

# 1983—1985 年我院超导技术攻关 科研成果简介

胡 善 荣      李 满 园

(中国科学院超导办公室)

1982 年,中国科学院在制定长远规划时,把超导技术作为重点发展的新技术之一。为促进其发展,组织了 1983—1985 年的超导技术攻关项目。该项目在数学学部和技术科学部组织领导下,成立了以学部常委、低温物理学家洪朝生教授为组长的超导技术攻关学术小组。以超导技术实用化为目标,从材料、磁体和低温技术的基础工艺入手,重点抓了 6 个项目 10 个子课题组织联合攻关。参加联合攻关的单位有低温技术实验中心、新疆物理所、上海冶金所、金属所、物理所、电工所、等离子体物理所和中国科技大学二系。参加攻关的总人数约为 130 人,其中主要人员约 50 人。

通过“六五”期间三年的超导攻关,我院在北京地区建立了液氮供应点,完成了氮液化系统的技术改造,液氮容器实现了国内自给,超导材料的研制与国外同类产品的水平大体相当,为超导磁体的国产化打下了技术基础。6 个项目 10 个子课题已于 1985 年完成并通过院级鉴定或验收。其中液氮容器与液氮生产集中供应点的建立获得中国科学院科技进步二等奖,中小型超导磁体工艺规范化获院科技进步二等奖,富 Sn 扩散法多芯  $Nb_3Sn$  高场材料的研制获院科技进步三等奖。“六五”超导技术攻关项目完成,表明我国已具备超导技术应用所必需的技术基础。从液氮生产供应、低温测量、超导材料制备和磁体制造技术都已具备商品化生产能力,将为超导技术的应用开辟广阔的应用前景。

现将“六五”超导技术攻关各分项目承担的任务,完成情况和取得的成果简介如下:

## 一、氮液化系统的改进和液氮集中供应点的建立

液氮的生产和供应是超导技术应用的关键。长期以来,国内一直没得到很好解决。在“六五”超导技术攻关中,由低温技术实验中心承担了建成液氮生产集中供应点这一任务。从 1983 年开始,低温技术实验中心和物理所首先对氮液化系统进行了一系列技术改造,首次在国产氮液化设备上采用外节流技术。在 SPY-20 型液氮机上,用外节流方法输液,向贮槽中存入液氮的产量由过去的 27~29 升/小时增加到 35~37 升/小时,产量提高了 28.5%。该技术用于 CHY-20 型液氮机,向贮槽中存入液氮的产量由过去 12—13 升/小时提高到 17—18 升/小时。

在氮液化过程中,必须先进行预纯化才能用于液化。由于改变了传统的物理吸附法,采用了安装在液氮温区的冷冻纯化器,纯化能力从原来每次  $1M^3$  空气量提高到每次  $5M^3$ ,缩短了再生处理时间,处理费用亦大为降低,处理性能达国外同类产品水平。

为确保液氮生产安全,研制了一系列安全保护自动装置,如用数字显示器监视气柜的高度,压机的突然断水、断油和过压保护等,提高了生产的安全可靠性。同时还建立了气体纯度分析和回气流测量装置,对回收的氦气进行了质和量的分析测量。

低温技术实验中心通过对液氮系统的技术改造,使液氮生产量不断增加。1983 年的年产量为 6450 升,1984 年上升到 9600 升,1985 年 1—7 月,生产量就达 6110 升。生产成本也不断下降,1983 年为 16.48 元/升,1985 年在原料成本增高的情况下,生产成本仍下降到 13.84 元/升。

几年来低温技术实验中心共生产液氮 26000 余升,以每升液氮 15 元的成本费,供应全国 30 多个单位;为 10 多个单位先后提供 200 余次液氮实验,低温技术实验中心已成为京区液氮生产和集中供应点。1985 年 10 月进行院级鉴定。该项目荣获科学院科技进步二等奖。

## 二、液氮容器的研制

为解决液氮的贮存和输运设备,低温技术实验中心自 1983—1985 年分别研制了 HeA-100 型运输式液氮容器、He-30 型液氮容器及稳态汽泡式低温恒温器,以满足不同用途的需要。

