

Nb₃Sn 実用線材の不可逆的低温ぜい化現象解明のための 低温 X 線回折測定

Low temperature X-ray diffraction to investigate the origin of the strain irreversibility cliff in Nb₃Sb practical superconductor

町屋修太郎^{1,*}, 長村光造², Najib Cheggour³

¹大同大学 工学部機械工学科 〒457-8530 名古屋市南区滝春町 10-3

²応用科学研究所, 〒606-8202 京都市左京区田中大堰町 49

³Applied Superconductivity Center, NHMFL, Florida State University,
Tallahassee, FL 32310, USA

Shutaro MACHIYA^{1,*}, Kozo Osamura² and Najib Cheggour³

¹Department of Mechanical Engineering, Daido University,
Takaharu 10-3, Minami-ku, Nagoya, 457-8530 Japan

²Applied Superconducting Division, Research Institute for Applied Sciences,
Tanaka-oi-cho 49, Kyoto 606-8202, Japan

³Applied Superconductivity Center, NHMFL, Florida State University,
Tallahassee, FL 32310, USA

1 緒言

超電導実用 Nb₃Sn 超電導線材は、高磁場中の性能の高さから、数十年の間、ハイエンドマグネットアプリケーションで用いられ続けている。核融合研究炉用に最適化が進み、特に内部拡散法の一つである Restacked-Rod Process (RRP®)の線材が非常に高い臨界電流密度 J_c を持つ。CERN での LHC アップグレード計画である HL-LHC においても現状の最高性能の線材が求められており、この RRP®法の線材は、有望な候補となっている。しかしながら熱処理温度によっては、Strain Irreversibility Cliff (SIC)と呼ばれるぜい化現象が発現し、ひずみ限界が大幅に低下することが知られている。実験室レベルで均質に熱処理することは容易であるが、熱容量が大きい大型マグネットにおいて、温度差や熱勾配を均一にすることは困難である。大型マグネットのコイルにおいて、ぜい化しうる熱処理過程が存在することは、致命的となりうる現象であり、その解明が急がれている。

ぜい化現象は、線材内部にあるフィラメント内部の問題であると推測されていたが、線材のみの測定では証明できない。そこで、本研究では、RRP®線材からフィラメント部のみを取り出し、放射光による低温回折測定を行うとともに、機械強度特性についても測定を行ったので報告したい。

2 試験片

図1に用いた試験片の断面図を示す。線材の直径は約 0.85 mm である。ITER 用の線材のデザインから安定化銅を増やして CERN 用にモディファイしたものである。各々のフィラメントは六角形の Nb シースによってモジュール化しており、モジュール内部の拡散反応において超電導相の生成を行っている。伸線過程により、フィラメントは六角形から崩れており、とくに角部の変形が大きい。標準組成から Sn を減らしたタイプであり、Ti ドープタイプの線材である。

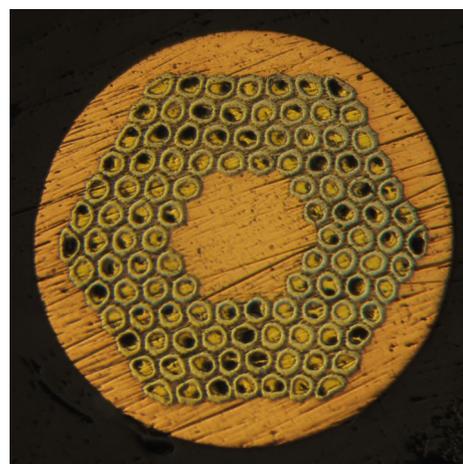


図1 : Cross section image of practical RRP Nb₃Sn wire

3 実験

回折実験は BL-4C にて行った。フィラメントは初め複数本での測定を試行したが、エッジ効果の観点から、回折強度は弱くなるが、フィラメント単線での測定を試みた。測定試料は、熱処理温度が 598.6°C (Sample A)、606.5°C (Sample B)、630.3°C (Sample G) の三種類であり、熱処理時間は、24 時間である。処理温度が低い Sample A と Sample B は SIC が発生している。これまで、3 回測定を行っているが、検出器が途中変更された結果、比較が難しいことから、同一回での測定データのみの報告したい。用いたエネルギーは 12 keV である。標準試料を用いたエネルギー校正は行っていないため、格子面間隔の絶対値は厳密ではない。測定温度は約 9 K である。

