

超電導マグネット向け自己融着 NbTi 超電導線の開発

Development of Self-bonding NbTi Wires for Superconducting Magnets

金 容 薫 *
Yonghoon Kim佐藤 巧望 *
Takumi Sato福島 弘之 *
Hiroyuki Fukushima伊井 秀樹 *
Hideki Ii坪内 宏和 *
Hirokazu Tsubouchi廣瀬 清慈 *
Kiyoshige Hirose

〈概要〉

超電導コイル製造時、コストと時間の掛かるエポキシ含浸工程を省略し得る自己融着型 NbTi 超電導線を開発し、融着力と超電導コイル特性の評価を行った。その結果、良好な融着力を得るための最適熱処理条件を確認するとともに常温-極低温のヒートサイクル後でも融着力の低下はなく、特性は安定していることが分かった。自己融着 NbTi 超電導線を用い、試作した小型超電導コイルの通電試験を実施した結果、ヒートサイクルやクエンチによる特性劣化は見られず、バックアップ磁場 4.5 T において負荷率 100%、最大経験磁場 8.0 T を達成し、エポキシ含浸コイルと同等の特性を示すことが分かった。また、中型超電導コイルの通電試験においてもヒートサイクルやクエンチによる特性低下はなく、負荷率 100% を確保でき、自己融着超電導線の有用性を確認することができた。

1. はじめに

主要国がカーボンニュートラル(炭素中立)を次々に宣言し、世界規模で“グリーン旋風”が巻き起こっている。それに関連し、カーボンニュートラルに貢献する電子機器に使用される LSI や電源 IC の増大、電気自動車やハイブリッド自動車の急激な増大は、深刻な半導体の供給不足を引き起こしている。それを受けて、半導体製造装置・材料メーカーが生産能力の増強に動き出しており、半導体の土台となるシリコンウエハを製造するメーカーでは、新工場建設の検討が進められている。シリコンウエハは、半導体製造の効率化のために 200 mm から 300 mm への大径化が進み、その製法の一つである MCZ (Magnetic Field Applied Czochralski) 法では、単結晶インゴットの引上工程において超電導コイルでシリコン融液に磁場を印加することにより大径化と均質化を両立させている。そこで重要な役割を果たしている超電導コイルは、その製造工程において絶縁した超電導線をコイル巻きした後に、硬化性エポキシ樹脂で含浸して超電導線を固定することで、コイルの通電中、電磁力による線材の動きを抑え、超電導状態から常電導状態へ切り替わ

るクエンチの発生を防止している。ただし、エポキシ樹脂含浸工程は、樹脂内のボイドを極力少なくして必要な接着力を確保するための特殊な真空含浸を含め、多くの工程を必要とし、更に製造過程で発生するエポキシ樹脂廃棄物も課題となっている。

そこで、当社は、エポキシ含浸工程の省略を可能にし得る、あらかじめ自己融着樹脂を被覆した NbTi 超電導線を開発を行い、その効果としてシリコンウエハ製造装置の製作工程を大きく簡略化して、半導体の円滑な供給に貢献することを考えている。自己融着 NbTi 超電導線は、図 1 に示すように絶縁層の上に融着性の樹脂からなる最外層を設けることでコイル巻き後に熱処理を行うだけで線同士が固まる特殊な機能を有している。そのため、超電導コイルの製造工程を大幅に簡略化でき、樹脂廃棄物も出ないという大きなメリットがある。このたび、熱処理で必要十分な融着力を有する自己融着樹脂を開発し、この自己融着樹脂を被覆した NbTi 超電導線を用いて小型コイルを作製し、超電導特性が劣化することなく、その 100% の性能を発揮することを確認して、実際の超電導コイルに適用するための要素技術を確立したので、結果について報告する。

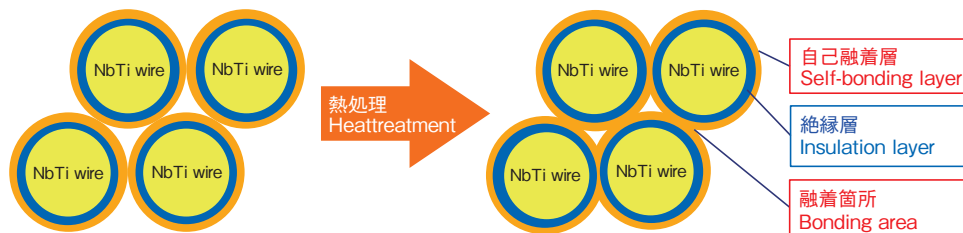


図 1 自己融着 NbTi 超電導線の模式図
Schematic diagram of a self-bonding NbTi superconducting wire.