HeA-100 型运输式液氮容器的特点是:容器自身的结构强度能承受运输过程中的振动与冲击。容器的内外壳体用不锈钢制成,采用气冷多屏绝热型式,保证绝热性能良好。内筒不锈钢管悬吊于外壳顶部球面活动支承上,外面用波纹管密封,内筒可以摆动,减少颈管的弯曲应力,起到一定的缓冲作用。为确保容器的安全,采用一个防爆阀和安全阀保护内筒。内、外筒之间的真空夹层采用真空防爆阀加以保护。该容器经过二年多实地测试,绝热性能指标、蒸发率均很稳定,日蒸发量小于 1.5%。容器在正常运输时,垂直与水平振动加速度值均在 0.1g 左右,远小于国外资料报道的垂直振动应小于 2g、水平振动应小于 1g 的指标。

He-30 型液氮容器是小型液氮实验用贮存容器,内、外筒都采用不锈钢材料制成,采用高真空—多层气冷防辐射屏绝热形式。为了确保使用安全可靠,该容器配备了压力表、内筒安全阀、内外筒防爆阀,热振荡阻尼罐。容器的液氮静态蒸发量每日小于 0.9 升。该装置的特点是外型美观,重量轻,易于搬动,使用安全,液氮蒸发量低。各项指标已达国外同类产品的水平。

稳态汽泡式低温恒温器是用于光荧光和光散射实验的低温容器。它采用一个活塞将容器分成主容器和尾部的气泡室两个部分。在活塞的锥面形成液—气两种状态的分界面。调节加热器的功率和锥面间隙,可以得到不同的温度。活塞周围的汽柱间隙提供了充足的热阻,以便防止汽泡室温度较高时,过度热量传入主容器。该恒温器采用多层绝热的方式,比采用液氮保护的方式更具有结构紧凑、重量轻、加工和装配工艺简单等特点。它的工作温度为 2—300K,有效容积为 2 升,液氮蒸发量在 4.2K—230K 时小于 0.22 升/小时,在 230—300K 时小于 0.28 升/小时。在 4.2K—300K 范围内,温度稳定性均在  $\pm 0.025\text{K}$  以内。该装置首次在国内采用了先进的稳态汽泡技术,具有良好的温度稳定性和宽的测量温区。液氮蒸发量较低。在用于光学低温测量时,操作方便。在冷指型低温容器中,其性能主要指标已达国际水平。

以上 3 种液氮容器,1985 年 10 月通过院级鉴定,建议可小批量生产。

### 三、GDT-1 2—30K 锗电阻数字温度计

在 2—30K 的低温测试范围,需要有灵敏度高、复现性好的探头及二次仪表。新疆物理所 1983 年承担了低温锗电阻数字温度计的研制。GDT-1 数字温度计是采用 8085 CPU 组装成的智能化测试仪表,较好地解决了微弱信号检测,实现了自动量程,自动校零、自动校准及非线性刻度转换。在 2—4K 和 4—30K 温区内,仪器分辨率分别为 0.005 和 0.01K,精度分别为 0.05K 和 0.1K。锗电阻温度计探头分别在 4.2K 和 27K 下做了长期稳定度考验,90% 左右达到了年稳定度  $\pm 5\text{mK}$ 。该仪器还可与其它类型温度探测元件配合使用。1985 年 12 月通过院级鉴定。各项性能指标均达到国内同类仪器的先进水平。

### 四、低温抗磁场热敏电阻

低温抗磁场热敏电阻在国外已成为低温强磁场下测量控制温度用的重要温度传感器之一,但在国内尚属空白。在“六五”超导技术攻关中,由新疆物理所和中国科技大学二系承担该项任务的研制。经两年时间,研制成低温抗强磁场热敏电阻。它是选用  $\text{ABO}_2$  型钙钛矿结构的  $\text{CO-Ni-Ba-O}$  系金属氧化物半导体材料制成。使用温区在 2.8K—100K,比国外已报道的同类元件使用温区 4—20K 要宽得多。其  $R-T$  特性遵循  $RT=AT^{-\alpha}P(B/T)$  关系式,有效灵敏度  $\left(\frac{dR}{dT} \frac{1}{R}\right)$  在 4.2K 为  $-75 \sim -50\%/K$ ,在 100K 为  $-1.5 \sim 1.3\%/K$ 。在 4.2K、70KG 磁场强度下,磁场引起的温度相对变化为  $1.2 \sim 2.0\%$ 。温度计的磁阻变化遵循经验公式  $100 \cdot \frac{\Delta R}{R} = \frac{C_1 \cdot H^2}{1 + C_2 H^2} \cdot T^{-1.5}$ 。当温度不变时(4.2K)磁场引起的电阻变化与此公式相等。当磁场不变,磁阻随温度的升高而减小,在 4.2K 温度下的短期复现性 2.3—10mK,在测量温区内呈光滑连续变化的电导-温度特性。1985 年 12 月通过院级鉴定,专家们认为,该热敏电阻具有较高的灵敏度,使用温区宽,与国外同类元件的材料特性相比,在材料特性设计上有创新,为制作温区较宽的低温抗磁热敏电阻提供了一种新型材料。其技术性能指标已接近和部分参数优于国外同类产品的性能,填补了国内空白,具有实际应用价值。

