

# 大型低温重力波望遠鏡用低温設備の開発 (6)

## - KAGRA 用クライオスタット冷却性能試験 -

### Development of Cryogenic System for Large-scale Cryogenic Gravitational wave Telescope (6)

#### - Results of Performance Test of the KAGRA Cryostats -

東谷 千比呂 (東大); 木村 誠宏, 鈴木 敏一, 小池 重明, 久米 達哉 (KEK);

榑原 裕介, 山元 一広, 陳たん, 内山 隆, 大橋 正健 (東大)

Chihiro Tokoku (ICRR); Nobuhiro Kimura, Toshikazu Suzuki, Shigeaki Koike, Tatsuya Kume (KEK);

Yusuke Sakakibara, Chen Dan, Takashi Uchiyama, Masatake Ohashi (ICRR)

E-mail: tokoku@icrr.u-tokyo.ac.jp

#### 1. はじめに

大型低温重力波望遠鏡(KAGRA)は、干渉計の要である鏡を 20 K まで冷やすことで熱雑音を低減して目標感度の達成を目指す。クライオスタット 1 台につき低振動冷凍機ユニット 4 台を使用し、輻射と伝導で鏡を冷やすとともに、伝導経路を伝わってくる冷凍機や地面からの振動を地盤振動以下に低減する。本講演では、2013 年春に実施された KAGRA クライオスタットの冷却性能試験について報告する。なお、本実験は(株)東芝の京浜事業所で行われた。

#### 2. クライオスタットの仕様

クライオスタットの概要図を Fig. 1 に示す。高さ 4.3 m、直径 2.6 m、総重量約 11000 kg で、2 重シールドの中に鏡を懸架する構造となっている。インナーシールドは主に輻射による鏡の初期冷却促進に寄与するほか、干渉計からの散乱光で生じる熱を吸収する。インナーシールド内壁にはダイヤモンド・ライク・カーボン(DLC)加工を施した板を取り付けている。アウターシールドはインナーシールドの輻射シールドとして機能する。シールドはアルミニウム 6000 番台(構造材)および 1000 番台(壁材)で構成され、重量はインナーシールドが約 460 kg、アウターシールドが約 590 kg である。これらのシールドはベスペル®製の支持材により真空容器内壁から支持されている。クライオスタットには 4 台の低振動冷凍機ユニット [1] が接続され、2 段式冷凍機の第 2 段コールドヘッドに接続された計 4 系統の伝導冷却路のうち 2 系統でインナーシールドを、熱的に独立した別の 2 系統で鏡を冷やす。また第 1 段コールドヘッドに接続された計 4 系統の伝導冷却路を使ってアウターシールドを冷やす。冷却能力の設計値について、運転温度はインナーシールドが 10 K 以下、アウターシールドが 90 K 以下、また鏡へのヒートリンク接続部に熱負荷各 2 W を与えた時その接続部において 8 K 以下、である。この運転温度におけるクライオスタット内の目標真空度は  $10^{-7}$  Pa 以下である。

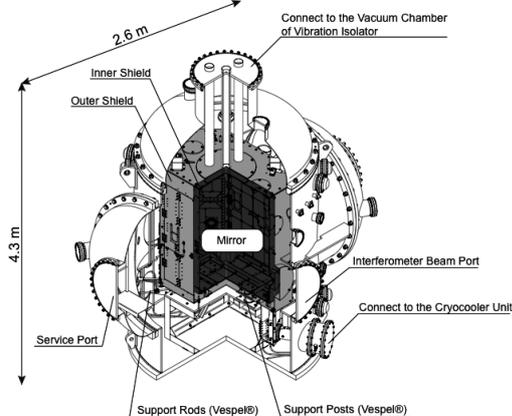


Fig. 1 Section view of the cryostat

#### 3. 試験概要

冷却性能試験では、クライオスタット内各所に設置した温度計により各所の最低到達温度を測定し、また散乱光による

熱負荷に相当する熱をインナーシールドおよび鏡のヒートリンク接続部へ与えて温度応答を調べた。このほか、インナーシールド内壁からの輻射による鏡の初期冷却効果実証試験[2]や、運転温度におけるインナーシールドの振動測定試験を行った。

#### 4. 試験結果

クライオスタットの初期冷却には 2 週間を要した。Fig. 2 に各部の典型的な冷却曲線を示す。インナーシールドの温度降下は事前の熱設計シミュレーションによる予想とほぼ一致した。またヒータによる熱負荷試験で得られた温度応答曲線 Fig. 3 は実際の運転時に熱流入量を見積もる指標にもなる。

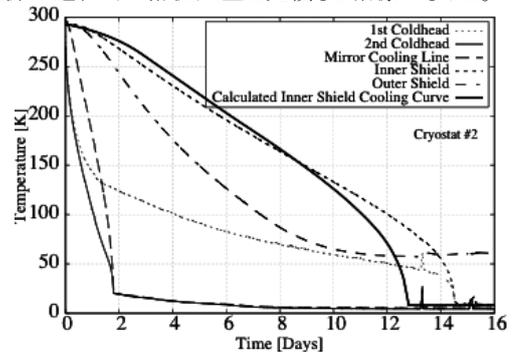


Fig. 2 Typical cooling curves of the cryostat

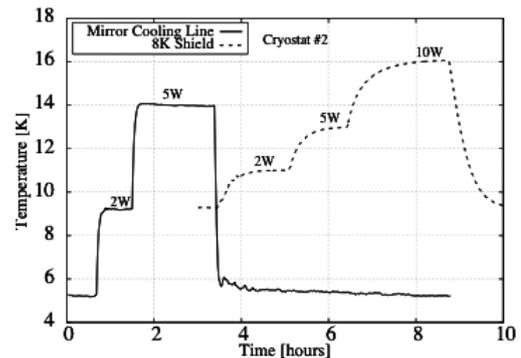


Fig. 3 Typical temperature responses to the input heat load at the mirror cooling line and 8K shield

#### 5. 結論

KAGRA クライオスタット 4 台について製造が完了し、冷却性能試験が実施され、4 台とも設計値をほぼ満たすことが確認された。

#### 参考文献

1. C. Tokoku, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.232
2. Y. Sakakibara, et al.: Proceedings of CEC/ICMC 2013 Conference, (2013) in press.

# パイプ型シールドを用いた輻射シールド開口からの熱輻射低減の研究

## Studies about reduction of thermal radiation through holes on a radiation shield using a pipe-shaped shield

榊原 裕介, 山元 一広, 高橋 竜太郎, 東谷 千比呂, 黒田 和明 (東大);

木村 誠宏, 鈴木 敏一, 小池 重明, 齊藤 芳男 (KEK); 阿久津 智忠 (国立天文台)

SAKAKIBARA Yusuke, YAMAMOTO Kazuhiro, TAKAHASHI Ryutarō, TOKOKU Chihiro, KURODA Kazuaki(UT);

KIMURA Nobuhiro, SUZUKI Toshikazu, KOIKE Shigeaki, SAITO Yoshio(KEK), AKUTSU Tomotada(NAOJ)

E-mail: ysakaki@icrr.u-tokyo.ac.jp

### 1 はじめに

大型低温重力波望遠鏡 KAGRA は、レーザー干渉計を用いて重力波検出を目指す。ビームダクト、防振装置は常温のまま、鏡とその懸架系のみを冷却する。Fig. 1のように、冷却すべき鏡 (TM: Test Mass, 20 K) は2重の輻射シールドで囲まれるが、主レーザー光線のための穴が必要である。一方、鏡が吸収可能な熱量は限られており、穴からの熱放射の低減が必要である。この熱放射を低減する方法として、ダクトシールドと呼ばれるパイプ型のシールドを用いる方法がある。今回は、KAGRA のダクトシールド実証機において、入熱量の測定を行った。

ダクトシールドは、鏡に近い部分に置かれるため、鏡で散乱した主レーザー光が、ダクトシールドで反射され、一部が主レーザーに再結合しノイズ (散乱光雑音) の原因となる。そこで今回は、散乱光量、ダクトシールドの振動の測定も行ったので併せて報告する。

### 2 ダクトシールドの設計

ダクトシールドは、まず、常温部分を見込む立体角を減らすことで熱放射の低減が可能である。さらに、ドーナツ形状の円板 (バップル) を入れることで、熱放射を何度も反射させ、さらなる低減が可能である [1, 2]。今回実験を行ったダクトシールドは、光線追跡によって熱放射の計算を行い、入熱を小さくするようバップル位置の最適化を行って設計している。この計算によると、ダクトシールドによって入熱を 3 桁低減することが可能である。

### 3 入熱測定

#### 3.1 方法

ダクトシールドを通過する熱放射量を測定するため、2枚のアルミ円板を、Fig. 2のようにシールド両端に吊るした。円板1は常温まで温められ、常温の熱放射を放出する。シールドを通過した熱放射を、円板2が吸収するので、その温度上昇から入熱の測定を行う。アルミ円板の熱放射率、吸収率を上げるため、両円板の内側の面に黒化処理 (ソルブラック®、旭プレジジョン) を施した。両円板には、それぞれ温度計、ヒーターを取り付けた。

ダクトシールド冷却後、以下のように測定を行った。

1. 円板1をヒーターにより常温まで昇温
2. 円板2が一定温度  $T_{eq}$  になるまで円板1を常温に保つ
3. 円板1のヒーターを切り、両円板を冷却
4. 円板2のヒーターのパワーを調節し、円板2が  $T_{eq}$  になるようなパワーを得る。このパワーから入熱量を求めることができる。

事前に、シールド壁面 (CP 処理したアルミ) やソルブラックの熱放射率を推定するため、サンプルを作成し、波長  $10 \mu\text{m}$ 、低温における反射率測定を行った。この測定方法は [1] に示されている。その結果、CP 処理したアルミの反射率は  $0.94 \pm 0.02$ 、ソルブラックは  $0.3 \pm 0.1$  であり、温度依存性は見られなかった。本実験の解析にはこの値を用いた。

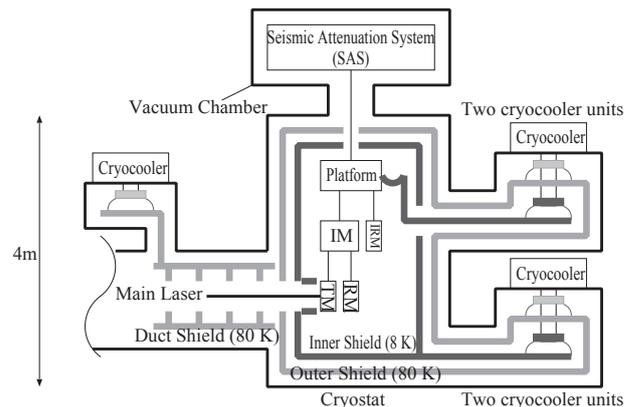


Fig.1 Schematic diagram of the KAGRA's cooling system. The mirror represented by TM is suspended from seismic attenuation system (SAS). Duct shields can reduce 300 K thermal radiation through holes on double radiation shields.

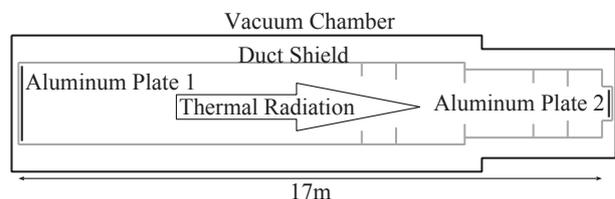


Fig.2 Schematic diagram of the experimental setup.

#### 3.2 結果

ダクトシールドを通過する熱放射量は、誤差の範囲内で計算と一致し、入熱の 3 桁低減が実証された。

### 4 結論

本実験結果によると、クライオスタット内に約 0.1 W (ダクトシールド 1 本あたり) の入熱があり、このうち約 0.01 W が鏡に吸収される。一方 KAGRA では、鏡から、主レーザーによる入熱を含め 1 W を排熱するよう設計している。そのため、ダクトシールドを通過する熱放射量は、KAGRA の要求を満たしている。現在、散乱光雑音の見地から改良を加えたダクトシールドを製造中であり、同様の測定を計画している。

#### 参考文献

- [1] Y. Sakakibara, et al.: J. Cryo. Soc. Jpn, Vol. 46 (2011) 434-440.
- [2] Y. Sakakibara, et al.: Class. Quantum Grav, 29, (2012) 205019.

