

文章编号:1001-4888(2017)04-0479-08

高温超导带材多场特性测试系统研制进展(II)^{*}

刘伟, 张兴义, 刘聪, 张文涛, 周军, 周又和

(西部灾害与环境力学教育部重点实验室, 兰州大学土木工程与力学学院, 兰州 730000)

摘要: 考虑到第一代高温超导带材多场特性测试系统采用液氮浸泡的方式进行材料冷却, 这极大地限制了其应用范围。另外, 封闭的杜瓦结构对于超导材料在变形过程中的电磁特征难以实现有效观测, 这成为弄清超导材料变形导致其载流能力下降物理机制的主要瓶颈。为此, 我们采用制冷机直接冷却方式, 获得了最低 6.59K 的样品温度。采用 PID 温度控制, 实现了从 6.59K 至 300K 样品温度的精确控制, 控温精度为 0.1K。采用外置式的加载装置, 通过机械传动实现对试样的准静态拉伸, 其最大拉伸应变可达 20%。自行设计了一种高温超导导线, 采用制冷机一级冷头直接冷却, 实现了密闭杜瓦容器中最大可达 600A 的电流输入。最后, 在杜瓦瓶设置直径 50mm 的光学观察窗, 采用磁光镜像的方法实现了超导材料电磁特性的原位观测。

关键词: 高温超导带材; 多场耦合; 测试系统

中图分类号: N03 **文献标识码:** A **DOI:** 10.7520/1001-4888-16-069

0 引言

高温超导带材自发现以来, 因其临界转变温度高, 且在强磁场下具有较好的临界电流密度等优越性能, 显示出了广泛的应用前景和巨大的潜在商业应用价值。目前, 已对其广泛开展了诸如大电流电缆、大功率发电机、电动机、限流器、储能器, 特别是强磁体(MRI)等工业产品的研制^[1,2]。然而, 研制过程中发现, 由于高温超导带材所制备的器件在实际应用中处在力-热-电-磁多场耦合的复杂环境下, 其临界电流在外场作用下会出现不同程度的衰减, 最终导致设备损坏或者失效, 从而无法达到预期的设计目的。所以, 如何通过实验测试, 给出高温超导样品的临界电流在多场耦合作用的衰减规律, 对其产品的研制显得尤为重要。目前, 国内外相关的超导多场耦合测试设备多针对低温超导材料研制^[3-5], 在将其直接应用于高温超导带材时, 会出现诸如测试样品过短, 或者由于高温超导材料为脆性材料, 导致其无法绕制到低温超导所采用的螺旋样品测试装置上等问题。同时, 以上低温超导多场耦合测试设备其冷媒均为液氮, 由于液氮作为稀缺战略资源, 价格非常昂贵且极难长时间保存, 导致实验测试难以开展。针对以上问题, 本小组在第一代高温超导带材采用液氮浸泡方式的力-电-磁多场特性测试系统基础上^[6], 基于 GM 制冷机作为冷源, 同时引入磁光镜像的方法, 成功研制出了一套力-热-电-磁多场耦合测试平台。

1 实验装置

实验装置主体由三大部分构成, 分别是加载装置、磁体系统和测控系统, 其原理图如图 1 所示。本文主要介绍加载系统, 有关磁体系统和测控系统详细内容可参见文献[6]。加载装置主要由四部分组成, (1)基于 GM 制冷机的高真空杜瓦冷却系统; (2)高温超导体大电流引线; (3)样品加载平台; (4)光

^{*} 收稿日期: 2016-04-19; 修回日期: 2016-11-30

基金项目: 国家自然科学基金(11372121), 国家重大科研仪器专项(11327802), 国家创新研究群体: 11421062

通讯作者: 张兴义(1979-), 男, 博士, 教授, 主要研究领域: 实验固体力学, 电磁固体力学。Email: zhangxingyi@lzu.edu.cn

学观察系统。通过前三者的有效结合可实现了高温超导测试样品 6.59K 至 300K 的温度控制、准静态拉伸及最大 600A 的电流输入,结合磁光镜像方法实现了超导样品在多场情形下变形过程中电磁特性的原位观测。值得注意的是该设备系统部件均采用无磁性材料加工制作,主体结构采用 316 不锈钢,导电部件使用无氧铜(OFHC)材料,使用氮化铝(ALN)材料实现了热沉和样品槽之间的导热和绝缘。图 2 为完成全部装配的仪器实物图。