* 研究開発本部 インキュベーター統括部

2. 自己融着NbTi超電導線の開発

開発した自己融着NbTi超電導線の被覆材の種類と寸法を表1に示す。絶縁被覆材として一般的に超電導線に使われるPVF(ポリビニルフォルマール)以外に高耐熱性樹脂であるPAI(ポリアミドイミド)を使った二種類の電線を開発しており、本報ではPAI絶縁自己融着線を中心に報告を行う。一方、融着性樹脂に対しては、200℃以下の低温で融着処理が可能な材料を選び、更に良好な融着力発現と関連する高い機械特性を実現させるため、材料の改質検討を行い、要求特性を満たすフェノキシ系樹脂組成物を開発することができた。絶縁層と自己融着層の厚さは、表1に示す通り、各々0.03 mmと0.04 mmとした。

開発品の製造工程においては、絶縁樹脂被覆加工後、追加で自己融着樹脂の被覆加工を加えることになり、その分、超電導線材の熱履歴が増えることになる。工程の追加による線材特性への影響を確認するため、自己融着樹脂被覆前後の臨界電流(注:線材に流せる電流の限界値) I_c (at 4.1 K, $10^{-13} \Omega m$) を4~8 Tの磁場領域で比較すると、図2に示すように値の変化はほとんどないことが確認でき、自己融着超電導線においても良好な超電導特性を得ることができた。

表1 自己融着NbTi超電導線の被覆材と寸法
Coating materials and dimensional data for self-bonding wire products.

項目	単位	開発品(自己融着線)
絶縁被覆材	—	PVF(ポリビニルフォルマール), またはPAI(ポリアミドイミド)
自己融着材	—	フェノキシ系
導体径	mm	0.98
絶縁層の厚さ	mm	0.03
自己融着層の厚さ	mm	0.04
仕上がり外径	mm	1.12

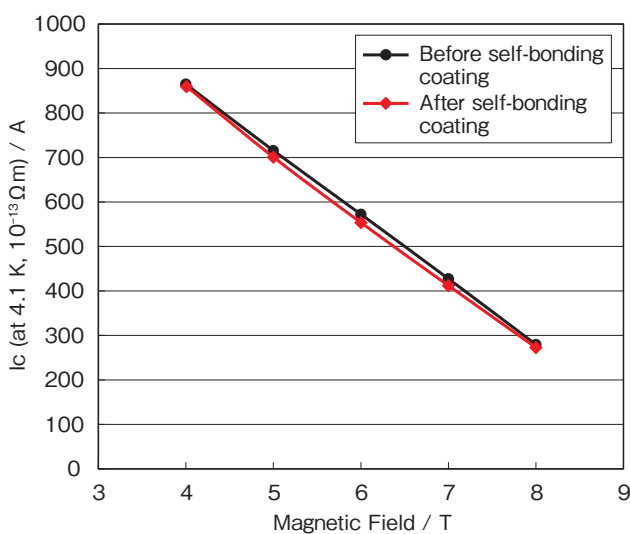


図2 NbTi超電導線の臨界電流 I_c (at 4.1 K, $10^{-13} \Omega m$)
Critical current I_c (at 4.1 K, $10^{-13} \Omega m$) for superconducting NbTi wires.

