液氮温区下高温超导带材力学性能测试技术及标准化研究*

朱佳敏[1] 吴 祥[1] 赵 跃[1,2]

[1]上海超导科技股份有限公司,上海 201203;

[2]上海交通大学 电子信息与电力工程学院,上海 200240

收稿日期:2017-08-07;接收日期:2017-09-13

【摘要】 高温超导带材在液氮温区下的力学性能对其实际应用有重要的影响.为此 2016 年 IEC/TC90 第 5 工作组组织了国际相关科研机构和带材供应商共 9 家单位对 5 种 REBCO 带材和 1 种 BSCCO 带材的液氮温区力学性能进行了循环比对实验.我单位作为国内参加该循环比对实验的唯一机构,截至 2017 年初完成了上述样品共 20 余次有效拉伸实验的测试.根据 KIT 提供的《Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature》,我们确定了液氮温区下具体的拉伸试验条件,包括引伸计的选择,样品的装载、冷却方式,拉伸和卸载的速率等.我们获得了样品的应力应变曲线,并计算出弹性模量和 0.2%塑性延伸强度(包括 E_0,E_u,$R_{p0.2-0}$,$R_{p0.2-u}$).研究表明,除 Theva 公司提供的 REBCO 超导带样品,该测试规程下获得重复性较高的应力应变曲线,且弹性模量和 0.2%塑性延伸强度均具有较小相对标准不确定度,这将为国际标准的建立提供重要的实验参考.

关键词: 高温超导带材,液氮温区力学性能测试,弹性模量,0.2%塑性延伸强度,标准不确定度

PACS: 7460,7490,0290

1 引 言

超导材料具有零电阻特性、完全抗磁性,在电力、医疗、交通、军事、大科学仪器上有着诸多的应用,近年来已经有几种超导导线已经进入了商业化的应用.与其他实用超导材料相比,第二代高温超导材料具有高载流能力,高不可逆场,以及廉价的生产原料等优势,产业化发展十分迅速.欧美日韩等技术发达国家先后突破了第二代高温超导材料的长带制备技术,生产工艺日趋成熟.在我国也有若干家第二代高温超导材料厂商进入了产业化中试阶段,目前已经逐步形成了市场供应[1].

第二代高温超导带材基于双轴织构和薄膜外延工艺,在金属基带上依次涂覆各个功能层,又被称为涂层导体.其中金属基带一般为不锈钢或者 Ni 基合金带,作为氧化膜生长的载体;过渡层主要分为隔离层、织构层、帽子层,其主要作用是阻止金属基带和超导层之间的元素扩散,并且传递织构.超导层是核心功能层,其主要成分是 $REBa_2Cu_3O_6+x$(RE 是一种或多种稀有金属).第二代高温超导带材需银保护层.根据不同的工程应用环境,带材后处理工艺包括分切、镀铜和封装等[2].

高温超导带材的主要应用之一是绕制磁体.在室温绕制和低温磁体工作过程中,超导带材将承受不同类型的应力,如拉力,脱层力等,且该应力应变将对于超导载流能力产生明显的影响[3].对实用化高温超导带材在液氮温区力学性能进行评估,规范其拉伸试验方法,建立一套通用测试标准,具有重要的工程意义.

* 上海市科学技术委员会(批准号:16DZ0502702)、国家重点研发计划(2017YFB0902301)资助的课题.

2016 年 IEC/TC90 第 5 工作组组织了来自 6 个国家的 9 家单位进行了循环比对实验，其中包括日本应用科学研究所，荷兰特温特大学，韩国国立安东大学，美国 Superpower 公司，德国卡尔斯鲁厄理工学院(KIT)，美国高磁场国家实验室(NHMFL)，美国塔夫斯大学，日本国立材料科学研究所(NIMS)，中国上海超导科技股份有限公司等国际相关科研机构和带材供应商.我单位作为国内参加该循环比对实验的唯一机构，根据 KIT 提供的《Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature》[4](以下简称 KIT)，对 5 种 REBCO 带材和 1 种 BSCCO 带材的液氮温区力学性能进行测试.最终测试得到的应力应变曲线、计算出弹性模量和 0.2% 塑性延伸强度将进行比对，结果将成为国际标准形成的重要参考.本文将介绍我单位参与测试的相关结果和存在问题.

2 实 验

2.1 实验样品及准备

用于循环对比的商业化高温超导带材测试样品的生产商及规格参数见表 1.其中包括 5 种 REBCO 带材和 1 种 BSCCO 带材，样品分别由 THEVA，SuperPower，SuperOx，SuNAM，Fujikura，Sumitomo 公司提供，宽度和厚度由测试得出.

