

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

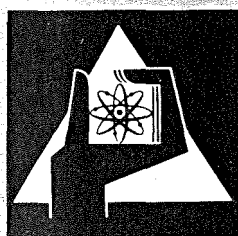
Dezember 1972

KFK 1683

Institut für Experimentelle Kernphysik

Magnetisierungsmessungen an NbTi-, NbZr-, Nb₃Sn- und
V₃Ga – Materialien bei 4,2 K

K-R. Krebs, J. Pytlik, E. Seibt



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M.B.H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 1683

Institut für Experimentelle Kernphysik

Magnetisierungsmessungen an NbTi-, NbZr-, Nb₃Sn- und
V₃Ga - Materialien bei 4,2 K

K-R. Krebs, J. Pytlik, E. Seibt

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H. Karlsruhe

Zusammenfassung

Magnetisierungsmessungen an Draht- oder Bandmaterialien der im Magnetbau verwendeten Hochfeldsupraleiter NbTi, NbZr, Nb₃Sn und V₃Ga bei 4,2 K und 4 T werden beschrieben. An NbTi-Mehrkernleitern mit 4 bis 48 µm Filamentdurchmessern wurde die geometrieabhängige Magnetisierung in 2- und 4-Quadranten-Magnetfeldzyklen im Induktionsbereich bis 4 T gemessen. Der Einfluß von Mischmatrixmaterialien auf die Magnetisierung am Beispiel NbTi mit Cu/CuNi-Matrix wurde untersucht. Durch Planimetrieren der Hysterisierkurven wurden die magnetischen Verluste der supraleitenden Materialien ermittelt. Die auf kritische Stromdichten normierten Hysterisierverluste für NbTi-Mehrkernleiter steigen fast linear mit zunehmenden Filamentdurchmessern an. Die experimentellen Ergebnisse werden mit theoretischen Rechnungen nach modifizierten Modellen von BEAN verglichen. Der Vergleich zeigt nur qualitative Übereinstimmung.

"Magnetization Measurements of Superconducting NbTi, NbZr, Nb₃Sn and V₃Ga Materials at 4.2 K"

Abstract

Magnetization measurements are described of wire or tape materials of high-field superconductors NbTi, NbZr, Nb₃Sn and V₃Ga used in magnet development at 4.2 K and 4 T. The geometry dependence of magnetization for NbTi multicore conductors with filament diameters between 4 and 48 µm was measured up to 4 T applied magnetic induction. The influence of mixing matrix materials on the magnetization was investigated for NbTi with Cu/CuNi-matrix. The hysteretic losses of the superconducting materials were deduced by a planimetry method. The hysteretic losses normalized to the critical current densities show a nearly linear increase with increasing filament diameters. The experimental results are compared with theoretical calculations based on a modified BEAN model. The comparison shows only qualitative agreement.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Zusammenfassung	
1. Einleitung	1
2. Experimentelles	2
2.1 Meßanordnung	2
2.2 Magnetisierungseichung und Korrekturen	3
3. Meßergebnisse	5
3.1 Magnetisierung von Hochfeldsupraleitern	5
3.2 Abhängigkeit der Hysteresisverluste vom Filamentdurchmesser	7
3.3 Einfluß von Matrixmaterialien	9
4. Diskussion der Ergebnisse	10
5. Ausblick	13
Literaturhinweise	14
Tabellen	15
Abbildungen	15

1. Einleitung

In zunehmendem Maße werden heute komplex aufgebaute Supraleitungsbauelemente beim Magnetbau eingesetzt. Die dabei verwendeten Hochfeldsupraleiter wie NbTi, NbZr, Nb₃Sn, V₃Ga u.a. sind in vielfältiger Form als Leiterfilamente oder als Diffusionsschichten in einem Substratmaterial eingelagert. Sie unterscheiden sich von den idealen Supraleitern zweiter Art durch ihre hohe Transportstromtragfähigkeit und ihre Magnetisierungskurven.

Für die technische Anwendung von solchen Hochfeldsupraleitern bei Puls- oder Wechselfeldbeanspruchung ist es günstig, bei gleicher Transportstromdichte möglichst geringe Hysterisisverluste zu erzielen. Außerdem sind besonders auch solche Supraleitermaterialien geeignet, die keine magnetischen Flußsprünge verursachen. Der Filamentdurchmesser hat dabei einen wesentlichen Einfluß auf die Magnetisierungsverluste sowie auf das Flußsprungverhalten des Supraleitermaterials. So sollen beispielsweise keine Flußsprünge im Supraleiter auftreten, wenn bei vorgegebener kritischer Stromdichte J_c [A/m²] der Filamentdurchmesser d [m] so klein gewählt wird, daß das Produkt ($J_c \cdot d$) kleiner als $1,5 \cdot 10^5$ A/m ist.¹⁾

In dem vorliegenden Bericht wird eine Apparatur beschrieben, die es gestattet, Magnetisierungskurven bei 4,2 K bis zu einer Feldstärke von $3,2 \cdot 10^6$ A/m (magnetische Induktion 4 Tesla) zu messen. Zur quantitativen Erfassung der Hysterisisverluste wurde eine Eichung der Magnetisierung durchgeführt (Abschnitt 2). Erste Messungen liefern Ergebnisse über Magnetisierung und Hysterisisverluste an vier verschiedenen Hochfeldsupraleiter-Materialien (NbTi, NbZr, Nb₃Sn, V₃Ga), die mit unterschiedlichen Spezifikationen beim Aufbau supraleitender Magnete Verwendung finden. Im weiteren werden die reinen magnetischen Verluste von NbTi-Mehrkernleitern in Abhängigkeit vom Filamentdurchmesser mitgeteilt. Diese Messungen

fordern kleine Induktionsänderungsgeschwindigkeiten (etwa 1T/min) und stellen damit hohe Anforderungen an die Langzeitstabilität der Meßapparatur. Ferner wird der Einfluß von Substratmaterialien (Cu-, Cu/CuNi-Matrix) auf die Magnetisierung an verschiedenen NbTi-Mehrkernleitern untersucht (Abschnitt 3).

Modellvorstellungen nach BEAN²⁾ und KIM et al.³⁾ liefern theoretische Werte für die Hysteresisverluste, die mit den experimentell gefundenen Ergebnissen verglichen werden (Abschnitt 4). In einem Ausblick werden weitere Meßmöglichkeiten aufgezeigt (Abschnitt 5).

2. Experimentelles

2.1 Meßanordnung

Ein Übersichtsschema der Meßanordnung wird in Abb. 1 gezeigt. Im flüssigen Helium eines Badkryostaten hängt ein supraleitender Hochfeldmagnet mit 96 mm Bohrung aus einem NbTi-Mehrkernleiter (Materialspezifikationen s. Probe Nr. 1 in Tab. 1) in Solenoid-Ausführung für ein berechnetes Höchstfeld von 7 Tesla.⁴⁾ Ein spezielles Netzgerät mit variablen Stromgeschwindigkeitsstufen wird zur Herstellung der konstanten Induktionsänderungsgeschwindigkeiten des Magneten benutzt. Zur schnellen Energieauskopplung des Hochfeldmagneten sind verschiedene Abklingwiderstände in seinem Stromkreis eingebaut. Gegen Stromkreisunterbrechungen ist zur Sicherheit ein Schutzwiderstand (7,2 Ω) parallel zum Magneten geschaltet.

Die verwendete Meßmethode wurde aus einer früheren Arbeit von FIETZ⁵⁾ entnommen. In Richtung der Magnetachse des Hochfeldmagneten sind in seiner Bohrung nebeneinander zwei gleichartige normalleitende Feldmeßspulen 1 und 2 justierbar angebracht. Davon dient die eine zur Bestimmung der magnetischen Induktion. Dies geschieht durch Integration ihrer Induktionsspannung, wobei die Integration bei der Feldstärke Null begonnen wird. Die andere Feldmeßspule 2 umschließt die Probe aus supraleitendem Material. Ihre Induktionsspannung wird

mit der Spule 1 verglichen, und das resultierende Differenzsignal wird ebenfalls aufintegriert. Die Summe ergibt einen der Magnetisierung der Probe proportionalen Wert. Magnetische Induktion und Magnetisierung werden als Wertepaare ausgedruckt oder als Kurve mit einem XY-Schreiber aufgeschrieben.

Zur Integration der von beiden Feldmeßspulen 1 und 2 kommenden elektrischen Signale werden zwei fortlaufend integrierende Digitalvoltmeter (Modell 2401 C, HEWLETT PACKARD) mit einer Auflösung bis zu 10^{-6} Volt \cdot sec benutzt. Für die Übergabe der digital gespeicherten Integralwerte an die Digital-Analog-Konverter (DAC) wird eine Steuerung benutzt.*⁾ Diese bewirkt eine gleichzeitige Übernahme beider Datensätze und verhindert Übertragungsfehler während der Datenübernahme. Bei Langzeitmessungen (ca. 40 min) beeinträchtigen hauptsächlich mitaufintegrierte Thermo- sowie Offsetspannungen die Meßgenauigkeit dieser Apparatur.*⁾

2.2 Magnetisierungsseichung und Korrekturen

Die quantitative Erfassung der Magnetisierung und der Hysterisverluste von supraleitenden Materialien verlangt die Absolutbestimmung der Magnetisierung. Zur Eichung wird unterhalb der ersten kritischen Feldstärke H_{c1} das ideale diamagnetische Verhalten der Supraleiter zweiter Art ausgenützt, das durch Oberflächenströme hervorgerufen wird. Für die mittlere Magnetisierung $\mu_0 M$ gilt dabei folgender Ausdruck:

$$\mu_0 M = \frac{1}{1-D} \left\{ \frac{1}{V} \cdot \int_V B(r) d^3r - \mu_0 H \right\} \quad (1)$$

mit μ_0 = magnetische Feldkonstante,
D = Magnetisierungskoeffizient der Probe,
1-D = Entmagnetisierungskoeffizient der Probe,
V = Volumen der Probe,

*⁾ Der Aufbau der elektronischen Steuerung wurde von Herrn Dipl.-Ing. G. Nöther durchgeführt.

$B(r)$ = ortsabhängige magnetische Induktion im Probenmaterial und

H = Feldstärke eines äußeren Magnetfeldes.

Die Schwierigkeit liegt nun in der Bestimmung des feldstärkenabhängigen Entmagnetisierungskoeffizienten je nach Probengeometrie des Supraleitermaterials. Abschätzungen von FIETZ et al.⁶⁾ führen zu einem maximalen Fehler in den Magnetisierungswerten von + 6%, wenn man die von Probe zu Probe unterschiedlichen Entmagnetisierungseffekte vernachlässigt, weil die Probe sich anfänglich stärker magnetisiert als es dem idealen diamagnetischen Verhalten entsprechen würde.

Bei den Eichmessungen wurde die Probe unmagnetisiert in eine Feldmeßspule eingefahren, wo sie sich bereits im remanenten Feld des Hochfeldmagneten magnetisiert ($\mu_0 H_{\perp} \sim 3 \cdot 10^{-4}$ T). H_{\perp} steht dabei für ein äußeres, senkrecht zum Probenmaterial wirkendes Magnetfeld. Der Erregerstrom des Magneten ist so bemessen, daß ein Feldzyklus unterhalb H_{c1} durchlaufen wird. Die ausgedruckten Magnetisierungswerte in Abhängigkeit von den aufintegrierten Spannungswerten der leeren Feldmeßspule sind im oberen Bild der Abb. 2 aufgezeichnet. Mit den bereits erwähnten Voraussetzungen können den $\int(U_1 - U_2) dt$ -Werten entsprechende Magnetisierungswerte zugeordnet werden. So entspricht z.B. dem gemessenen Wert von $1,0 \cdot 10^{-3}$ Vs eine Magnetisierung von $2,4 \cdot 10^{-3}$ T. Die geringe Parallelverschiebung der Meßpunkte bei zu- und abnehmender Feldstärke erklären sich durch Wirbelstrombildung in dem normalleitenden Matrixmaterial der Probe. Die eingezeichnete Ungenauigkeitsangabe in Magnetisierungsrichtung versteht sich als apparativ bedingter Fehler. Im unteren Bild der Abb. 2 ist die Steigung α der Neukurve aufgetragen, die als Differenzenquotient benachbarter Meßpunkte berechnet wurde. Die eingezeichnete Gerade entspricht dem Mittelwert der ermittelten Meßwerte, der für die Zuordnung von Magnetisierung und magnetischer Induktion erforderlich ist und sich innerhalb eines relativen Ungenauigkeitsbereiches von $\pm 1\%$ angeben läßt.

Diese Auftragung gestattet auch die Bestimmung der unteren kritischen Feldstärke H_{c1} des untersuchten Supraleiters. Denn dringt bei Erhöhung der angelegten Feldstärke erstmals magnetischer Fluß in die Probe ein, so treten deutliche Abweichungen (kleinere Werte) zur eingezeichneten Geraden auf.

Die Aufmagnetisierung des Probenträgermaterials (Probe = Probenträger + Probenmaterial + Isoliermaterial) veranlaßt zur Korrektur bei Proben mit kleinem Meßsignal. Hierzu wurden Untersuchungen an unbewickelten Probenträgern aus Glasfaserepoxyd durchgeführt. Die Magnetisierungskurve eines solchen Probenträgers mit 10 mm Kerndurchmesser zeigt Abb. 3. Der Probenträger magnetisiert sich remanenzfrei in Feldrichtung. Abschätzungen der magnetischen Suszeptibilität χ dieses Kunststoffes bei der Feldstärke Null und 4,2 K ergeben einen Wert von etwa $3 \cdot 10^{-4}$.