3. 融着力特性

3.1 ヘリカルコイルによる融着力評価

開発した自己融着NbTi超電導線を用いてJIS 3216-3のヘリカルコイル法により試料を製作(長さ=約3 cm)した。その後、強制送風方式オープンの中で設定温度(130~195℃:サンプル表面温度)と放置時間(0.5~16時間)を変化させることで各条件における融着力の値を調べた。融着力評価は、引張試験機によるヘリカルコイルの垂直引張試験(速度=20 mm/min)によって行った。製作したヘリカルコイル試料と引張試験による融着力評価の写真を図3に示す。

図4に130℃から195℃までの熱処理温度の融着力に対する影響を示す。一定の熱処理時間(0.5時間, 1時間, 2時間)において融着力は、熱処理温度上昇によって増加傾向を示し、例えば、2時間処理品の場合、130℃では、6.2 Nとなり、195℃では、9.4 Nまで値の増加が確認できた。熱処理温度上昇による融着力増加の原因として融着材料の熔融粘度の温度依存性が関係するものと考えられ、高温では、熔融粘度の低下によって樹脂の流れが発生しやすく、その結果、線同士の融着界面面積がより広がるため、融着力は増加すると推察された。0.5時間から2時間までの熱処理時間が長くなることに伴う融着力の

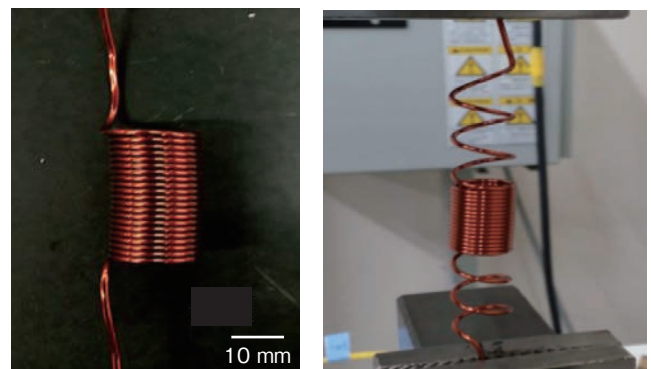


図3 ヘリカルコイル試料と引張試験によるコイルの融着力評価写真
Photos of a helical coil sample and the bonding strength measurement by tensile testing of a coil.

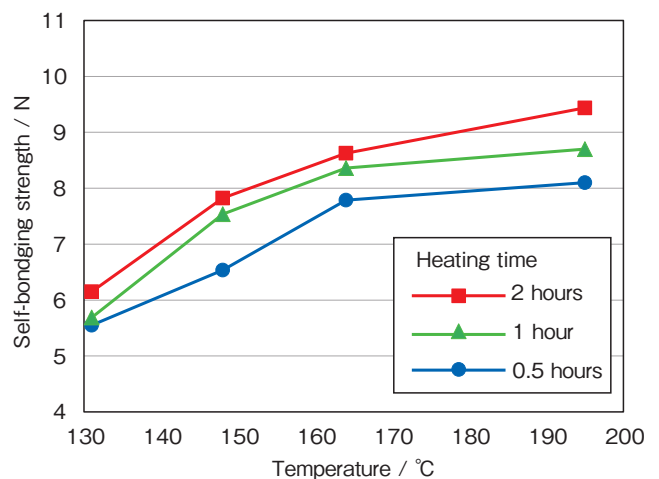


図4 熱処理温度の融着力に対する影響
Effect of the heating temperature change on the self-bonding strength.

増加についても線同士融着界面面積の増加が関係するものと考えている。

今回の融着力評価用ヘリカルコイル単体サンプルでは、200℃付近での熱処理も可能であるが、実際の実機コイルでは、超電導線材以外に様々な部材が使われており、部材の耐熱性を考慮すると、より低温側での熱処理条件が好ましい。そのため、低温条件である148℃と高温条件の195℃を選び、16時間まで長時間熱処理を行い、熱処理時間の融着力に対する影響を調べた。その結果、図5に示すように2時間までは、195℃熱処理品においてより高い融着力を示すことに対し、4時間以降は、148℃の処理品が、より高い融着力を示していることが確認できた。195℃の条件下、4時間以上の熱処理で、融着力の値が低下する原因として大気中の高温下で長時間熱処理による樹脂層の熱劣化が関係するものと推察した。一方、148℃の温度条件では、熱処理時間が4時間以上で高い値が安定的に得られ、16時間処理品に対しても11.6 Nの値を得ることができた。以上の結果より、部材の耐熱性とコイル内温度分布を考慮すると実機コイルでは、低温側で長時間の熱処理がより効果的と考えられる。