# 超伝導マグネットに適用する平板状ヒートパイプの低温動作特性

## Characteristics of cryogenic flat-plate heat pipes for superconducting magnets

夏目 恭平, 三戸 利行, 柳 長門 (NIFS); 寺崎 義朗 (総研大)

NATSUME Kyohei, MITO Toshiyuki, YANAGI Nagato (NIFS); TERAZAKI Yoshiro (SOKENDAI)

E-mail: natsume@nifs.ac.jp

### 1. はじめに

高温超伝導マグネットの冷却システムに適用可能な低温で動作する平板状自励振動式ヒートパイプ(OHP)の開発を行っている<sup>1),2)</sup>。平板状OHPの低温動作特性を調査するために、GM 冷凍機と放射シールドを備えた真空クライオスタットを準備し実験を行った。厚さ5 mm、幅95 mm、長さ225 mmのステンレス製OHPを製作し、作動流体として水素、ネオン、窒素を用いて実験を行った。ヒーター入熱量と作動流体封入量を変化させ、OHP内の圧力振動の観測及び各部の温度を測定することによって最適な動作条件を調べた。

### 2. 平板状自励振動式ヒートパイプ(OHP)

OHPは細いパイプを何重にも折り曲げた形状の流路を持つ熱輸送機器である。OHPに作動流体を気液混合状態になるよう適量封入し、両端を加熱・冷却すると、蒸発・凝縮を伴う圧力変化が振動流を駆動し、潜熱と顕熱によって熱を素早く輸送する<sup>3)</sup>。Fig. 1に開発した平板状OHPの概念図を示す。2枚のステンレス板にヒートパイプ流路となる溝を加工し、その上下面に板を積層して4枚の板全体を接合することで立体的な流路を構成している。

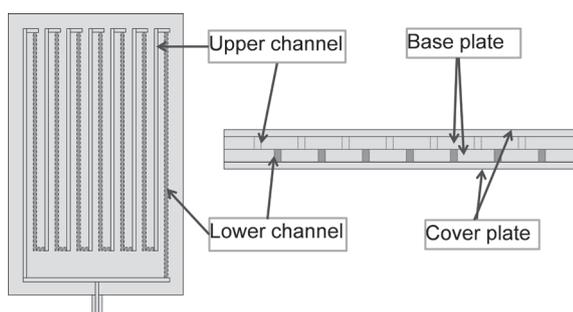


Fig. 1 Design concept of a flat-plate OHP.

### 3. 実験方法

OHPを断熱真空容器内に設置し、冷凍機とフォイルヒーターをOHPの両端にそれぞれ冷却部と加熱部として接続する。OHPの流路はバルブを介して室温部にあるバッファータンク及び各種ガスボンベと接続している。作動流体の封入量は、バッファータンクとOHPの容積、温度、流体の気液体積比によって決定され、バッファータンク内の封入圧力を操作することによって調節される。OHPの熱輸送特性はヒーター入熱量及び加熱部と冷却部の温度差を測定することによって、実効的な熱伝導率で評価される。

### 4. 実験結果と考察

Fig. 2は平板状OHPの動作時に観測される典型的な圧力振動の例であり、水素を液体封入率として25%封入している。上図を時間的に拡大したものが下図に示されている。この場合、振動数は約0.1-0.2 Hz、振幅は~0.5 kPaであることがわかる。OHPの動作と共に現れるこのような振動は、作動流体や実験条件によって様々に変化する。

Fig. 3にネオンを液体封入率約50%で封入した平板状OHPの実験データを示す。上から凝縮部(冷却部)と蒸発部

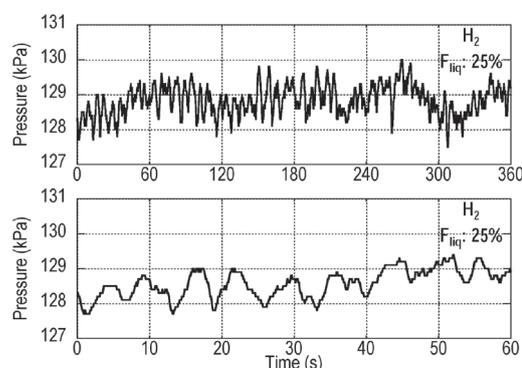


Fig. 2 Typical pressure oscillation of a flat-plate OHP

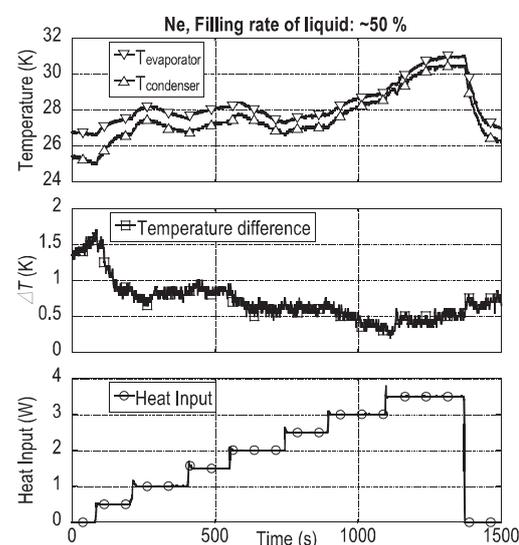


Fig. 3 Temperature data of a flat-plate OHP experiment with heat input using Ne as the working fluid of ~50% in the liquid filling rate.

(加熱部)の温度、その凝縮部と蒸発部との温度差、ヒーター入熱量をそれぞれ表している。ヒーター入熱する前の温度差は1.5 Kを示しているが、入熱すると下がり、入熱量を増やしても1 K以内に収まっているのがわかる。これは入熱によってOHPの動作が激しくなり、熱輸送特性が増加するためだと考えられる。しかし、同条件で液体封入率のみを25%にした場合、3 Wの入熱で温度差が上昇し始めた。OHP内の液が枯渇し始めたためだと考えられる。

講演では、液体封入率や入熱量を変化させた時の圧力振動と温度差の振る舞いについて報告し、議論する。

### 参考文献

1. T. MITO et al., Abstract of CSSJ Conference, Vol. 86, (2012), 1B-a04, p. 21
2. K. NATSUME et al., Abstract of CSSJ Conference, Vol. 86, (2012), 1B-a05, p. 22
3. D.A. Reay, P.A. Kew, Heat Pipes -theory, design and applications-, fifth ed., Butterworth-Heinemann, 2006.

## 二重管式極低温サーモサイフォン型ヒートパイプの熱輸送特性

### Study on Heat Transfer Characteristics in Double Pipe Cryogenic Thermosyphon Heat Pipe

井上 祥太郎, 安齋 裕貴, 岡村 哲至(東工大)

INOUE Shotaro, ANZAI Hirotaka, OKAMURA Tetsuji (Tokyo Tech)

E-mail: inoue.s.ao@m.titech.ac.jp

#### 1. はじめに

今日、ヒートパイプはその高い熱輸送能力から、電子機器内部の冷却用伝熱素子を中心とした用途に大量に用いられている。超電導機器の冷却にヒートパイプの利用が可能となることで、極低温冷媒の効率的な利用及び、極低温領域においても高効率な熱伝達が可能となる。過去の研究において、極低温冷媒として窒素やヘリウムを用いたサーモサイフォン型のヒートパイプを試作し、熱輸送試験を行った結果、単純な円管ではサーモサイフォン特有の熱輸送限界であるフラドディング限界によって熱輸送性能が制限されることが明らかになっている<sup>[1,2]</sup>。本研究では、そのフラドディングによる問題を解決するため、断熱部を二重管にしたサーモサイフォンを二種類試作し、その熱輸送限界量について調べた。

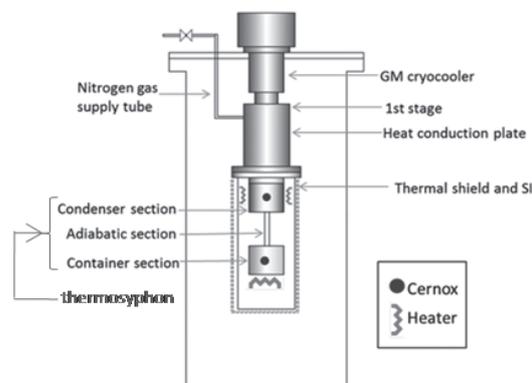


Fig.1 Experimental apparatus

#### 2. 実験方法

Fig.1 に実験装置の概略図を示す。真空容器内に冷凍機と接続されたサーモサイフォンを配置し、液貯部に液体窒素を貯める。温度コントローラーと冷凍機を用いて凝縮部温度を一定に保ち、液貯部底面に取り付けられたヒーターから液貯部に一定量の熱を入力し続け、液貯部温度を記録する。サーモサイフォン内では液貯部で窒素の蒸発が起こり、同時に凝縮部では窒素の凝縮が行われる。凝縮した窒素は断熱部を通り液貯部に戻る。断熱部に単管を用いた過去の研究により、一定量以上の熱が入力された時、断熱部中で上昇する気体が、壁面を伝い落下してくる液体を吹き上げることで液貯部液量が徐々に減少し、やがて空焚きになることで液貯部温度が急上昇するフラドディング現象の発生が確認されている。

Fig.2 は気液の流路の分離を行うことでフラドディング現象の発生を抑止するための二重管構造の断熱部を描いた模式図である。どちらの層を気体、液体の流路とするかによって、二種類の構造が考えられる。本実験ではこれら両者の断熱部を持つサーモサイフォンを試作し、上記の実験を行った。

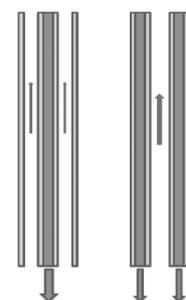


Fig.2 Two types of adiabatic section

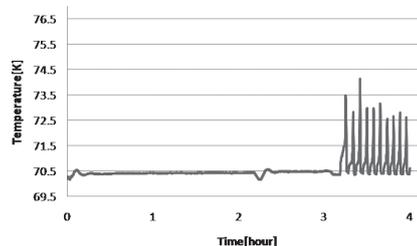


Fig.3 Temperature change at container section (gas flows through outer pipe) at 19.8W heat input

#### 3. 実験結果

Fig.3 に、気体が二重管状の断熱部の外管を通過する方式のサーモサイフォンを用いたとき、Fig.4 に気体が二重管状の断熱部の内管を通過する方式のサーモサイフォンを用い、液貯部に一定量の熱を加え続けたときの液貯部温度の時間変化を示す。

凝縮部を 70K に設定した試験において、外管を気体が上昇する方式のサーモサイフォンにおいて 19.5W 以下の熱量を入力した場合、温度の変化は見られず、正常な熱輸送が行われた。しかし、それ以上の入熱があった場合 Fig.3 に示された結果に表わされている温度の振動が見られた。内管を気体が上昇する方式のサーモサイフォンにおいては、熱入力量が 16.5W 以下の場合では温度の上昇がない正常な熱輸送が行われているが、それ以上の入熱が存在した場合には入熱開始と同時に温度の上昇が発生するといった結果が得られた。

過去の研究より、断熱部が内径 4mm の単純な管であり、10W 以上の熱を入力したとき、入熱量に応じた時間が経過したとき例外なくフラドディング現象による液貯部温度の上昇が見られた<sup>[1]</sup>。一方で、今回の実験結果においては両者において熱輸送障害の発生はそれよりはるかに高い入熱量において確認され、フラドディング現象による熱輸送の改善と、新たな原因による熱輸送限界の存在が示唆された。

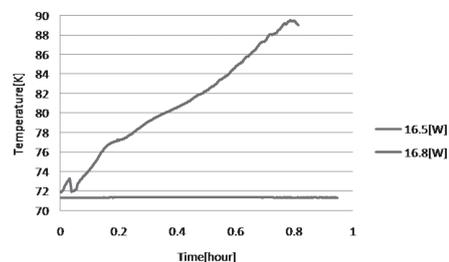


Fig.4 Temperature change at container section (gas flows through inner pipe) at 16.5-16.8W heat input

#### 参考文献

1. M.Sugimoto, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 85 (2011) p.116
2. K.Yamada et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 81 (2009) p.63

# 高温超電導ケーブル用ブレイトン冷凍システムの開発

## — 初期冷却試験結果 —

### Development of turbo-brayton refrigeration system for high-temperature super conducting cable

大野 隆介, 植田 翔太, 小松 峻介, 仲村 直子, 米田 昌生, 工藤 瑞生, 矢口 広晴, 町田 明登(前川製作所);  
本庄 昇一(東京電力);

ONO Ryusuke, UEDA Shota, KOMATSU Shunsuke, NAKAMURA Naoko, KOMEDA Masao,  
KUDO Mizuo, YAGUCHI Hiroharu, MACHIDA Akito (Mayekawa Mfg.), HONJO Shoichi (Tokyo Electric Power Company);  
E-mail: ryusuke-ono@mayekawa.co.jp

#### 1. はじめに

高温超電導ケーブルは大容量低損失送電のメリットを生かし、次世代送電ケーブルとして実用化が期待されている。2007年度よりNEDO「高温超電導ケーブル実証プロジェクト」が実施されており、昨年10月末より超電導ケーブルを実系統に接続し実証試験を行っている [1]。実系統運転では、これまでの実績を優先し冷凍能力 1kW のスターリング冷凍機を6台採用しているが、超電導ケーブルの実用化を考慮すると大容量・高効率の冷凍システムの開発が必要である。

そこで2011年より、大容量化、高効率化を目的としたブレイトンサイクル冷凍機の開発に着手し、ネオン(Ne)を冷媒とする5kW級冷凍機を開発中である。これまでターボ圧縮機・膨張機を開発を中心に、本年度は冷凍機単体試験及び超電導ケーブル冷却を模擬した液体窒素(LN2)冷却設備を設置し、Ne冷凍機によるLN2循環冷却を開始した。本報では、LN2循環システムの紹介と初期冷却について報告する。

#### 2. 液体窒素循環システム概要

超電導ケーブル用冷凍システムのフロー図を fig.1 に示す。冷凍機は Ne を冷媒とするターボブレイトンサイクルとした。開発したブレイトン冷凍機は実証試験で採用している蓄冷式のスターリング冷凍機に比べ熱交換器の大型化が容易であり、Table 1 に示すように能力、保守ともに優れている。LN2 循環装置は、リザーバタンク、ポンプ(1台予備)、流量計、模擬ヒータからなり、ポンプは予備機を設け、故障時にも切替可能な構造とした。リザーバタンクに貯液した LN2 は、ポンプで昇圧され、LN2クーラー(Hex2)で過冷却となり模擬ヒータを経てリザーバタンクに戻る。LN2 の圧力、温度、流量条件は超電導ケーブルの実運用を想定し実証試験同様とした。