表 1 样品生产商及规格参数

	THEVA	SuperPower	SuperOx	SuNAM	Fujikura	Sumitomo
型号	Pro-Line TPL 12060X AG3CU20		SCS4050-AP	SCN04200	FYSC-SCH04	DI-BSCCO Type HT-NX
宽度(mm)	12.04	4.06	4.06	4.06	4.04	4.45
厚度(mm)	0.18	0.097	0.12	0.15	0.13	0.30
基带	Hastelloy C-276	Hastelloy C-276	Hastelloy C-276	non-magnetic SS	Hastelloy C-276	*
基带厚度(μm)	100	60	50	100	75	*
保护层	电镀铜	电镀铜	电镀铜	电镀铜	电镀铜	*
基材	*	*	*	*	*	银或银合金
基材厚度(μm)	*	*	*	*	*	250
加强材料	*	*	*	*	*	镍合金
加强厚度	*	*	*	*	*	2×30

根据 KIT 拉伸规范[4]，测试试样的安装须符合以下公式

$$L_{sm} = 2 \cdot L_g + L_{GL} + 2 \cdot L_x \quad (1)$$

其中，L_{sm} 是最短的样品长度，L_g 是夹装长度，L_{GL} 是引伸计标距，L_x 是夹具到引伸计间的自由长度，$L_x = 0.7 \cdot L_{GL}$.

2.2 测试系统

液氮温区下的应力应变测试系统如图 1a 所示.整个装置包括了拉伸机构、拉力传感器和液氮槽.夹装结构部分，夹具可以通过螺栓加紧样品两端，引伸计按照样品夹装规范夹在样品中部，如图 1b 所示.两个夹具之间拉伸的距离和速度可以由控制器精确控制，拉力传感器实时反馈应力数值.拉伸测试的极限在 2000 N，引伸计为 CLN-UL 型超轻低温引伸计，，重量小于 8 g，标距范围为 30 mm；示值误差为 ±1 μm，适用于 −196 ℃ 到室温范围线状材料或薄带状材料的拉伸测试.引伸计测试的应变数据和拉力传感器测试的应力数据可实时的由控制器读出，软件可自动绘制出带材在液氮温区下拉伸的应力应变曲线.

2.3 测试方法及数据处理

在初始状态下，带材应保持相对松弛的状态.避免夹装结构在冷却时，由于热胀冷缩，使带材自身产生很大的预应力.测试时装满液氮的液氮槽通过电

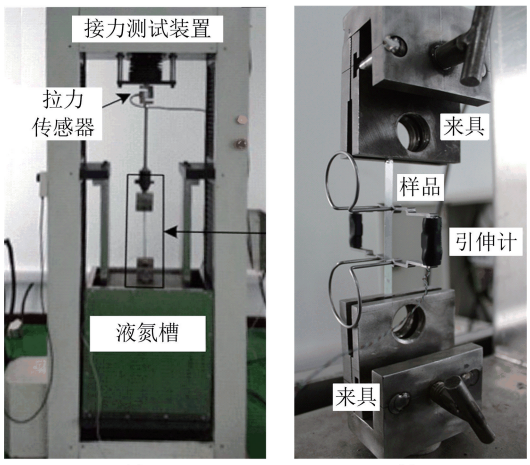


图 1　测试装置(a)和样品夹装结构(b)

机控制以 10 cm/min 的速度缓慢上升，用 5 分钟时间浸没整个夹装结构.当待夹装结构和样品完全冷却并稳定后，可开始测量.初始的应变速率需要设置在 1.7×10^{-5} 到 2.7×10^{-4}(s^{-1})之间.

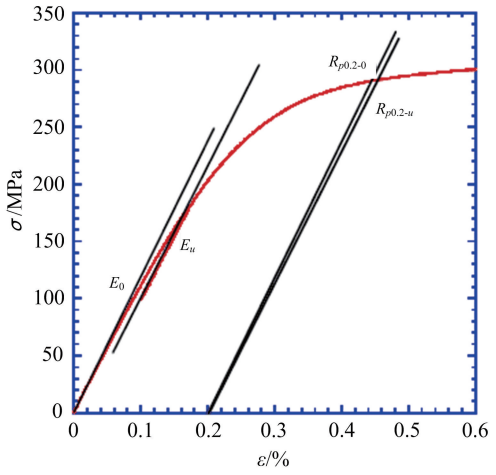


图 2　典型的样品拉伸应力应变曲线[5]

在拉伸试验过程中，当应变达到 0.1～0.2%的范围，需要将应力在不改变速率的情况下卸载 30～40%.随后重新按照卸载前的应变速率再次启动带材的拉伸，直至拉断.拉断后，如果样品断裂处在引伸计外侧，则该组数据视为无效.