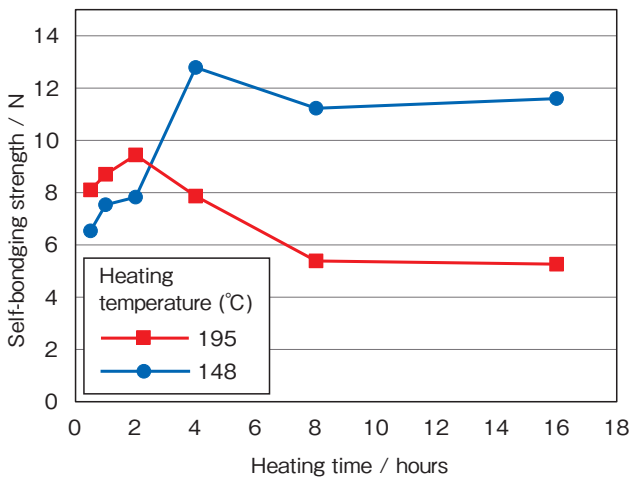


図5 熱処理時間の融着力に対する影響
Effect of heating time change on the self-bonding strength.

3.2 ヒートサイクル評価

自己融着超電導線用途に開発したフェノキシ系材料に対する信頼性評価としてヒートサイクル後のヘリカルコイルの外観観察と融着力評価を行った。評価の目的は、ヒートサイクル処理中の融着層内でのクラック発生によって生じ得る融着力変化を確認するためである。コイルの融着条件としては、低温側の条件を選び、150℃で8時間熱処理を施した。その後、室温からサンプルを液体窒素(77 K)で5分間予冷し、引き続き、液体ヘリウム(4 K)に30分間浸漬して、室温に戻した。上記の室温から4 Kの冷却作業を5回、10回及び15回繰り返して行った。処理後のサンプルに対し、外観の異常有無を確認した後、3.1と同様に垂直引張試験(速度=20 mm/min)によって融着力を測定した。

図6にヒートサイクル処理品の外観と融着力評価結果を示す。15回のヒートサイクルを行ったサンプルについても融着

力の低下はほとんどなく、また、外観の異常もないことを確認した。以上の結果より、開発した自己融着NbTi超電導線は、室温から4 Kまでの温度変化の影響を受けることなく、安定的に融着力が確保できていると判断した。

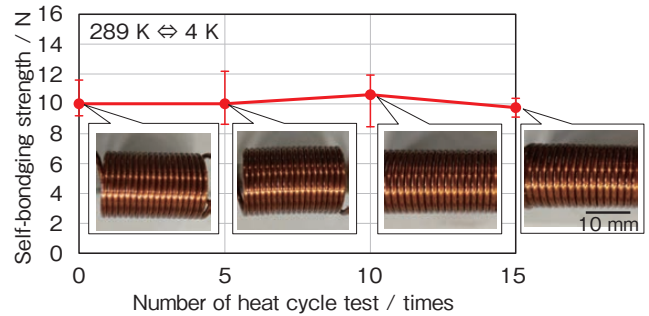


図6 ヒートサイクル処理コイルの外観と融着力測定結果
Photos and the self-bonding strength for heat cycle treated coils.

4. 自己融着コイルの特性評価

4.1 小型コイルの製作

自己融着NbTi超電導線の超電導コイルへの適用性を検証するため、自己融着NbTi超電導線を用いた小型コイルを製作し、コイル状態での通電特性を調査した。また、比較用コイルとしてエポキシ塗り込み含浸コイルも用意し、それぞれに磁場をかけながら通電して電流特性を調べた。以下、小型コイルの製作について述べる。

小型コイルの諸元と外観を表2に示す。コイルの大きさは、内径25 mm、外径約50 mm、高さ約80 mmであり、このコイルにかかる最大電磁力はコイル中心最内層部で32 MPaとなる。ポビンにはSUS304を使用し、ポビンと超電導線との間の絶縁にはポリイミドシート(厚さ=125 μm)を採用した。

表2 小型コイルの諸元と外観
Specifications and photos for small coils.