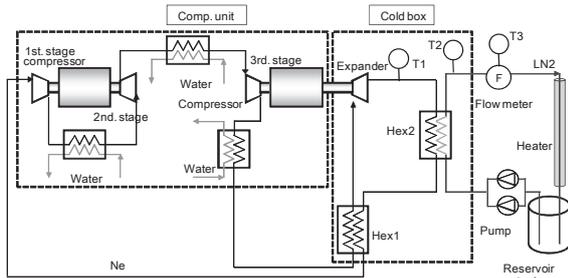


fig.1 Schematic of cooling system

Table 1 Specifications and test conditions

		HTS demonstration under actual power grid	Pre-performed test
Type		Stirling refrigerator	Brayton refrigerator (Target)
Ref.	Cooling capacity	850 W	5,000 W
	COP	0.05	0.1
	Maintenance interval	8,000 hour	30,000 hour
LN2 condition	Pressure		200 kPaG
	Flow rate		40 L/min
	Temperature		67 - 80 K

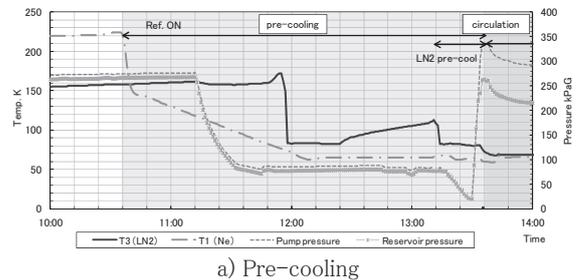
#### 3. 初期冷却

##### 1) 予冷

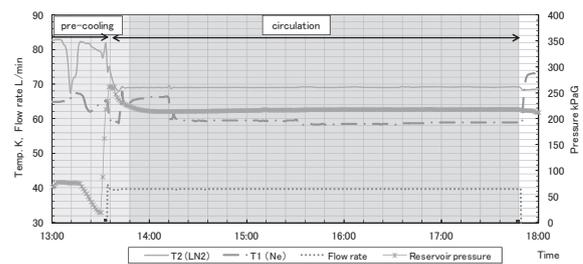
まずリザーバタンク内に貯液した LN2 の蒸発ガスを利用し、機器や配管の予冷を行う。並行して、冷凍機の運転を行い LN2クーラー(Hex2)を冷却することで、予冷の効率化を図った。fig.2a)に予冷中の系内温度・圧力を示す。冷凍機予冷運転は膨張器出口温度(T1)を 65K まで冷却する。LN2 配管内は、リザーバタンクから蒸発ガスを圧送させ流量計内温度(T3)が約 80K まで冷却されたら循環運転に移行する。LN2クーラー(Hex2)を十分冷却することで LN2 配管の予冷時間の短縮及び LN2 消費量を抑えた。

##### 2) 循環運転

予冷完了後、リザーバタンクを約 250kPaG まで加圧し、過冷却度を確保してからポンプを起動し LN2 循環運転を開始する。fig.2b)に系内温度・圧力・LN2 流量を示す。LN2 循環中は冷凍機運転制御により LN2クーラー出口温度(T2)を 69K に制御する。ポンプ起動後速やかに所定流量に到達し、温度・圧力共に安定しており、現状の実証試験設備よりも短時間で初期冷却を完了できた。



a) Pre-cooling



b) LN2 circulation  
fig.2 Initial cooling

#### 5. おわりに

超電導ケーブル実用化を目指しブレイトン冷凍システムを開発し、超電導ケーブル連系前の運転確認として初期冷却の健全性を確認した。今後はシステムの性能及び負荷変動に対する制御特性など検証していく。

本研究は、「高温超電導ケーブル実証プロジェクト」として、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) から委託を受けて実施したものである。

#### 参考文献

1. R. Ono, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 87 p.160(2013)

## J-PARC における SKS 冷凍システムの 5 年間の運転実績

### Five year operation of the SKS cryogenic system in the J-PARC

青木 香苗, 高橋 俊行, 岩崎 るり, 鈴木 祥仁, 荒岡 修, 楨田 康博(KEK)

AOKI Kanae, TAKAHASHI Toshiyuki, IWASAKI Ruri, SUZUKI Shoji, ARAOKA Osamu, MAKIDA Yasuhiro (KEK)

E-mail: kanae.aoki@kek.jp

#### 1. はじめに

SKS(超伝導K中間子測定施設)は浸漬冷却法を採用した超伝導双極電磁石とGM-JT 冷凍機 3 台を中心とした冷凍システムである。つくば KEK から 2009 年に東海村 J-PARC ハドロンホールに改造・移設後、東日本大震災によって架台部分を破損し架台とヨークにずれが生じたが、再び冷凍運転を行うことに成功し、設置角度の精度が十分に出来ないまま原子核実験に利用されてきた[1]。この架台部分の破損を回復し、地震に対してさらに耐性のある装置とするため、ハドロンホール内の改造移設を 2013 年度中に行うことが計画され、一部の工事が終了したところで、2013 年 5 月 23 日にハドロンホールの放射性物質漏えい事故が起き、現在は運転を停止、室温まで昇温した状態である。Fig.1 に運転状況を示す。

#### 2. J-PARC 移設から東日本大震災までの運転

小型冷凍機類本体の保守は 10000 時間に 1 回が推奨されているが、移設時には予算の関係で冷凍機本体の代替品をすべて揃えることができず、保守時に取り外した冷凍機本体を工場に持ち帰ってメンテナンスを行い、再設置したのもあった。そのため、この間の電磁石温度が上がり過ぎて 100 K を超え、液体窒素からの冷却もせざるを得ない場合があった。これに関しては徐々に冷凍機本体の代替品を揃えていった。

また、冷却水に関しても、当初はハドロンホール施設冷却水をそのまま使用していたが、2010 年度後半に新たにチラーをつくば KEK から整備移設した。

同じく 2010 年後半には、年に数回の J-PARC 全体の計画停電に備えて、外部に発電機を取り付けて電源とするための設備が完成した。

この間の主なトラブルとしては以下のようなものがあった。

- 1). 保守時の昇温で液体窒素冷却を行った際に、ヘリウム容器内に液体窒素が溜まってしまった。
- 2). 移設前の 1991 年ころから使用していたシールド冷凍機の本体表面に亀裂が入り、低圧側リーク発生のため運転停止。シールド冷凍機本体代替品を準備中だったので、その完成を待ち交換後再冷却。

#### 3. 東日本大震災後から放射線漏えい事故までの運転

東日本大震災による被災状況は、SKS 全体の移動、SUS 架台とその上部のヨーク部分とのずれ、最下部架台部分のボルト破損であった。しかし冷却機能には損傷がなく、その後の再冷却・励磁試験に成功した。再運転の時点でハドロンホール施設冷却水はまだ使用不可だったが、震災直前に移設しておいたチラーから冷却水の供給が行えたので圧縮機、及び超伝導電磁石運転が可能となった。

2012 年の計画停電時には 2010 年後半に設置した電源切り替え設備により、商業用電源と発電機を切り替えることにより、冷凍機停止の時間を切り替え時のみとすることが可能となった。このため、停電による液体ヘリウムの減少はなかった。

この間の主なトラブルは、以下のようなものがあった。

- 1). シールド冷凍機において、外部の K1.8 測定機械室の圧縮機からハドロンホール内の冷凍機本体にわたるフレキシブルホースに錆によるリークが発生。
- 2). 真空ポンプ移動作業の際の振動で、真空容器の引き口についているバタフライ弁が動いて真空が悪化。

液体ヘリウムが蒸発した。その後、バタフライ弁が振動で動くことを確認した後封じ切って再冷却。

- 3). この再冷却の途中、GM-JT 冷凍機の 1 台の JT 弁が固定してある弁ごと回転して抜けてしまった。再度差し込んだが、最低温度が 5 K までしか下がらない。

#### 4. ハドロンホール内移設計画と準備

東日本大震災でずれが生じた SUS 架台とその上のヨークとのずれを解消し、さらに耐震改造を行うことを目的として解体、再組立てが立案された。ただし今後の実験の都合から、これまでの K1.8 ビームラインではなく K1.1 ビームラインに移すことになった。これまでの床上での移動方法は空気浮上式だったが、これをレール車輪方式に改造することになった。

K1.1 ビームライン床にレールを設置し、SUS 架台を新規製作することとなり、2013 年 4 月から 5 月に掛けて K1.1 ビームライン床にレールが施工された。予定では、2013 年 10 月から 12 月に掛けて SKS の解体、再組立てを行う予定であった。

#### 5. 放射線漏えい事故への対応

2013 年 5 月 23 日にハドロンホール放射線漏えい事故が起きた。この時、SKS 超伝導電磁石は定常状態だが励磁してはいなかった。ハドロンホール内は放射線量が高いので冷凍機停止はしばらく行わず、モニター及び web カメラで状態を監視していた。

7 月 3 日にスミア試験を行い、十分付近の放射線量が低くなっていることを確認後、翌 7 月 4 日に入域して全冷凍機を停止して液回収、自然昇温を行った。

この事故により、ハドロンホールには大規模な改修が必要となった。そのため、10 月から 12 月に予定されていた SKS の解体、再組立ては中止となった。現時点では、SUS 架台の製作のみ 2013 年度中に行い、SKS の解体、再組立ては 2015 年度に行うことが計画されている。

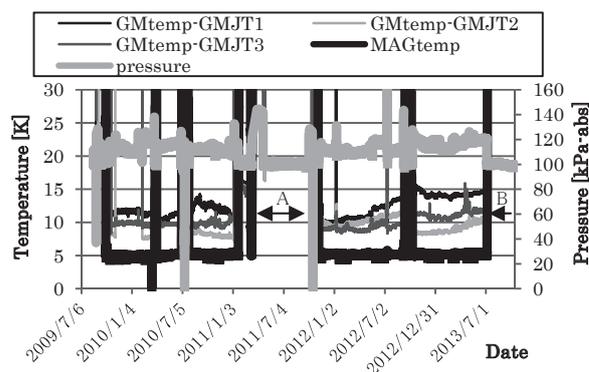


Fig.1 GM temperature of three GM-JTs and pressure of the system in a whole period

A period - shutdown by the earthquake

B period - shutdown by the radioactive material leak

#### 参考文献

1. K. Aoki, et al.: Proceedings of ICEC24-ICMC2012, (2013) p.497

# 超1GHz NMR 01:コイルおよびクライオスタットの液体窒素冷却

## 1GHz NMR 01: Cooling for Coil and Cryostat by liquid nitrogen

野口 隆志, 大木 忍, 端 健二郎, 後藤 敦, 松本 真治, 西島 元, 酒井 修二, 清水 禎(NIMS)  
 NOGUCHI Takashi, OHKI Shinobu, HASHI Kenjiro, GOTO Atsushi, MATSUMOTO Shinji, NISHIJIMA Gen,  
 SAKAI Syuji, SHIMIZU Tadashi(NIMS)  
 E-mail: NOGUCHI.Takashi@nims.go.jp

### 1. はじめに

2011年3月に被災した超1GHz NMR用超電導マグネットの復旧工事が完了し、液体窒素冷却を行った。過去、1GHz級同型 NMR 用超電導マグネットの予冷のための液体窒素冷却を6回ほど行ってきた。そのすべては、クライオスタットの傍に700L~1000Lの液体窒素容器を運んで交換しつつ液体窒素を送り込む方法を取ってきたが、今回は80m程の真空断熱配管の先に30m程度の液体窒素簡易断熱配管を取り付け、約100m離れたCEから直接液体供給を行った。その方法と冷却の過程経緯を報告する。

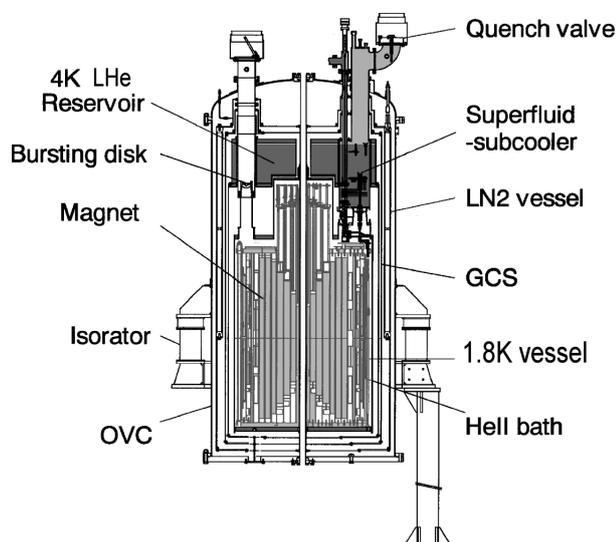


図1 同型システムの概略構造図

### 2. クライオの構造

4Kへの冷却対象は、超電導コイル約8ton、加圧超流動ヘリウム槽約1ton、4.2K大気圧ヘリウムのリザーバ約0.6ton、4Kシールド約0.1ton、その他副構造材を含めて総重量約10tonの超電導マグネットシステムである。超電導コイル容器は運転時に加圧超流動槽(1.8K槽)となる約1000Lの容器に内包されている。またほぼ大気圧で飽和した4Kの液体ヘリウムを貯液しておく約500Lのリザーバ(4K槽)と二槽構造となっている。