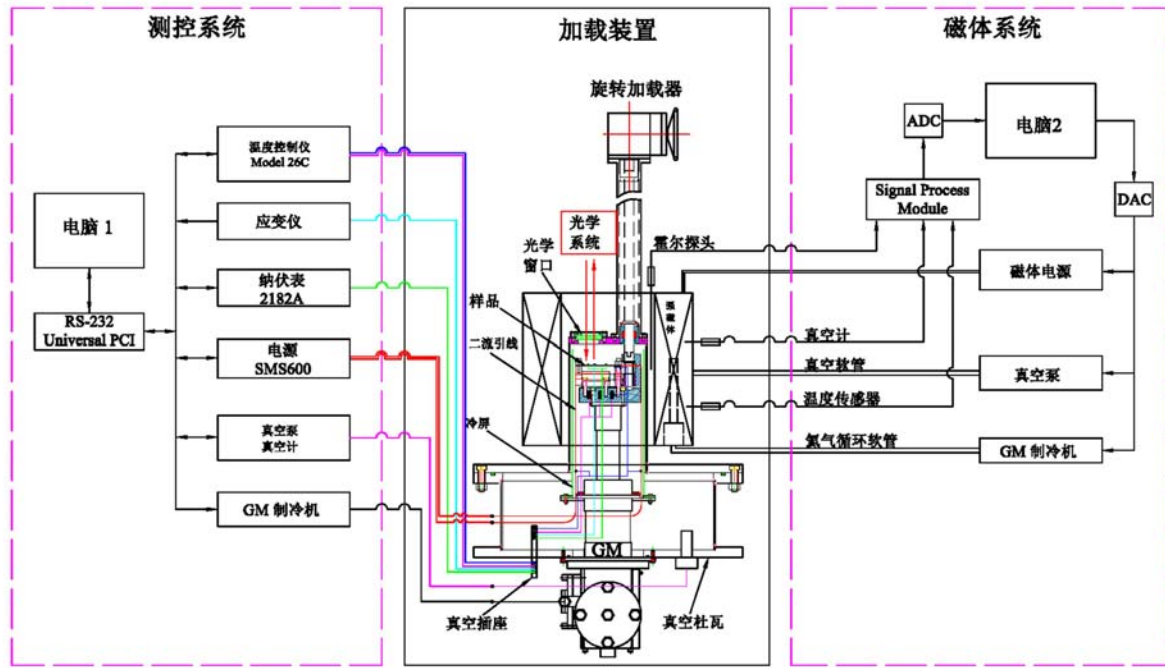


图 1 设备构成示意图,包括加载装置、磁体系统和测试控制系统

Fig. 1 The schematic illustration of the equipment, which includes loading system, magnet system and the monitoring and measurement system



图 2 实验装置实物图

Fig. 2 Photo of the actual equipment of the measurement system

1.1 基于 GM 制冷机的高真空杜瓦冷却系统

为实现超导样品低温测试环境,本文采用 4.2K@1.5W GM 制冷机作为冷源为系统提供冷量。考虑到制冷机在低温下冷量极小,为获得低温环境,本文设计了高真空杜瓦装置,以此减小测试环境与外界之间的能量传递。通过分析发现当测试温度与外界环境温度存有较大温差时,热辐射所导致的冷量损耗^[7]将对系统可靠性带来显著的影响。为此,在冷头及样品槽周围设计热辐射屏,并利用 GM 制冷机一级冷头对其直接冷却,如图 3 所示,有效地改善了热辐射能量损耗问题。同时,为保证超高真空,所

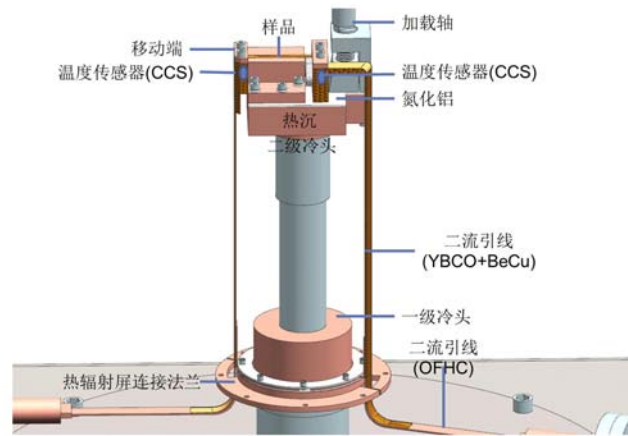


图 3 加载装置内部关键部件

Fig. 3 Schematic representation of the key components of the loading device

有系统引线,包括测试样品大电流引线、温度传感器引线、样品电压测试引线、应变片测试引线等各种检测与控制引线,均通过真空插座引入。通过涡旋泵与分子泵结合的方式实现了测试系统的超高真空环境,系统正常运行时杜瓦内真空度可维持在 2×10^{-5} Pa。

