Untersuchungen an Materialien für supraleitende Spulen

Tests on materials for superconducting coils

W. Amenda

E. Berkl

IPP 4/22

April 1965

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK GARCHING BEI MÜNCHEN

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

Untersuchungen an Materialien für supraleitende Spulen

Tests on materials for superconducting coils

W. Amenda

E. Berkl

IPP 4/22

April 1965

Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem Institut für Plasmaphysik GmbH und der Europäischen Atomgemeinschaft über die Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.

IPP 4/22 W. Amenda E. Berkl Tests on materials for superconducting coils April, 1965 (in German)

ABSTRACT: The essential problem involved in the planning of super-conducting magnetic coils for high fields is that of the electrical behaviour of the conducting material, i.e. the maximum magnetic field strength obtainable with the available conducting material for a given coil geometry without quenching the coil. The I_c-H curves of short samples in an external magnetic field that are usually provided by suppliers allow only very indefinite conclusions regarding the coil behaviour, the coil values being lower than the values of the short samples by a factor of 2 and more. This behaviour is generally referred to as degradation effect.

The present paper deals with measurements of I_c -H curves for short samples of commercially available material. All depending on the previous magnetic history, two completely different I_c -H curves were obtained which possibly represent the maximum and minimum of the coil values obtainable.

1. Zusammenfassung

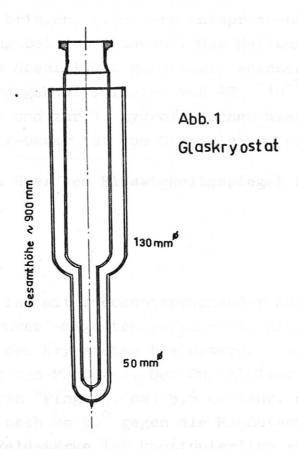
Bei der Planung supraleitender Magnetspulen für hohe Felder tritt als wesentliches Problem die Frage nach dem elektrischen Verhalten des Leitermaterials auf, d.h. die mit dem vorhandenen Leitermaterial bei gegebener Spulengeometrie erreichbare maximale magnetische Feldstärke, ohne daß die Spule normalleitend wird ("quencht"). Die üblicherweise vom Lieferanten angegebenen I_C-H-Kurven kurzer Proben im äußeren Magnetfeld lassen nur sehr unsichere Schlüsse auf das Spulenverhalten zu, die Spulenwerte liegen um den Faktor 2 und mehr niedriger als die Werte der Kurzproben. Dieses Verhalten wird allgemein als Degradationseffekt bezeichnet.

In der vorliegenden Arbeit wird über Messungen von I_c -H-Kurven kurzer Proben von käuflichem Material berichtet. Je nach magnetischer Vorgeschichte wurden zwei völlig verschiedene I_c -H-Kurven erhalten, die möglicherweise Maximum und Minimum der erreichbaren Spulenwerte darstellen.

2. Versuchsaufbau

a) Kryostatenaufbau

Nach Überlegungen zur gestellten Aufgabe wurde ein Glaskryostat gewählt (s. Abb. 1).



Praktisch taucht nun das innere, mit flüssigem Helium gefüllte Dewar-Gefäß in den flüssigen Stickstoff des äußeren Dewar-Gefäßes. Beide Dewar-Gefäße sind doppel-wandig ausgebildet, wobei der Innenraum verspiegelt und evakuiert ist. Das Helium-Dewar ist nach oben mit einem festen Flanschaufbau abgeschlossen. Der Flanschaufbau hat einen Einfüllstutzen zum Einhebern des flüssigen Heliums, einen Ausgang für die Helium-Gas-Rückführung, einen Einführstutzen für den Meßstock sowie einen

Rohrausgang, der in eine gewöhnliche Fußballblase einmündet. Die Gummiblase soll an dem Kryostaten als Sicherheitseinrichtung bei plötzlich aufkommender größerer Heliumverdampfung wirken. Das Stickstoff-Dewar ist nach oben hin bis auf den Raum, den das Helium-Dewar beansprucht, geöffnet. Die Temperaturunterschiede, welche das Glas zur Formänderung bringen, erfordern entsprechende Berücksichtigung bei der Glaswahl. Das Helium-Dewar ist aus einem Spezialglas gefertigt, welches bei einem Ausdehnungskoeffizienten von 42 · 10⁻⁷ heliumbeständig ist und zur 1. hydrolytischen Klasse gehört. Das Stickstoff-Dewar ist aus Duranglas gefertigt.

