

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2014

課題番号：24656059

研究課題名(和文) 超高強度 - 高導電性水素化銅チタン合金線の開発と非破壊 100 テスラ磁場発生

研究課題名(英文) Development of high tensile strength and high electrical conductivity hydride Cu-Ti alloy wire for non-destructive 100 T

研究代表者

鳴海 康雄 (Narumi, Yasuo)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：50360615

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000 円

研究成果の概要(和文)：非破壊100Tの磁場発生を可能にするパルス強磁場コイル用線材として、高強度-高電気伝導度特性を兼ね備えた銅チタン線の開発を行った。Cu-3.2wt%Tiの組成で真空溶解したインゴットから、最終的に冷間線引きによって断積2mm×3mmの平角銅チタン線を作成した。さらに靱性の向上と導電性回復のために、塩浴予備時効+時効の2段階の調整熱処理を行い、標準的な実用銅銀の強度を上回るビッカース硬さHv310と、導電性17%IACS(焼鈍標準軟銅に対する抵抗の百分率)の特性を得た。今後、この銅チタン線を用いたコイル開発を進めて、線材実用性の検証を行う。

研究成果の概要(英文)：High tensile strength and high electrical conductivity Cu-Ti alloy wire has been developed to produce magnetic fields of 100 T using a non-destructive pulse magnet. From a vacuum melted ingot with composition of Cu-3.2wt%Ti, Cu-Ti wire with a cross section of 2mm×3mm has been obtained by a cold draw bench. Moreover, in order to recover fracture toughness and electrical conductivity, additional 2 stages heat treatments using a salt bath were applied to the wire. As a result, specifications of Vickers hardness Hv310 and the conductivity of 17%IACS have been achieved. The hardness is higher than that of a standard Cu-Ag alloy wire for practical use. Utility of the new Cu-Ti alloy wire will be examined by forming a pulse magnet coil.

研究分野：強磁場物性

キーワード：強磁場 銅チタン合金 水素化

### 1. 研究開始当初の背景

磁場は物質生命科学における本質的で最も重要な外部環境の一つである。人類はこの磁場領域を拡大することで電磁気学の基礎を構築し、さらに量子ホール効果などの新奇な物理概念を発見してきた。広く普及している超伝導マグネットも、超伝導の本質である臨界磁場の理解無しでは成立しない。つまり、超伝導を知るためには超伝導マグネットでは到達できない磁場が不可欠ということになる。数ある磁場発生法で、最も強力な手法がパルス強磁場である。現在世界の主要な強磁場施設で、精密な物性測定が可能な非破壊型パルス磁場として、前人未踏の 100T を実現するための研究開発が進められている。

パルス磁場開発の歴史は、高強度-高導電性材料開発の歴史と見ることもできる。強磁場発生における課題は、マックスウェル応力によるコイルの変形と大電流によるジュール熱、この二つを如何にして克服するかにある。これまで、コイルの2次的な補強や、複数の電源で電流を分散する多段式など、様々な技術開発が行われてきたが、それでも最も重要な要素たり得るのはコイル線材である。現在、銅銀(Cu-Ag)線を使った 80T の磁場発生が実現しているが、この先にある 100T の壁を乗り越えるためには革新的な線材の登場が望まれる。

### 2. 研究の目的

本研究では現在強磁場コイル用材料として広く普及している Cu-Ag 合金に代わる材料として、より高い引張強度(1100MPa)を有する銅チタン(Cu-Ti)合金を元にして、水素中の等温熱処理(時効処理)を施すことにより高い導電性も兼ね備えたパルス磁場用平角線を開発する。Cu-Ti 合金はその極めて高い強度故にバネ材として広く利用されているが、導電性の悪さから電気伝導線としての利用例は少ない。この弱点を水素中の時効処理により克服し、強磁場用材料として利用する本研究は世界的にも初めての試みで、学術的に非常に特色のある研究である。そしてこの線材を使ったパルスマグネットを製作し、多年の努力にも関わらず世界で誰も成し得ていない非破壊 100 テスラの実現を目指す。高強度-高導電性材料としては Cu-Ag 合金以外に Cu-Be 合金が知られている。Cu-Ag は、Ti に対して Ag の価格が約 5 倍高価であり、さらに実用的な Cu-Ag における Ag 含有量も高いため、必然的に高価な材料となる。Cu-Be に関しては、Be に毒性があることはよく知られており、一般的な実用材としてはもちろん、コイルの変形や破壊が伴う強磁場用材料としても、毒性の高い元素を含んだ合金の利用は避けたいところである。しかも、Ti は Fe について地殻に多く含まれる元素であることから、将来的な元素戦略的観点からも、Ti を主原料とした新素材開発を進めることは高い意義があると言える。