Ähnliche Untersuchungen wurden an Probenträgern durchgeführt, die mit Probenisoliermaterial (Glasfaserband, Tesafilm u.a.) beschichtet waren. Die beobachteten Effekte blieben vernachlässigbar klein.

3. Meßergebnisse

3.1 Magnetisierung von Hochfeldsupraleitern

Für den Magnetbau sind die Legierungen Nb-Ti und Nb-Zr sowie die intermetallischen Verbindungen Nb_3Sn und V_3Ga von Interesse, weil sie bei hohen Feldstärken noch hohe kritische Transportstromdichten besitzen. Besondere Beachtung findet dabei V_3Ga -Bandmaterial (SUMITOMO ELECTRIC, Japan) in Diffusionsschichtbauweise. Dieses Material hat bei etwa 10 T und 4,2 K immer noch eine kritische Stromdichte von $0,2 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$, während hier NbTi bereits normalleitend ist. Eine Zusammenstellung der kritischen Werte sind in Tabelle 2 gegeben.

Von den genannten Hochfeldsupraleitern (Proben Nr. 1 bis 4)

wurden Hysteresiskurven mit einer Änderungsgeschwindigkeit der magnetischen Induktion von $\mu_0 \dot{H}_1 = 0,9 \text{ T/min}$ bis zu einer maximalen Induktion von 4 T ausgemessen. Diese Kurven sind in Abb. 4 zusammengefaßt. Jeder Hochfeldsupraleiter zeigt eine für sein Material charakteristische Form der Hysteresiskurve, z.B. der auffallend flache Verlauf bei NbZr oder die Überhöhung der Magnetisierung von Nb₃Sn und V₃Ga bei niedrigen Feldstärken, die auf nichtgebundenes Nb bzw. V zurückzuführen ist. Zur Sichtbarmachung der einzelnen Strukturen des Probenmaterials wurden von jeder Probe Schliffbilder⁷⁾ angefertigt, die in Abb. 5 zusammengestellt sind. Darin erkennt man die Schichten aus nichtgebundenem Nb und V bei den Bandmaterialien sowie die Form und Größe der Filamente bei Ein- und Mehrkernleitern.

Weiter erkennt man aus Abb. 4, daß sich Nb-Zr (25 Gew.% Zr) stärker bei Durchlaufen der Neukurve magnetisiert als bei der folgenden Hysteresiskurve. Diese Erscheinung wird auf kleinere Flußsprünge im Feldstärkenbereich um Null zurückgeführt. Hier wurden in einem magnetischen Induktionsbereich zwischen 80 und 200 mT solche Flußsprünge bis maximal 6 mT beobachtet. Die in diesem Induktionsbereich vorgegebene kritische Stromdichte von etwa $2 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$ fordert einen um einen Faktor 3 kleineren Filamentdurchmesser (statt 270 etwa 90 μm , s. auch Abschätzungsformel auf S. 1), wenn in diesem Material keine Flußsprünge mehr auftreten sollen.

Infolge der relativ kleinen Induktionsänderungsgeschwindigkeit von 0,9 T/min konnten die reinen magnetischen Verluste bis auf einen abgeschätzten Wirbelstromanteil von 1% aus den Hysteresiskurven (Abb. 4) planimetrisch ermittelt werden. Diese Verlustwerte V_{Hy} bei 4 T und 4,2 K sind pro 4-Quadranten-Magnetfeldzyklus folgende:

Material:	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Nb-Zr (25 Gew.% Zr)	Nb ₃ Sn	V ₃ Ga
Filamentdurchmesser bzw. Schichtdicke [μm]:	25	270	8	10
$V_{Hy} [\text{J/m}^3 \cdot 10^3]$:	318 ± 22	851 ± 60	549 ± 38	650 ± 46 .

Die zugehörigen Materialspezifikationen sind mit in Abb. 5 und Tabelle 1 zusammengestellt. Man erkennt, daß die Bandmaterialien Nb_3Sn und V_3Ga mit etwa gleichen Diffusionsschichtdicken (etwa $10 \mu m$) ähnliche Verluste haben, während der NbZr-Einkernleiter relativ große Verluste zeigt.

3.2 Abhängigkeit der Hysterisisverluste vom Filamentdurchmesser

Zum Aufbau pulsbarer Magnete werden Supraleitermaterialien verwendet, die bei gleicher kritischer Stromdichte eine möglichst geringe Magnetisierung und damit geringe Hysterisisverluste besitzen. Um in einer gezielten Meßreihe die Abhängigkeit der Magnetisierung vom Filamentdurchmesser an NbTi-Mehrkernleitern zu untersuchen, sollten möglichst keine anderen Parameter wie kritische Stromdichte, Twistlänge, Filamentanzahl, Matrixmaterial, Matrix-Supraleiter-Querschnittsverhältnis u.a. die Messungen beeinflussen. Die Materialspezifikationen der untersuchten Proben Nr. 5 bis 8 sind in Tabelle 1 zusammengestellt. Zwei Probenpaare mit 13 und $26 \mu m$ (Proben Nr. 5 und 6; Cu-Matrix) bzw. 24 und $48 \mu m$ Filamentdurchmesser (Proben Nr. 7 und 8; Cu/CuNi-Matrix) stimmen bis auf die Twistlänge in allen anderen Parametern überein. Der Einfluß der unterschiedlichen Twistlänge dieser Proben auf die Magnetisierung wurde abgeschätzt und macht bei $0,9 T/min$ nicht mehr als 1% aus.

Hysterisiskurven dieser NbTi-Probenpaare wurden einzeln vom XY-Schreiber aufgezeichnet und sind in Abb. 6 dargestellt. Die deutlich sichtbaren Stufen in der Kurvenzeichnung entstehen durch das begrenzte Auflösungsvermögen der verwendeten Konverter (DAC). Die Kurve 2 in Abb. 6 (oberes Bild) zeigt eine leichte Verkippung bezüglich der magnetischen Induktionsachse, die durch den Magnetisierungseinfluß des Probenträgermaterials hervorgerufen wird (s. Abschnitt 2.2). Sie umschließt eine Fläche, die um einen Faktor $0,5$ kleiner als die von Kurve 1 ist. In Abb. 6 (unteres Bild) zeigen die Kurven 3 und 4 des NbTi-Probenpaares (Cu/CuNi-Matrix) mit 24 bzw. $48 \mu m$ Filamentdurchmesser ähnliche Flächenverhältnisse.

Zur quantitativen Auswertung der Hysteresisverluste vom Filamentdurchmesser wurden spezielle 2-Quadranten-Hysteresiskurven von den in Tabelle 1 zusammengestellten NbTi-Proben Nr. 1 und 5 bis 9 aufgenommen. Im Gegensatz zu den Probenpaaren Nr. 5, 6 und 7, 8 unterscheiden sich die übrigen in der kritischen Stromdichte, der Filamentzahl und dem Matrixmaterial. Die unterschiedlichen geometrischen Verhältnisse wie Filamentanzahl und Filamentverteilung werden durch den Entmagnetisierungskoeffizienten berücksichtigt. Abb. 7 zeigt eine solche 2-Quadranten-Hysteresiskurve eines NbTi-Mehrkernleiters (Probe Nr. 1) in Schritten von 0,3; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 und 4,0 Tesla. Die eingeschlossenen Hysteresiskurven im Zyklus 0 - 4 - 0 T (bzw. 0 - 3 - 0 T usw.) wurden einzeln mit Hilfe eines Planimeters bestimmt. Für die eingeschlossene Fläche erhält man folgenden Ausdruck:

$$F = \oint \mu_0 M d(\mu_0 H_{\perp}) \quad (2)$$

mit F = Hysteresisfläche,
 $\mu_0 M$ = mittlere Magnetisierung der Probe,
 $\mu_0 H$ = äußere magnetische Induktion in senkrechter Richtung zur Probe und
 μ_0 = magnetische Feldkonstante.

Als Ergebnis erhält man die Hysteresisverluste V_{Hy} pro 2-Quadranten-Magnetfeldzyklus des Supraleiters in J/m^2 , die in Abb. 8 für 6 NbTi-Mehrkernleiter (Proben Nr. 1, 5 bis 9) von 4 μm bis 48 μm Filamentdurchmesser dargestellt sind. Die eingezeichneten Fehler sind systematische sowie apparativ bedingte Fehler, während die durchgezogenen Kurven Augenfits darstellen. Das Probenpaar (Proben Nr. 5, 6) mit 13 und 26 μm sowie das Probenpaar (Proben Nr. 7, 8) mit 24 und 48 μm Filamentdurchmesser besitzen gleiche kritische Stromdichten (s. Tabelle 3). Jedes Probenpaar für sich gibt relativ die Abhängigkeit der Hysteresisverluste vom Filamentdurchmesser wieder. Demgegenüber zeigt die Probe Nr. 1 mit 25 μm Filamentdurchmesser relativ hohe magnetische Verluste wegen ihrer größeren kritischen Stromdichte. Bezieht man dagegen die Hysteresisverluste auf die von den Herstellerfirmen angegebenen kritischen Stromdichten bei der

maximal durchlaufenen magnetischen Induktion, so erhält man die in Abb. 9 gezeigten Ergebnisse. Aus dieser normierten Darstellung folgt, daß die magnetischen Verluste mit größer werdendem Filamentdurchmesser monoton zunehmen. Die Gesamtfehler der normierten Meßwerte konnten nicht angegeben werden, weil die Genauigkeit der kritischen Stromdichtemessungen nicht bekannt sind.

Setzt man diese Untersuchungen an NbTi-Proben zu größeren Filamentdurchmessern fort, dann werden bei Durchmessern größer als 50 bis 100 μm je nach Cu-Anteil des Leiters Stabilitätskriterien verletzt.⁸⁾ Solche Materialien neigen bei Änderung der angelegten magnetischen Induktion zu Flußsprüngen. Große Flußsprünge, bei denen fast das ganze Supraleitervolumen normalleitend wird, wurden an einem NbTi (50 Gew.% Ti)-Einkernleiter (Proben Nr. 10) mit 250 μm Filamentdurchmesser beobachtet (Abb. 10). Diese Flußsprünge zeigten sich bei wiederholten Messungen jeweils bei den gleichen magnetischen Induktionen.

3.3 Einfluß von Matrixmaterialien

Zur Verringerung von elektrischen Wirbelstromverlusten werden neben der Twistung des Supraleitermaterials (Verdrehung des Leitermaterials in Längsachse) Leiter mit Mischmatrix verwendet (Abb. 11). So geschieht die Entkopplung der Einzelfilamente des NbTi-Leiters hier durch Kupfer- und Kupfer-Nickel-Substrate. Dabei ist aus Stabilitätsgründen jedes NbTi-Filament zuerst mit einer dünnen Cu-Substratschicht umgeben, bevor anschließend eine dickere Cu-Ni-Schicht beide umschließt. Das Verhältnis des spezifischen Widerstandes von legiertem zu reinem Kupfer bei 4,2 K richtet sich nach dem Legierungszusatz und ist von der Größenordnung 10^3 . Da die erreichten Induktionsänderungsgeschwindigkeiten u.a. dem Substratwiderstand proportional sind,⁹⁾ lassen sich durch diese Maßnahmen Leitermaterialien für relativ große Pulsfrequenzen (> 0.1 Hz) ohne merkliche Wirbelstromverlustserhöhungen realisieren.

Interessant ist nun die Frage, welchen Einfluß solche Substrat-

materialien auf Fläche und Form der Magnetisierungskurven ausüben. Zu diesem Zweck werden in Abb. 12 folgende zwei NbTi-Proben mit unterschiedlichen Substratmaterialien verglichen:

- a) Nb-Ti (50 Gew.% Ti) mit Cu-Matrix, Kupfer/Supraleiter-Querschnittsverhältnis 3 : 1, Filamentdurchmesser 26 μm , $(J_c)_{4T} = 1,40 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$ (s. Tabelle 3), und
- b) Nb-Ti (50 Gew.% Ti) mit Cu/CuNi-Matrix (ca. 10 Gew.% Ni-Anteil), Kupfer/Kupfer-Nickel/Supraleiter-Querschnittsverhältnis 1,8 : 0,9 : 1, Filamentdurchmesser 24 μm , $(J_c)_{4T} = 1,75 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$ (s. Tabelle 3).

Aus der Abb. 12 geht deutlich hervor, daß die Magnetisierungskurve der Probe (b) mit Mischmatrix in Richtung der Magnetisierungsachse verzerrt ist. Dagegen zeigt die Probe (a) mit reiner Cu-Matrix nahezu symmetrischen Verlauf bezüglich Magnetisierungs- und Induktionsachse. Die aus den Kurvenflächen ermittelten Hysteresisverluste ergeben für Probe (a) $164 \pm 12 \text{ kJ/m}^3$ bzw. Probe (b) $192 \pm 14 \text{ kJ/m}^3$. Berücksichtigt man die unterschiedlichen Filamentdurchmesser und die kritischen Stromdichten der Proben (a) und (b), so erhält man innerhalb der Fehlergenauigkeit gleiche Hysteresisverluste unabhängig vom Cu- bzw. CuNi-Substratmaterial. Dieser Sachverhalt wird auch bestätigt durch die in Abb. 13 gezeigte Magnetisierungskurve an einer Nickel-Drahtprobe (Drahtdurchmesser 1 mm)¹⁰⁾, die nur bis zu einem Induktionswert von etwa 50 mT ausgemessen wurde. Die hier zur Korrektur verwendbare Ni-Hysteresisfläche der oben erwähnten NbTi-Probe mit Cu/CuNi-Matrix ist vernachlässigbar klein. Jedoch zeigt die Nickel-Probe eine Magnetisierung in Richtung der magnetischen Induktion, die bei größeren Induktionswerten einem Sättigungswert zustrebt. Die beobachtete Verzerrung der Magnetisierungskurve von Probe (b) in Abb. 12 stellt somit eine Überlagerung der ferromagnetischen Magnetisierung des Ni-Anteiles der Mischmatrix mit der diamagnetischen Magnetisierung des Supraleiters dar.