冷却ルートはHeII冷却器頭部にある常温アクセスポート(TH)から、4K/1.8K二槽のセパレータを貫通する断熱延長管を経由して、コイル下部とほぼ同位の加圧超流動槽の底へ向かう。1.8K槽最下部で放出された冷媒は、コイル群の最外表面と熱交換しながら1.8K槽上部すなわち4K槽下部のセパレータを通して途中の構造物を冷却しつつ、常温アクセスポートあるトップハット(TH)放出口から系外へ出てゆく。図1に同型加圧超流動超電導マグネットシステムの概略構造を示す。

### 3. 冷却条件

今回のヘリウム冷却のための予冷としての窒素冷却の課題は、窒素分を残留させること無く被冷却対象を80K程度まで冷却することおよび超電導コイル各部温度差( $\Delta T_{mag}$ )が

20K~30Kに納まるよう徐冷することである。過去は $\Delta T_{mag} < 50K$ で冷却していた。

### 4. 簡易断熱配管

NMRシステム設置場所から約100m離れたCEとクライオスタットを直結する配管として、既設配管から30m延長しなければならなかったため、ポリウレタンチューブを内管とする1本物のクロロプレンゴムの断熱層を持つ簡易断熱配管(図2)を開発した。これによって液体窒素容器の交換のための移送中断無しに、しかもCEの元圧制御とクライオ入り口バルブの制御のみで、長時間の無人冷却が可能となった。

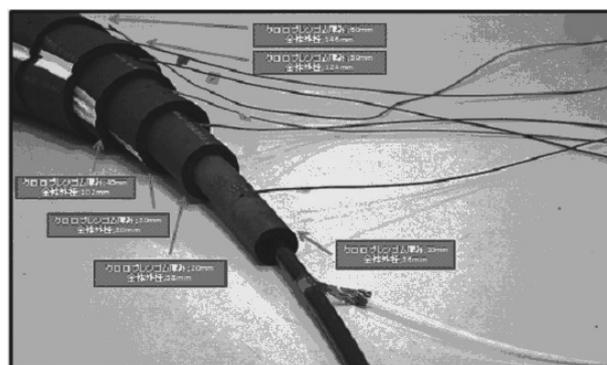


図2 約30mmの簡易断熱配管の断熱構造図

### 5. 冷却結果のまとめ

常温300Kから約2週間かけて、 $\Delta T_{mag} < 30K$ を維持しつつ、冷却対象を約80Kまで冷却した。従来の冷却は約6日以内に120Kまで冷却していたのに対し、倍以上の時間を掛けて各部温度差を押さえながら、かつ液体窒素を内部に残留させること無く冷却できた。主要温度80Kまでの冷却経緯を図3に示す。簡易断熱配管を用いてCEと直結したので、長時間一定流量を流し続けることが可能であった。

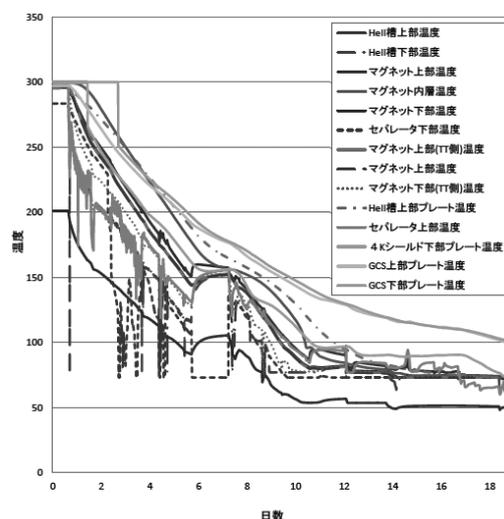


図3 300K 80Kの液体窒素による冷却過程

# 超1GHz NMR 02: コイルおよびクライオスタットの液体ヘリウム冷却

## 1GHz NMR 02: Cooling for Coil and Cryostat by liquid helium

野口 隆志, 大木 忍, 端 健二郎, 後藤 敦, 松本 真治, 西島 元, 酒井 修二, 清水 禎(NIMS)  
 NOGUUCHI Takashi, OHKI Shinobu, HASHI Kenjiro, GOTO Atsushi, MATSUMOTO Shinji, NISHIJIMA Gen,  
 SAKAI Syuji, SHIMIZU Tadashi(NIMS)  
 E-mail: NOGUUCHI.Takashi@nims.go.jp

### 1. はじめに

2011年3月に被災した超1GHz NMR 用超伝導マグネットの復旧工事が完了し、主要温度 80K までの液体窒素冷却に成功した。引き続き液体ヘリウムによる冷却を開始し、過去、6回ほど行ってきた同型 NMR 用超伝導マグネットの液体ヘリウム冷却に必要であった 6000L の使用量の低減を試みた。

液体窒素予冷温度を 100K から 80K へ下げたことで、液体ヘリウムの必要量も低減できることは事実だが、エンタルピー差分以上に、コイル表面との熱交換効率を良くすることを合わせ考えることとした。その方法と冷却の過程経緯を報告する。

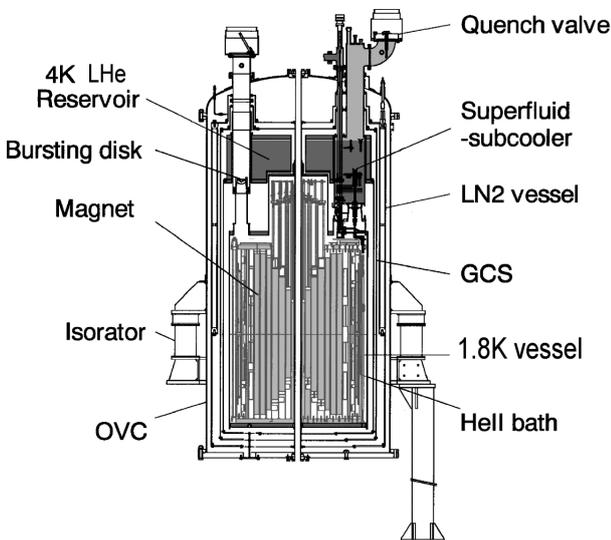


図1 同型システムの概略構造図

### 2. クライオの構造

4K への冷却対象は、超伝導コイル約 8ton、加圧超流動ヘリウム槽約 1ton、4.2K 大気圧ヘリウムのリザーバ約 0.6ton、4K シールド約 0.1ton、その他副構造材を含めて総重量約 10ton の超伝導マグネットシステムである。超伝導コイル容器は運転時に加圧超流動槽(1.8K 槽)となる約 1000L の容器に内包されている。またほぼ大気圧で飽和した 4K の液体ヘリウムを貯液しておく約 500L のリザーバ(4K 槽)と二槽構造となっている。

冷却ルートは液体窒素冷却と同じ経路を用いる。HeII 冷却器頭部にある常温アクセスポート(TH)から、4K/1.8K 二槽のセパレータを貫通する断熱延長管を経由して、コイル下部とはほぼ同位の加圧超流動槽の底へ向かう。1.8K 槽最下部で放出された冷媒は、コイル群の最外表面と熱交換しながら 1.8K 槽上部すなわち 4K 槽下部のセパレータを通して途中の構造物を冷却しつつ、常温アクセスポートあるトップハット(TH)放出口から系外へ出てゆく。図 1 に同型加圧超流動超伝導マグネットシステムの概略構造を示す。

### 3. 冷却条件

液体窒素冷却時の条件と同様、超伝導コイル各部温度差 ( $\Delta T_{mag}$ ) が 20K~30K に納まるよう徐冷することとした。この条件も過去は  $\Delta T_{mag} < 50K$  としていた。

### 4. 冷却結果のまとめ

液体窒素による予冷温度 80K から約1週間かけて、 $\Delta T_{mag} < 30K$  を維持しつつ、冷却対象を約4K まで冷却した。従来より時間を掛け、各部温度差を押さえながら冷却できた。主要温度 4K までの冷却経緯を図 3 に示す。リザーバーへの溜め込み 80%までの使用量は約 1500L の節約となった。

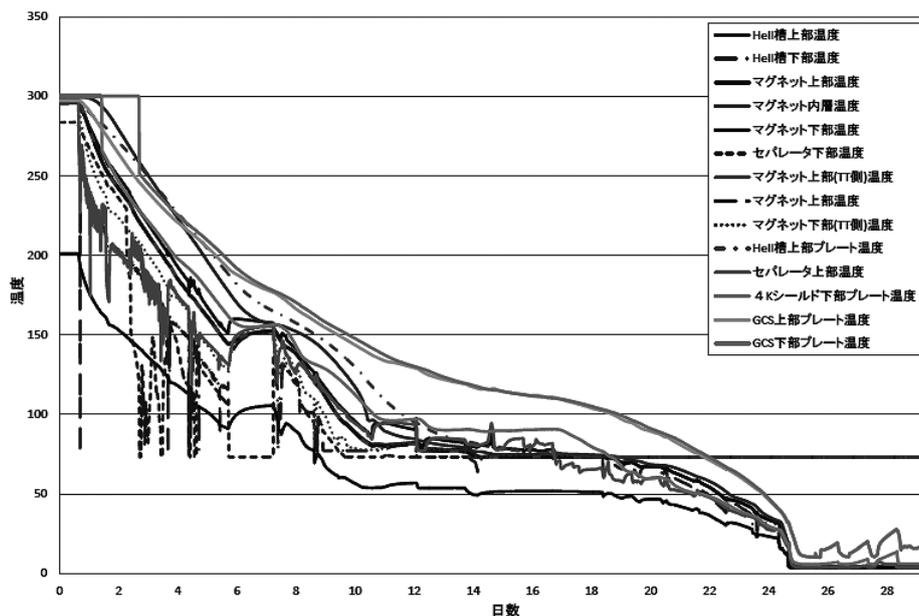


図3 300K 80K の液体窒素による冷却過程

# AeFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ae: Sr, Ba)単結晶のピン止め特性への組成の影響

Effect of composition on the pinning characteristics of AeFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ae: Sr, Ba) single crystals

筑本 知子, 田辺 圭一 (ISTEC); 小林達也, 宮坂茂樹, 田島節子 (阪大理)

CHIKUMOTO Noriko, TANABE Keiichi (ISTEC); KOBAYASHI Tatsuya, MIYASAKA Shigeki, TAJIMA Setsuko (Osaka Univ.)

E-mail: nchiku@isc.chubu.ac.jp

## 1. はじめに

鉄ニクタイト系高温超電導体のうち“122系”とよばれる AeFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ae: Ca, Sr, Ba) は 30K 前後の T<sub>c</sub> を有し、比較的合成が容易であることから、応用上注目されている材料である。122系は非ドーブでは超電導性を示さないため、AeのK置換、FeのCo置換、AsのP置換等により超電導化が広く行われている。今までの銅酸化物超電導体の研究から、元素置換はキャリアをドーブする一方で、電子の散乱中心となり超電導特性の低下をもたらす場合があることが知られている。

そこで、我々はこれまで、置換サイトによる影響の違いについて検討を行なうため、単結晶試料を作製し、臨界電流特性評価をおこなってきた。前回までは、Ae=Baの時の、FeのCo置換及びAsのP置換した単結晶について、その臨界電流特性が、置換元素によって大きく異なることを報告した。具体的にはCo置換試料においては、ピーク効果が観測されるのに対し、P置換においては、J<sub>c</sub>は磁場とともに単調減少した。これは、Co置換領域とP置換領域のピン止め機構が異なることを示唆する。本発表ではAe=Srの場合のP置換について報告し、Ae=Baとの比較を行う。

## 2. 実験方法

測定に用いた試料は Ba(Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (x = 0.06, 0.1, 0.15)、BaFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub>、SrFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub> の単結晶でフラックス法にて作製した。単結晶の組成分析は EPMA-WDS にて行った。用いた単結晶試料の組成と T<sub>c</sub> の値を Table 1 にまとめる。

磁化測定は SQUID 磁束計 (Quantum Design 社) を用いて、結晶の c 軸に平行に磁場を印加して行い、J<sub>c</sub> 値は磁化ヒステリシスの大きさからピンモデルを用いて算出した。

Table 1 Composition and T<sub>c</sub> values of single crystals

	Nominal x	Analyzed x	T <sub>c</sub> (K)
Ba(Fe <sub>1-x</sub> Co <sub>x</sub> ) <sub>2</sub> As <sub>2</sub>	0.06	0.044	12.5
	0.10	0.075	23.3
	0.15	0.116	12.2
BaFe <sub>2</sub> (As <sub>1-x</sub> P <sub>x</sub> ) <sub>2</sub>	0.35	0.35	28.8
SrFe <sub>2</sub> (As <sub>1-x</sub> P <sub>x</sub> ) <sub>2</sub>	0.35	0.28	32.9

## 3. 実験結果

Fig.1 に SrFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub> の臨界電流特性を示す。Ba系と異なり、温度を上げて行くと、高磁場にピーク効果が現れてきていることがわかる。

同様のピーク効果が Ba(Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> においても現れていることから、巨視的ピン止め力 F<sub>p</sub> のスケール解析をおこない、比較を行った。Fig.2(a), (b) にそれぞれの試料の F<sub>p</sub>/F<sub>p,max</sub> vs. b (= B<sub>a</sub>/B<sub>irr</sub>) をプロットする。Ba(Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> については、x=0.044 の試料で F<sub>p</sub> が最大となる b (b<sub>p</sub>) は約 0.25 であるのに対し、x=0.075, 0.116 の試料では b<sub>p</sub> ~ 0.44 となり、ピン止め機構が界面ピンから部分的に超電導臨界温度が低くなってそれがピン止め中心となる δ T<sub>c</sub> ピン止めに変化していると考えられる。一方、SrFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub> においては b<sub>p</sub> ~ 0.6 となっており、δ T<sub>c</sub> ピン止め機構が支配的になっていると考えられるが、温度上昇とともに、低磁場側の F<sub>p</sub>/F<sub>p,max</sub> の大きさが大きくなってきているため、高温においては、もう一つのピン止

め機構が効いてきていると考えられる。

以上のように、同じ 122 系でも、置換サイトあるいは Ae 元素の種類により、ピン止め機構が大きく変わることが明らかとなった。

## 4. 謝辞

本研究は日本学術振興会の最先端研究開発支援プログラムにより助成を受けて実施したものである。

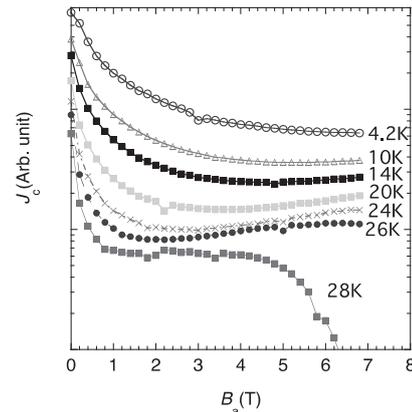


Fig. 1 Temperature dependence of J<sub>c</sub>-B curve measured for SrFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub>.