### 3. 研究の方法

以下の図 1 に、銅チタン合金線の主要な製造工程をまとめる。

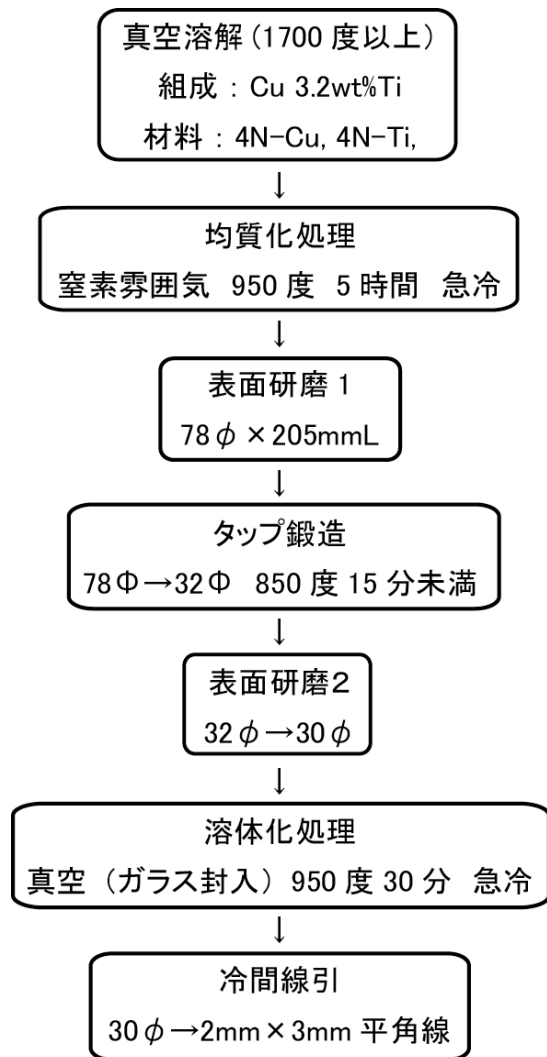


図 1 銅チタン合金線の製造工程

以上の工程によって、最終的に断面積 2mm × 3mm、R0.2 の平角線を得た。但し、最終的な冷間線引きの施工は、鍛造工程で 3 等分したロッドのうち 1 本に限定している。その理由は、冷間線引きの 6φ まで減面した工程において、素線の一部にクラックが入ったためである。そこで急遽、中間焼鈍の必要性とその条件、冷間加工可能な減面率(母材に対する加工線材の断面積比)の検討を行い、さらに設計寸法における減面率 0.85%未満までの冷間線引きが可能であることを、試験片に対するドロワーベンチ加工で確認した後、クラック部分を取り除いた素線に対して冷間線引きを進めて、最終的に予定寸法の平角線作成に成功した。クラックの原因は、タップ鍛造などの中間工程において、合金に欠陥が入ったためと現在推測している。なお、残りの母材に関しても、次章にて紹介する調整熱処理の最適化が済み次第、順次線引加工を進める予定である。

#### 4. 研究成果

以下に、実用性を考慮に入れた調整熱処理の詳細と、得られた典型的な線材の特性およびその評価をまとめる。なお線材の評価は、以下の3つの要素を基準にして行った。素材の強度と導電性に関しては、一般的なピッカース硬さもしくは引張り強さ、および%IACS(国際焼鈍軟銅を100とした抵抗率の百分率表記)を用いた。これに加えて、実際のコイル作成時に線材に施す加工プロセスである、平角線を長軸の含む面を平行にして曲げる「90度曲げ」の可否を、靱性もしくは延性の評価基準とした。通常、材料評価に用いられる線材は、丸線の細線である。しかし本研究の目的であるパルス磁場コイルの作成には、コイルの充填率や線材間の相互補強特性を高めるために平角線の利用が必須である。平角線の曲げ加工は、特定方向に急峻な強加工となるため、真に実用に耐えうる線材であるかの評価には、この90度曲げが重要になる。