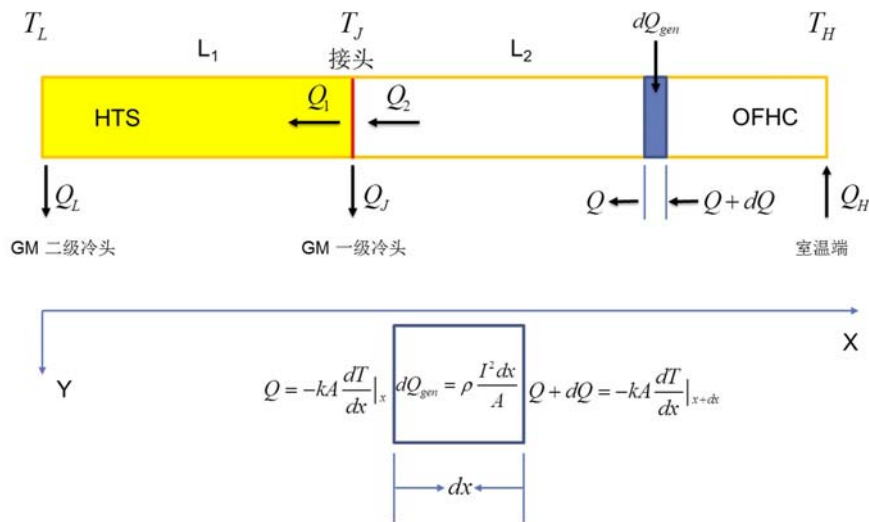


图 4 二流引线构成图。图中 Q_L 和 Q_H 表示冷端的冷量和室温端的热载荷, Q_j 表示 HTS 部分 Q_1 与 OFHC 部分 Q_2 的能量差值, dQ_{gen} 为 OFHC 部分一段微原体所产生的焦耳热, T_L 、 T_j 、 T_H 分别为 GM 制冷机二级冷头温度、超导体 HTS 与常导体 OFHC 接头处温度、二流引线室温端温度

Fig. 4 Schematic representation of binary current lead. In the picture Q_L and Q_H represent the cooling load at the cold end and heat loading at the Room temperature end, respectively. Q_j is the difference between the heat from the OFHC part at the joint, Q_2 , and the heat to the HTS at the joint, Q_1 . dQ_{gen} is the heat generation rate over the length. Where T_L , T_j and T_H are the temperatures at the cold end, the joint and the Room temperature end, respectively

1.2 高温超导体大电流引线

为实现高温超导样品测试电流最大可达 600A 的设计目的,同时避免因大电流导线导电时产生的焦耳热及其与周围接触之间的热传导引起冷量损耗,由此导致样品温度波动而无法达到测试要求,本文自行研制一套二流引线(超导体 HTS+常导体 OFHC)系统,其中,超导体 HTS 部分由高温超导体 YBCO SCS12050 和铍铜基底组成,常导体 OFHC 部分为无氧铜。其构成图如图 4 所示,实际结构见图 3。优化计算公式如下^[8,9]：

$$\frac{L_2}{A_2} = \frac{1}{I \sqrt{2}} \int_{T_J}^{T_H} \frac{k_2}{\sqrt{\int_T^{T_H} \rho_2 k_2 dT}} dT \quad (1)$$

$$Q_1 = Q_2 = \frac{A_1}{L_1} \int_{T_L}^{T_J} k_1 dT \quad (2)$$

其中, ρ_2 为无氧铜电阻率; k_1 、 k_2 分别为铍铜和无氧铜的热传导系数; T_L 、 T_J 、 T_H 分别为 GM 制冷机二级冷头温度、超导体 HTS 与常导体 OFHC 接头处温度、二流引线室温端温度; I 为传输电流; A_1 、 A_2 为铍铜、无氧铜的截面积; L_1 、 L_2 分别为二流引线超导体 HTS 与常导体 OFHC 段长度。最终, 结合设计要求及设备空间尺寸限制, 最终得出优化后的铍铜、无氧铜的截面积, 完成设计。