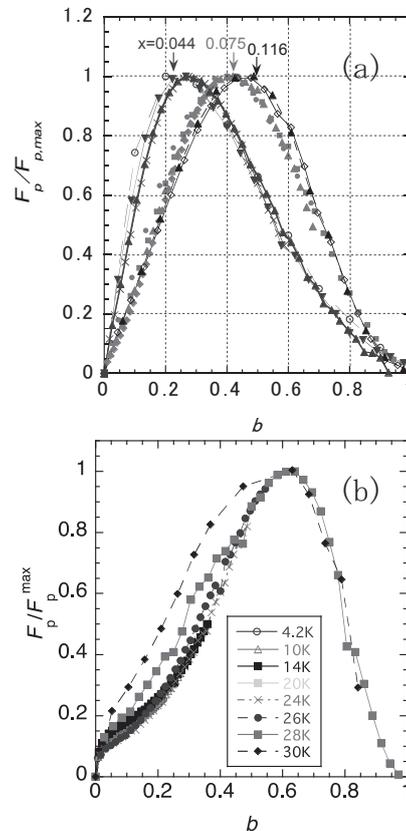


Fig.2 Plots of scaled volume pinning forces F<sub>p</sub>/F<sub>p,max</sub> versus reduced field b = B<sub>a</sub>/B<sub>irr</sub> for (a) Ba(Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (x: analyzed value), and (b) SrFe<sub>2</sub>(As<sub>0.65</sub>P<sub>0.35</sub>)<sub>2</sub>.

# 構造相変態 PIT 法による Fe(Te, Se)超電導テープの作製と特性評価

## Properties of Fe(Te, Se) superconducting tape fabricated by a chemical-transformation PIT process

井澤 宏輝, 水口 佳一, 三浦 大介(首都大); 高野 義彦(NIMS)

IZAWA Hiroki, MIZUGUCHI Yoshikazu, MIURA Osuke (TMU); TAKANO Yoshihiko (NIMS)

E-mail: izawa-hiroki@ed.tmu.ac.jp

### 1. はじめに

我々は、構造相変態 PIT 法を用いた Fe(Te, Se)線材の作製を行っている。本手法ではアニールにより鉄シースから鉄を線材コアへと供給し、ヘキサゴナル相  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})_{1.4}$  からテトラゴナル相  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})$  へとコアを相変態させる。アニール温度と相変態および超電導特性の間には明確な関係が見られた。本講演では、焼成条件を変化させた  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})$  テープ線材の超電導特性について最新の結果を報告する。

#### 〈問題点〉

従来の Fe(Te, Se)線材作成手法において問題点が2点挙げられる。

(1) Fe 拡散 in-situ PIT (Powder in tube) は鉄シース内部で、Se および Te とシースの Fe を反応させる線材作製プロセスであり、FeSe 線材においては比較的高い  $J_c$  を記録する一方、線材作製時に大きな void が発生する。さらに、Fe(Te, Se)線材においては、線材コアが FeSe と FeTe に分離してしまい超電導特性が著しく低下する[1]。

(2) ex-situ PIT では、線材コアとなる Fe(Se, Te) を、あらかじめ外部で合成し、Fe(Se, Te) をシースに詰めて線材化するプロセスである。この手法では void の発生を防ぐことが出来るが、熱処理段階で過剰鉄量が増加し、超電導特性が低下する[2]。従って、これらを改善する新たな作製手法の開発が望まれている。

#### 〈解決策・研究目的〉

これらの問題点を解決し、高性能な Fe(Se, Te)線材作製の為には、Se と Te の分離を防ぐと同時に、過剰鉄量を抑制する必要がある。そこで、我々は構造相変態 PIT 法を開発した。本手法は、六方晶構造を持つ  $\text{Fe}(\text{Se}, \text{Te})_{1+d}$  を鉄シース中で熱処理することにより、鉄シースから鉄を供給し、正方晶構造を持ち超電導特性を示す  $\text{Fe}(\text{Se}, \text{Te})$  へと構造相変態させ、熱処理条件を調節することにより過剰鉄の侵入を抑制する新しい線材作製プロセスである。

### 2. 実験方法

構造相変態法により  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})$  線材を作製した。線材コアの前駆体となる  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})_{1.4}$  を固相反応法、真空中、680°C で作製。Fe チューブに  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})_{1.4}$  を封入し、Fe キャップをして冷間圧延・平圧延を行う。圧延後、得られた線材切り分け再びガラス管に真空封入し、400~600°C でアニールを行う。アニールにより Fe シースからコアへ Fe を供給し、 $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})$  をコアとするテープ線材の作製を行った。

測定は、SQUID による磁化測定、4 端子法による  $\rho$ -T 測定、XRD による線材コアの X 線回折、光学顕微鏡によるテープ線材断面の観察を行う。

### 3. 実験結果と考察

XRD 測定結果を図1に示す。アニール温度の上昇に伴い段階的なテトラゴナル相への相変態が確認され、600°C のアニールにおいて完全に相変態が完了した。

図2に SQUID 測定による磁化の温度依存性を示す。アニール温度の上昇と共に超伝導特性が向上しており、図1に

おいて示した結果と一致する。しかし、相変態が完了した600°Cのアニールサンプルにおいては超電導特性の劣化が見られた。これは過剰アニールにより過剰鉄が線材コアへ侵入したためと思われる。

光学顕微鏡による線材コアの観察では目立った void は観察されず、密に詰まった線材コア確認した。

また4端子法  $\rho$ -T 測定において、525°C 3時間アニールした後200°C 2時間アニールしたテープコアにおいて、13K 付近での  $T_c^{\text{onset}}$  を観測した。しかし、シースを含めた測定では  $T_c^{\text{onset}}$  が観測されなかったことから、シース-コア間の結合改善が今後の課題となる。

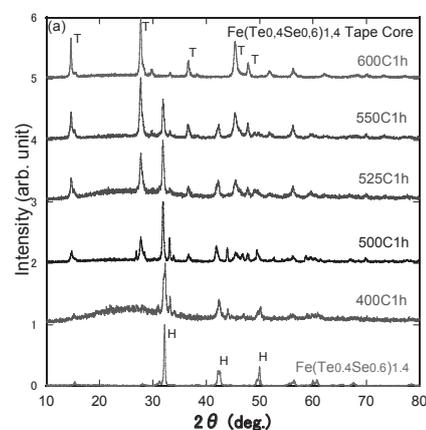


Fig. 1 XRD patterns for the  $\text{Fe}(\text{Te}_{0.4}\text{Se}_{0.6})_{1.4}$  precursor and powder inside  $\text{FeTe}_{0.4}\text{Se}_{0.6}$  tape annealed at 400–600 °C. The symbols of “T” and “H” indicate the peaks of the tetragonal phase and hexagonal phase, respectively.

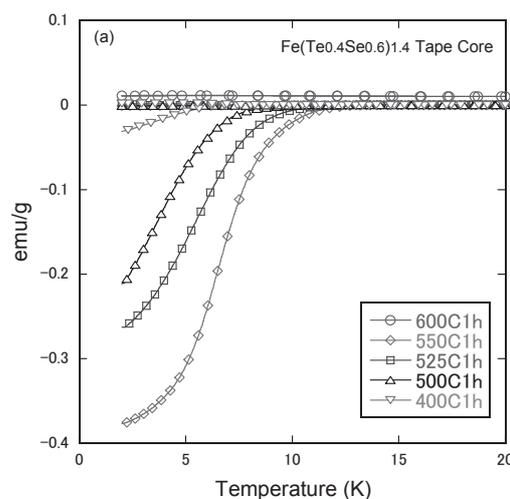


Fig. 2 Temperature dependence of zero-field-cooled (ZFC) and field-cooled (FC) magnetization of the obtained tapes core for  $T_a = 400\text{--}600^\circ\text{C}$  and kept for 1h.

#### 参考文献

1. T. Ozaki, et al.: SUST. 24 (2011) 105002
2. T. Ozaki, et al.: IEEE. 21 (2011) 2858

# Analysis of trapped fluxoids in FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin film deposited on a CaF<sub>2</sub> single crystalline substrate by scanning SQUID microscopy

金 グラシア, 井上 昌睦, 今村 和孝, 東川 甲平, 木須 隆暢 (九大);  
BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN Genova)

KIM Gracia, INOUE Masayoshi, IMAMURA Kazutaka, HIGASHIKAWA Kohei, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);  
BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN Genova)

E-mail: g.kim@super.ees.kyushu-u.ac.jp

## 1. Introduction

Though the behavior of fluxoids in a mesoscopic scale is one of the most important issues from both fundamental and engineering point of view, it is not yet well clarified in iron-based superconductors. In this study, we carried out direct observation of trapped fluxoids in FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> epitaxial thin film using by a scanning SQUID microscopy (SSM).

## 2. Experiment details

FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> epitaxial thin film was deposited on CaF<sub>2</sub> single crystalline substrate by a pulsed laser deposition method. Trapped fluxoids in the film were observed by using a  $\phi 10 \mu\text{m}$  pickup coil coupled with SQUID sensor which measures the perpendicular field to sample surface. In order to investigate the temperature dependence of trapped fluxoids, the sample temperature was controlled from 3.3 K to 16.5 K. The local critical temperature ( $T_c$ ) of the film was estimated to be 16.3 K where trapped vortices disappeared, whereas the 90% of resistive transition onset temperature was 17.4 K.

## 3. Results and discussion

Figure 1 shows the magnetic field distribution on FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin film at 3.3 K. Each white dots correspond to single fluxoid. From the magnetic field distribution of single fluxoid, we have estimated the in-plane magnetic penetration depth  $\lambda$  in single fluxoid. Figure 2 shows the comparison between the experimental results at 3.3 K and the theoretical calculation estimated from magnetic analysis [1]. The  $\lambda$  in the single fluxoid (A) in Fig.1 was 445 nm. From the temperature dependence measurements of single fluxoids, we obtained temperature dependence of  $\lambda$ . Figure 3 shows the temperature dependence of superconducting carrier density based on estimated magnetic penetration depth. The experimental results shows good agreement with analytical one (solid line) which is calculated by s+s- wave two-gap model [2]. The details of analysis on magnetic penetration depth and temperature dependence of carrier density will be discussed.

## Reference

1. R. B. Dinner et al., *Rev. of Scientific Instruments*, **76** (2005) 103702.
2. R. Khasanov et al., *Phys. Rev. B*, **78** (2008) 220510(R).

## Acknowledgement

This research was supported by the Strategic International Collaborative Research Program (SICORP), Japan Science and Technology Agency, as SUPER-IRON.

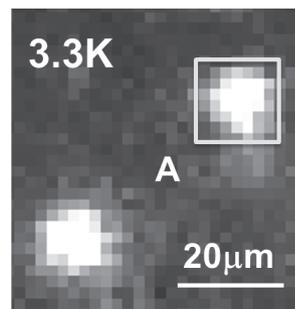


Fig. 1. Trapped fluxoids on FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin film at 3.3 K. The fluxoids was clearly observed.

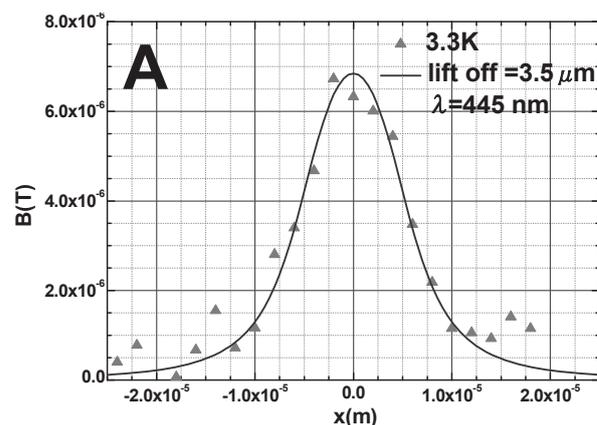


Fig. 2. Comparison between the in-plane magnetic signal of the single fluxoid (denoted A) and the theoretical calculation. The magnetic signal shows good agreement with the theoretical one.