4. Diskussion der Ergebnisse

Die durchgeführten Magnetisierungsmessungen erstrecken sich über einen Bereich bis maximal 4 Tesla. Oberhalb von 0,5 T ist bereits der magnetische Fluß bis zur Mitte jedes einzelnen Filaments der NbTi-Mehrkernleiter vorgeedrungen. Diese Gegebenheit ist eine Voraussetzung einer Näherungsrechnung für Hysterisisverluste von Hochfeldsupraleitern nach HANCOX,¹¹⁾ die auf einem erweiterten BEAN-Modell basiert. Die vorgegebene Supraleiter-Geometrie wird durch einen effektiven Filamentdurchmesser

$$d_{\text{eff}} = \frac{8}{3\pi} \cdot d \quad (3)$$

berücksichtigt, wobei d der mittlere Filamentdurchmesser ist. Für einen 2-Quadranten-Magnetfeldzyklus erhält man dann für die Hysterisisverluste eines Hochfeldsupraleiters folgenden modifizierten Ausdruck:

$$V_{\text{Hy}} = \frac{4}{3\pi} \cdot d \cdot J_c \cdot \mu_0 \cdot (H + H_0) \left\{ \ln\left(\frac{J_0}{J_c}\right) - \frac{8}{9\pi} d \cdot J_c \cdot \frac{1}{H} \right\} \quad (4)$$

mit V_{Hy} = Hysterisisverluste [J/m^3],

J_c = kritische Stromdichte [A/m^2],

d = mittlerer Filamentdurchmesser [m],

μ_0 = magnetische Feldkonstante [Vs/Am],

H = maximal durchlaufene, äußere magnetische Feldstärke [A/m],

H_0 = modellabhängige³⁾ magnetische Feldstärke aus den Kurzprobenwerten [A/m] und

J_0 = modellabhängige³⁾ Stromdichte aus den Kurzprobenwerten [A/m^2].

Die Konstanten J_0 und H_0 wurden rechnerisch aus den jeweiligen Kurzprobenwerten der einzelnen Proben bei 2 und 4 Tesla gewonnen. Mit diesen Werten liefert der 2. Term in Formel (4) nur einen Beitrag von höchstens 2% der Hysterisisverluste im untersuchten Bereich.

Abb. 14 zeigt den Vergleich der experimentell und theoretisch

ermittelten Werte der Hysteresisverluste von den untersuchten Proben in Abhängigkeit von der magnetischen Induktion. Die hier eingezeichneten Fehlerangaben beinhalten nur die Fehler der eigenen experimentellen Magnetisierungsergebnisse. Die experimentellen Werte liegen bis auf die Probe mit dem kleinsten Filamentdurchmesser ($4 \mu\text{m}$, Proben Nr. 9) allgemein niedriger als die theoretischen Berechnungen erwarten lassen. Der Grund für diese Abweichungen liegt vermutlich (1) in der approximativen Anpassung der modellabhängigen Parameter J_0 und H_0 an die kritischen Stromdichtekurven und (2) in der nicht kreisförmigen Form der Filamentquerschnitte. (3) Der Mehrkernleiter mit $4 \mu\text{m}$ Filamentdurchmesser hat etwa einen Faktor 4 größere Filamentanzahl. Die Geometrie- und Verteilungsverhältnisse der NbTi-Filamente innerhalb der Matrix werden durch den Entmagnetisierungskoeffizienten berücksichtigt. Bei der von HANCOX angegebenen Verlustformel Gl. (4) bleibt diese Geometrie-korrektur unberücksichtigt.

Eine Gegenüberstellung der experimentell gefundenen Hysteresisverluste mit den Ergebnissen von anderen Arbeiten ist wegen der vielfältig unterschiedlichen Materialien außerordentlich schwierig. Durch Planimetrierung gewonnene Hysteresisverluste werden nur bei McINTURFF et al.¹²⁾ angegeben. Ein Vergleich mit diesen Werten zeigt für NbTi mit $30 \mu\text{m}$ Filamentdurchmesser Übereinstimmung innerhalb der Fehlergrenzen.

Zusammenfassend kann man sagen, daß (1) Mischmatrixmaterialien wie Cu/CuNi sich auf die Form, jedoch nicht auf Fläche der Magnetisierungskurven auswirken. Es genügt ein etwa 10%-Gewichtsanteil an Nickel, um die in Abb. 12 gezeigte Verzerrung der Hysteresiskurve einer NbTi-Probe hervorzurufen.

(2) Die auf kritische Stromdichten normierten magnetischen Verluste an NbTi-Mehrkernleitern zeigen ein fast lineares Anwachsen bei Zunahme der Filamentdurchmesser.

Für den Bau supraleitender Wechselstrommagnete ist es deshalb günstig, ein Leitermaterial mit möglichst kleinen Filamentdurch-

messern zu wählen. Fertigungstechnische Gründe verhindern jedoch eine beliebige Verringerung dieser Filamentdurchmesser. Eine in dieser Hinsicht günstige Entwicklung scheinen Leiter mit A15-Phasen (β -W-Gitterstruktur) zu sein. Z.B. besitzt das hier untersuchte V_3Ga -Bandmaterial etwa 10 μm breite stromtragende Supraleitungsschichten, die sich aber je nach Diffusionsglühung noch verkleinern lassen. Nachteilig wirkt sich jedoch die geringe mechanische Flexibilität dieser intermetallischen Verbindungen aus, z.B. sollte beim untersuchten V_3Ga -Band ein Biegeradius von 10 mm nicht unterschritten werden. In neuester Zeit werden Verfahren bekannt, durch die filamentierte Mehrkernleiter aus V_3Ga u.a. in Drahtform hergestellt werden können.

5. Ausblick

In Erweiterung der durchgeführten Untersuchungen sind ergänzende Magnetisierungsmessungen unter Transportstrombelastung (max. 1000 A) der Proben geplant, wobei unter betriebsähnlichen Bedingungen die auftretenden Hysteresisverluste in supraleitenden Magnetmaterialien ermittelt werden.

Im Rahmen eines Meßprogramms über nukleare Bestrahlung von Supraleitern an einer Heliumbad-Bestrahlungsanlage¹³⁾ am Karlsruher Isochronzyklotron wird diese Magnetisierungsmeßapparatur verwendet, um Magnetisierungs- und Hysteresisverlustmessungen an bestrahlten Supraleitermaterialien durchzuführen.

Für die erwiesene Unterstützung dieser Arbeit danken wir Herrn Prof. Dr. W. Heinz. Besonders danken wir Herrn Dipl. Ing. G. Nöther für Ratschläge und Mithilfe beim Aufbau der Apparatur. Für die sorgfältige Ausführung der Schlifffbilder danken wir Herrn Dr. S. Leistikow und Frau B. Kammerichs. Ebenfalls bedanken wir uns bei den Mitarbeitern unserer NBSL-Gruppe, Herrn H. Becker, Herrn P. Maier und Herrn S. Steinacker, für Mitarbeit und Diskussion sowie bei Herrn Ing. H.K. Katheder für kryotechnische Unterstützung.

Literaturhinweise

- 1) P.R. Critchlow, B. Zeitlin, J. Appl. Phys. 41 (1970) 4860.
- 2) C.P. Bean, Phys. Rev. Lett. 8 (1962) 250.
- 3) Y.B. Kim, C.F. Hempstead, A.R. Strnad, Phys. Rev. 129 (1963) 528.
- 4) K-R. Krebs, Diplomarbeit (1972), Universität Karlsruhe.
- 5) W.A. Fietz, Rev. Scient. Instr. 36 (1965) 1621.
- 6) W.A. Fietz, M.R. Beasley, J. Silcox, W.W. Webb, Phys. Rev. 136 (1964) A 335.
- 7) Anfertigung der Schlifffbilder von Supraleiterproben im Institut für Materialforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe.
- 8) H. Hillmann, Z. angew. Phys. 30 (1970) 233.
- 9) M.N. Wilson, C.R. Walters, J.D. Lewin, P.F. Smith, J. Phys. Ser. 2,3 (1970) 1518.
- 10) P.J. Elce, Dissertation, Universität Manchester (1968).
- 11) R. Hancox, Proc. IEE 113 (1966) 1221.
- 12) A.D. McInturff, A. Paskin, J. Appl. Phys. 40 (1969) 2431.
- 13) H. Becker, H.K. Katheder, E. Seibt, S. Steinacker, Technischer Bericht KFK 1684 (1972), Karlsruhe.
- 14) A. Handstein, Phys. Stat. Sol. (a) 10 (1972) 425.
- 15) R.E. Enstrom, J.R. Appert, J. Appl. Phys. 43 (1972) 1915.
- 16) S. Foner, E.J. McNiff Jr., Phys. Lett. 31A (1970) 349.
- 17) K. Tachikawa, Y. Iwasa, Appl. Phys. Lett. 16 (1970) 230.

Tabellen

Tabelle 1: Materialspezifikationen der untersuchten Probenmaterialien.

Tabelle 2: Kritische Daten der Hochfeldsupraleiter NbTi, NbZr, Nb₃Sn und V₃Ga (s. Abb. 4 und 5).

Tabelle 3: Zusammenstellung der kritischen Stromdichten $J_c [A/m^2 \times 10^9]$ nach Angaben der Herstellerfirmen.

Abbildungen

Abb. 1: Schematischer Aufbau der Meßapparatur für Magnetisierungs- und Hysteresisverlustmessungen bei 4,2 K.

Abb. 2: Magnetisierung eines NbTi-Mehrkernelers unterhalb der ersten kritischen Feldstärke H_{c1} .

Oberes Bild: Teil der Neukurve bei Zu- und Abnahme der magnetischen Induktion

Unteres Bild: Steigung α der Neukurve

(Anmerkung: Das neben den Kurven angegebene Intervall gibt die Meßungenauigkeit in Magnetisierungsrichtung bzw. für α wieder).

Abb. 3: Magnetisierung eines Probenträgers (10 mm Kerndurchmesser) aus Glasfaserepoxyd-Material. Die magnetische Suszeptibilität dieses Kunststoffes bei der Induktion Null und einer Temperatur von 4,2 K beträgt $\chi \sim 3 \cdot 10^{-4}$.

Abb. 4: Hysteresiskurven der Hochfeldsupraleiter NbTi, NbZr, Nb₃Sn und V₃Ga. Spezifikationen dieser Materialien s. Tabelle 1.

Abb. 5: Zugehörige Schliffbilder der Probenmaterialien von den in Abb. 4 gezeigten Hochfeldsupraleitern.

Abb. 6: 4-Quadranten-Hysteresiskurven von NbTi-Mehrkernleiterpaaren für verschiedene Filamentdurchmesser.

Oberes Bild: Nb-Ti (50 Gew.% Ti) mit Cu-Matrix, Filamentdurchmesser 13 bzw. 26 μm (Proben Nr. 5 und 6).

Unteres Bild: Nb-Ti (50 Gew.% Ti) mit Cu/CuNi-Matrix, Filamentdurchmesser 24 bzw. 48 μm (Proben Nr. 7 und 8).

Anmerkung: Weitere Spezifikationen dieser Materialien s. Tabelle 1.

Abb. 7: 2-Quadranten-Hysteresiskurve eines NbTi-Mehrkernleiters in Abhängigkeit von der magnetischen Induktion (Neukurve ganz links im Bild).

Abb. 8: Hysteresisverluste pro Magnetfeldzyklus von NbTi-Mehrkernleitern mit unterschiedlichen Filamentdurchmessern (4 bis 48 μm) aus 2-Quadranten-Messungen.

Abb. 9: Hysteresisverluste von NbTi-Mehrkernleitern normiert auf ihre kritischen Stromdichten in Abhängigkeit vom Filamentdurchmesser aus 2-Quadranten-Messungen. J_c -Meßwerte von den Herstellerfirmen AIRCO, IMI und VAC.

Abb. 10: Flußsprünge an einem Nb-Ti (50 Gew.% Ti)-Einkernleiter (Filamentdurchmesser 250 μm). Die deutlich erkennbaren kleinen Stufen in der Kurve entstehen durch die Konvertierung in den Digital-Analog-Konvertern.

Abb. 11: Querschliffbilder (Bildvergrößerung 100 : 1) für NbTi mit Cu-Matrix (oberes Bild) und mit Cu/CuNi-Mischmatrix (unteres Bild). Materialspezifikationen s. Tabelle 1.

Abb. 12: Vergleich der Hysteresiskurven von NbTi mit reiner Cu-Matrix und Cu/CuNi-Mischmatrix. Zugehörige Schliffbilder s. Abb. 11.

Abb. 13: Magnetisierungskurve einer Nickel-Drahtprobe (1 mm Durchmesser) bei 4,2 K.

Abb. 14: Vergleich von experimentellen und theoretischen Werten der Hysteresisverluste V_{Hy} von NbTi-Mehrkernleitern aus 2-Quadranten-Messungen.