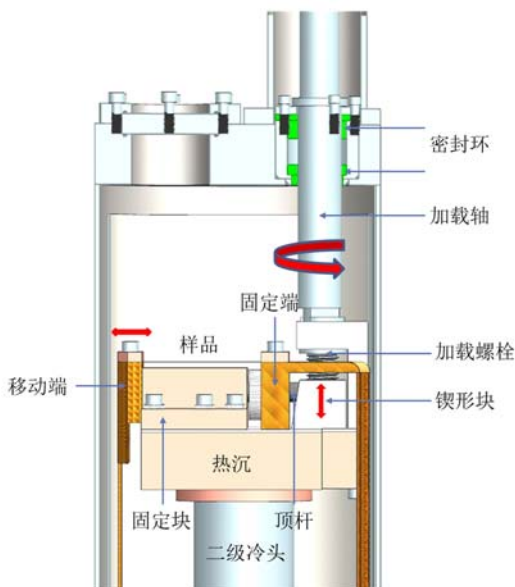


图5 加载测试平台关键部件

Fig. 5 Schematic representation of the key components of the loading platform system

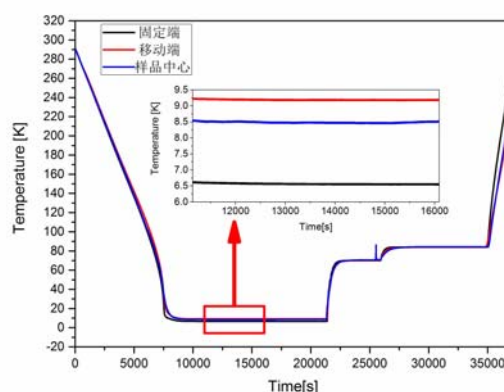


图6 样品中心、移动端、固定端三者整个升降温的温度曲线插图给出了三者的最小温度分别为 8.75K、9.19K 和 6.59K, 同时在温度设置点温度的波动小于 ± 20 mK
Fig. 6 The temperature profiles of the sample, Fixed Block and Motion Block during the whole process. Insert shows the Fixed Block's minimum temperature is 6.59K, Motion Block's minimum temperature is 9.19K and sample's minimum temperature is 8.75K. At the controlling set point the temperature fluctuation all smaller than ± 20 mK

1.3 样品加载平台

样品加载测试平台细节如图5所示, 其功能主要功能有: (一) 实现样品的准静态加载; (二) 实现测试超导样品的连续变温并维持测试样品温度的稳定。开启外部旋转加载器之后, 加载轴随即转动并带动加载螺栓, 实现楔形块向上移动, 楔形块的移动驱动顶杆向左移动, 实现样品的拉伸。当加载到待测应变值时停止旋转加载器, 样品的变形通过加载螺杆与楔形块的螺纹自锁得已保持。实验完成后, 反向转动旋转加载器实现测试样品的卸载。如何保持测试样品在测试过程中温度稳定是该仪器的设计难点, 前面已经通过优化计算从理论上实现了当进行 600A 大电流测试时, 二流引线与样品接触端温度最低可以达到 4.2K。但是, 上面的计算并没有考虑样品与二流引线的接触热阻问题。在保证高温超导样品临界电流 2% 精度及测试效率的情况下, 通过增加合理质量的热沉块, 实现样品的测试温度稳定, 并通过 Cryogenic Model 26C 温控仪, 温度传感器(碳陶瓷 CCS^[10])及镍铬电阻所构成的闭环回路, 借助 PID 最终实现测试样品 4.2K~300K 的连续变温实验。图6给出了样品中心、移动端、固定端在整个升降温过程的温度变化曲线。可以看出样品靠近固定块获得了 6.59K 的最低温度, 此时样品的中心温度为 9.19K, 移动端的样品温度为 8.75K, 三者之间温差主要是由接触热阻造成, 但该温差会随着测试温度的升高迅速减小。数据表明当测试样品温度达到 20K 时, 三者的温差小于 0.2K。同时, 通过温度反馈系统的 PID 调节可以实现, 温度设定值与实际稳定温度测量值波动值小于 ± 20 mK。最后, 受外部超导磁体中心直径 150mm 的限制^[6], 本设备样品最大可测长度为 80mm, 通过移动端、固定端螺栓压块实现与二流引线的连接。