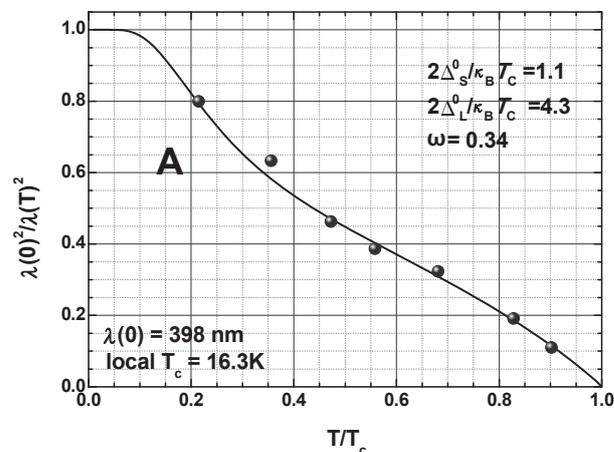


Fig. 3. Temperature dependence of superconducting carrier density in FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin film. Our data is well fitted with the multi-gap model.

# 冷間加工を適用した高臨界電流密度 Ba-122/Ag テープの作製

## High critical current density obtained in Ba-122/Ag tapes by cold deformation process

高召順, 戸叶一正, 松本明善, 熊倉浩明 (物材機構)

GAO Zhaoshun, TOGANO Kazumasa, MATSUMOTO Akiyoshi, KUMAKURA Hiroaki (NIMS)

E-mail: KUMAKURA.Hiroaki@nims.go.jp

### 1. Introduction

The recently discovered iron based superconductors of K-doped Ba(Sr)122 are most potentially useful for high field applications due to their high critical current temperature ( $T_c$ ) value of  $\sim 39$  K, upper critical field ( $H_{c2}$ ) of over 50 T and relatively small anisotropy. However, understanding how to further improve  $J_c$  in Ba(Sr)122 by process optimization is still quite limited because we still lack a clear picture about the relationships between processing, microstructure, and superconducting properties. An understanding of the influence of mechanical deformation on the microstructure and superconducting properties will accelerate the development of appropriate process and further improve the transport  $J_c$  of the Ba(Sr)122 wires. In this work, a comparative study was carried out between pressing and rolling mechanical processes. The variations in grain alignment, core density, microstructure and  $J_c$  in the tapes were systematically investigated. We found that the uniaxial cold pressing is very useful to achieve the practical level  $J_c$  in applied magnetic fields.

### 2. Samples and experiments

Ba122 tapes were fabricated by an *ex-situ* powder-in-tube (PIT) process. The details of fabrication process were described elsewhere [1]. The transport current  $J_c$  at 4.2 K and its magnetic field dependence were evaluated by standard four-probe method. Magnetic fields up to 12 T were applied parallel to the tape surface. We carried out mechanical polishing using emery paper and lapping paper, and then Ar ion polishing by cross section polisher to observe the surface morphologies of the tapes precisely. After the polishing, we performed scanning electron microscopy (SEM) observations using a SU-70 (Hitachi Co. Ltd.).

### 3. Experimental results and discussion

Fig. 1 presents the field dependent transport  $J_c$  of rolled and pressed tapes. The inset is the cross-section of the tape. The figure clearly shows that the transport  $J_c$  significantly increases when reducing the rolling thickness. The  $J_c$  achieved maximum value of  $4.5 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> at 10 T in the 0.26 mm thick tapes. However, it is worth noting that further improvement in  $J_c$  values was achieved by the application of uniaxial pressing. All pressed tapes show a very weak field dependence as observed in the rolled tapes and the  $J_c$  well over  $5.0 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> at 10 T, indicating that a high  $J_c$  is obtained with good reproducibility. At 4.2 K, the  $J_c$  reaches a high value of  $1.1 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> in 2 T, which exceeds the practical level of  $10^5$  A/cm<sup>2</sup>. The  $J_c$ - $H$  curve shows extremely small magnetic field dependence and keeps a high value of  $7.3 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> in 10 T. Even for the seven-filamentary tape, it still sustains a  $J_c$  as high as  $5.3 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> at 10 T. Those  $J_c$  values are the highest ever reported for the iron based superconducting wires so far, and highlight the importance of uniaxial pressing for enhancing the  $J_c$  of iron based superconductors.

Figure 2 exhibits the typical SEM images of the polished surface for the rolled and pressed tapes. The observation was carried out on the tape plane of the tapes. It can be seen that although the rolling can reduce the voids and improve the density of Ba122 core, the microstructures are still porous and quite inhomogeneous. On the contrary, the pressed tapes with higher hardness and  $J_c$  appeared to have a denser and uniform microstructure than the rolled tapes with lower hardness and  $J_c$ .

Generally, the higher the force in pressing is, the more uniform the microstructure becomes. Thus, the microstructure in pressed sample is denser and more uniform than that in rolled one. Microcracks transverse to the tapes axis was introduced by the flat rolling. But uniaxial pressing after rolling healed these transverse microcracks and introduced parallel microcracks as shown in Fig.2(d). The change of this crack orientation also contributed to the increase of  $J_c$  values.

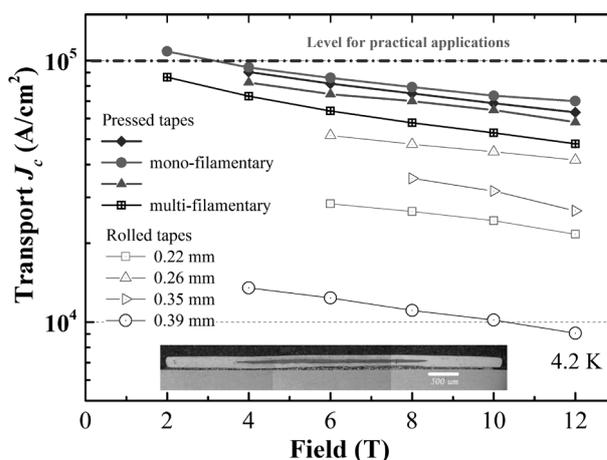


Fig.1 The transport  $J_c$  values obtained in this experiment plotted as a function of applied magnetic field.

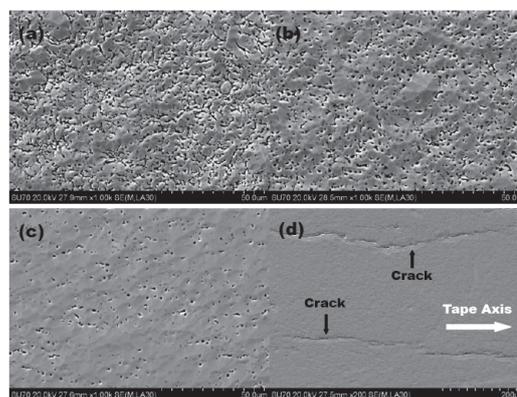


Fig.2 The SEM surface images of flat rolled tape with thickness of 0.39mm (a) and 0.26 mm (b), and pressed tape (c). The crack structure for pressed tape (d).

### 参考文献

1. K. Togano, et al. Supercond. Sci. Technol. **26** (2013) 115007.

## Ba122 多結晶体における相・組織形成と粒界臨界電流特性の評価

## Evaluation of the phase formation, microstructural evolution and intergranular critical current properties of Ba122 polycrystalline bulks

林 雄二郎 (東大); 山本 明保 (東大, JST さきがけ); 荻野 拓, 下山 淳一, 岸尾 光二 (東大)  
 HAYASHI Yujiro (The University of Tokyo); YAMAMOTO Akiyasu (The University of Tokyo, JST-PRESTO);  
 OGINO Hiraku, SHIMOYAMA Jun-ichi, KISHIO Kohji (The University of Tokyo)  
 E-mail: 6016500232@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

## 1. 緒言

2008年に発見された鉄ニクタイト系超伝導体<sup>[1]</sup>は、高い $T_c$ と $H_{c2}$ を持つことから強磁界磁石等への応用が期待される。一般的に鉄系超伝導体の多結晶材料では、結晶粒内部を流れる臨界電流密度( $J_c^{local}$ )と比較して結晶粒界面を通り試料全体を流れる臨界電流密度( $J_c^{global}$ )が大きく低下することが知られている<sup>[2]</sup>。鉄系超伝導体では銅酸化物系と同様に粒界弱結合の問題が報告されており<sup>[3]</sup>、 $J_c^{global}$ の低下の一因と考えられる。一方で単相多結晶試料の合成が容易でなく、結晶粒界面に存在する不純物やクラックなどの外因性の構造欠陥によって輸送電流が抑制され、 $J_c^{global}$ の低下を招くことも報告されている<sup>[4]</sup>。したがって、高純度多結晶試料を用いた本質的な粒界弱結合の挙動の解明、及び $J_c^{global}$ の改善指針の確立が鉄ニクタイト系多結晶材料開発の課題である。本研究では、微細原料粉末を用いたBa(Fe,Co)<sub>2</sub>As<sub>2</sub>(Ba122)多結晶体における相・組織形成と粒界電流特性を評価することを目的とした。微細原料粉末を用い焼成条件を系統的に変化させたバルク試料について、微細組織、磁化特性及び電流輸送特性の評価を行った。

## 2. 実験方法

単体金属 Ba, Fe, Co, As を原料として、仕込組成Ba(Fe<sub>0.92</sub>Co<sub>0.08</sub>)<sub>2</sub>As<sub>2</sub>の多結晶バルク試料を合成した。まず、Ar 雰囲気グローブボックス中で目的組成となるように秤量した原料粉末を、遊星型ボールミルを用いて粉碎、混合した。混合した原料粉末をペレット成型後、石英管に真空封入し500-1100°C, 48-240 h で焼成した。得られた試料は粉末 X 線回折により構成相と格子定数を、SQUID 磁束計を用いて磁化特性を、交流四端子法により電気抵抗率と $H_{c2}$ ,  $H_{ir}$ を評価した。また SEM により試料断面の微細組織を観察し、EDX により化学組成分析を行った。

## 3. 結果と考察

焼成後の試料断面研磨面の二次電子像を Fig.1 に示す。図において灰色部が Ba122、黒色部が空隙である。いずれの温度で焼成した試料についても Ba122 が主相として得られた。焼成温度が高くなるにつれて Ba122 結晶粒が粗大化し、粒径が 1 μm 以下 (500°C 焼成試料) から 100 μm 以上 (1000°C 焼成試料) まで大きく変化した。600-700°C で焼成した試料では不純物が少ない一方で 500°C 以下、800°C 以上で焼成した試料では FeAs、Ba 酸化物等が存在していた。また微細組織は 700°C を境に大きく変化し、500-700°C 焼成試料では微細な粒が強く結合していたが、800°C 以上で焼成した試料では、Ba122 結晶粒の粒界にクラックや不純物が多く観察された。

試料の磁化率の温度依存性を Fig.2 に示す。焼成温度の上昇とともに $T_c$ は高くなり、700°C 以上では $T_c^{onset} \sim 25$  K でほぼ一定となった。これは 600°C 以下では相生成が不十分であるためと考えられる。一方で超伝導体積分率は 500°C、600°C でほぼ 100% となり、焼成温度が高くなると減少した。700°C 以上の焼成温度では結晶粒間に不純物やクラックが存在するため、試料全体を流れる超伝導電流が阻害され、局所的な電流由来の反磁化が主に寄与すると考えられる。

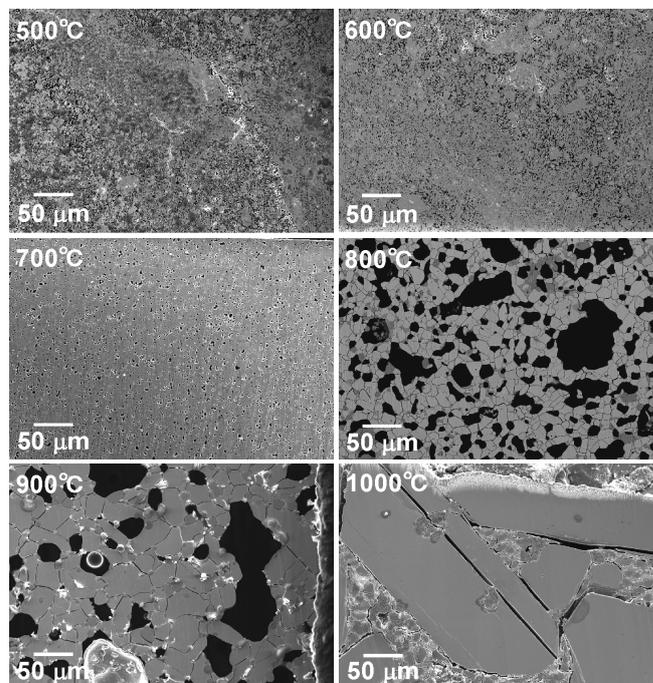


Fig. 1 Secondary electron images for Ba(Fe,Co)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> synthesized at different temperatures.

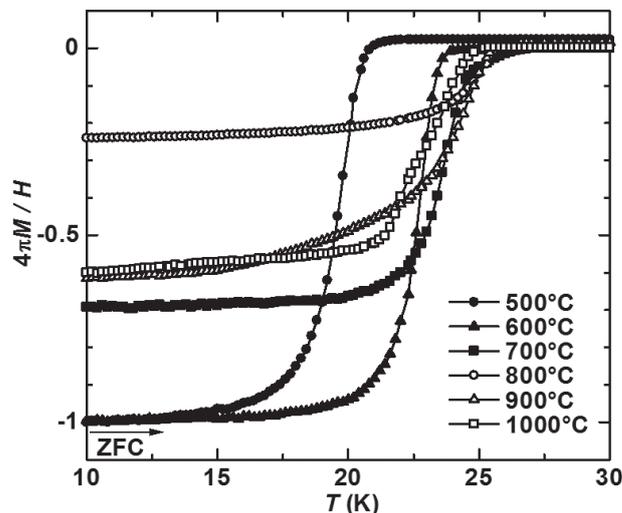


Fig. 2 Temperature dependence of ZFC magnetization under 1 Oe for Ba(Fe,Co)<sub>2</sub>As<sub>2</sub> synthesized at different temperature.