Tabelle 1: Materialspezifikationen zu den Probenmaterialien

Proben Nr.	Material	Matrix	Durchmesser ohne Isoliermaterial [mm]	Fil. Ø, Schichtdicke [µm]	Filamentanzahl	Matrix-Supraleiter-Querschnittsverhältnis	Twistlänge [mm]
1	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu	0,4	25	130	1,2 : 1	4
2	Nb-Zr (25 Gew.% Zr)	Cu	0,3	270	1	0,2 : 1	-
3	Nb ₃ Sn-Band	Cu	5,1 × 0,1	~ 8	-	-	-
4	V ₃ Ga-Band	Cu	12,7 × 0,12	10	-	-	-
5	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu	0,5	13	361	3,0 : 1	8
6	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu	1,0	26	361	3,0 : 1	5
7	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu/CuNi	0,5	24	119	2,7 : 1	6
8	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu/CuNi	1,0	48	119	2,7 : 1	13
9	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	CuNi/Cu	0,2	4	1045	1,5 : 1	-
10	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)	Cu	0,4	250	1	1,5 : 1	-

Tabelle 2: Kritische Daten der in Abb. 4 und 5 gezeigten Supraleitermaterialien

Proben Nr.	Probenmaterial	Kritische Werte				
		$\mu_0 H_{c1}(4,2 \text{ K})$ [T $\times 10^{-4}$]	$\mu_0 H_{c2}(4,2 \text{ K})$ [T]	T_c [K]	$J_c(4 \text{ T})$ [A/m ² $\times 10^9$]	$J_c(10 \text{ T})$ [A/m ² $\times 10^9$]
1	Nb-Ti (50 Gew.% Ti)- Mehrkernleiter	123 \pm 12 ⁴⁾	(10,3) ¹⁴⁾	9,6 \pm 0,4 ¹³⁾	1,23 ^{*)}	\sim 0
2	Nb-Zr (25 Gew.% Zr)- Einkernleiter	440 \pm 44 ⁴⁾	(8,3) ⁶⁾	(10,9) ⁶⁾	(0,80) ⁶⁾	\sim 0
3	Nb ₃ Sn-Band	41 \pm 4 ⁴⁾	(18,4) ¹⁵⁾	(18,0) ¹⁶⁾	0,90 ^{*)}	0,26 ^{*)}
4	V ₃ Ga-Band	520 \pm 52 ⁴⁾	21,5 ¹⁷⁾	14,5 ^{*)}	0,40 ^{*)}	0,18 ^{*)}

Anm.: In Klammern gesetzte Werte stehen für Materialien vergleichbarer Spezifikationen. Die angegebenen Stromdichten beziehen sich auf den Querschnitt von Supraleiter und Matrix. Die mit ^{*)} versehenen Angaben beziehen sich auf Herstellerinformationen.

Tabelle 3: Kritische Stromdichten $J_c [A/m^2 \times 10^9]$

Proben Nr.	Herstellerfirmen	1,0 T	2,0 T	3,0 T	4,0 T	5,0 T	6,0 T	7,0 T
1	(VAC)	-	(4,19)	(3,23)	(2,70)	2,05	(1,55)	(1,10)
5	(AIRCO)	(2,26)	1,94	1,63	1,33	1,12	0,97	0,84
6	(AIRCO)	(2,53)	2,10	1,72	1,40	1,15	0,99	0,83
7	(AIRCO)	-	(2,58)	2,13	1,75	1,43	1,17	0,96
8	(AIRCO)	-	(2,40)	1,87	1,47	1,19	0,98	0,79
9	(IMI)	(2,20)	1,71	1,31	1,04	0,84	0,60	-

- Anm.: 1) J_c -Meßwerte nach Angaben der Herstellerfirmen AIRCO, IMI und VAC
 2) J_c -Meßwerte sind auf den Filamentquerschnitt bezogen
 3) In Klammern gesetzte Werte sind extrapolierte Werte

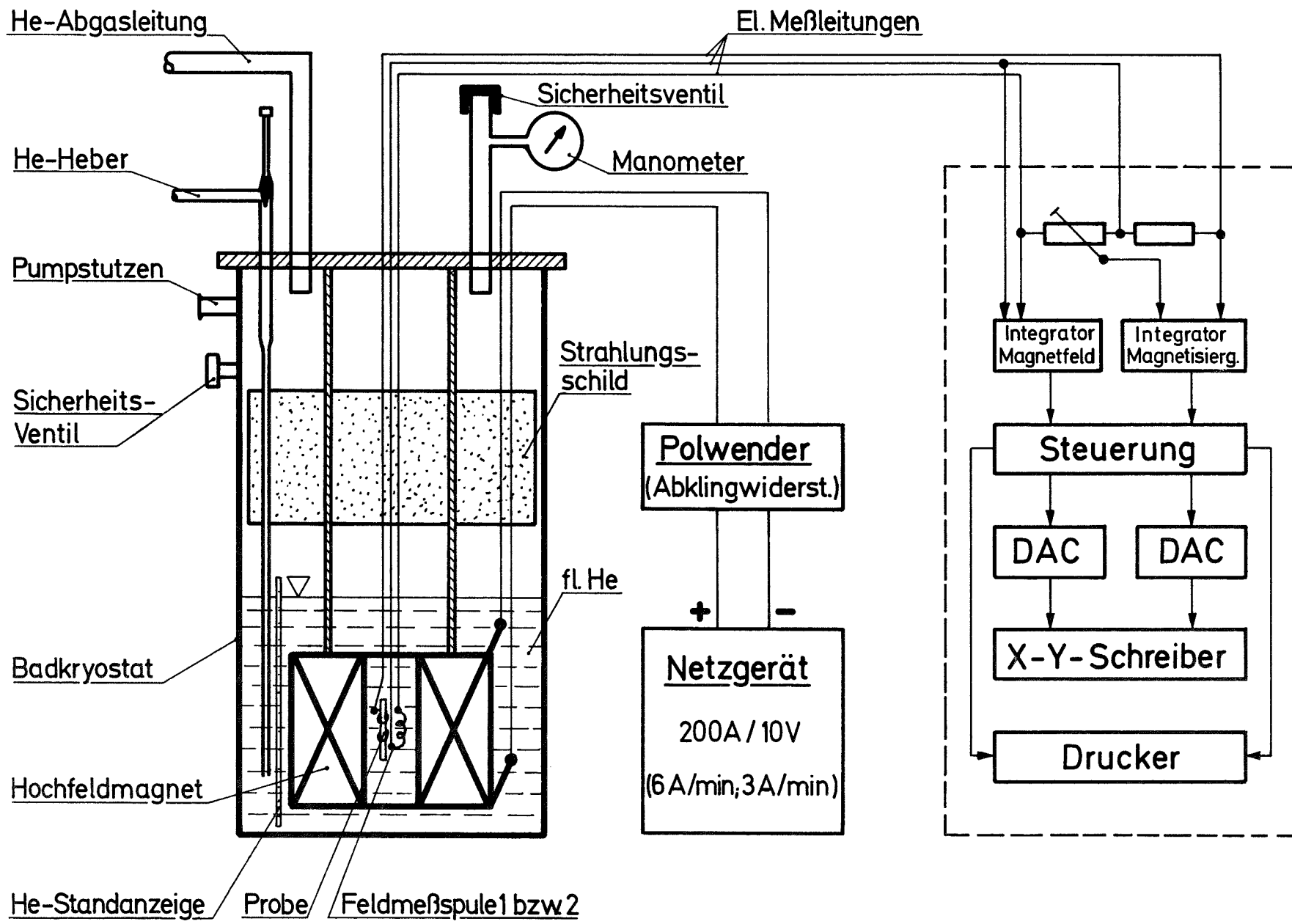
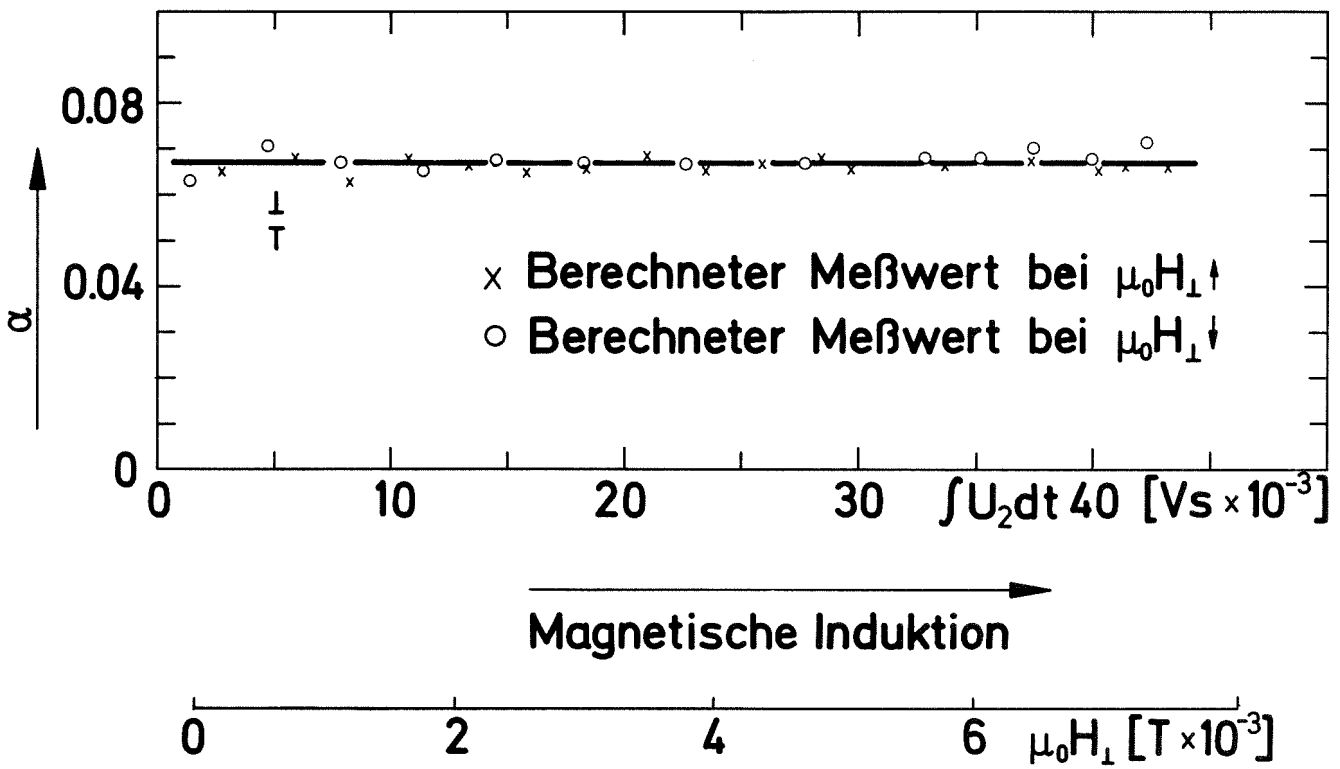
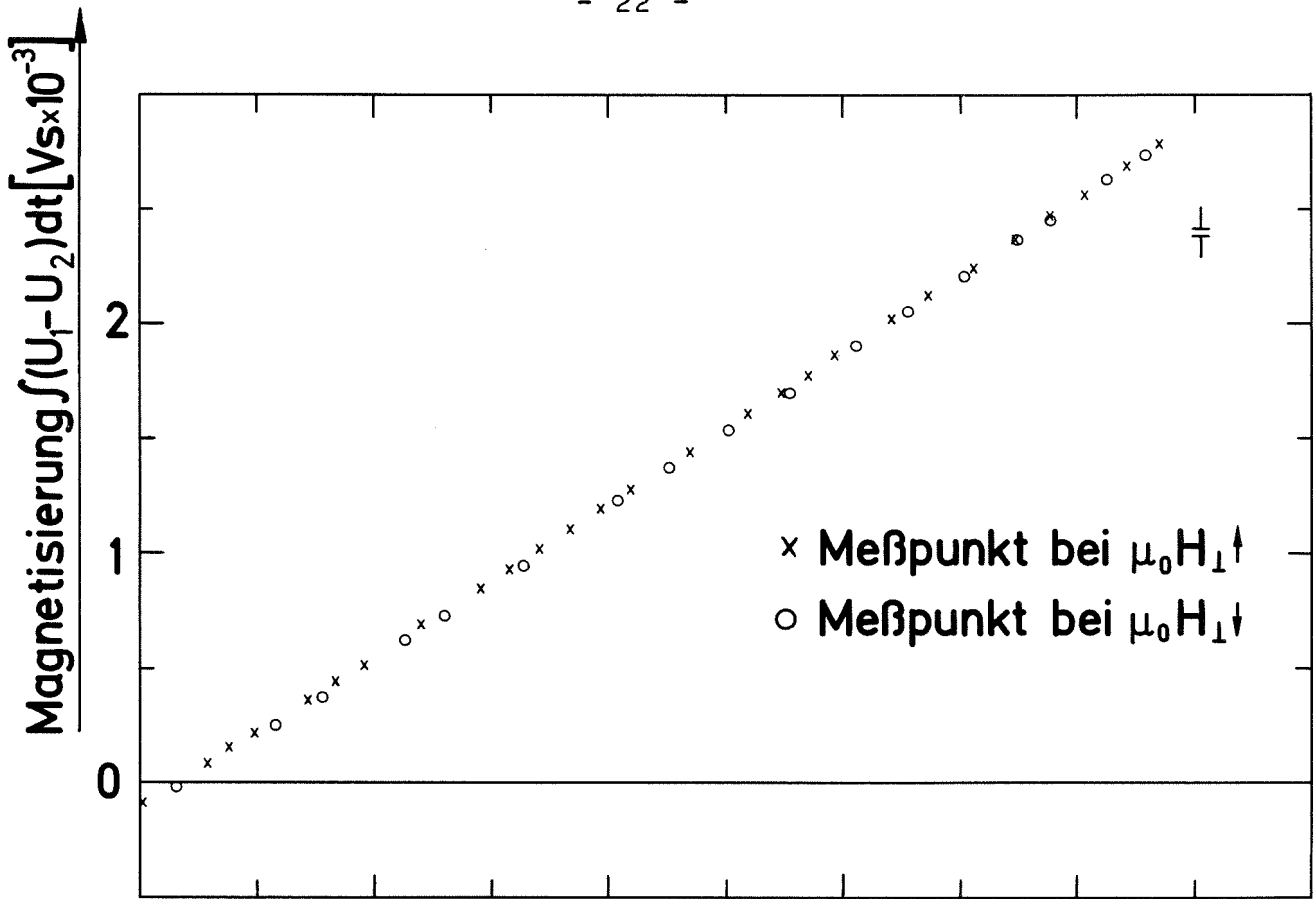