1.4 光学观察系统

光学观察系统磁光系统由奥林巴斯-BXFM 偏振显微镜、磁光膜^[11]及前面介绍的真空杜瓦和 GM 制冷剂组成,其细节见图 7。其中,磁光膜的总厚度约为 0.5mm,法拉第系数为 $0.012^\circ \mu\text{m}^{-1} \cdot \text{mT}^{-1}$ 。进行测试时目镜将被放到真空杜瓦内部,同时根据所需放大的倍数选择合适的目镜型号,以便获得清晰的图像。

2 实验样品准备

实验样品采用西北有色金属研究院提供的 Bi-2223 系列超导带材^[12],长度 80mm,宽度 4mm,厚度约为 0.2mm。两个电压测试点分别位于中心两端,间距 20mm,电压判据 $1\mu\text{V}/\text{cm}$ 。低温应变片(KYOWA 公司)长度 5mm,宽度 4mm,适用温度 4~423K,由专用的低温粘胶粘贴在超导带材表面上,具体粘贴过程可见文献[13]。对于本文后面所描述的液氮验证实验,需要将待测样品以浸泡在液氮中的方式测试出其相关的临界电流,其测试细节可见文献[6]。

3 实验过程

首先,打开低温杜瓦,将粘贴好低温应变片的高温超导体固定于样品测试平台上,在中心两端焊接两个电压测试引线,间距 20mm。接着,进行一定量的预拉伸,使超导测试带材保持伸直状态(应变为零)。检测其他信号线是否连接有效,待一切就绪后封闭杜瓦装置,启动机械泵和真空计,当真空度达到约 1.0Pa 时启动分子泵,待真空度达到 $1 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 时,开启 GM 制冷机对样品进行冷却,同时设置好样品所需要测试的温度点,开启温度反馈系统,记录温度数据点。待样品温度达到设置温度并稳定后,打开加载电源开关及 Labview 临界电流测试程序,设置好电流加载速度,电压判据和电压测试点长度等信息。首先,开始自场条件下的临界电流测试,得到待测样品在该温度点的初始临界电流 I_0 ,值得注意的是 Labview 程序会根据所设置的失超判断条件自行判断样品是否失超。一旦样品失超,系统将以 60A/s 的速度将加载电流快速减为 0,避免测试样品的烧毁。然后,可以改变温度反馈系统中的样品温度测试控制点,待温度再一次稳定后,进行同样的测试过程,再次得到设置温度点的临界电流值,循环以上过程得到温度场对测试样品临界电流的影响规律。如果需要材料变形对临界电流的影响规律测试,当温度稳定后需要通过旋转加载器对测试样品进行拉伸(准静态),实验中应变量一般选取 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%、0.6%、0.7%、0.8%、1.0%,待应变达到预定值时,进行通电测试得出该温度下不同应变的临界电流。如果测试应变超过待测样品的可逆应变范围,实验结束后需更换样品。重复以上过程,便可完成不同温度、不同应变样品的临界电流测试。如果进行超导材料变形中的电磁特性测试,需要再外置一个磁体线圈,产生的磁场方向垂直于超导材料表面。相机实时拍摄超导体表面磁光特性,进而获得其电磁场分布特性。

4 实验结果

4.1 设备验证

4.1.1 设备 77K 与液氮自场环境下临界电流对比

图 8 所示为液氮温度自场环境下 Bi-2223(图中用 B2223 表示)超导样品的临界电流与该样品在本文设备 77K 自场下的临界电流,由图可以看出,该样品液氮温度自场临界电流为 46.4A,而本文设备 77K 自场下的临界电流为 45.5A,相对误差为 1.94%,表明该系统测试电流精度较高。同时,值得注意