### 五、“多芯 Nb/Cu 挤压管法” $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 化合物超导复合线的研制

制备  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  多芯复合导体的传统方法是所谓“青铜法”。由于该方法制备工艺复杂,生产周期长,影响了线材超导性能的提高。上海冶金所三室在分析比较“青铜法”、“外扩散法”、“Insitu 法”、“Nb 丝富 Sn 扩散法”等方法的优缺点基础上,有创新地提出“多芯 Nb/Cu 挤压管法”制备  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  多芯复合线材的新工艺。中国科技大学参加了这一工作。该方法的特点是:采用在 MF Nb/Cu 挤压复合管中塞锡源的方式,使“青铜法”所用的青铜中的铜和锡分立,形成不经中间退火就能加工成多芯 Nb/Cu/Sn 复合线材。结果仍能象“青铜法”那样容易获得微米级连续纤维。并能“拧扭”降低磁滞损耗,增强超导态稳定性。锡源置于多芯 Nb/Cu 挤压管的中心,能避免“外扩散”时锡由铜表面向内扩散产生的“表面剥落”现象,使复合线直径

不受此现象的限制。适合于制备细芯复合导体,纤维直径可细到 2 微米左右。用该工艺方法制备  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  多芯复合导体,成本低,超导全临界电流密度高。复合线短样品在 4.2K、12.5T 的超导全临界电流密度高达  $6.3 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 。用该方法制备的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  长线,绕制了外径为 69mm,内径为 20mm 的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  超导磁体,在 8.0T  $\text{NbTi}$  背景场中运行,总场强达 13T。这在国际上尚未见报道。该磁体已用来测量  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  超导短样品的临界电流特性,从而肯定了这种方法制备的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  复合线材具有在 10T 以上场强的实用性。1985 年 10 月鉴定时,专家们认为,多用芯  $\text{Nb/Cu}$  挤压管法制备  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  超导复合线,主要指标达到国外同类材料水平。为国内自行研制 10—15T 高场超导磁体系统建立了相应的高场超导材料基础。

## 六、Nb 管富 Sn 扩散法多芯 $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 高场超导材料研究

研制实用化高场超导材料,是“六五”超导技术攻关的内容之一。目标是为国内研制 10—15T 高场超导磁体提供价廉质优的实用化线材。上海冶金所三室在以往工作的基础上,采用 Nb 管富 Sn 法制备多芯  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  复合线材,能完全满足制作高场超导磁体的需要。Nb 管富 Sn 法与传统“青铜法”相比,其加工制备工艺简单,在扩散热处理生成  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  之前,无需任何中间热处理。同时由于 Nb 管起到 Sn 扩散阻挡层的作用,使 Nb 管外的 OFHC Cu 不致被 Sn 污染。导体具有良好的磁热稳定性及较高的超导临界特性,特别是可很方便地添加第三元素,进一步提高材料的高场性能。如在母材中添加适量的 Ti 或 In 均明显降低在  $\text{Cu-Sn(Ti, In)}$  合金中的扩散激活能,提高  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  反应扩散速率和细化  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  晶粒。其中,添 Ti 的效果更为显著。添适量的 Ti,一般在 0.2at% 左右,可提高样品转变温度  $T_c$  约 0.3K,上临界场  $H_{c2}$  提高到 29T。同时显著提高超导材料在 12T 以上磁场区的载流能力。用这种方法制备的超导  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  复合材料,短样品  $J_c(4.2\text{K}, 10\text{T})$  为  $1.1 \sim 1.5 \times 10^5 \text{A/cm}^2$ ,相当于合同规定指标的 1.8 倍,达到 1984 年国际同类多芯  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  线材的先进水平。为了检验这种方法制备的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  长线性能,用 0.6 公斤线材成功绕制了内径 21mm 的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  磁体,在 8.8T 背景磁场下,组合峰值场达 11.8T。长线的临界电流密度  $J_c(\text{Nb/CuSn}, 11.8\text{T})$  为  $7.2 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ ,基本达到短样品性能。说明该方法制备的长线性能是均匀稳定的。1985 年 10 月通过院级鉴定。专家们认为,由于该方法制备工艺简单,生产周期短,成本较低,是一种值得重视的  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  高场材料制备工艺。在添加第三元素改善材料性能及制备工艺上有所创新。根据材料的短样性能,将有可能用于制造 15T 超导磁体。上海冶金所具备批量生产能力,为实用化高场超导材料的应用提供了生产条件。该项目与“多芯  $\text{Nb/Cu}$  挤压管法  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  化合物超导复合线研制”项目同获中国科学院科技进步三等奖。