Das Heliumgas über dem Flüssigkeitsspiegel hat Gasometerdruck!

b) Magnet

Der Kryostat ist mit zweckentsprechender Aufbauweise auf einen "Bruker"-Magneten aufgesetzt. Hierbei ragt der "Finger" des Kryostaten bis unterhalb zwischen die Polschuhe des Magneten. Der Supraleiter am Meß-kopf im inneren "Finger", ca. 5,5 cm lang, steht seiner Länge nach um 90° gegen die Magnetachse. Die magnetische Feldstärke ist kontinuierlich regelbar o,6 k Gauß = ½ = 13 k Gauß. Der "Platz" des Supraleiters wurde vorher mit Sondenmessungen geeicht. Ein einmal eingestellter ½-Wert hat eine Konstanz ± = 0,1 %. Der Ablesefehler der Einstellung mit ± = 200 Gauß und einem Anzeigefehler von 1,5 % bis Vollausschlag ist ebenfalls relativ gering. Polabstand 65 mm.

c) Impulsgeber

Will man kritische Ströme bei Supraleitern messen, bieten sich zwei Möglichkeiten an. Die Messung mit Gleichstrom einerseits und die Messung mit kurzen Stromimpulsen andererseits. Beim Gleichstromversuch hat
die elektrische Ausrüstung einfaches Aussehen, nämlich Akkumulator, Widerstand und Amperemeter. Allerdings wäre hier dann ein aufwendigerer Kryostatenbau erforderlich als für die Impulsmessung. Bei den
notwendigen dicken Stromzuleitungen müßten geeignete Kühlmaßnahmen getroffen werden, um den Wärmetransport von außen über die Zuleitung in Grenzen
zu halten. Arbeitet man hingegen mit der Impulstechnik, so fallen die dicken Stromzuführungen weg,
und man kann die Zuleitungen wegen des geringen Energieumsatzes bei kurzen Stromimpulsen dünn machen.
Die elektrische Meßeinrichtung wird nun komplizierter.

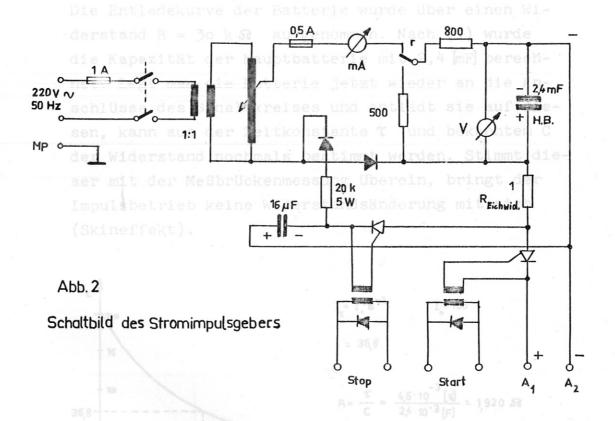
Der Impulsgeber muß in der Lage sein, kurze Stromimpulse entsprechender Stromstärke zu liefern. Als Anzeigeinstrument für den Übergang in die Normalleitung wird nunmehr ein Kathodenstrahl-Oszillograph erforderlich.

Neben dem Vorteil des geringen Kryostaten-Aufwandes bei Impulsmessungen gibt es Untersuchungen, die gerade besser mit Stromimpulsen gemacht werden können [1] .

Die Gesichtspunkte beim Bau des Impulsgebers sind Rechteckstromimpuls von ca. 150 A mit steiler Anstiegsflanke, variable Impulsdauer bis zu einigen 100 Mikrosekunden ohne zu großen Abfall der Stromamplitude.

Mittels einer genügend großen C-Batterie läßt sich der gewünschte Strom erreichen. Man hat jetzt nur noch dafür zu sorgen, daß zu einer vorgegebenen Zeit $T_{\rm X}$ die Stromamplitude in kurzer Zeit zu Null wird. Dies geschieht im Prinzip durch eine C-Batterie, die entgegengesetzte Ladung hat und zu der

Zeit T_X beigeschaltet wird. Die Hauptbatterie wie auch die Gegenbatterie werden von Si-Stromtoren geschaltet. Eine Einstellung der gewünschten Zeit T_X erfolgt durch ein normales Zeitverzögerungsgerät, welches dann die Stromtore ansteuert.



