGC 研から提案され, 5 か国 14 研究機関が参加して, 日, 米, 欧から提供された 3 種類の歪ゲージについて試験が進行中で, 中間的な報告がまとめられた。試験板としては, 316 LN 鋼, 無酸

Fig. 8 Strain gauge calibration probe at cryogenic temperatures.

素銅およびAl合金が用いられており、Fig. 8に使用されたゲージ率測定用治具を示した。

以上のように低温構造材料の分野では、4.2Kにおける引張り試験についてとくに良い一致がえられ、標準的な試験法を提案できる見通しがえられている。破壊靱性試験については、セレーションの影響や細かい試験条件についてさらに検討が加えられている。

4. おわりに

VAMASの活動の主な趣旨は、新材料あるいは新測定法の標準化の予備段階の研究を行い、これらの国際標準をつくるルールを敷くことにある。したがって、なおかなり研究的な要素を含んでいる。2および3章でのべた活動の報告は、92, 93年度に刊行される予定であるが、これらの活動についてすでに36編の研究論文が発表されている。また、国際低温材料会議(ICMC)では、VAMASのセッションが設けられている。

さて、一般にVAMASでえられた結果は、ISOやIECが推進している国際標準化へ結びつくシステムとなっているが、超電導材料についても、Nb₃Snの I_c 測定結果など、IECのTC 90委員会における標準化の仕事に直接役立っていくことがのぞまれている。言いかえると、VAMASはIECの将来の国際標準化テーマを、その前段階として研究的に検討しておく関係にあるといえる。このように、最近ではVAMASとISOあるいはIECとの関係が一層緊密となっている。

VAMASは、参加国政府間の覚書がサインされてから5年間で活動期間となっている。第I期が最近終了したので、各参加国の合意により、この4月より新たに第2期の5年間でスタートすることになった。超電導材料分野では、酸化物系超電導線の特性測定法、ならびに I_c 測定上のバラツキの残された要因と考えられる磁界測定法や、磁界中の温度測定法の標準化のための国際的な研究が今後の実施テーマとして考えられる。一方、低温構造材料分野では、Al合金や非金属複合

材料の低温における機械的特性測定法、また、強磁界の鋼の低温における特性と組織に対する影響等が実施テーマとして考えられる。

おわりに、これまでのVAMASの活動に積極的に参加して下さった研究機関、また、活動を支えていただいた科学技術庁および通産省工業技術院に対して深い謝意を表するとともに、今後もこの分野の国際協力の活性化のために、低温工学協会の関係の皆様の一層の御支援をお願いする次第である。

参 考 文 献

- 1) K. Tachikawa: Adv. Cryog. Eng. Mater. 36 (1990) 1
- 2) K. Tachikawa: Cryogenics 29 (1989) 710
- 3) K. Tachikawa, K. Itoh, H. Wada, D. Gould, H. Jones, C.R. Walters, L.F. Goodrich, J.W. Ekin and S.L. Bray: IEEE Trans. Magn. MAG-25 (1989) 2368
- 4) H. Wada: Abstract ISPRAM '91 (1991), December, Tokyo, 287
- 5) K. Itoh, H. Wada, T. Ando, E. Yoneda, D. Ito, M. Iwakuma, K. Yamafuji, A. Nagata, K. Watanabe, K. Kubota, T. Ogasawara, S. Akita, M. Umeda, Y. Kimura and K. Tachikawa: Adv. Cryog. Eng. Mater. 36 (1990) 199
- 6) K. Itoh, H. Wada and K. Tachikawa: Adv. Cryog. Eng. Mater. 38 (1992) 459
- 7) K. Nagai, T. Ogata, K. Ishikawa, K. Shibata and E. Fukushima: Cryog. Mater. '88, 2 (1988) 893
- 8) T. Ogata, K. Nagai, K. Ishikawa, K. Shibata and E. Fukushima: Adv. Cryog. Eng. Mater. 36 (1990) 1053
- 9) T. Ogata, K. Nagai, K. Ishikawa, K. Shibata and S. Murase: Adv. Cryog. Eng. Mater. 38 (1992) 69