## 七、中小型超导磁体工艺规范化

中小型超导磁体是超导技术中最现实、广泛的应用领域。国内超导磁体技术已取得较大进展。但在某些方面与国外相比尚有一定差距,如缺少稳定长期运行的超导磁体,磁体励磁速度偏低等。为了能在批量规模上研制出稳定的超导磁体,中国科学院等离子体物理所承担了“中小型超导磁体工艺规范化”攻关任务。于 1985 年 11 月通过院级鉴定。

规范化工艺要求在分析绝热稳定超导磁体内可能存在扰动谱的基础上,指出了绕制稳定高场 NbTi 磁体的某些关键技术环节,采取有效方法,总结出一套创新的中小型多芯 NbTi 磁体工艺。其特点是,选择适当的填充材料(如低强度的石蜡掺高热导的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  或高比热的  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ),减少导线在电磁力作用下出现滑移的可能性。施以较大的,与导线所在处受到的电磁力(环应力)相当的预张力,进一步防止导线的运动。采用高强度材料如不锈钢丝加固磁体,避免磁体的整体变形。从而从微观和宏观上克服磁体的机械不稳定性。采用合理的分层结构(2—3 层),根据磁场强度进行导体相对截面的最优化设计,去掉不必要的层间绝缘材料,增大超导磁体的填充因子,以便可以用较少的超导线获得较高的场强,处理好磁体的引出线,采用可靠的保护装置,提高磁体长期运行的稳定性。按此规范工艺,等离子体物理所用国产 NbTi 线绕制了 6 个超导磁体,有效内径 70mm 左右。经多次测试表明,中心磁场强度皆高于 8.5T,最高为 9.24T。磁体失超点都在磁体负载线上短样性能的 95% 以上,从而基本克服了退化效应。磁体可快速励磁并呈现较高的稳定性,典型地,在 2 分钟内磁场升至 8T 无中途失超,磁体也无锻炼效应。有的磁体经多次失超和冷热循环仍能稳定工作在 8.6T。进一步表明磁体的工艺是可行的。鉴定认为,采用该磁体工艺规范绕制的磁体,从磁体的场强,励磁速度和稳定性等几个表征磁体性能的主要参量看,其性能已达国际同类商品的水平。超导磁体应用目前仍然是超导技术应用的主要领域,中小型超导磁体工艺规范化的实现,将直接促进这一领域工作的发展。由于磁体工艺得到了较好的解决,工艺本身具好的重复性,且掌握这套工艺不困难,能使国产多芯 NbTi 超导材料的性能得以较充分的发挥。今后国内中小型磁体的应用发展已具有很好的基础,有关部门可以着手组织仪器磁体的商品生产,减少不必要的进口,尽快取得经济效益。该项目荣获中国科学院科技进步二等奖。

## 八、中小型超导磁体相关技术

超导材料研究在我国已有 20 多年历史,但其应用多限于实验室范围。目前国外中小型磁体应用以高分辨率核磁共振谱仪用超导磁体最具有相关技术代表性。它要求高磁场、高均匀度和高稳定度的闭环长期运行。为推动我国超导磁体应用技术的发展,在“六五”超导技术攻关期间,中国科学院上海冶金所结合 250MHz 谱仪用超导磁体的研制,解决了一些相关技术难关,于 1985 年 10 月通过院级鉴定。