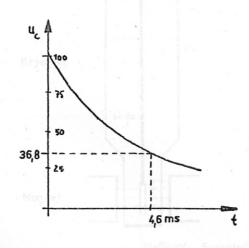
Eichung des Stromimpulses

An den Ausgängen A₁, A₂ des Stromimpulsgebers läßt sich der Stromimpuls für den Supraleiter abgreifen, der über ein Koaxialkabel dem Meßstock im Kryostaten zugeführt wird. Die Größe des Stromimpulses ergibt sich aus folgender Betrachtung.

Schließt man an den Ausgängen des A₁, A₂ den Meßstock wie bei der Untersuchung des Supraleiters an und überbrückt das Stromtor der Hauptbatterie, so wird von den abgeklemmten Batterieanschlüssen aus der Ohm'sche Widerstand mit der Meßbrücke ermittelt (1,905 Ω). Der in den Kreis eingesetzte Eichwiderstand beträgt nach vorheriger Messung 1 Ω . Nunmehr wird der genaue C-Wert der Batterie bestimmt.

$$C = \frac{-t}{R \cdot \ln \frac{u_c}{u_o}} \tag{1}$$

Die Entladekurve der Batterie wurde über einen Widerstand R = 30 k & aufgenommen. Nach (1) wurde die Kapazität der Hauptbatterie mit 2,4 [mF] berechnet. Legt man die Batterie jetzt wieder an die Anschlüsse des Schaltkreises und entlädt sie auf diesen, kann aus der Zeitkonstante T und bekanntem C der Widerstand nochmals bestimmt werden. Stimmt dieser mit der Meßbrückenmessung überein, bringt der Impulsbetrieb keine Widerstandsänderung mit sich (Skineffekt).



$$R = \frac{c}{C} = \frac{4.6 \cdot 10^{-3} [s]}{2.4 \cdot 10^{-3} [F]} = 1.920 \text{ }\Omega$$

Abb. 3 Skizze des Oszillogramms der H.-Batterie Entladung, Zur Widerstandsbestimmung

Bedenkt man, daß sich zum Widerstand nach der Meßbrückenmethode bestimmt noch ein R-Anteil der Batterie zu addieren hat, ist die Übereinstimmung der Widerstandsbestimmungen recht gut. Es läßt sich somit der Eichwiderstand mit 1 S beschreiben. sind. Die Kontaktierung des Supraleiters mit dem Meßkopf erfolgte durch Klemmen, dies sowohl für die Stromeinleitung als auch bei dem Potentialabgriff. Hierbei mußte sorgfältig gearbeitet werden, da schlechte Übergänge Meßverfälschungen bringen. Die Potentialabgriffe sind als Kantenkontakte gefertigt worden, bei der Stromzuführung dagegen als Flächenkontakte. Kontaktmaterial ist Messing. Von der Kontaktebene des Meßkopfes sind die Leitungen geschirmt zum oberen Teil am Meßstock geführt.

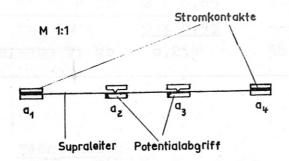


Abb. 6
Kontaktebene des Meßkopfes

Mit dem Oszillographen wird das Potential zwischen den Abgriffen a₂, a₃ am Supraleiter gemessen. Der Oszillograph wird mit dem D-Einschub betrieben, der Meßkreis ist erdfrei.

f) Messungen

Untersuchungsobjekt: supraleitende Drähte

Bez.Nr.	Metall	Ød (mm)	Plattierung cu (µ)	Lackierung	Hersteller
5	Nb 25 % Zr	0,250	25 H	eingestellt L	Supercon
9	Nb 25 % Zr	0,287	1,5	n cen_aupres	Westinghouse