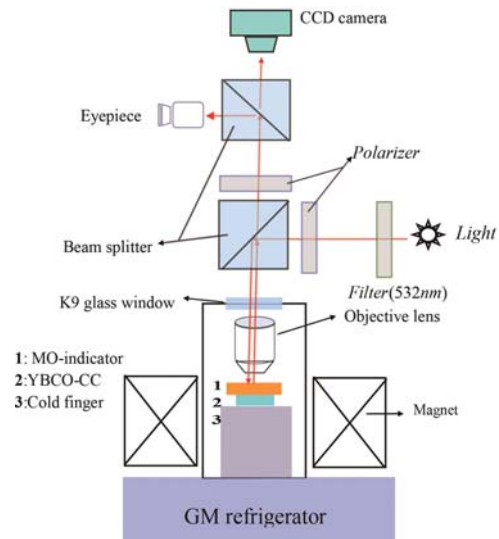


图 7 磁光系统

Fig. 7 The schematic of magnetic-optical system

的是图 8 给出了本设备 77K 下三次的临界电流测试值,其三次测试结果几乎完全重合,所以表明该设备具有很好的重复稳定性,完全满足后续实验要求。

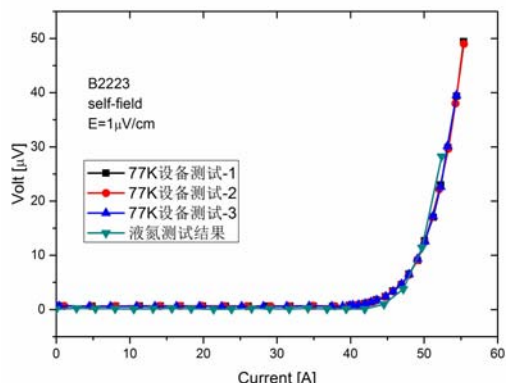


图 8 Bi-2223 在液氮和本设备 77K 两种情况自场下的临界电流
Fig. 8 Voltage-current characteristics of Bi-2223 at liquid nitrogen and in our equipment 77K, respectively

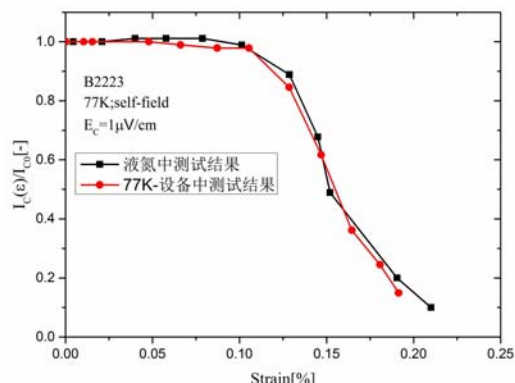


图 9 Bi-2223 在液氮和本设备 77K 两种情况自场下临界电流随应变的变化规律
Fig. 9 Critical current as a function of tension strain of Bi-2223 at liquid nitrogen and in our equipment 77K, respectively

4.1.2 设备 77K 与液氮自场环境下临界电流随轴向应变的衰减对比

图 9 给出了 Bi-2223 在液氮环境下和设备在 77K 时的临界电流随外加轴向应变的衰减规律,通过两者临界电流随外加轴向应变的衰减结果对比可以发现,该设备 77K 测试出的临界电流的衰减规律与液氮环境的衰减规律有较好的一致性,从而验证在轴向应变作用下本设备临界电流测试的正确性。

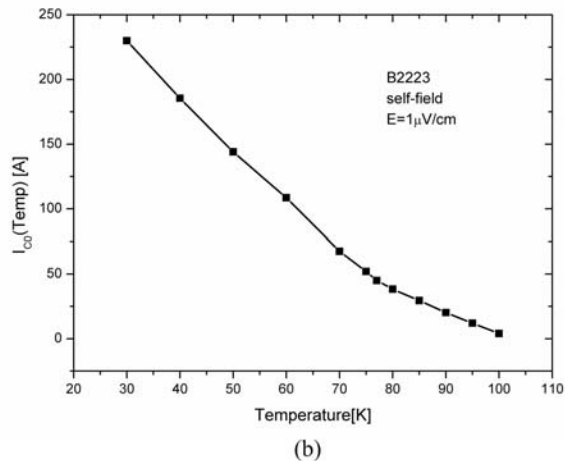
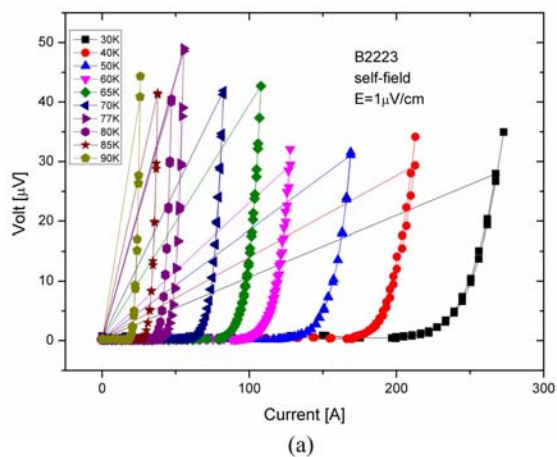