フィラメントの強度実験は、単線での単軸引張を試みたが、引張荷重が数 mN であることから、チャッキングが困難であり断念した。このようなもろく低強度な材料には曲げによる破壊試験が向いており、超低容量のロードセルを用いて、せん断曲げ強度を測定することとした。フィラメントは大変もろく 1 本ごとの断面積の評価は困難であるので、断面写真より平均フィラメント断面積を算出し、荷重をその値で割ることで公称のせん断応力を求めた。測定を 20 回以上行い、統計的に処理することにより、ワイブル係数を得ることができ、ぜい化を定量的に評価することが可能となる。本研究では、もっともぜい化していると思われる 598°C での熱処理を行った Sample A と、665°C で熱処理を行い SIC の発生していない Sample J の 2 つの試料のフィラメントの曲げ試験を各々の試験片について約 60 回行った。

4 結果および考察

まず、X 線回折のプロファイル結果を順に示す。図 2 は、低 d 側、図 3 は高 d 側の回折プロファイルである。可能な限り面指数付けを行ったが、Cu-Sn 系と思われるピークが存在することが確認できた。これまで中性子回折でもこのピークはみられていたが、フィラメントのみでなく、線材全体の回折であったため、安定化銅のエリアからの回折なのか、判別がつかなかった。今回フィラメントのみからの回折においても、Cu-Sn 系の回折が確認できた。

内部拡散法による線材は、フィラメント内部は基本 Nb と Sn だけでなく、反応促進効果や組織安定化を狙っていくつかの元素が添加されている。その中でも Cu は必要な元素であるが Cu の振る舞いが本線材の解析を難しくしている。Cu-Sn 系では、Sn が 15 から 25 atomic% にかけて β 相 ($\text{Cu}_{17}\text{Sn}_3$)、 γ 相 (立方晶系 Cu_3Sn)、 δ 相 ($\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}$)、 ϵ 相

(直方晶系 Cu_3Sn)、 ζ 相 ($\text{Cu}_{10}\text{Sn}_3$) が複雑に存在する領域があり^[1]、これらのどれかがぜい化に寄与していると推測されてきた。特に熱処理条件によっては組織観察から、 ϵ 相の組織が観察されることがわかってきているが、現状得られた回折データからは、まだ定性的にもどの相からの回折か判別するに至っていない。今後リートベルト解析を用いて、幅広い回折角度でフィッティングする必要がある。

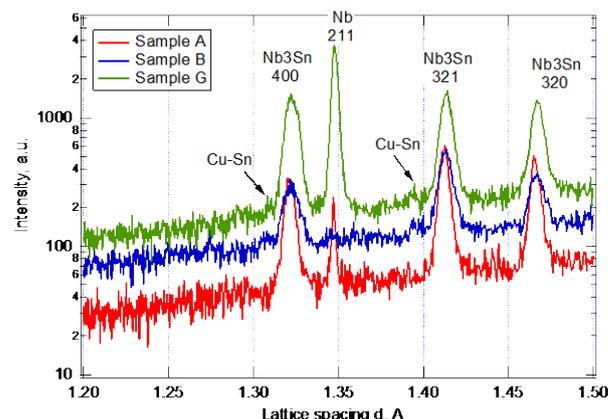


図 2 : Diffraction profile (Low d)

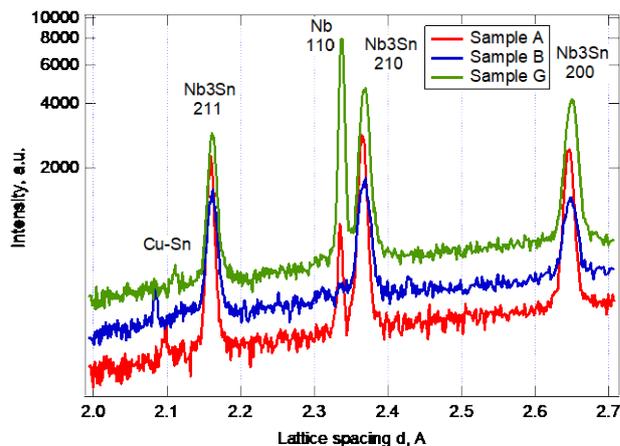


図 3 : Diffraction profile (High d)