⁻ Fortsetzung -

- Fortsetzung -

Bez.Nr.	Metall	Ød (mm)	Plattierung cu (µ)	Lackierung	Hersteller
11	Nb 25 % Zr	0,254	9,5	. dia Jane	Westinghouse
12	Nb 25 % Zr	0,254		\mathbf{L}	Metallges.
13	Nb 25 % Zr	0,122		L	Westinghouse
14	Nb 15 % Zr	0,264		Γ	11
15	Nb Zr	0,254	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	Γ	11
16	Nb 33 % Zr	0,266		L	ři –
17	Nb 33 % Zr	0,250		-	Metallges.
18	Ti Nb	0,250	3. <u>10.</u> 81 %	L	9 II
19	Nb 25 % Zr	0,230	- il <u>ere</u> n est.	un du <u>l</u> folge	Heraeus
20	Nb 25 % Zr	2 x 0,05	Sr <u>io</u> as Ba	pertife <u>i</u> d auf	H
21	Nb ₃ Sn	3 x 0,45		erī _s illiet	NRC "Niostan"
23	HI-120 Ti Nb	0,254	58	rrakkeitung, usaht Mach	Westinghouse

Meßmethodik

Die in der Tabelle zusammengestellten Proben wurden nun auf ihr Verhalten im äußeren transversalen Magnetfeld untersucht. Als Ergebnis wird dabei die I_c -H-Kurve sich ergeben, d.h. jene Kurve, die den kritischen Strom des Supraleiters in Abhängigkeit vom äußeren Magnetfeld beschreibt und somit im I-H-Feld das Gebiet der Supraleitung von dem der Normalleitung trennt. Hierzu erschienen zwei Verfahren sinnvoll, nach denen man die Messung durchführen kann.

Methode I: Man steigert langsam die Stromstärke der einzelnen Meßimpulse beim äußeren Magnetfeld ≈ 0 (Restmagnetismus des Eisenkerns!). Die Stromstärke, bei der dann Normalleitung eintritt, gibt den Meßpunkt I_c (0). Nun wird das äußere Magnetfeld auf H_1 eingestellt und ein Stromimpuls der Stärke I_c (0) durch den Supraleiter ge-

schickt; sicher tritt wieder Normalleitung ein (fallende Charakteristik der I_c -H-Kurve). Jetzt tastet man sich aufs neue an den kritischen Strom heran und erhält I_c (H_1). Analog wird die ganze Kurve durchgemessen. Wichtig ist hierbei, daß man zwischen den einzelnen Meßimpulsen genügend Zeit verstreichen läßt, damit die Kontaktstellen normalleitende Stromzuführung – Supraleiter auskühlen kann.

Methode II: Der Meßpunkt I_c (0) wird wie vorher gemessen. I_c (H_1) und die weiteren werden auf folgende Weise erhalten: Zunächst wird das Magnetfeld auf H_1 gesteigert. Der Meßstrom wird gegenüber I_{c} (0) etwas reduziert; erfolgt Übergang in die Normalleitung, so wird das Feld sofort wieder auf O gebracht. Nach erfolgter Abkühlung der Probe wird wieder H₁ eingestellt und mit nochmals reduzierter Stromstärke gemessen. Dieses Verfahren wird fortgesetzt bis I (H_1) gefunden ist. Die weiteren Meßpunkte I_c (H_n) werden analog erhalten. Bei diesem etwas umständlich erscheinenden Verfahren werden Auswirkungen der Feldänderung auf den Supraleiter - Einfrieren von Kreisströmen - mit erfaßt, im Gegensatz zu Methode I, bei der sie durch den der eigentlichen Messung vorangehenden strominduzierten Normalleitungsübergang vernichtet werden. Die Werte nach Methode I und II zeigten dann auch erwartungsgemäß je nach Probenmaterial mehr oder weniger starke Unterschiede.

Messung des Übergangs in die Normalleitung

Zunächst wurde darauf geachtet, daß zwischen die Potentialabgriffe des Supraleiters das Einlaufen einer Wärmefront (normalleitende Stromanschlüsse) ausgeschlossen war. Letztlich hat der Stromimpuls nur

kürzer zu dauern als die Laufzeit der Wärmefront vom Entstehungsort bis zur Potentialklemme, um vor einem Wärmeeffekt auf die Messung sicher zu sein. Die Laufgeschwindigkeit so einer Wärmefront beträgt $\mathbf{v} \approx 100$ m/sec. Das bedeutet bei unseren Kontaktabständen eine Laufzeit von ca. 100 μ s [1].