根据获得的应力应变曲线，试样的弹性模量一般采用如下公式和初始加载曲线与卸载再加载曲线的直线部分计算得到.

$$E=\Delta F/(S_0\Delta\varepsilon) \tag{2}$$

其中，E 代表弹性模量；ΔF 代表力的增量；$\Delta\varepsilon$ 代表 ΔF 对应的应变增量；S_0 代表试样的初始横截面积.初始加载模量为 E_0，卸载再加载的模量为 E_u.

试验结果应采用比值 E_0/E_u 进行校核，须符合以下条件：

$$0.7<E_0/E_u<1.3 \tag{3}$$

试样的规定塑性延伸强度($R_{p0.2}$)，可按照以下方法确定，将应力应变曲线的加载线直线部分沿着应变轴平移 0.2%(加载下的 0.2%偏移线)，该直线与应力应变曲线的交叉点即定义为 $R_{p0.2}$.同样，根据初始加载曲线和卸载再加载曲线可获得 $R_{p0.2-0}$ 和 $R_{p0.2-u}$.

弹性模量 E_0 和 E_u 和塑性延伸强度 $R_{p0.2}$ 等测量值的相对标准不确定度应用如下的公式(4)计算得到：

$$U_{RSU}(N)=\overline{COV}/\sqrt{N} \tag{4}$$

其中，$U_{RSU}(N)$ 代表相对标准不确定度；N 代表测试样品数量；$\overline{COV}$ 代表全部测试数据变化的平均系数.

3 结果分析

按照上述的测试方法，对 5 种 REBCO 带材和 1 种 BSCCO 带材的液氮温区力学性能进行测试，并用断裂点判据和弹性模量一致性判据选取出了有效数据.最终得到了 SuperPower，SuperOx，SuNAM，Fujikura，Sumitomo，5 种样品的应力应变曲线，每种样品获得不少于 5 个有效拉伸数据，图 3 绘制了 5 种样品的典型应力应变曲线.其中，5 种 REBCO 带材应力应变曲线从弹性形变阶段到屈服阶段连续平滑，BSCCO 带材的样品在接近屈服的阶段出现了一个台阶，主要原因在于 BSCCO 样品的复合结构，即其基材为银或银合金具有较低的屈服强度，而带

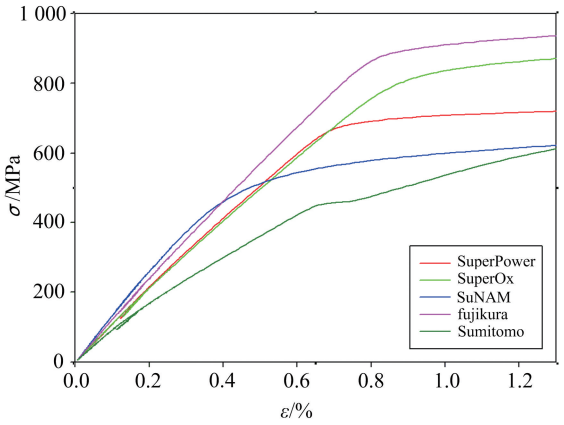


图 3　各种样品的应力应变曲线

材的外侧用镍合金进行了封装加强，力学性能优良.在拉伸过程中，带材整体表现出两种材料的复合力学性能.这些样品的屈服强度在液氮温区下要比在室温下强.

对测试样品的应力应变曲线进行拟合计算，得到了各样品的弹性模量和0.2%塑性延伸强度，并计算了对应的相对不确定度，如表2所示.