次に、曲げによるせん断応力による破壊試験結果を示す。約 60 回の破壊試験の結果、得られた破断強度のヒストグラムを SIC の発現でぜい化している Sample A については図 4、Sample J については図 5 に示す。Sample A はあきらかに、強度が低下しているのがわかる。統計的に生存確率を計算し、ワイブル係数を求めることでぜい化を定量的に評価することができる。得られたワイブル係数 m は Sample A では、 $m=1.769$ 、Sample J では $m=2.228$ となり、明確に Sample A のぜい化が確認することができた。SIC の現象自体は、線材に軸方向ひずみをかけながら臨界電流を測定することで確かめられていたが、フィラメントそのものの

強度が低下している明確なエビデンスはこれまでなかった。今回の結果により、フィラメントそのもののぜい化を確認することができた。

組織観察から、 ϵ 相付近からマイクロクラックが多数観察できており、このクラックがぜい化の主要因である。そもそもフィラメントはマクロにみると線膨張係数(CTE)の関係から熱処理温度以下は常に圧縮応力が作用しており、き裂進展するのは考えにくい。き裂の発生要因は ϵ 相のCTEがキーとなる。Cu-Su系の相応力がどうなっているのか確認することが、重要であり、室温から9 K程度まで、温度ごとの格子面間隔を測定することである程度の推測は可能であるので、2018年度のマシンタイム測定で測定を行いたい。

5 まとめ

ぜい化の主要因と思われるCu-Sn系の回折強度は弱く、ラボX線での評価は困難であり今後も放射光実験の必要性がある。回折実験では、冷凍機のまま90度回転させることが可能であり、軸方向と径方向のひずみの差についても今後検討を行っていく予定である。

参考文献

- [1] M. Hansen: Constitution of Binary Alloys (McGRAW-HILLBOOK Co., New York, 1958) p. 634.

* machiya@daido-it.ac.jp

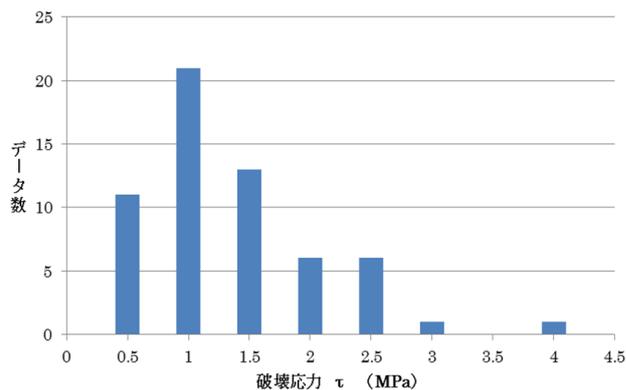


図4 : Histogram of fracture strength (Sample A)

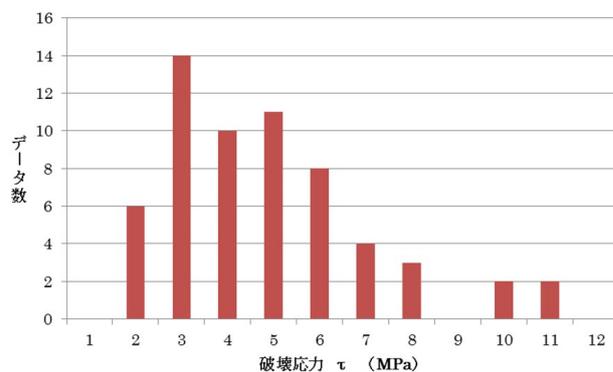


図5 : Histogram of fracture strength (Sample J)