Abb. 1



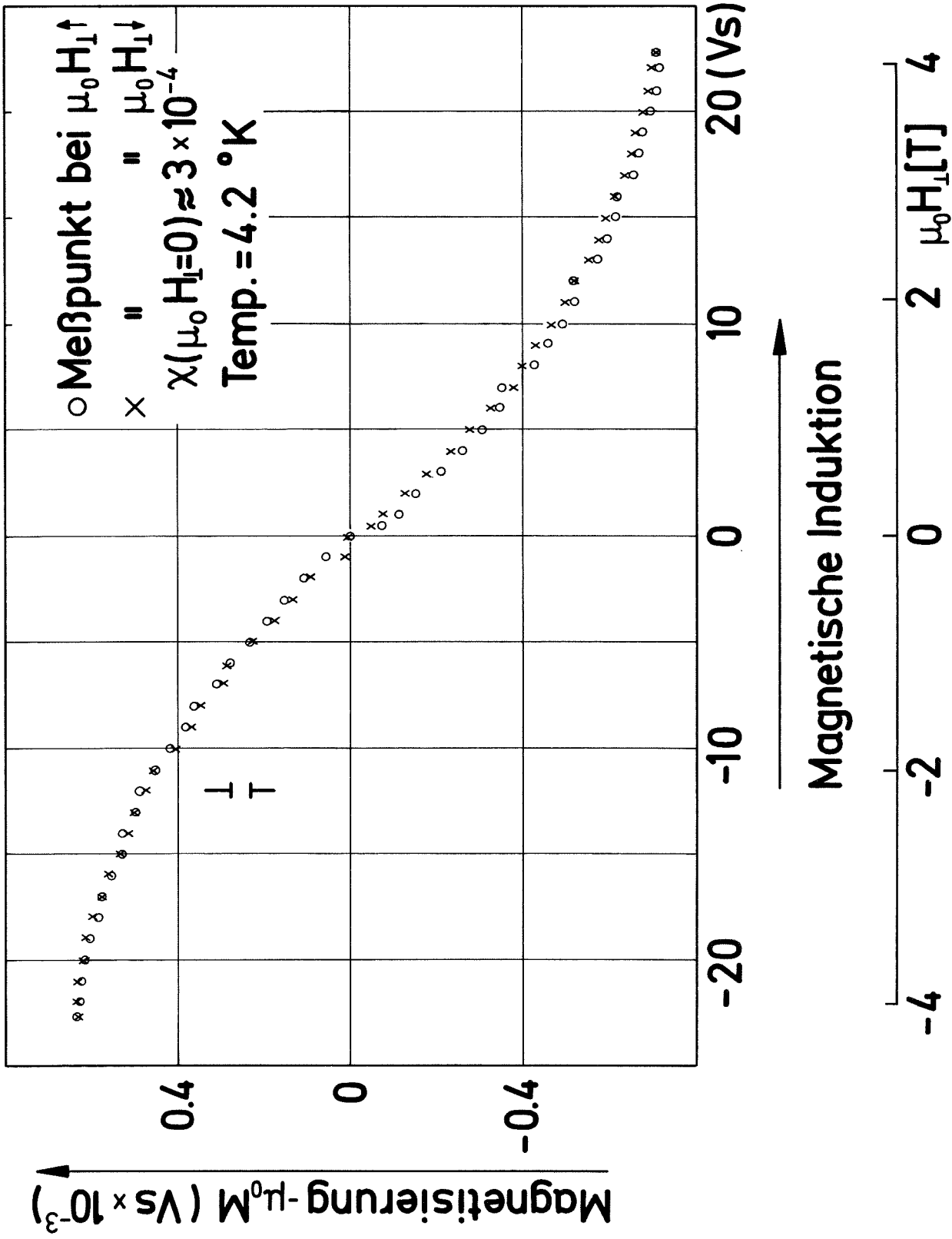


Abb. 3

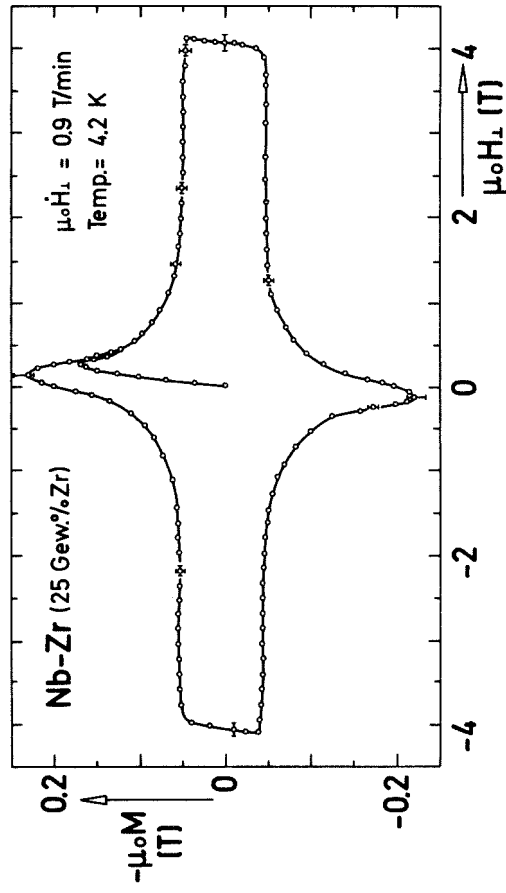
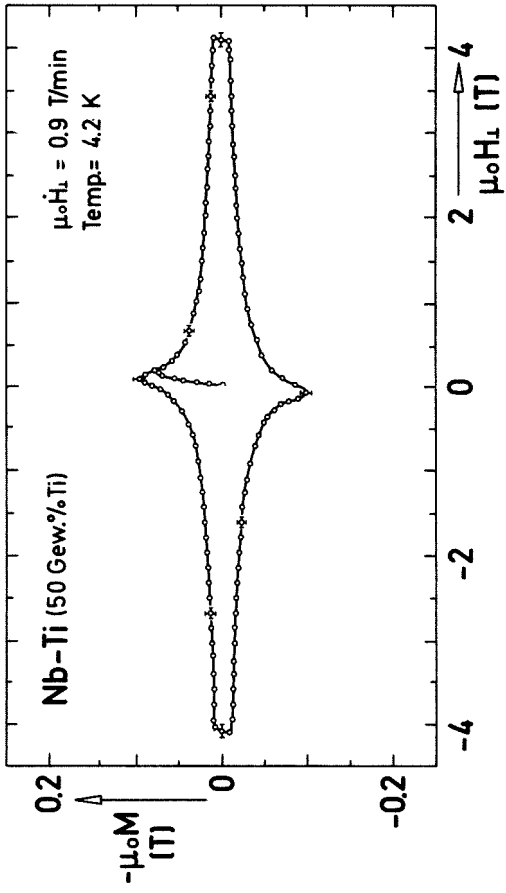
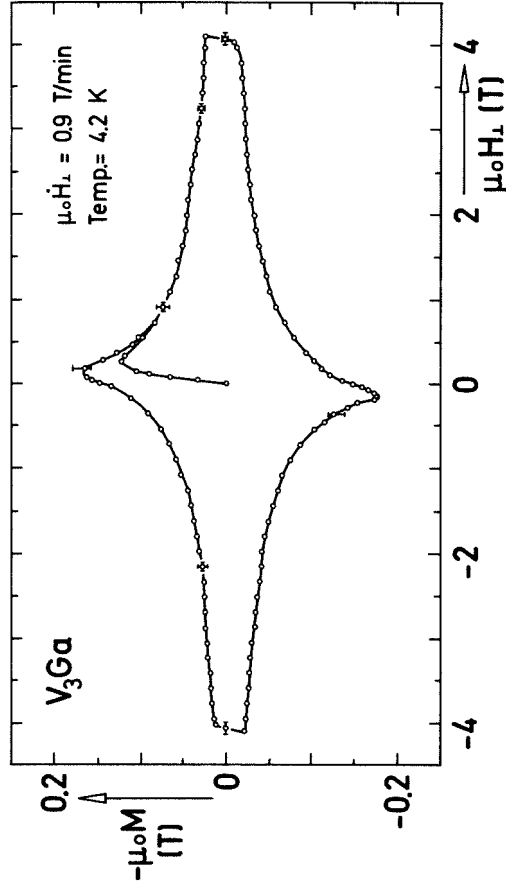
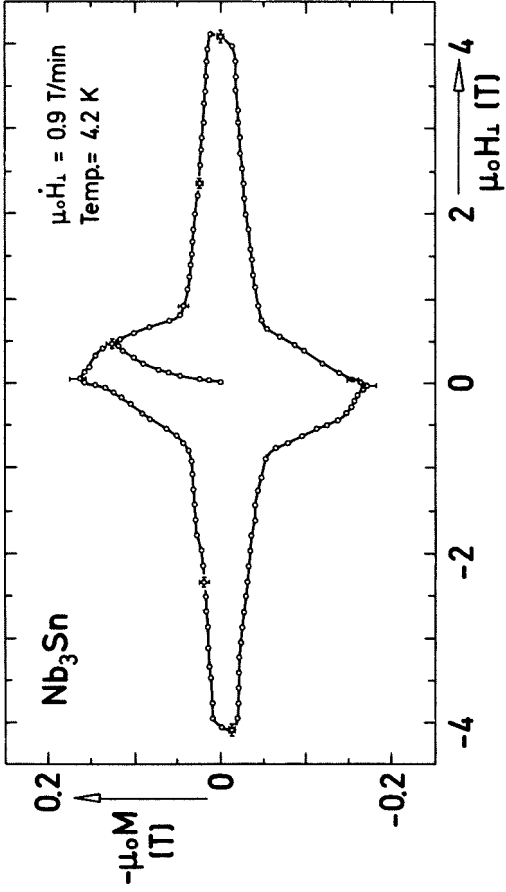
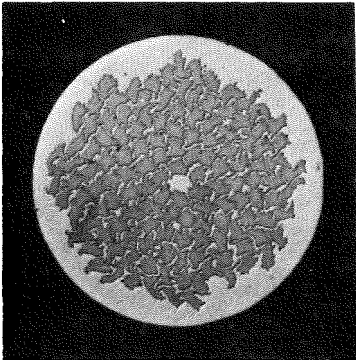
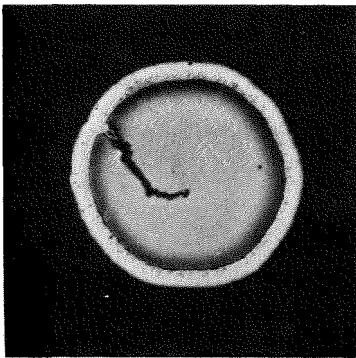


Abb. 4

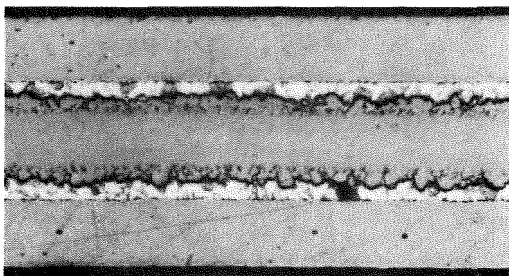
Vier Supraleitermaterialien zur Herstellung von Hochfeldmagneten



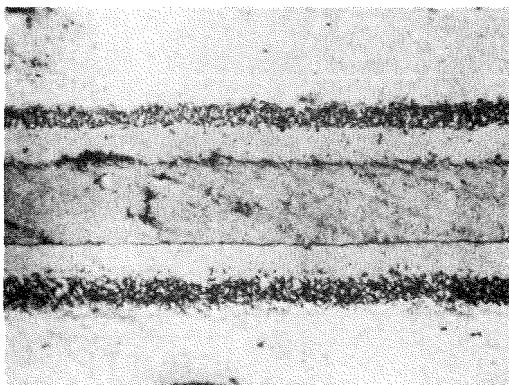
Nb-Ti (50 Gew. % Ti)
Proben Nr. 1 (Vergrößerung 100-fach)
Mehrkernleiter, 130 Filamente,
Fil. \emptyset = 25 μm (gemittelt),
Cu-Matrix
Hersteller: VAC, Hanau



Nb-Zr (25 Gew. % Zr)
Proben Nr. 2 (Vergrößerung 100-fach)
Einkernleiter, 1 Filament,
Fil. \emptyset = 270 μm
Hersteller: ACROMETALL, USA
Bem.: Sichtbare Risstelle im
Leitermaterial



Nb₃Sn-Band
Proben Nr. 3 (Vergrößerung 350-fach)
Hersteller: GENERAL ELECTRIC, USA
← Nb
← Nb₃Sn
← Cu