表2 样品的弹性模量和0.2%塑性延伸强度

样品	E_0 /GPa	E_u /GPa	$R_{p0.2-0}$ /Mpa	$R_{p0.2-u}$ /Mpa
SuperPower1	119.98	114.15	686.09	690.97
SuperPower2	110.94	116.86	707.29	703.07
SuperPower3	116.92	115.90	709.33	710.52
SuperPower4	105.35	111.90	709.41	703.42
SuperPower5	110.15	116.64	695.28	690.87
SuperOx1	108.87	115.14	822.22	806.06
SuperOx2	109.58	115.75	826.15	812.21
SuperOx3	99.95	112.73	821.21	785.48
SuperOx4	105.27	109.73	807.77	793.53
SuperOx5	116.07	118.82	824.87	822.88
SuNAM1	133.28	129.89	539.76	543.54
SuNAM2	137.97	132.95	552.19	554.34
SuNAM3	134.83	126.60	545.82	551.42
SuNAM4	130.15	124.14	542.05	547.88
SuNAM5	125.14	126.05	546.48	546.48
Fujikura1	131.62	124.40	896.79	907.56
Fujikura2	123.30	123.28	892.24	892.24
Fujikura3	123.96	122.35	900.46	902.91
Fujikura4	119.45	124.96	903.94	897.62
Fujikura5	114.93	120.69	902.54	896.43
Sumitomo1	86.40	89.98	460.70	457.32
Sumitomo2	86.00	88.50	458.76	457.45
Sumitomo3	90.99	91.24	458.71	458.71
Sumitomo4	92.68	88.89	457.65	459.10
Sumitomo5	79.32	91.98	465.96	448.13

THEVA的样品未能足够数量的有效测试数据.在测试过程中，存在的主要问题如下：1、样品为12 mm宽带，拉伸载荷接近测试系统极限，夹具与拉伸试样端部被夹持部分难以达到足够大的摩擦力，尤其在带材进入屈服阶段，拉伸试样经常出现打滑现象；2、带材为电镀铜后处理，截面出现较为明显的“骨头型”，最厚处（沿长度方向带材边缘）与最薄处（带材中部）的厚度差20%.而我方测试系统中引伸计压头的宽度为4 mm，仅能与带材部分接触.由于二代带材上下表面镀膜的不对称性，在拉伸过程中，带材表面会向YBCO面轻微鼓起.这将严重影响引伸计压头与试样的结构，导致引伸计无法获得准确的位移，发生打滑现象的典型应力应变曲线如图4所示.

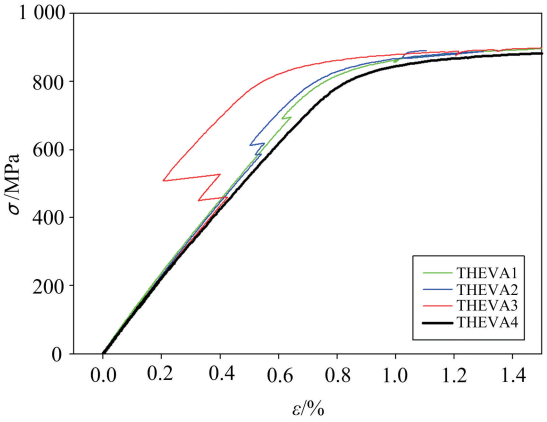


图4 THEVA样品应力应变曲线

为了验证带材厚度差造成的效应，将THEVA带材沿长度方向分切成3条4 mm宽度的带材，分别进行液氮温区下的应力应变测试.结果发现由于带材厚度的不一致，导致3条带材的应力应变存在明显差异，如图5所示.同样的应力下，三根样品的应变有差异，这可能也是导致引伸计出现打滑的原因之一.

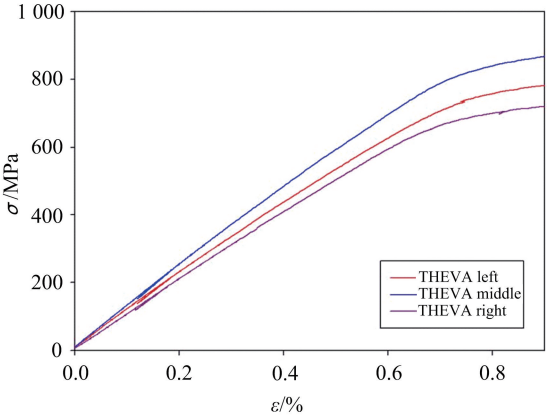


图5 THEVA样品分切后的应力应变曲线

对测试数据数据计算了其相对标准不确定度，如表 3 所示.在该测试系统下，按照 KIT 提供的《Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature》，可获得相对标准不确定度较小的测试结果，测试结果具有高可信度.此次测试得到力学性能参量的相对不确定度，与此前 2013 年 IEC/TC90 针对同样的带材常温下力学性能的循环比对实验所得到的相对不确定度[5]相接近.

这些数据将提交 IEC/TC90 第 5 工作组，届时工作组会搜集 9 家单位的独立测试数据进行不同测试系统下测试数据比对，并计算相对测试不确定度.结果将成为国际标准形成的重要参考.