图 10 (a) Bi-2223 在 30K、40K、50K、60K、70K、77K、80K、85K 和 90K 自场下的临界电流测试 V-I 曲线；
(b) Bi-2223 临界电流随温度的变化情况

Fig. 10 (a) Voltage-current characteristics of Bi-2223 at 30K、40K、50K、60K、70K、77K、80K、85K and 90K, respectively; (b) Critical current of the Bi-2223 varies with temperature

4.2 设备多场耦合测试结果展示

4.2.1 不同温度场临界电流变化规律

图 10(a)给出了 Bi-2223 在 30K、40K、50K、60K、70K、77K、80K、85K 和 90K 自场下的临界电流测试 V-I 曲线,图 10(b)给出了以上温度测试点所对应的样品临界电流,分别为 230A、185.5A、144A、108.5A、67.5A、45.5A、38.3A、29.5A 和 20.2A。由图 10(a)可以看出,每个温度点都给出了三次临界电流的测试结果,它们也都具有很好的重复性。从不同温度点的样品临界电流测试结果可以看出,随着测试温度的降低,样品的临界电流会逐渐增加,且在自场下与温度近似成线性关系,如图 10(b)所示。

4.2.2 力-热-电耦合场对临界电流的影响

图 11 给出了 Bi-2223 在 70K、77K、85K 环境下临界电流随外加应变的衰减规律。由图可以看出,应变小于 0.1% 时,临界电流几乎未出现衰减情况。当应变值大于 0.1% 后,样品的临界电流对应变非常敏感,随着外加应变的增加,临界电流会出现明显的衰减,如应变为 0.15% 时,临界电流已经衰减到所对应测试温度点临界电流的 50%。同时,不同温度下的测试结果显示 Bi-2223 测试温度对临界电流随外加应变的衰减规律影响较小。

4.2.3 磁光测试结果

图 12(a)展示了 2mm 宽 YBCO 样品零场冷(ZFC)情况下,在 50K、84mT 时的磁光图,同时,图 12(b)给出了当外加磁场卸载后的样品剩磁状态。

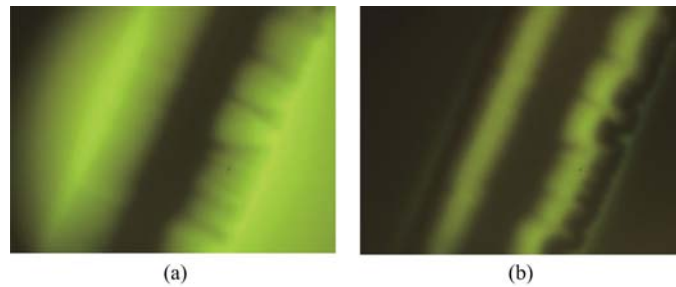


图 12 (a) 2mm 宽 YBCO 样品零场冷(ZFC)50K、84mT 时的磁光图,(b)剩磁状态

Fig. 12 (a) The 2mm wide YBCO CC (ZFC) at the field of 84mT at 50K, (b) the remnant state of tape

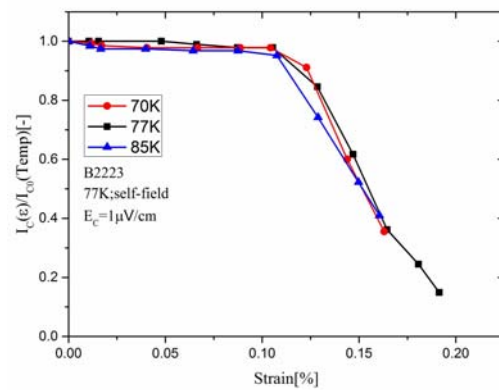


图 11 Bi-2223 在 70K、77K 和 85K 临界电流下随外加应变的衰减规律

Fig. 11 Critical current of Bi-2223 as a function of applied strain at 70K, 77K and 85K, respectively

5 结论

本文在前期第一代超导材料多场特性测试系统的基础上,通过引入 GM 制冷机,实现了最低 6.59K 至 300K 连续温度控制,自行设计二流引线解决了大电流引入问题。设置观察窗实现了超导材料在变形过程中电磁特性的原位观测。这为未来高温超导材料实验测试和结构优化,并弄清材料变形引起超导临界电流退化这一关键问题提供了有效研究手段。