250MHz 超导磁体采用六阶尾端补偿法设计,内径 60mm,中心磁场强度接近 6T,主磁体均匀度为  $10^{-5}$  级,加匀场线圈调制后均匀度达  $10^{-7}$  级(1cm 范围内)。为我国自制的第一个高均匀度超导磁体。

超导磁体的闭环运行,采用冷压焊接超导线技术,将超导磁体的头尾导线连接起来实现。该技术用于单芯和多芯 NbTi 超导线焊接时,焊接电阻分别达到  $10^{-13}$  和  $10^{-11}$  欧姆级,满足高稳定度超导磁体闭环运行的要求。与超导磁体配合使用的超导开关在研制上有一定的特色。该磁体系统在闭环情况下运行了 9 天,磁场稳定度达  $3 \times 10^{-7}$ /小时。

## 九、脉塞用超导磁体系统

自由电子脉塞是近年发展起来的一种新型电子器件,是一种发射毫米波、亚毫米波的新功

率源。它在高分辨雷达、受控等离子体加热以及遥控、遥测等方面有很好的应用前景。而发展更短波长,更大功率的自由电子脉塞,关键是发展超导磁体技术。中国科学院电工所在“六五”超导技术攻关期间,为中国科学院电子所研制成我国第一套脉塞用超导磁体系统。1985年10月通过院级鉴定。

该系统分为超导磁体和低温杜瓦两部分: 超导磁体满足 4mm 波长或更长脉塞研究的要求,即在谐振腔中心处 30mm 内提供 0—3T 的均匀磁场,磁场均匀度优于 0.5%。谐振腔中的磁场可调制成梯度场,最大梯度为 3%。阴极区磁场强度为 0.2—0.3T,并在 10mm 中心区内较均匀。阴极区与谐振腔之间的中心距离为 250mm 左右。与脉塞超导磁体配套使用的低温杜瓦是该超导磁体系统的关键部件之一,它要求输液一次能持续工作 3—5 天。为了装置回旋管及其附件,杜瓦应有直径为 9cm 的室温通孔,并且杜瓦本体高度不得超过 45cm。电工所在设计中,采用合理的绝热结构和绝热材料,使杜瓦具有较小的氦蒸发率,杜瓦中设有可拨电流引线装置,用来减少在超导磁体已经闭环运行后不需电源供电时的液氦损失。杜瓦上装有真空表,可随时监视夹层真空情况。杜瓦液氦槽中设有点式液面计和真空压力表,用以监视液面和压力情况。杜瓦各部件均采用无磁不锈钢制造。1985年10月对该系统进行鉴定时,杜瓦实际蒸发率为 0.058 升/小时。输液一次可连续工作 9 天。专家们认为,脉塞超导磁体系统在设计结构上都是合理、可行的,各项技术指标都达到用户要求,是我国第一套可投入脉塞装置使用的系统。它开辟了国内超导技术应用一个新领域,为我国超导技术的实际应用提供了有益的经验,为推动我国自由电子回旋脉塞技术的发展做出了贡献。

## 十、NbTi-Nb<sub>3</sub>Sn 组合高场磁体的研制

为了建立实用高场超导磁体系统,加快超导技术的应用步伐,电工所 1983 年初承担了研制中心磁场为 11T 的高场磁体攻关项目。于 1985 年底研制成内孔径 80mm 的 NbTi-Nb<sub>3</sub>Sn 组合磁体。经中心磁场强度达 11.4T,贮能 263KJ。其中, NbTi 磁体内径 167mm,提供磁场 7T, Nb<sub>3</sub>Sn 磁体内径 80mm,在 7T NbTi 背景场下,中心磁场为 4.4T。NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn 磁体都采用了梯级电流密度分布,以减少导线重量,充分发挥导线的性能。

NbTi-Nb<sub>3</sub>Sn 磁体的组合试验,中心场强达到 11.4T,这表明变导体截面高场磁体的设计和试用的 Nb<sub>3</sub>Sn 磁体制作工艺都是可行的。同时也证明国产 Nb<sub>3</sub>Sn 超导线材具有较好的高场特性,完全可用来制作更高场强的超导磁体系统。

中国科学院“六五”超导技术攻关是在当时国内超导研究处于应用前景不明确、举棋不定的情况下开展起来的,并始终坚持进行取得了上述很好的成绩,这种艰苦奋斗的作风也值得提倡。超导技术攻关的全面完成,也为“七五”开展高温超导体研究奠定了相应的基础。