Auszuschließen hat man ferner Kontakteffekte, es muß eine gute Klemmverbindung zwischen Klemme und supraleitendem Metall bestehen. Entfernte man bei der Klemmung nicht die Kupferplattierung, ließe sich kein sprunghaftes Signal beim Übergang in die Normalleitung erkennen, vielmehr hebt sich aus der supraleitenden Linie das Signal bei Stromhochstastung kontinuierlich mit pos. Steigung aus (s. Abb. 7).

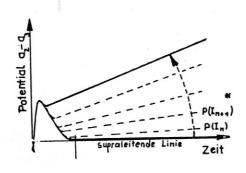


Abb. 7
Signal hebt sich kontinuierlich aus der supraleitenden Linie .

 Wenn der Strom in grober Stufung aufgetostet wird.

Mit Ausschaltung dieser möglichen Verfälschungen, kann das Signal als Kriterium für den Zustand des Supraleiters angesehen werden (s. Abb. 8 u. 9).

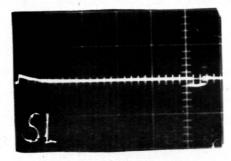


Abb. 8 Signal bei Supraleitung

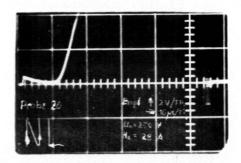


Abb. 9 Signal bei Normalleitung

Bei den verschiedenen Proben ist schließlich ferner ein Unterschied in den Aufbauphasen zum Übergang in die Normalleitung zu erkennen. - Die zu Anfang und Ende des Vorgangs zu erkennenden Signale sind Störsignale, sie liegen genau in den Schaltphasen des Stromimpulses. Diese Störsignale lassen sich mit Sicherheit von dem eigentlich zu Beobachtendem abgrenzen. Einmal ist die Störamplitude klein gegen die Signalamplitude für den Übergang in die Normalleitung, zum anderen wirkt das Störsignal immer innerhalb derselben Zeitmarken.

I_c -H-Kurven

Reproduzierbarkeit und Streuung

1) Ohne mechanische Beanspruchung

Die Ergebnisse der Messungen sind in den Diagrammen zusammengestellt. Dargestellt sind die I_C-H-Kurven der Meßmethoden I und II. Man erkennt deutlich, daß die Meßpunkte zu der daraus resultierenden wahrscheinlichsten Kurve bei den Proben verschieden streuen. Meßpunkte der Nachmessungen desselben Probestücks beschreiben in den meisten Fällen die Kurve innerhalb ihrer Streufläche. Gut reproduzierbar sind Meßpunkte nach Methode II. Mit Sicherheit läßt sich aussagen, ob ein Abheben der Kurve I von II reell ist. Viele Nachmessungen haben gezeigt, daß im Falle einer Kurve I, die dicht an II liegt, nicht ein Meßpunkt für II zu finden war, der einen großen Unterschied zu I aufwies.

Messungen an neuen Probestücken desselben Probematerials decken nur selten die Erstkurve. Dabei fällt auf, daß die Streubreite von Material zu Material sehr verschieden ist. Sehr gute Reproduzierbarkeit ergab z.B. Probe 15, sehr schlechte Probe 20. Dieses Verhalten wird auch von anderer Seite berichtet [2].

2) Mit mechanischer Beanspruchung

Zug

Zur Untersuchung etwaiger Einflüsse der Zugbeanspruchung auf den Supraleiter bezüglich seines I_c -H-Verhaltens, wurden die Proben 14 und 15 herangezogen. Hierbei sind Vergleichsmessungen zwischen ohne und mit Belastung immer an demselben Probestück angestellt worden. Im Belastungsfall war eine Zugkraft von 6 kp angelegt. Die Kurven mit und ohne Belastung für die Probe 15 deckten sich recht gut. Abweichungen der Belastungskurve von der Grundkurve bei der Probe 14 gehen in die Streuung der Grundkurve ein.

Die Zuguntersuchung erfolgte normalerweise derart, daß der Supraleiter gespannt in das He-Bad getaucht wurde. Messungen an erst im He-Bad gespannten Supraleitern bestätigten nur die vorhergehenden Ergebnisse.

Biegung

Hierzu wurde zwischen die Potentialabgriffe der Supraleiter zu einer Art Schlaufe gebogen. Die Vergleichskurven zeigten Abweichungen nur innerhalb der Streuung.