	エポキシ塗り込み含浸	自己融着
コイル形状	ソレノイド	←
コイル内径 (mm)	25.6	←
コイル外径 (mm)	48	49.4
コイル高さ (mm)	80	←
総ターン数	816	846
層数	12	←
熱処理条件	25℃ × 3日	220℃ × 90分
外観写真		

比較用コイルとして、同じ大きさのエポキシ塗り込み含浸コイルも製作した。線材には自己融着被覆していないPVF被覆線材(φ1.05)を使用し、エポキシにはニトフィクスSK-229を使用した。本試作ではコイル巻き後に常温で72時間以上保持して硬化させた。

4.2 小型コイルの通電試験と結果

通電試験は8 T超電導マグネット及びクライオスタットを用い、小型コイルを液体窒素で予冷、その後、液体ヘリウムに漬して試験を実施した。ヒートサイクルの影響を見るために、通電試験を実施後に一旦常温に戻し、再冷却して通電試験を実施した。通電は300 A、500 Aの直流電流を用い、励磁速度は50 A/minとした。

自己融着小型コイルの通電試験で、以下の特性を確認した(図7)。

- ①外部磁場4.5 Tの場合(超電導線の経験磁場は8 T)、通電電流191 A及び219 Aでクエンチした後に288 Aを達成し、負荷率(注:Icが流れたときの磁場を100%として、クエンチ磁場の割合であり、コイルの機械的安定性を表す指標)100%を確保することができた。
- ②一度常温に戻した後、再冷却して再試験したところ、外部磁場なしで500 Aの通電を確保しており、再冷却による特性劣化は見られなかった。

一方、エポキシ塗り込み含浸コイルにおいては、以下の結果を得た(図8)。

- ①初回励磁でクエンチ発生後、常温に戻して再試験したところ、500 A、6.3 Tに達し、クエンチ及びヒートサイクルによる影響がないことを確認した。
- ②自己融着コイルと同様に、外部磁場4.5 Tの場合に線材のIcリミットである279 Aでクエンチし、負荷率100%を達成した。

以上の結果より、自己融着コイルにおいて、ヒートサイクル及びクエンチによるコイルの特性劣化が見られないこと、また、負荷率100%を確保したことからエポキシ含浸コイルと同等の特性を示すことが分かった。

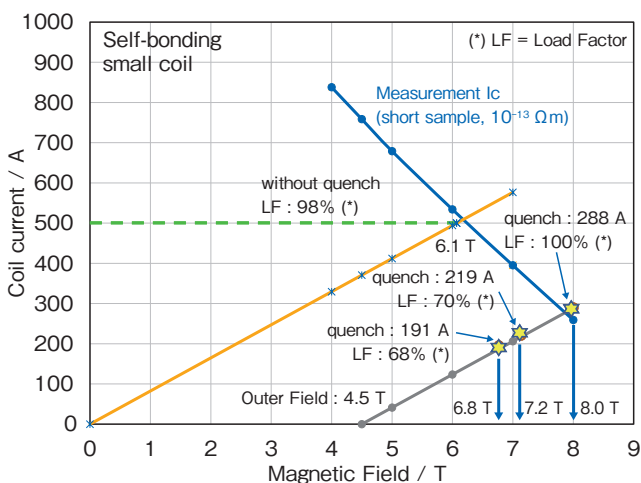


図7 自己融着小型コイルの通電試験結果
Results of electrical current tests for a self-bonding small coil.

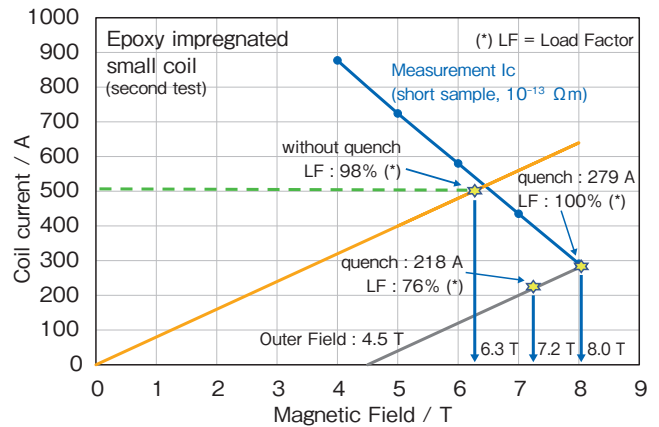


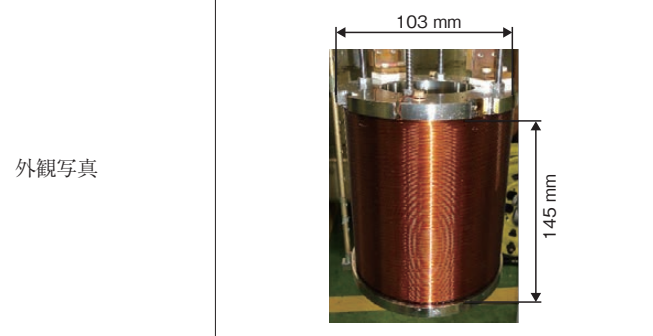
図8 エポキシ塗り込み含浸小型コイルの通電試験結果
Results of electrical current tests for an epoxy impregnated small coil.