V₃Ga-Band
Proben Nr. 4 (Vergrößerung 450-fach)
Hersteller: SUMITOMO ELECTRIC, Japan
← V
← V₃Ga
← Cu

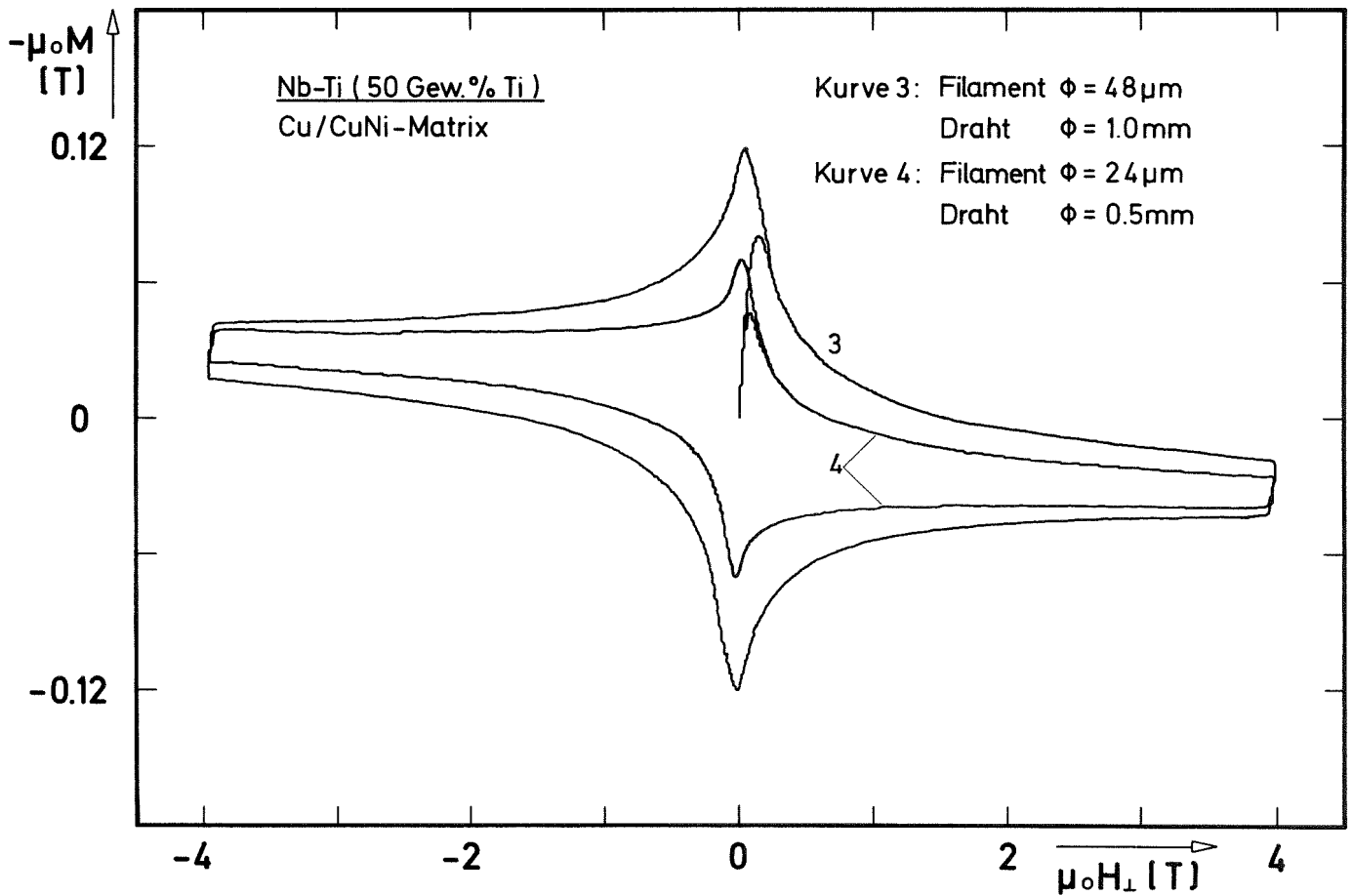
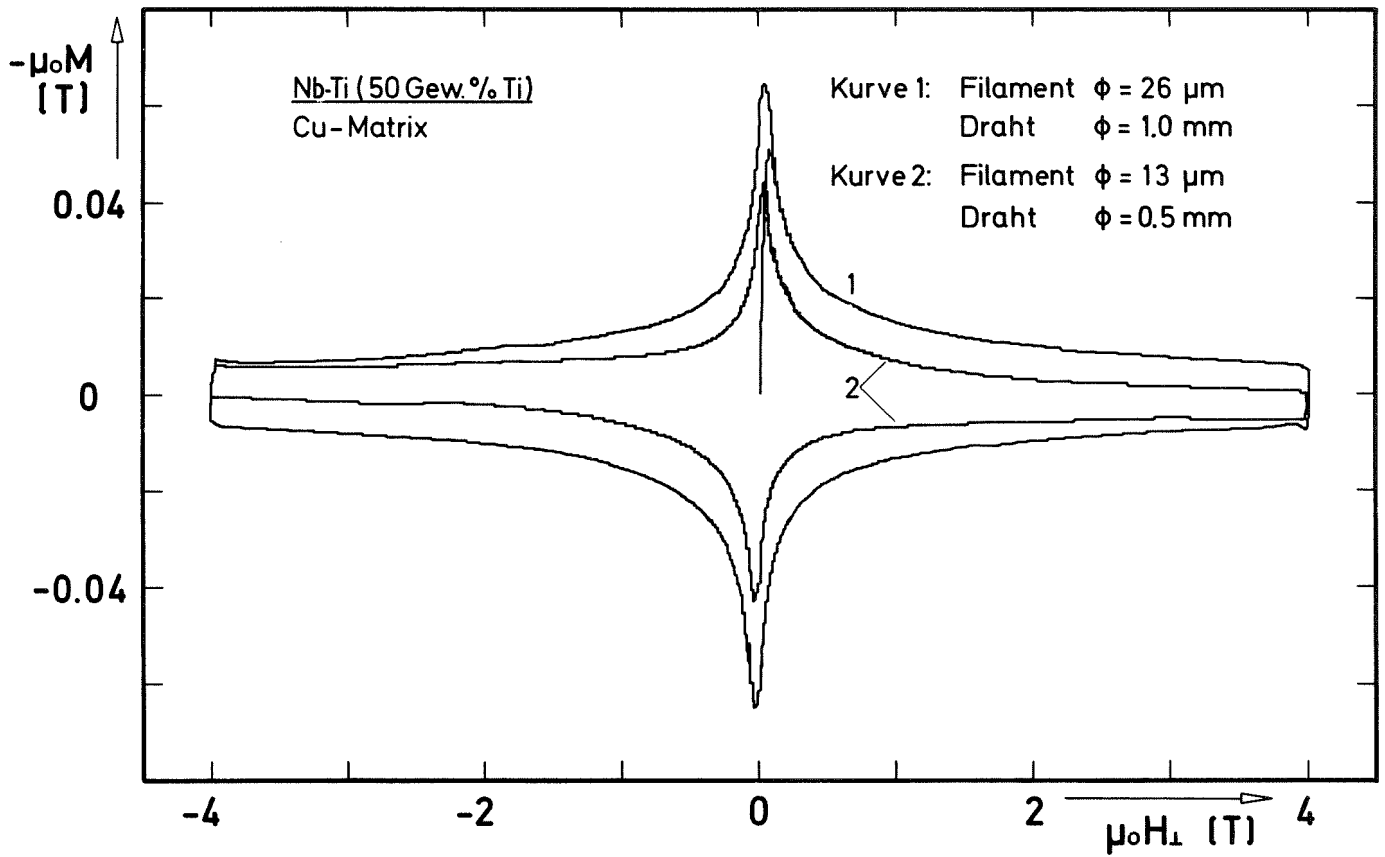