致谢 感谢航天 510 所柏树研究员等人在设备研制过程中给予的帮助。

参考文献:

- [1] Obradors X, Puig T. Xavier Obradors, Teresa Puig. Coated conductors for power applications: materials challenges[J]. Superconductor Science and Technology, 2014, 27(4):044003-044020.
- [2] Lvovsky Y, Stautner E W, Zhang T. Novel technologies and configurations of superconducting magnets for MRI [J]. Superconductor Science and Technology, 2013, 26(9):093001-093072.
- [3] Van Eck H J N, Van der Laan D C, Dhallé M, et al. Critical current versus strain research at the University of Twente[J]. Superconductor Science and Technology, 2003, 16(9):1026-1030.
- [4] Godeke A, Dhalle M, Morelli A, et al. A device to investigate the axial strain dependence of the critical current density in superconductors[J]. Review of Scientific Instruments, 2004, 75(12):5112-5118.
- [5] Uglietti D, Seeber B, Aböcherli V, et al. A device for critical current versus strain measurements up to 1000A and 17T on 80cm long HTS and LTS technical superconductors[J]. Superconductor Science and Technology, 2003, 16(9):1000-1004.
- [6] Zhang X, Liu W, Zhou J, et al. A direct tensile device to investigate the critical current properties in

- superconducting tapes[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2014, 85(2):025103-1-025103-5.
- [7] Ekin J. Experimental techniques for low-temperature measurements: cryostat design, material properties and superconductor critical-current testing[M]. Oxford University Press, 2006.
- [8] Hull J R. High temperature superconducting current leads for cryogenic apparatus[J]. *Cryogenics*, 1989, 29(12):1116-1123.
- [9] Chang H M, Van Sciver S W. Thermodynamic optimization of conduction-cooled HTS current leads[J]. *Cryogenics*, 1998, 38(7):729-736.
- [10] Datskov V I, Weisend J G. Characteristics of Russian carbon resistance (TVO) cryogenic thermometers[J]. *Cryogenics*, 1994, 34:425-428.
- [11] Polyanskii A. Application of magneto-optical ferrite-garnet films with plane anisotropy for investigation of superconductors[J]. *Russian Physics Journal*, 2014, 56(9):1007-1012.
- [12] 熊寿高, 段镇忠, 吴燧华. 磁体用多芯 Bi-2223/Ag 超导带材的制备和性能[J]. *稀有金属材料与工程*, 1998(6): 370-372 (XIONG Shougao, DUAN Zhenzhong, WU Suihua. Fabrication and property of multifilamentary Bi-2223/Ag superconducting tapes for magnets[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 1998(6):370-372 (in Chinese))
- [13] Zhang X Y, Yue D H, Zhou J, et al. Thermal stresses in the large grain YBaCuO superconductors during zero field cooling[J]. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 2013, 26(1):87-92.

Development Process of Multi-Field Characteristics Measurement System for High Temperature Superconducting Tapes (II)

LIU Wei, ZHANG Xing-yi, LIU Cong, ZHANG Wen-tao, ZHOU Jun, ZHOU You-he

(Key Laboratory of Mechanics on Disaster and Environment in Western China attached to the Ministry of Education of China, College of Civil Engineering and Mechanics, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China)

Abstract: Application range of the first generation multi-field measurement system for high temperature superconducting tapes characteristics is greatly limited due to using liquid nitrogen immersion method to cool material. In addition, the electromagnetic characteristics of superconducting material in deformation process are difficult to achieve effective observation due to closed Dewar structure, which becomes the main bottleneck to understand the physical mechanism of current carrying capacity decline for superconducting material due to its deformation. To this end, direct cooling method was adopted by using commercial GM refrigerator, and the lowest 6.59K sample temperature was obtained. PID temperature control was used to realize sample temperature precise control from 6.59K to 300K, with 0.1K temperature control precision. External loading device was adopted to realize quasi-static tension of specimen by mechanical transmission, and the maximum tensile strain can reach 20%. A high temperature superconducting wire was designed, by using refrigerator cold head, direct cooling was realized, based on which, the maximum input current is reached up to 600A in closed Dewar container. Finally, an optical observation window with 50mm diameter is set on Dewar flask. By using magneto optical method, in situ observation of electromagnetic properties of superconducting material is realized.

Keywords: high temperature superconducting tapes; multi-fields coupling; measurement system