4.3 中型コイルの製作

小型コイルでの通電特性確認に引き続き、コイル径を一回り大きくしてより大きな電磁力がかかる自己融着コイルを用意し、同様に通電試験を行った。製作したコイルの寸法と外観を表3に示す。コイルにかかる最大電磁力はコイル中心最内層部で114 MPaである。ボビンにはSUS304を採用し、小型コイルと同様に、超電導線とボビンの間の絶縁にはポリイミドシートを採用した。

表3 中型コイルの諸元と外観
Specifications and a photo for a self-bonding medium coil.

	自己融着
コイル形状	ソレノイド
コイル内径(mm)	100.3
コイル外径(mm)	139.7
コイル高さ(mm)	145.5
総ターン数	2580
層数	20
熱処理条件	220°C × 90分



外観写真

4.4 中型コイルの通電試験と結果

小型コイルと同様に通電試験を行い、以下の結果を確認した(図9)。

- ①一回目の通電で380 A(負荷率:96%)にてクエンチし、二回目の通電で線材Icである391 Aに到達し、負荷率100%を達成した。

②常温に戻した後、再冷却して通電を行ったが、クエンチはなく、前回試験と同様に391 Aに到達した。

中型コイルにおいて高負荷率でのトレーニングクエンチ1回の後、負荷率100%を達成したこと、又昇温を経験しても前回の通電履歴を保存していることから自己融着NbTi超電導線は、超電導コイルに適用可能と判断した。

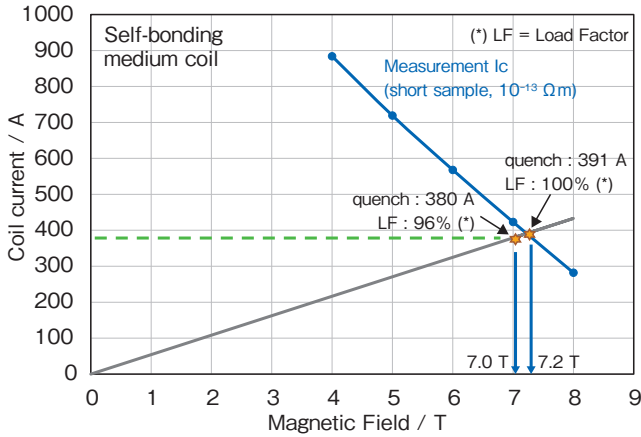


図9 自己融着中型コイルの通電試験結果
Results of electrical current tests for a self-bonding medium coil.

5. おわりに

超電導コイル製造時、コストと時間の掛かるエポキシ含浸工程を省略し得る自己融着型NbTi超電導線を開発し、融着力と超電導コイル特性評価を行い、以下の結果を得た。

- (1) 融着力に対する熱処理温度と時間の影響を調べ、良好な融着力を得るための最適条件を確認すると共に信頼性関連評価として実施したヒートサイクル試験において融着力の劣化はなく、特性は安定していることが分かった。
- (2) 自己融着超電導線を用いて試作した小型コイルの通電試験の結果、ヒートサイクル及びクエンチによる特性劣化は見られず、バックアップ磁場4.5 Tにおいて負荷率100%、最大経験磁場8.0 Tを達成した。
- (3) 中型コイルの臨界電流特性評価においてもヒートサイクルやクエンチによる特性低下はなく、負荷率100%を確保でき、実際の超電導コイルに適用するための自己融着超電導線の有用性を確認することができた。

今回、小型と中型の自己融着超電導コイルにおいて良好な特性を確認したことにより、今後、実機適用を目指してより大型の超電導マグネットに自己融着NbTi超電導線の適用を検討する。