Abb. 6

Nb-Ti (50 Gew.%Ti) Mehrkernleiter (130 Filamente) Cu-Matrix

Filament $\phi = 25\mu\text{m}$

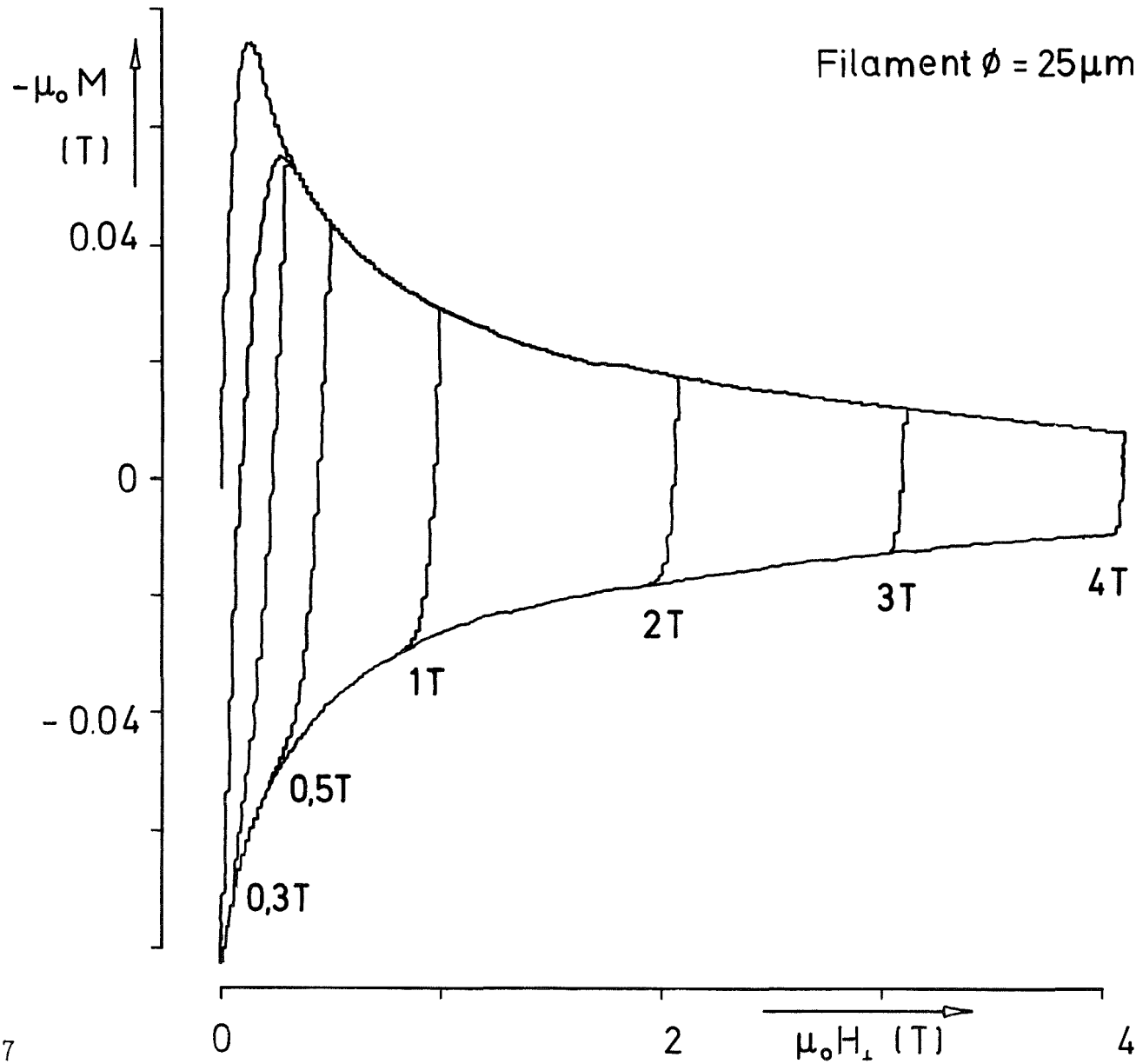


Abb. 7

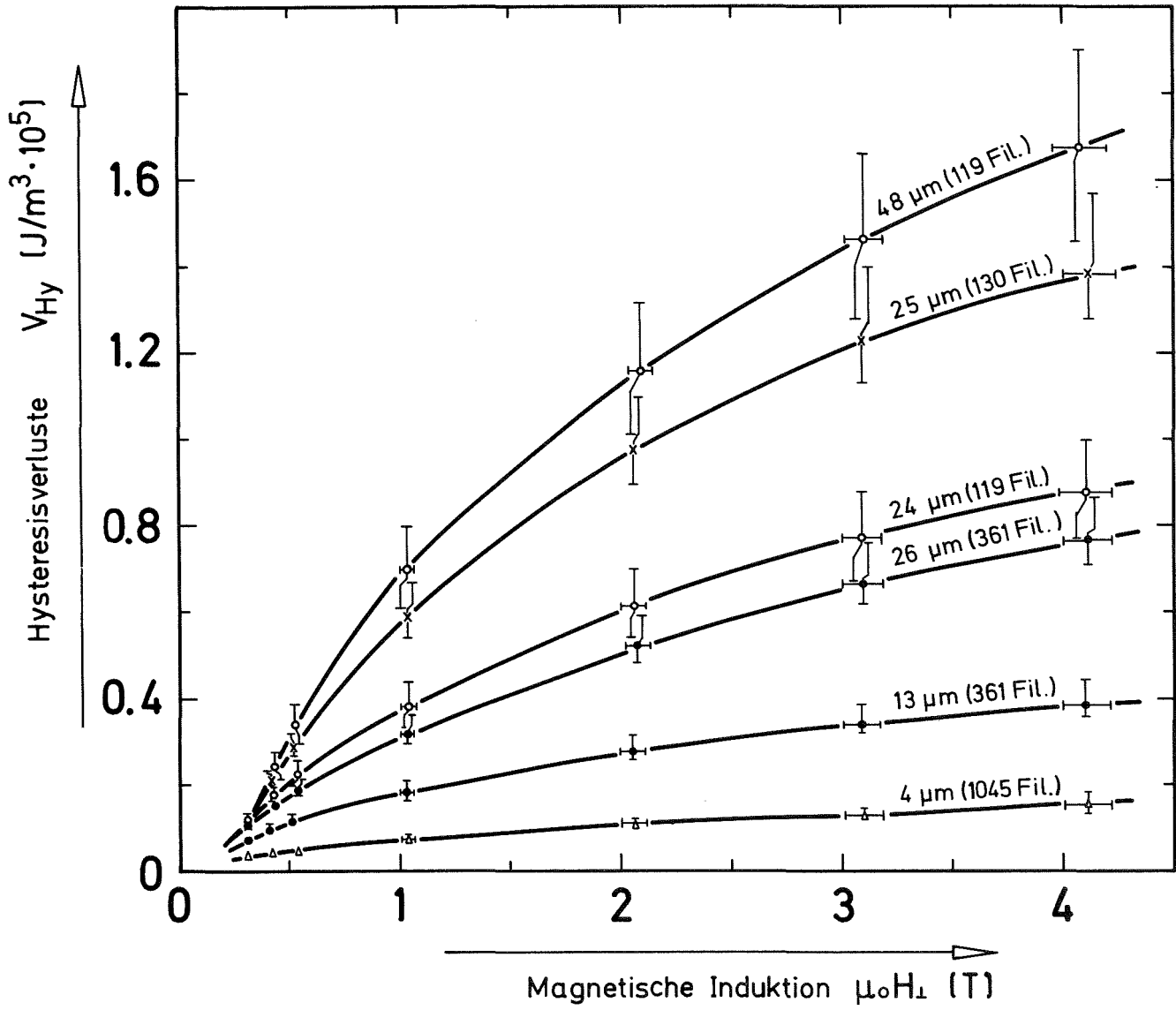


Abb. 8

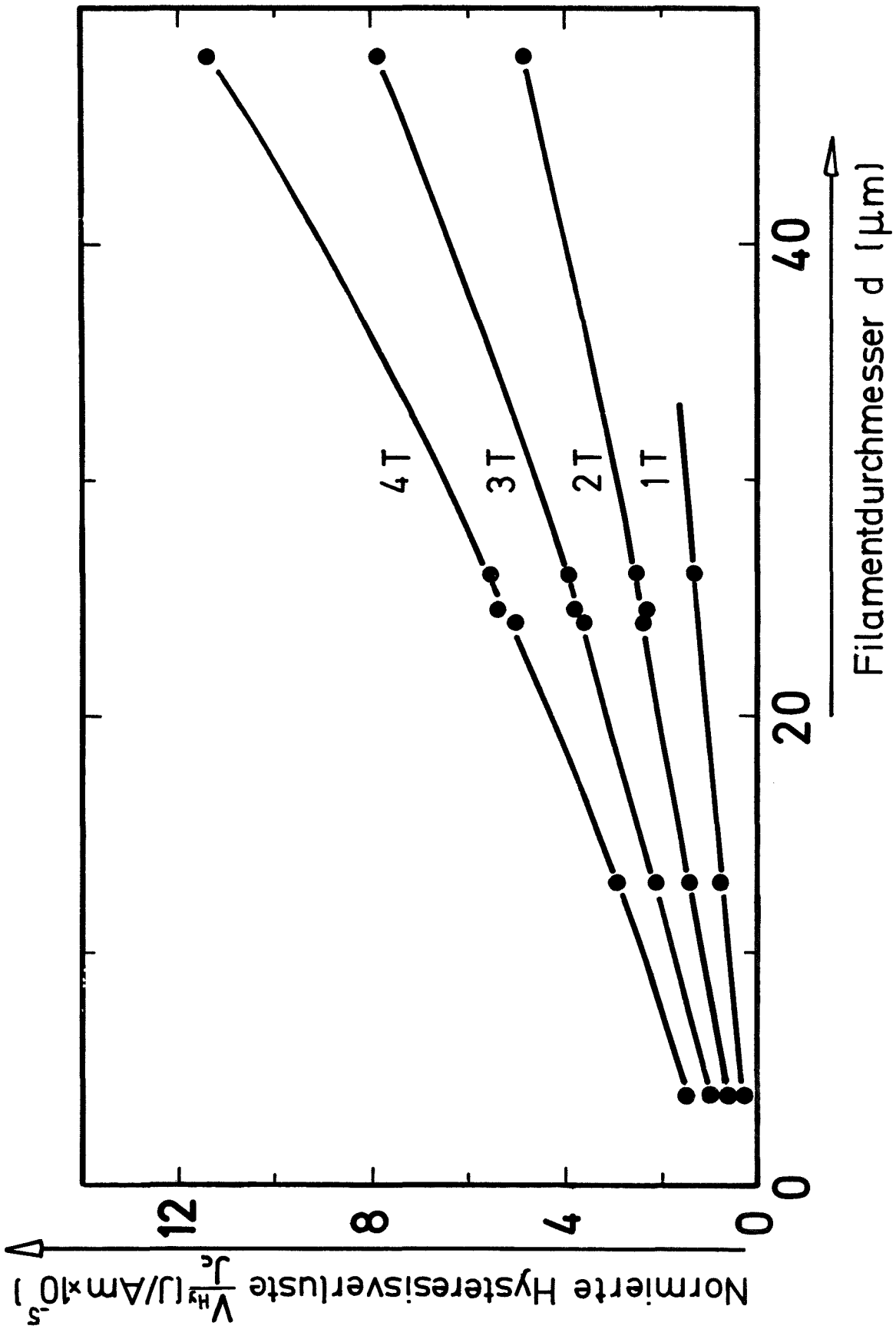


Abb. 9

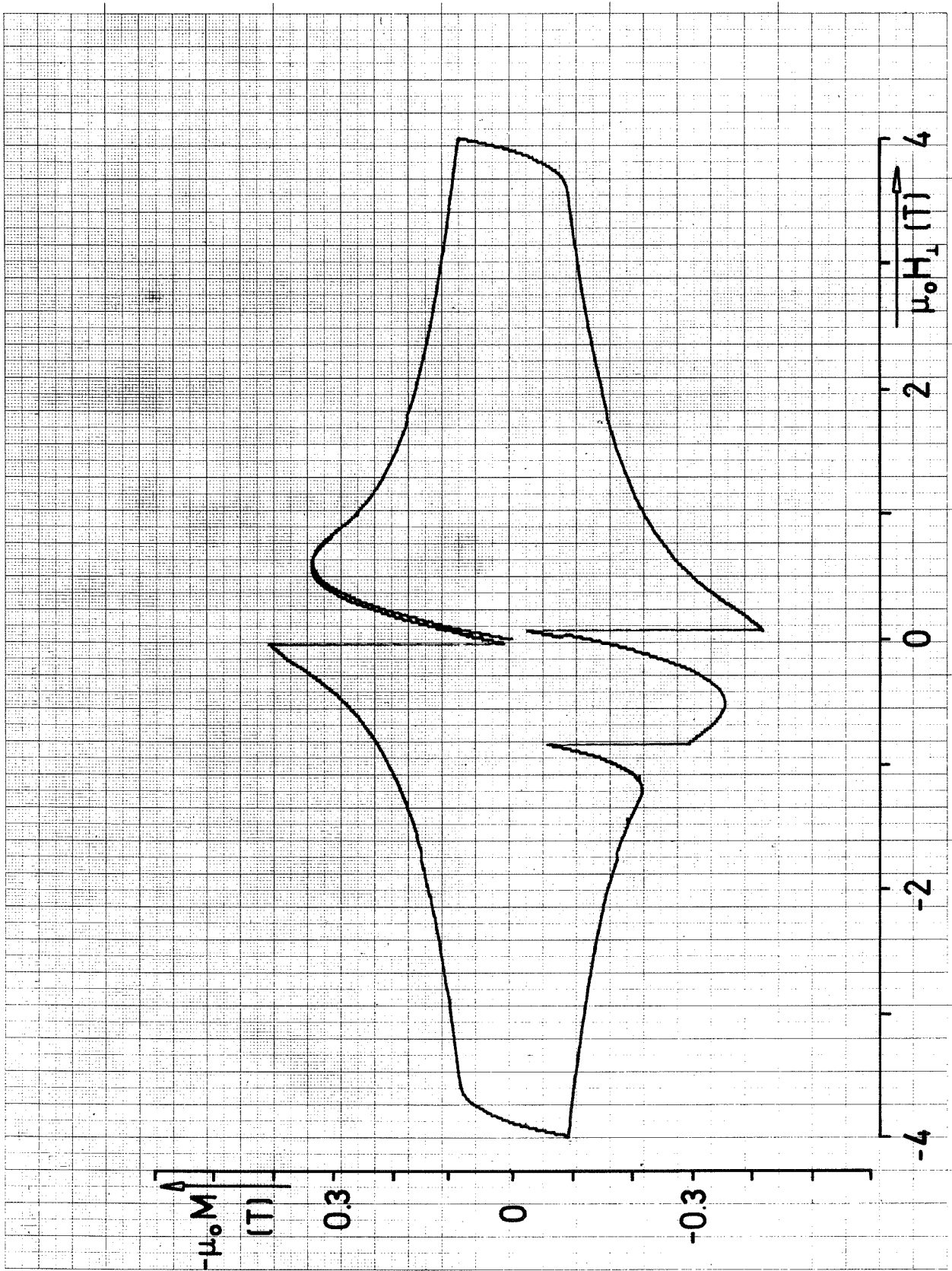


Abb. 10

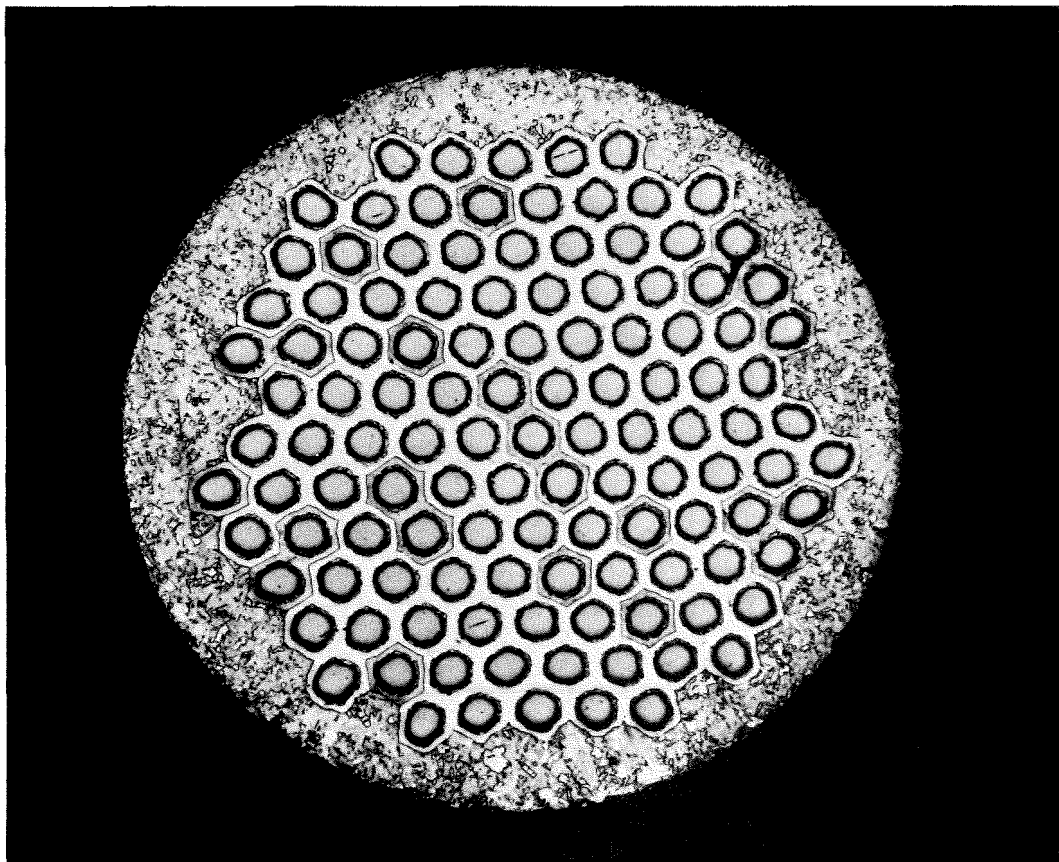
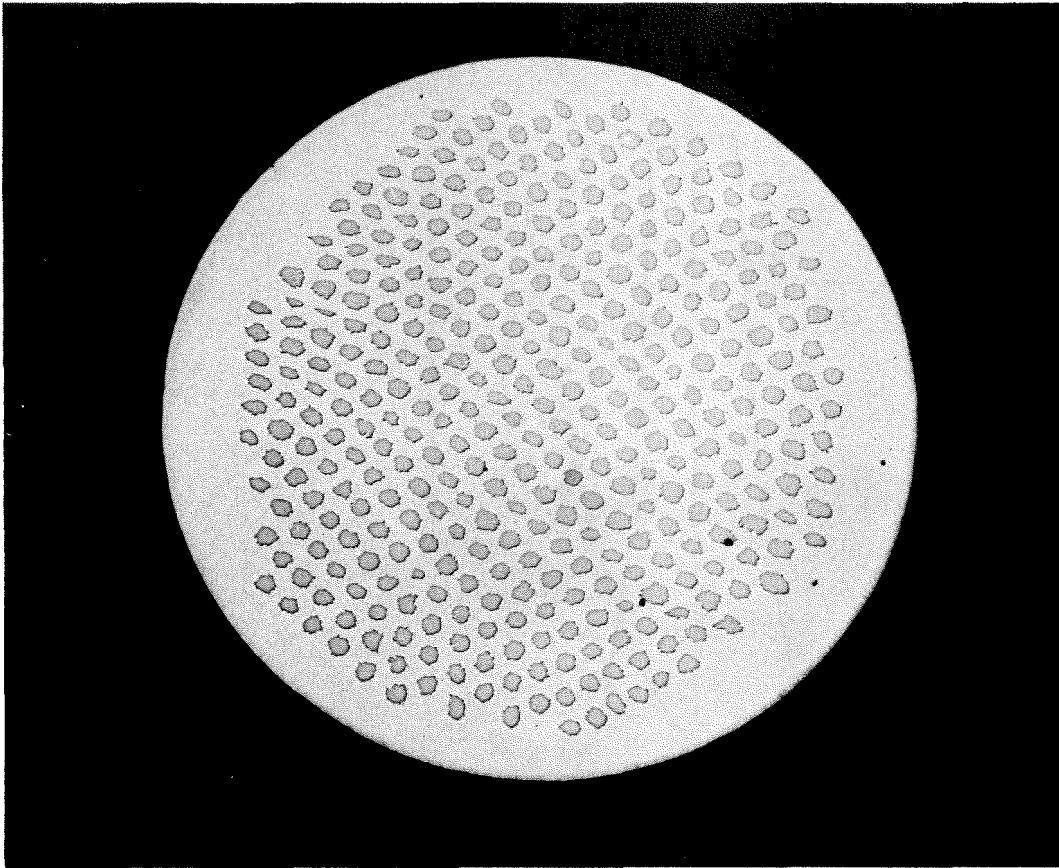