講演では、各温度で焼成した試料について微細組織と臨界電流特性の関係について詳細に議論する予定である。

## 参考文献

- [1] Y. Kamihara *et al.*: *JACS* **130** (2008) 3296
- [2] A. Yamamoto *et al.*: *SuST* **21** (2008) 095008
- [3] T. Katase *et al.*: *Nat. Commun.* **2** (2011) 409
- [4] F. Kametani *et al.*: *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 142502

# 微小重力中の細線ヒータ上における He II 中の臨界熱流束に関する研究

## Critical heat flux of He II boiling around a thin wire heater under microgravity condition

高田 卓(核融合研); 木村 誠宏(高エネ研); 間宮 幹人, 永井 秀明(産総研); 村上 正秀(筑波大)

TAKADA Suguru(NIFS); KIMURA Nobuhiro (KEK); MAMIYA Mikito, NAGAI Hideaki (AIST); MURAKAMI Masahide(U. Tsukuba)

E-mail: takada.suguru@LHD.nifs.ac.jp

### 1. はじめに

飽和超流動ヘリウム(He II)中では、地上重力下で存在する液頭圧によるサブクール度を主な支配ファクターとして臨界熱流束が決まる。微小重力中の He II においては、上記の液頭圧の効果が消失するため、これまで重力効果により隠蔽されてきた沸騰遷移への要因を明らかにする事が期待される。過去に行われた He II の微小重力実験は航空機を用いたもののみであり、25 mG 程度以下の微小重力レベルであった。本実験によって初めて 1 mG 未満の質の高い微小重力実験の結果が得られた。

### 2. 実験設備(落下棟)と実験装置

産総研北海道センターに設置されている自由落下塔を用いた。本装置は 2 重カプセル方式であり、実験装置が搭載される内側のカプセルでは、 $1 \times 10^3$  G 未満の質の高い微小重力場が 1.27 秒間得られる [1]。

この内側のカプセルに Fig.1 で示すような小型の窓付きクライオスタットを設置した。実験槽内に細線ヒータを水平に張り、ヒータ周りの気泡の様子をハイスピードカメラで撮影した。液面が比較的低い場合、自由落下中に表面張力によって壁面を He II がせり上がり、ヒータを張った実験槽中央部において下向きの流れが生じることがある。こうしたデータを除くために、液面が複数のバブル板よりも上にある時のデータのみを使用している。

ヒータには直径  $50 \mu\text{m}$ ,  $80 \mu\text{m}$  長さ約 4 cm のマンガニンの細線をそれぞれ用いて、フィードバック回路付の定電力電源から電流を印加して沸騰を引き起こした。4 端子法により熱流束・電気抵抗を測定し、電気抵抗の温度依存性からヒータ温度を算出している。また、比較実験として重力下においてガラスデューワーを用いて、細線ヒータと液面の相対高さを変化させて、同様の実験を行った。

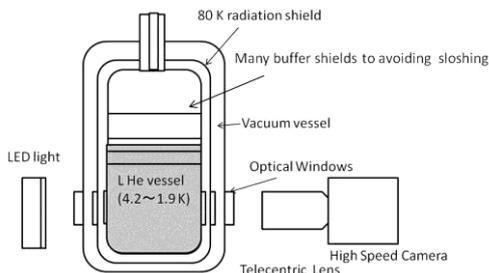


Fig. 1 A sketch of the small cryostat and optical configuration

### 3. 実験結果と考察

異なる熱流束を印加した定常熱伝達測定を複数回行い、ここから得られる沸騰曲線を元に臨界熱流束を決定した。Fig.2, Fig.3 に地上重力下のガラスデューワー中で得られた臨界熱流束と微小重力実験において得られた実験結果を比較した。Fig.2 から分るとおり、臨界熱流束は液頭圧に対してほぼ線形な関係を持ち、その直線上に微小重力実験におけるデータがのる。これまで、航空機実験で He II の臨界熱流束を測定した Gradt らの実験[2]では、微小重力中におけるデータが微小重力レベルに応じて異なるバラつきを持っていたため、さらに重力加速度をゼロに近づけた際には、地上実験の傾向から異なる可能性を残し

ていたが、本実験によって地上実験から得られる相関を微小重力に外挿できることが明確になった。下記の円筒座標系に展開された Gortor-Millenk の熱伝導方程式を変形した下記の式で計算できる。

$$q_{cr} = \left( \frac{(m-1)\phi}{r} \int_{T_b}^{T_i} \frac{dT}{f(T)} \right)^{1/m} \quad (\text{Eq. 1})$$

ここで、 $r$  は細線の半径、 $f(T)$  は熱伝導関数である。本実験結果では、 $m = 3.4$ , 経験定数  $\phi = 0.03$  ( $50 \mu\text{m}$ ),  $0.1$  ( $80 \mu\text{m}$ ) とした時よく一致した。ここで、ヒータ面と液温に由来するサブクール度 ( $T_i - T_b$ ) は圧力差に起因し、液頭圧に加えて Eq.2 で示されるファンデルワールス圧力を考慮すると算出できる事が確認された[3]。

$$\Delta p_{vw} = \left( \frac{\rho_v}{m_{He4}} \right)^2 \cdot a \quad (\text{Eq. 2})$$

ここで、 $a$  はヘリウムのファンデルワールス定数、 $m_{He4}$  はヘリウムの物質質量である。1.9 K において約 76.5 Pa 程の圧力になる。

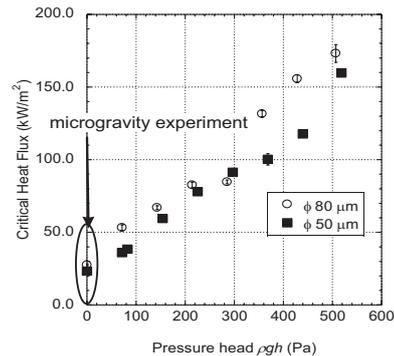


Fig. 2 the effect of pressure head on the critical heat flux at 1.9 K

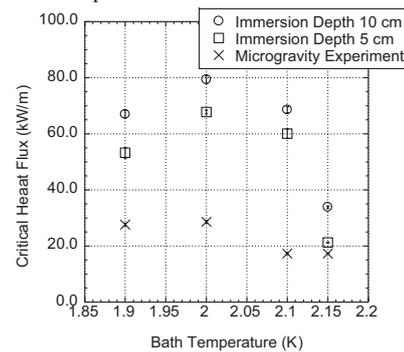


Fig. 3 the effect of Bath Temperature on the critical heat flux in the case of  $80 \mu\text{m}$  wire heater

### 4. まとめ

1mG 未満の微小重力下において 飽和 He II 中の臨界熱流束を計測し、微小重力においてはファンデルワールス圧力の効果が支配的であることを明確に示すことに成功した。

### 参考文献

1. N. Kimura, S. Takada, et al, *Cryogenics* **51**, 70-74(2011)
2. T. Gradt, et al, *Adv. Cryog. Eng.* **31**, 499-504(1986).
3. R. Z. Wang and P. Zhang, *Cryogenics* **38**, 701-706(1998).

臨界点近傍ヘリウムにおける自然対流中境界層の統計的性質

Statistical characteristics of natural convection boundary layer of helium near the critical point.

岡村 崇弘 (KEK)

OKAMURA Takahiro (KEK)

E-mail: takahiro.okamura@kek.jp

1. 緒言

これまで本学会において、臨界点近傍ヘリウムの熱対流系の性質に関して乱流モデルを仮定しない直接数値計算 (DNS) を行い主に乱流境界層中に形成される渦構造について報告してきた。乱流境界層中の熱流体は速度場、温度場共に大きく変動しており、その変動値が微小ではなく、更に完全な正規性を持たないことから、レイノルズ応力項を種々の条件で定量的に正しく評価することが難しい。しかしながら変動成分が支配する乱流場は完全な無秩序状態ではなく、ある種の秩序構造が隠されており、こうした秩序構造を元に不規則に見える変動成分の統計的性質を明らかにし、未知項であるレイノルズ応力項を正しく評価することが求められている。本報では DNS から得られた境界層内渦構造に加えて、数値シミュレーション上で得られた境界層内の平均場並びに変動成分の性質に関して報告する。

2. 計算体系・手法

着目するヘリウムの熱力学的状態は臨界点近傍  $p_{sys} = 229$  kPa,  $T_B = 5.25$  K を仮定している。  $T_B > T_c$  ( $T_c$  は臨界温度) なる系に着目した理由は、熱流体を取り扱う際速度場ならびに温度場の分解能を考慮してのことである。バルク温度が臨界温度よりも高いため、発熱体の加熱により流体の平均プラントル数  $\langle Pr \rangle_T$  は減少する。乱流中に形成される渦構造の最小スケールはコルモゴロフ長,  $\eta_K$  で記述される一方で、スカラー量が形成する秩序構造の最小スケールはバチェラー長,  $\eta_B = \eta_K / \sqrt{\langle Pr \rangle_T}$  で記述される。そのため系の温度平均プラントル数が大きくなると  $\eta_K \gg \eta_B$  となり、この場合スカラー量の輸送方程式をラグランジュ的に取り扱わない限り直接数値計算は不可能である。また上記熱力学的状態は連続体近似が成立するとされている条件 ( $\epsilon_p = p/p_c - 1 > 1 \times 10^{-4}$ ,  $\epsilon_T = T/T_c - 1 > 1 \times 10^{-4}$ ) を満たす。DNS は空間発展型で自由度は約 1 億 6000 万程度となるため、計算負荷低減のために Fermi 世代の GPGPU (TESLA C2075) を用いて並列計算している。そのため DNS ソースコードは CUDA アーキテクチャー 4.2 を用いて自作した。また特に計算負荷の大きい圧力に関する Poisson 方程式の解析は Red-Black Multi grid 法を用いている。

3. 解析結果と考察

Fig.1 は鉛直平板自然対流中に形成される  $t = 1.5$  sec 時の乱流境界層内の渦構造を可視化したものである。ここでいう渦構造とは渦管を指しており、本報告では速度勾配テンソル第二不変量正値を渦管として定義している。自然対流場はこれまでの学会で報告してきたとおり、最初ヘルムホルツ不安定性による二次元渦が形成され (第一次不安定性)、やがてそれが不安定になり (第二次不安定性)、最後に発達した乱流になることを示したが、Fig.1 の流れ場はこれら二種類の不安定性を経て得られた発達した乱流場中の渦構造である。図示するように乱流境界層内部は多数の U 字型構造をもつヘアピン渦が形成されており、完全な無秩序と言うよりはある種の秩序構造が見いだせる。Fig.2 にこうした秩序構造が存在する流れ場中の平均温度場の空間発展を示す。図中の実線は層流領域・乱流領域の温度分布を示している。  $y^+ = y/\delta^*$ ,  $T^+ := (T_w - T)/t^*$  であり、それぞれチャンネルノーマル方向の無次元座標ならびに無次元温度である。  $\delta^* := \nu/u^*$  は粘性長,  $t^* := q_w/\rho c_p u_w^*$  は摩擦温度,  $u^* = \sqrt{\tau_w/\rho}$  は摩擦速度をそれぞれ意味する。図示するように局所レイリー数  $Ra_x < Ra_{xc} \sim 10^9$  なる前縁近傍領域では温度場は  $T^+ = \langle Pr \rangle y^+$  なる粘性低層で見られる普遍則に従う。一方で  $Ra_x > Ra_{xc}$  では下流に行くに従い粘性低層の領域  $y^+ < 5$  と対数則の領域  $y^+ > 5$  に明確に分かれる。Fig.3 に DNS 結果から得られた速度変動成分の 1

次元エネルギースペクトル  $E_{11}(k_x)$  を示す。図示するように  $y^+ > 20 \sim 30$  なる対数領域においてはスペクトルは  $-5/3$  の傾きに従う慣性領域が存在するが、粘性低層・バッファ層 ( $y^+ < 20 \sim 30$ ) においてはコルモゴロフ則に従わないことがわかる。講演ではこれらのことから推定される特徴的長さスケールについても言及する予定である。

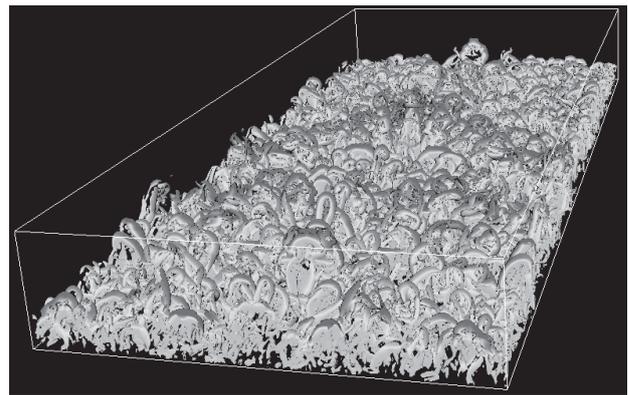


Fig.1 Hairpin type vortical structure generated in the turbulent boundary layer in natural convective flow field