表 3　样品的力学性能及其对应的相对不确定度

样品	N	E_0		E_u		$R_{p\,0.2-0}$		$R_{p\,0.2-U}$	
		E_0/GPa	RSU/%	E_u/GPa	RSU/%	$R_{p\,0.2-0}$/Mpa	RSU/%	$R_{p\,0.2-u}$/Mpa	RSU/%
SuperPower	5	112.67	2.30	115.09	0.81	701.48	0.66	699.77	0.55
SuperOx	5	107.95	2.46	114.43	1.33	820.44	0.40	804.03	0.83
SuNAM	5	132.27	1.65	127.93	1.22	545.26	0.39	548.73	0.34
Fujikura	5	122.65	2.25	123.14	0.62	899.19	0.24	899.35	0.30
Sumitomo	5	87.08	2.67	90.12	0.74	460.36	0.32	456.14	0.45

4 结　论

上海超导科技股份有限公司作为参与液氮温区下高温超导带材力学性能国际标准循环比对测试的机构，对 5 种 REBCO 带材和 1 种 BSCCO 带材进行了液氮温区力学性能进行了循环比对实验拉伸试验.根据 KIT 提供的《Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature》，测试系统选择了 CLN-UL 型超轻引伸计，样品安装严格按照规范的条件进行、冷却速度由杜瓦上升的速率控制，拉伸和卸载的速率为 1.7×10^{-5} 到 2.7×10^{-4} (s^{-1})之间.实验获得了其中 5 种带材样品(除 Theva 带材样品)的应力应变曲线，计算出弹性模量和 0.2%塑性延伸强度，并进行了相对不确定度的计算.结果显示，按照相同测试条件下，相对标准不确定度较小，测试结果具有高可信度.

参　考　文　献

[1] Martin W. Rupich; Xiaoping Li; Srivatsan Sathyamurthy; Cornelis L. H. Thieme; Kenneth DeMoranville; John Gannon; Steven Fleshler, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **23** (2013), 6601205.

[2] Ramesh Gupta; Michael Anerella; Arup Ghosh; Seetha Lakshmi Lalitha; William Sampson; Jesse Schmalzle; James Kolonko; Ronald Scanlan; Robert Weggel; Erich Willen; Kengo Nakao, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **27** (2014), 103001.

[3] J. Ma; J. M. Zhu; W. Wu; J. Sheng; Z. H. Yao; Z. Y. Li; Z. Jin; Z. Hong, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **26** (2016), 8400505.

[4] Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature.

[5] K Osamurai, H-S Shin, K-P Weiss, A Nyilas, A Nijhuis, K Yamamoto, S Machiya and G Nishijima, *Supercond. Sci. Technol.*, **27**(2014), 085009.

Tensile Test and Standardization Study on Practical REBCO and BSCCO Tapes at 77 K

ZHU Jiamin[1] WU Xiang[1] ZHAO Yue[1,2]

1.*Shanghai Superconductor Technology Co., Ltd*, *Shanghai*, 201203, *China*;

2.*School of Electronic, Information and Electrical Engineering*, *Shanghai Jiao Tong University*, *Shanghai* 200240, *China*

Received date: 2017-08-07; accepted date: 2017-09-13

【Abstract】 Mechanical properties of HTS tapes have important influence on their practical applications at 77 K. IEC/ TC90 WG5 has organized an international round robin test (RRT) for mechanical properties at 77 K on five types of REBCO tapes and one BSCCO tapes. 9 international research institutions and HTS tape suppliers in total participate this RRT at 2016, where Shanghai Superconductors Co. is the only institution in China . By the beginning of 2017, we carried out more than 20 times tensile tests on these HTS tapes. According to the《Guideline of RRT for Tensile Test on Practical REBCO and BSCCO Wires at Cryogenic Temperature》provided by Karlsruhe Institute of Technology (KIT), specific testing conditions are determined, including the selection of extensimeter, the specimen mounting , the specimen cooling mode, the rate of loading and unloading, etc. Then stress-strain curves were plotted, and the modulus of elasticity and 0.2% proof strength of each tape were calculated, such as E_0, E_u, $R_{p0.2-0}$, $R_{p0.2-u}$. The studies show that following the specific testing procedure, the reproducibility of stress-strain curves is high, and the modulus of elasticity and 0.2% proof strength have a small relative standard uncertainty, which provide an important experimental reference for the establishment of international standard.

Keywords: HTS tape, tensile test at 77 K, modulus of elasticity, 0.2% proof strength, relative standard uncertainty

PACS: 7460, 7490, 0290