Abb. 11

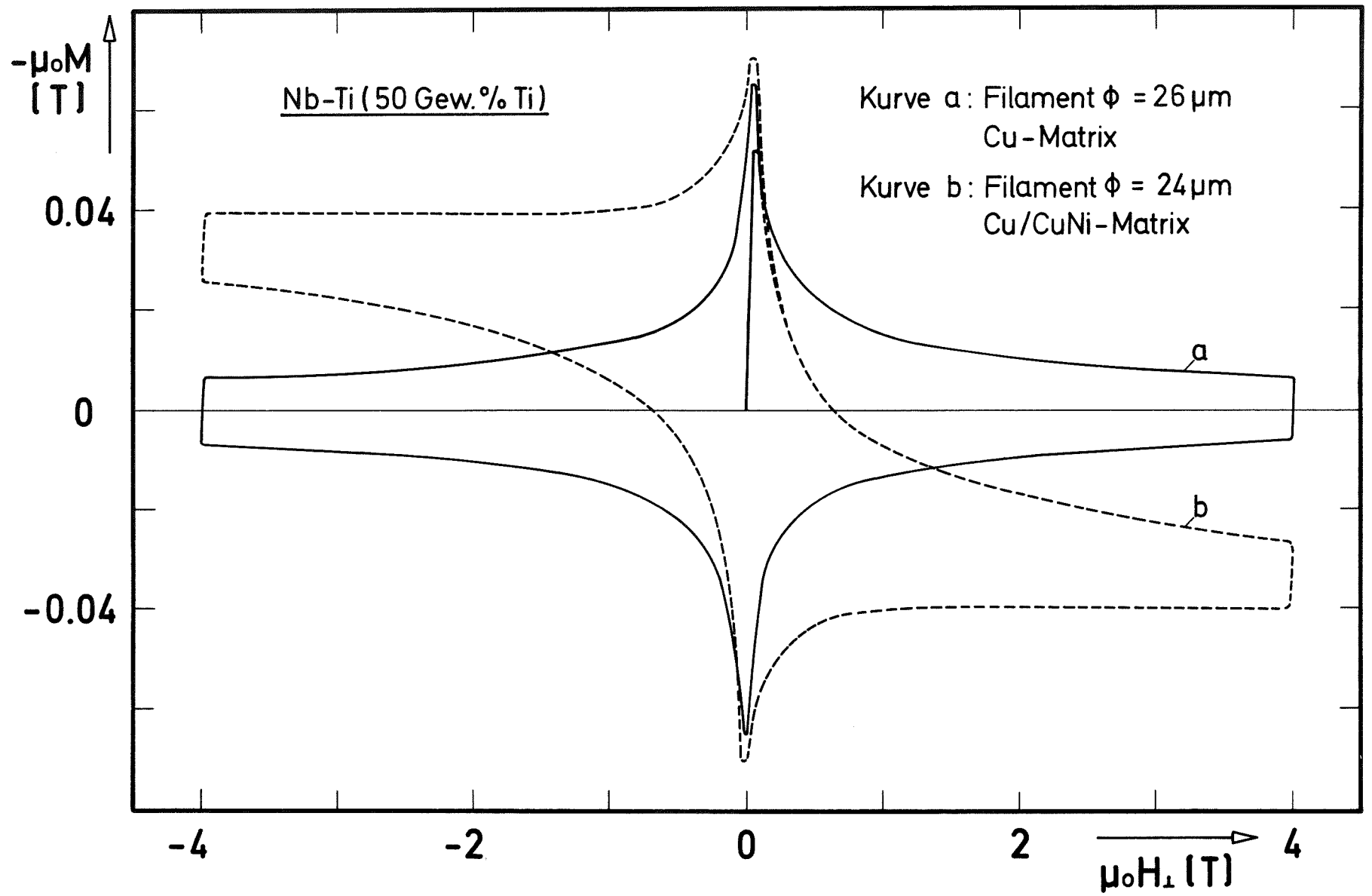


Abb. 12

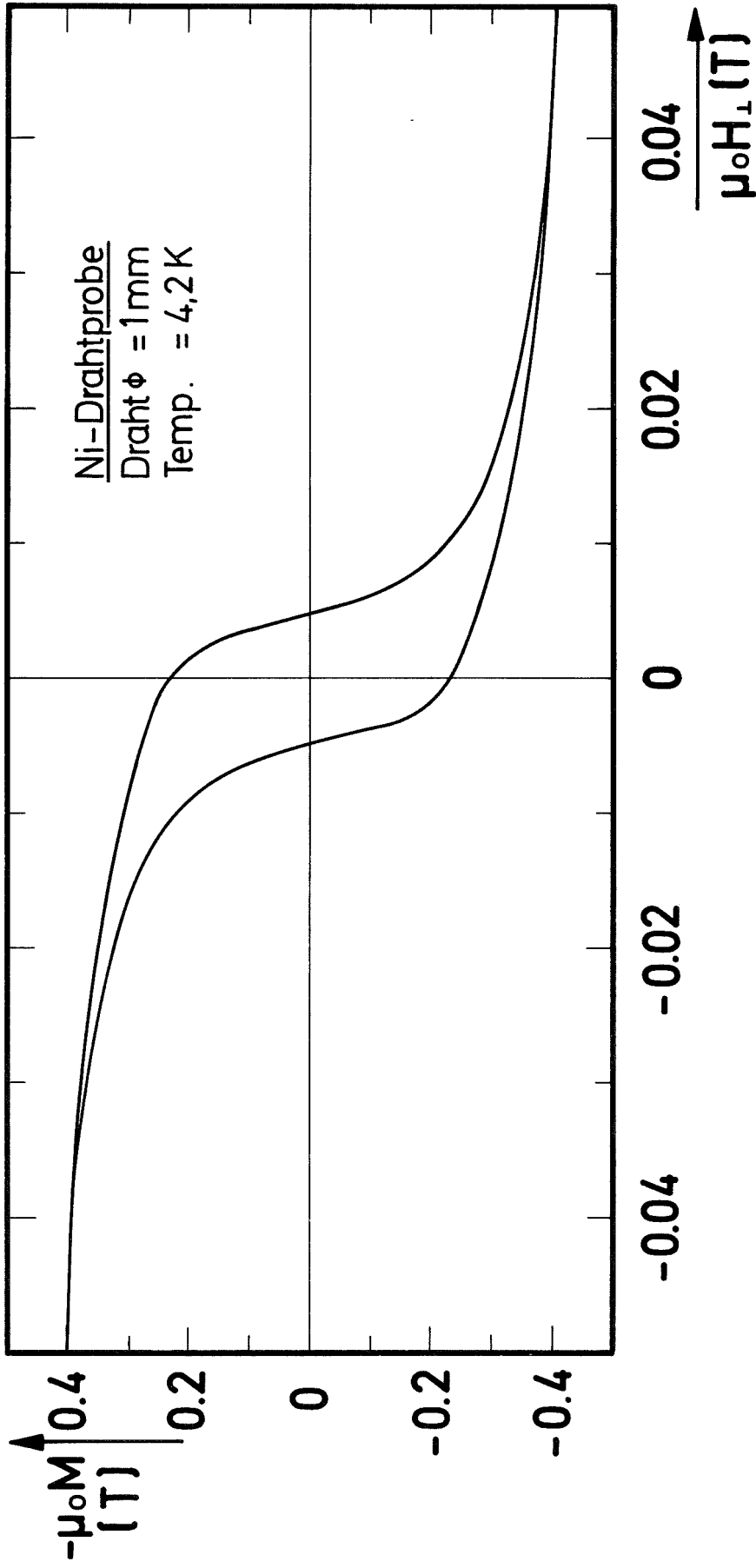


Abb. 13

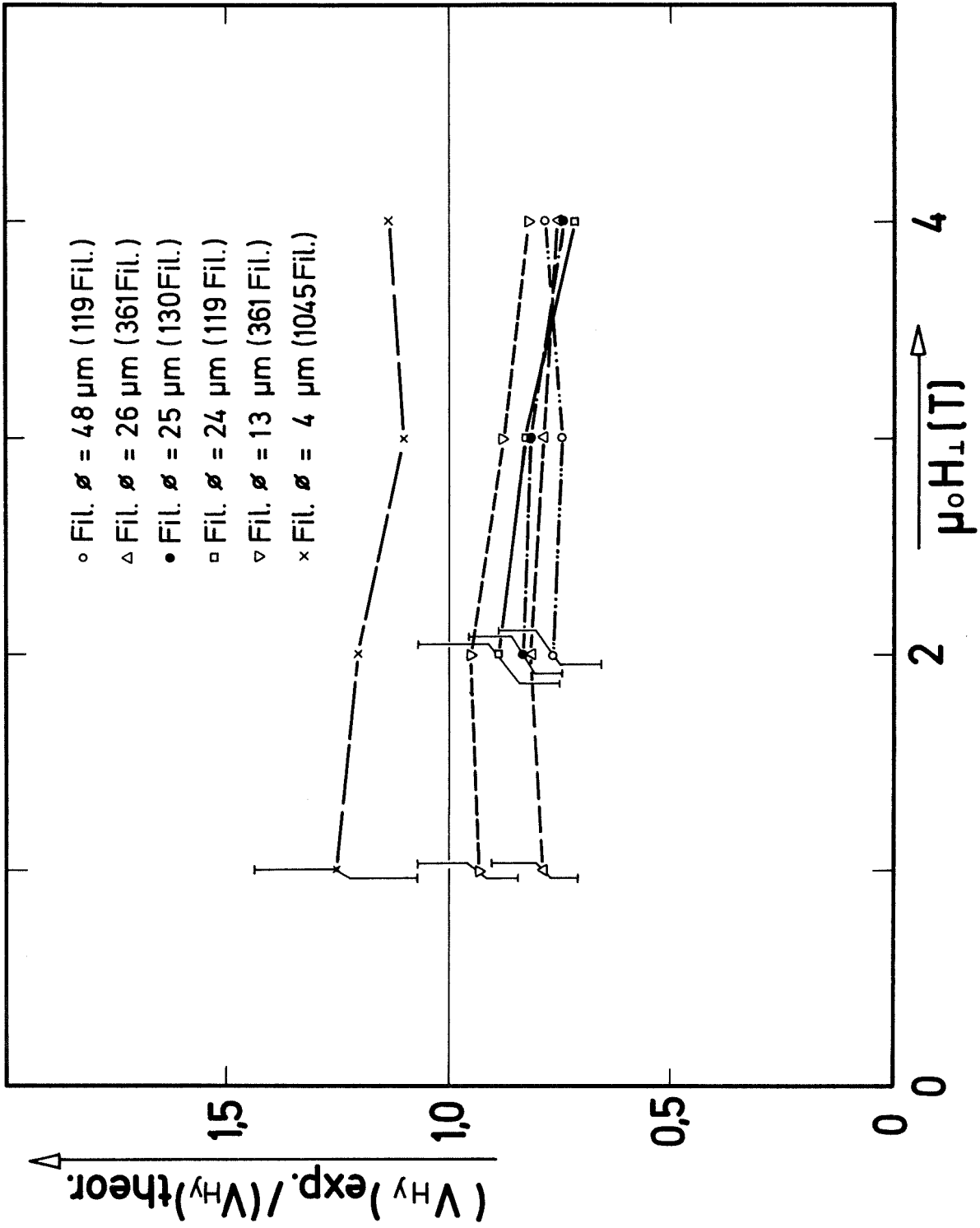


Abb. 14