##### (1) 冷間線引材

ピッカース硬さ：Hv278

引っ張り強度：1000-1300MPa

90度曲げ：不可

冷間線引後の無垢の線材。引っ張り強度のばらつきが大きく、且つHv280から期待される値より大きな値が出ているのは、試験工程で加工硬化が入ったためと推測している。さらなる強加工による高強度化の余地があることは評価できるが、90度曲げでクラックが生じ低靱性であることから、現状のまま実用に供するのは困難な材料である。

##### (2) 400℃時効(水素中60分/大気中120分)

ピッカース硬さ：Hv350

導電率：15%IACS

90度曲げ：不可

冷間線引材に低温での時効処理のみを施した線材。時効処理により高強度化と高導電率化の両方の効果が見られた。水素だけで無く

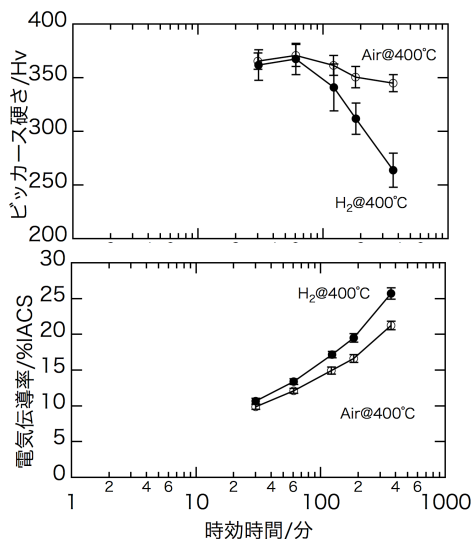


図2 硬さと導電率(400℃時効)

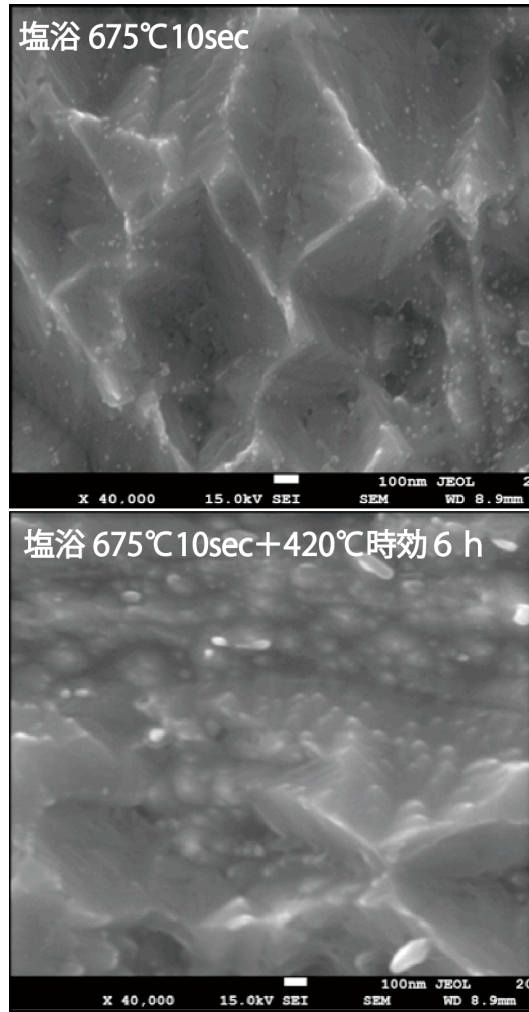


図3 組織観察写真

大気雰囲気でも同様の時効効果が得られたこと、導電性を優先するのなら水素化に分があるが、長時間時効では大気雰囲気の方が強度の低下が抑えられている事もわかった(図2)。但し、加工歪みは解消されておらず、90度曲げは不可であった。

##### (3) 675℃予備時効(塩浴10秒)+420℃時効(大気中30-120分)

ピッカース硬さ：Hv328-310

導電率：12-17%IACS

90度曲げ：予備時効後可、時効後可

歪み取りを目的として、塩浴炉を用いた短時間高温の予備時効処理をあらかじめ行った後に低温時効処理を行った線材。予備時効後の組織観察(図3上)により、完全再結晶には至っておらず、加工歪みはまだ残っているようだが、予備時効後に90度曲げが可能になるまで靱性は回復した。その後420℃で6時間の時効処理を進めたところ(図3下)強度向上の要因と考えられる微小析出物の生成を確認した。硬さと導電率の時効時間変化では、30分の時効で最大硬さHv328を得て、時効時間120分でまだHv310(引っ張り強度1170MPa相当)を維持し、且つ導電率は17%IACSまで回復した(図4)。なお、時効後の90度曲げは、30分時効では可で、60分時