Torsion

Der Supraleiter zwischen den Stromklemmen am Meßkopf ist mit 20 Drehungen über die Länge gespannt worden (zerreißt bei ca. 25 Drehungen). Die Vergleichskurven zeigten Abweichungen nur innerhalb der Streuung.

3. Diskussion der Meßergebnisse

Wie man aus den I_c-H-Kurven der einzelnen Proben ersehen kann, liegen je nach Probe die Kurven nach Methode I und Methode II mehr oder weniger weit auseinander. Vom Verhalten des idealen Supraleiters aus gesehen, ist dies verwunderlich. Bedenkt man jedoch, daß die hier als Proben verwendeten Legierungen keineswegs als ideale Supraleiter betrachtet werden dürfen, so läßt sich eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten finden.

Betrachtet man das Magnetisierungsverhalten eines harten (d.h. nicht idealen) Supraleiters, so erkennt man, daß ab einer bestimmten, unter 1 k Gauß liegenden, magnetischen Feldstärke das Feld in den Supraleiter teilweise eindringt [3], während beim idealen Supraleiter das Leiterinnere bis zum kritischen Feld H_{o} feldfrei bleibt ($\mu = 0$). Ist das Magnetfeld in den harten Supraleiter eingedrungen, so bestehen nebeneinander normal- und supraleitende Bereiche, der Supraleiter ist im sogenannten Mischzustand (nach neuesten Ergebnissen periodisch angeordnete quantisierte Flußlinien [4]). Dies bedeutet, der Supraleiter stellt keinen einfach zusammenhängenden Bereich mehr dar. Ebenso können makroskopische Gefügestörungen, wie sie beim Kaltverformen der Drähte auftreten, zur Aufspaltung in mehrfach zusammenhängende Bereiche führen. In solche mehrfach zusammenhängende Bereiche kann nun magnetischer Fluß eingefroren werden, was sicher eintritt, wenn der Supraleiter einem sich ändernden äußeren Magnetfeld ausgesetzt wird. Die dadurch eingefangenen elektrischen Kreisströme (die sich eben als eingefrorener magnetischer Fluß äußern) überlagern sich nun einem von außen eingeprägten Transportstrom, woraus ersichtlich ist, daß die kritische Stromstärke für den Transportstrom erniedrigt wird.

Dieser Einfluß tritt als Unterschied der I_c -H-Kurven nach Methode I und II zu Tage. Wie man sieht, ist der Einfluß der Magnetisierungsvorgeschichte von Probe zu Probe stark unterschiedlich. Dies deutet daraufhin, daß für diese "Degradation der kurzen Probe" in erster Linie die beim Kaltverformen eingebrachten Gefügestörungen verantwortlich sind.

4. Anwendung der Ergebnisse zur Deutung von Spuleneffekten

Beim Erregen einer supraleitenden Magnetspule durch-laufen die einzelnen Windungen des Leiters je nach ihrer Lage in der Spule verschiedene Strecken auf der Magnetisierungskurve. Jede einzelne Windung wird sich also ähnlich wie eine kurve Probe, gemessen nach Methode II, verhalten. Daraus folgt, daß der kritische Spulenstrom sicher unterhalb jenem liegen muß, der aus der I_c -H-Kurve der kurzen Probe nach Methode I (und mit der I_c -H-Kurve des Lieferanten) abgelesen wird. Dies ist sicher ein wesentlicher Grund für den sogenannten Degradationseffekt der supraleitenden Spulen.

Eine von der Gruppe Magnetfeldtechnik gewickelte und erprobte Spule aus Niob-Titan-Draht (HI 120) lag mit ihren I_c -H-Werten im extrapolierten Feld zwischen den am kurzen Stück gemessenen I_c -H-Kurven nach Methode I und II. Die Extrapolation wurde leider dadurch nötig, daß unsere Messungen bisher nur bis 13 k Gauß durchgeführt werden konnten. Messungen zu höheren Feldern hin sind in Vorbereitung.

Literaturhinweise

- 1 Berkl u. Weyl, Z.angew. Phys. <u>16</u>, 415 ff. (1964)
- 2 Kaffka (private Mitteilung)
- 3 Kinsel, et al. Phys. Let. 3, 30 (1962)
- 4 Cribier, etal. Conf. on the Physics of Type II Superconductivity, Cleveland 1964