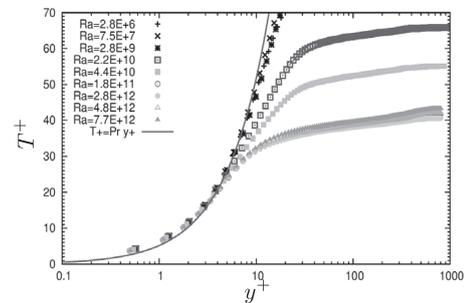


Fig.2 Temperature profile in wall units at various  $Ra_x$

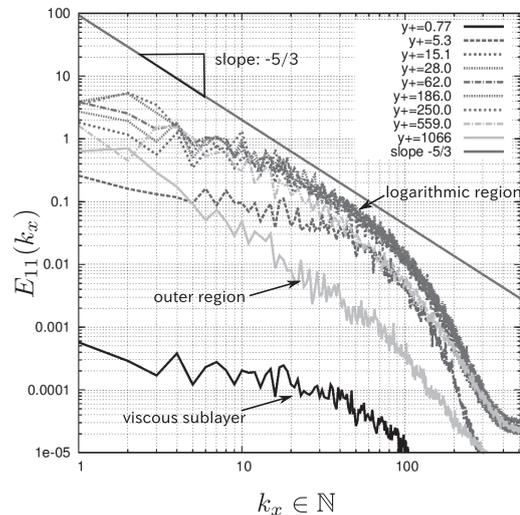


Fig.3 One dimensional energy spectra,  $E_{11}$ , at various  $y^+$

# レーザー核融合用ターゲット開発のための固体水素屈折率測定

## Refractive index measurements of solid hydrogen for laser fusion target developments

岩本 晃史, 坂上 仁志 (NIFS); 藤村 猛 (キーエンス); 乗松 孝好, 中井 光男, 白神 宏之, 疇地 宏 (阪大レーザー研)  
 IWAMOTO Akifumi, SAKAGAMI Hitoshi (NIFS); FUJIMURA Takeshi (Keyence); NORIMATSU Takayoshi, NAKAI Mitsuo,  
 SHIRAGA Hiroyuki, AZECHI Hiroshi (ILE, Osaka Univ.)  
 E-mail: iwamoto.akifumi@LHD.nifs.ac.jp

### 1. はじめに

大阪大学レーザーエネルギー研究センターでおこなわれている高速点火実証実験 (FIREX) 用ターゲットの研究開発を行っている。ターゲットは多孔質プラスチックシェル、加熱用レーザーを導くコーンガイド、燃料を供給する燃料充填管から成っており、その多孔質シェル内に厚さ~20ミクロンの固体燃料層を均一に形成することが課題である。その形成された固体燃料中に気泡が残存する可能性が指摘されている。本研究ではその残存気泡を最小限に抑える手法を開発し、固体燃料の屈折率測定から残留気泡率の評価を行った。

### 2. ターゲットの仕様

多孔質材のエアロゲルシェルを使用したターゲットの仕様を Fig.1 に示す。

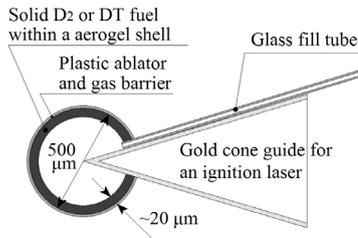


Fig.1 Aerogel shell target for FIREX [1]

### 3. 残留気泡の低減方法

多孔質材中において残留気泡の発生は次の過程で起こると考えられている。毛細管現象により多孔質材には均一に液体燃料が浸透する (Fig.2(a)参照)。その後、温度を下げ固化することで必要な固体燃料層を形成する計画である。この時、非規則に固化が始まり、液体と固体の密度差から固体中に気泡が残存することが予想される (Fig.2(b)参照)。そこで我々は液体燃料が浸透している多孔質材の上下に温度差を発生させた後固化を実行する手法を提案した。この手法を採用すると固化の進展方向を制御することができ密度差分の液体燃料を固化点へと供給可能になる (Fig.2(c)参照)。

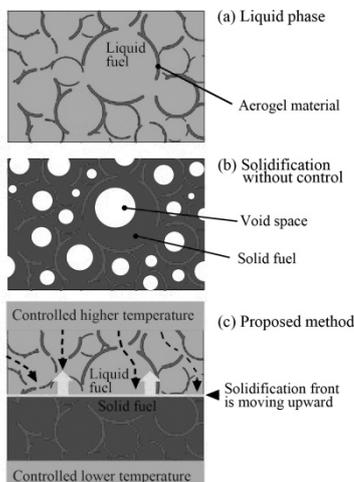


Fig.2 Idea of voidless solidification in an aerogel material [1]

### 4. 固体水素の屈折率評価と残留気泡率

実験には代替燃料の軽水素を使用した。提案した手法を実証するために作成した試料を Fig.3(a)に示す。固体水素自体の屈折率測定用にエアロゲル材を含まない試料も作成した。上下銅ブロックの温度を制御した結果、固化進展方向の制御に成功した例を Fig.3(b)に示す。固化は下部から始まり上部へと進展しているのが分かる。また干渉像からも、その固化先端において密度差が観測されており、固体の密度へと変化しながら固化が進展していることが推測できる。すなわち残留気泡の発生を抑制しながら固化が進んでいると考えられる。

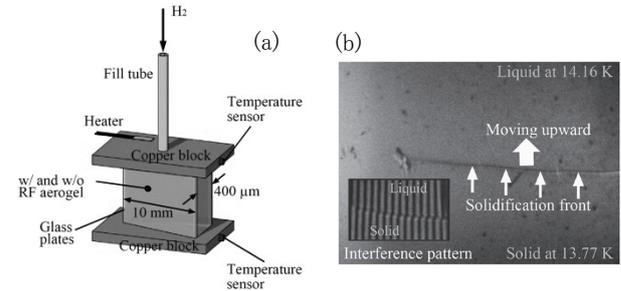


Fig.3(a) and (b) Sample and successful solidification control in the aerogel prism [1]

### 5. 固体水素の屈折率評価と残留気泡率

99.8%パラ水素の状態撮影した干渉像から評価した固体水素自体の屈折率及びエアロゲル内に形成された固体水素の屈折率を Fig.4 に示す。両者を比較すると屈折率に 0.001 程度の差が見られる。これは固体水素の密度差に起因しており、この差から残留気泡率を評価することができる。今回の実験では約 1%の気泡が残留している結果となっており、原因を調査中である。一方、不規則な固化が起こった場合に予想される気泡率 11%である。このように我々の提案した手法は気泡の残留を大幅に低減可能であることを実証した。

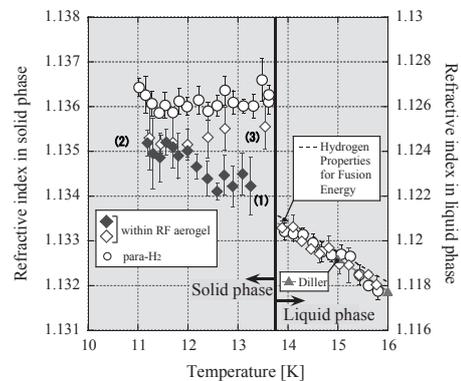


Fig.4 Apparent refractive index of the solid H<sub>2</sub> within the aerogel material compared with the solid para-H<sub>2</sub> [1]. Refractive index measurements in solid phase were conducted in order from (1) via (2) to (3).

### 参考文献

1. A. Iwamoto, et al.: Nucl. Fusion 53 (2013) 083009

## スラッシュ窒素中の固体粒径分布および固相率計測 Measurements of Solid Size Distribution and Solid Mass Fraction in Slush Nitrogen

大西 宗太郎, 野口 真孝, 塚本 博志, 武田 実(神戸大); 李 潤錫, 池内 正充, 矢口 広晴(前川)  
ONISHI Sotaro, NOGUCHI Masataka, TSUKAMOTO Hiroshi, TAKEDA Minoru (Kobe University);  
LEE Yoonseok, IKEUCHI Masamitsu, YAGUCHI Hiroharu (MAYEKAWA MFG. CO., LTD.)

### 1. はじめに

スラッシュ窒素 (SLN<sub>2</sub>) は液体窒素と窒素固体粒からなる固液二相の極低温流体であり、超伝導ケーブルの新しい冷媒として注目されている。スラッシュ窒素搬送時の管閉塞が起こらない流れ場の安定性を考えて、微細な窒素固体粒からなるスラッシュ窒素の生成方法及び液体中の固体の質量割合である固相率を静電容量型固相率計で計測する研究が行われている[1,2]。我々は、スラッシュ窒素の生成が比較的容易な Freeze-Thaw 法に注目して、固相率計の性能改善に関する研究を行っている。スラッシュ窒素搬送特性の流れ場の安定性を考慮すると、固相率は 20%以下がよいことが報告されている[1]。この場合、電極間の窒素固体粒の分布のバラつき及び粒径の違いが固相率測定値に影響を与えると考えられるが、よくわかっていない。そこで本研究では、固体粒径分布を高速度カメラを用いて計測するとともに、作製した静電容量型固相率計を用いて固相率測定値に対する固体粒径分布及び粒径の違いによる影響を調べることを目的とした。予備実験として、蒸留水に粒径の異なるポリスチレン樹脂 (PS) 粒子を混合したものをを用いて測定した結果も報告する。

### 2. 実験装置及び実験方法

Fig.1 に計測システム図を示す。Freeze-Thaw 法によってスラッシュ窒素を生成し、スラッシュ窒素生成時の攪拌器の回転数が 60 rpm と 110 rpm のときのスラッシュ窒素中の窒素固体粒の粒径を高速度カメラを使って計測した。また固相率は、静電容量型固相率計 (密度計) を用いて測定した。予備実験として、粒径が 1.0 mm と 0.5 mm のポリスチレン樹脂粒子をそれぞれ蒸留水と混ぜ合わせたものをプラスチックビーカーの中に入れ、マグネチックスターラーで攪拌して、固相率を測定した。

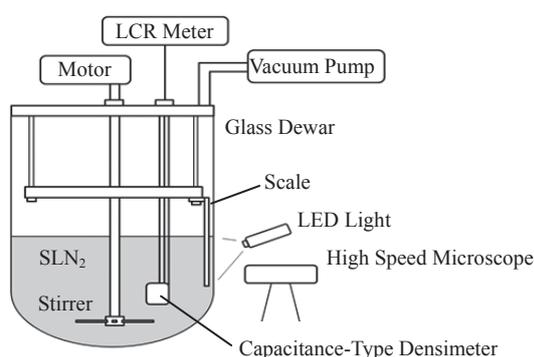


Fig.1 Measurement system

### 3. 実験結果及び考察

Fig.2 と Fig.3 はスラッシュ窒素生成時の攪拌器の回転数が 60 rpm と 110 rpm のときのそれぞれの窒素固体粒径分布を示す。60 rpm での粒径分布は、粒径が 0.9~1.0 mm と 1.1~1.3 mm のときにピークとなっている。また、粒径の最大値は 4.28 mm、最小値は 0.28 mm、平均値は 1.26 mm であった。一方 110 rpm での粒径分布は、粒径が 0.8~0.9 mm のときにピークとなっており、60 rpm のときよりも小

さくなっている。また、粒径の最大値は 3.43 mm、最小値は 0.35 mm、平均値は 1.05 mm となっており、60 rpm のときよりも、粒径の最大値と平均値も小さくなっている。このことから、回転数を大きくすると、粒子が小さくなる傾向があると考えられる。

次にポリスチレン樹脂粒子を用いた固相率の予備実験結果を Table1 に示す。粒径 0.5 mm と 1.0 mm のポリスチレン樹脂粒子の相対誤差の値は、固相率計の測定感度に置き換えると 0.01 pF となる。これはノイズによるものと考えられ、固相率計の測定感度の向上が必要であると考えられる。ただし、相対誤差はポリスチレン樹脂粒子の粒径にほとんど依存していないので、窒素固体粒にも依存しないと考えられる。

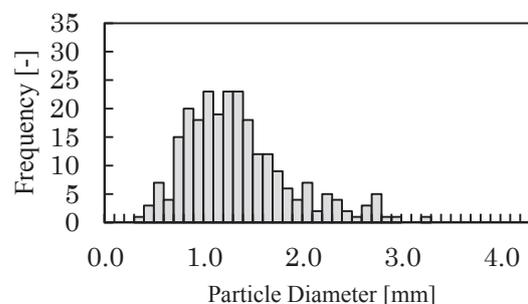


Fig.2 Solid size distribution (60 rpm)

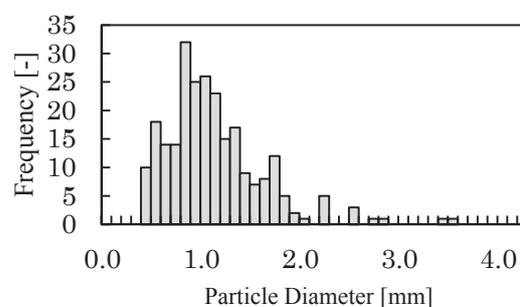


Fig.3 Solid size distribution (110 rpm)

Table1 Preliminary experimental results of solid mass fraction

PS Diameter [mm]	Solid mass fraction [%]		Relative error [%]
	Densimeter	Dial Scale	
0.5	20.2	15.0	35
1.0	16.8	13.0	29

### 参考文献

- M. IKEUCHI : Study of Refrigerant Characteristics of Slush Nitrogen Including the Applicability to Long Distance Cooling, Doctor Thesis, (2013) , in Japanese.
- K. OHIRA and K. NAKAMICHI : Development of a High-Accuracy Capacitance-Type Densimeter for Slush Hydrogen, JSME International Journal Series B, Vol.43, No.2, (2000) pp.162-170.