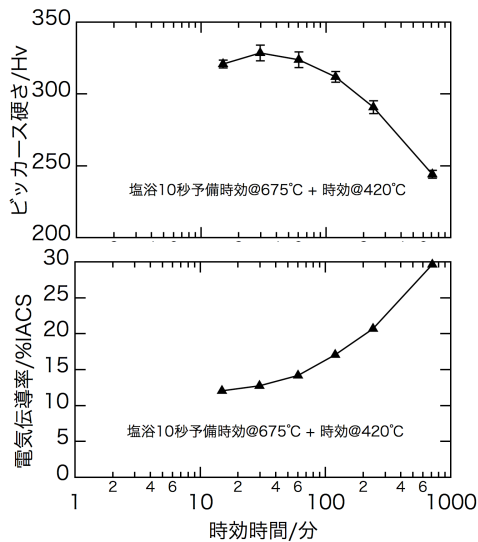


図4 硬さと導電率(塩浴675°C+時効420°C)

効以降の線材は不可であった。ビッカース硬さ最大は 30 時効であり、それ以降は強度は低下し導電率は回復傾向を示す。つまり、予備時効によって一度回復した延性は、時効過程において導電性とのトレードオフで再び失われていると言える。

(4)850°C溶体化(マuffle炉 5 分)+450°C時効(大気中 700 分)

ビッカース硬さ：Hv280

導電率：15%IACS

90 度曲げ：溶体化後可、

塩浴による予備時効試料と同様に、加工歪みの解消効果がみられ、90 度曲げは可能になった。但し、時効処理による強化は Hv280 止まりで減少し、最終的な 30%IACS 近傍での強度は塩浴炉のそれと約 Hv100 ほど低い値となった(図 5)。

以上、幾つかの調整熱処理条件後の特性から判断すると、塩浴炉による予備時効+時効の 2 段階熱処理が、強度と導電率の向上には最も効果的であることがわかった。また、当初重要な要素と考えていた水素雰囲気だけでなく、大気雰囲気中の熱処理でも十分な特性向上が期待できることもわかった。後者は実用大量生産を考える上で非常に重要な成果である。本研究では、冷間線引工程にて生じたクラックの発生が原因で、当初計画からの大幅な遅れが生じたが、現時点でほぼ最適化された加工熱処理条件が得られたものと判断している。今後、残されたインゴットの加工と熱処理をこの条件下にて進めて、長尺の平角線を得る。さらに、絶縁被覆処理を施した後に、パルス磁場コイルの製作に着手して、100T を目標とした磁場発生試験を行う。また、より詳細な組織観察なども平行して行って、導電性と強度に関する微視的なメカニズムを探るとともに、さらなる高特性を持つ導線の開発も進めていきたいと考えている。

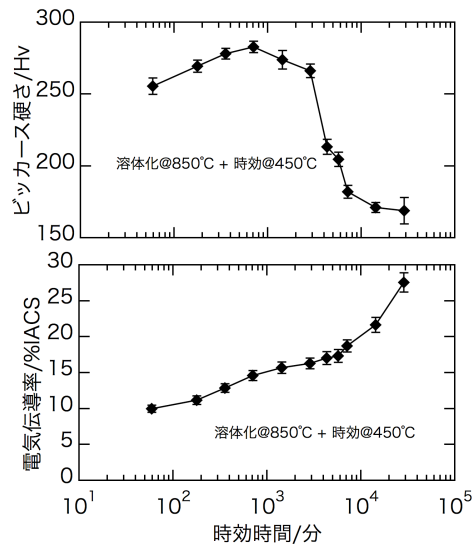


図5 硬さと導電率(溶体化850°C+時効450°C)

## 5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 1 件)

- ① 鳴海康雄、パルス強磁場発生用銅チタン線の開発、日本物理学会 2014 年秋季大会 9 月 7 日、中部大学 (愛知県・春日井市)

[その他]

ホームページ等

<http://www.hfpm.imr.tohoku.ac.jp/>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

鳴海 康雄 (NARUMI Yasuo)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：50360615

### (3) 連携研究者

千星 聡 (SEMBOSHI Satoshi)

東北大学・金属材料研究所・特任准教授

研究者番号：00364026