

# CARACTERISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE MATERIAUX SUPRACONDUCTEURS

G. Lenoir, V. Aubin

Laboratoire MSSMat, École Centrale de Paris

Grande voie des vignes, 92290 Châtenay-Malabry, France

Téléphone : 01 41 13 13 90

[gilles.lenoir@ecp.fr](mailto:gilles.lenoir@ecp.fr), [veronique.aubin@ecp.fr](mailto:veronique.aubin@ecp.fr)

**Mots clés :** Matériaux supraconducteurs, comportement mécanique, brins multi-filamentaires, essais mécaniques.

## 1. INTRODUCTION

Les matériaux présentant une absence totale de résistance électrique et un diamagnétisme parfait, appelés supraconducteurs, présentent un intérêt considérable dans les machines de fusion (tokamaks, stellarators), de l'imagerie par résonance magnétique (IRM) et dans le transport de l'électricité. Dans les aimants à haut champs, les matériaux utilisés actuellement limitent la production de champs magnétiques intenses, supérieurs à 12 Tesla, nécessaires à l'amélioration des machines actuelles. L'utilisation du niobium-étain ( $\text{Nb}_3\text{Sn}$ ) devient donc indispensable [1]. De nouveaux matériaux, comme le Diborure de Magnésium ( $\text{MgB}_2$ ), permettent d'atteindre des températures de fonctionnement plus élevées, ouvrant des perspectives intéressantes à l'utilisation des supraconducteurs dans le transport de l'électricité.

Le domaine supraconducteur, défini par la température, le champ magnétique et la densité de courant traversant le matériau, varie également avec la déformation [2]. En effet, les matériaux utilisés sont fragiles et au-delà d'une certaine déformation, l'endommagement des brins empêche le passage du courant [3]. Mais de plus, pour certains matériaux, même en dessous de ce niveau, l'intensité de courant est limitée de manière réversible par la déformation. Cette dépendance est bien connue et documentée pour le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  [4], elle reste encore peu documentée pour les brins  $\text{MgB}_2$  [5] mais leur réponse mécanique n'est pas encore bien connue. En effet, les couplages mécano-électrique nécessite une connaissance précise de la réponse des brins aux sollicitations thermomécaniques imposées à la fabrication, à la réalisation des câbles et pendant leur utilisation. De plus, des dégradations régulières des propriétés électriques sous chargement cycliques des câbles supraconducteurs ont été observées [6].

Afin de prédire le comportement mécanique, et donc le comportement électrique, la caractérisation et la modélisation des brins supraconducteurs sous différents types de sollicitations monotones et cycliques sont donc primordiales. Des essais de traction monotone avec décharges et de traction-compression cyclique ont été réalisés afin de permettre l'identification de lois de comportement pour la modélisation des brins supraconducteurs. Les modèles identifiés sont ensuite validés sur des essais représentant les sollicitations auxquelles sont soumis les brins lors de leur fabrication et leur utilisation. Des analyses et des observations des brins après chargement cycliques sont également réalisées afin de mettre en évidence et comprendre les phénomènes à l'origine des dégradations des performances électriques.

Ce papier présente les premiers résultats de caractérisation du comportement mécanique des brins supraconducteurs  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  et  $\text{MgB}_2$ , respectivement destinés aux bobines des futurs IRM et aux câbles de transports d'électricité. L'investigation d'un phénomène de localisation de la déformation, qui pourrait avoir un lien direct avec l'endommagement mécanique des brins et la dégradation des performances électriques, y est également présentée.

## 2. DESCRIPTION DES BRINS

Un brin supraconducteur est un composite complexe composé de filaments supraconducteurs de petite taille (de  $5\mu\text{m}$  à  $100\mu\text{m}$  suivant le processus de fabrication et les dimensions du brin), torsadés dans une matrice métallique pour des raisons de stabilités électriques et thermiques [7]. Le processus de fabrication utilisé pour les deux types de brins étudiés est le procédé powder-in-tube (PIT).

### 2.1 Brins $\text{Nb}_3\text{Sn}$

Le niobium-étain  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  est un composé intermétallique. De la poudre d'étain est insérée dans des tubes de niobium à paroi épaisse après densification. La tige mono-filamentaire est recouverte d'une feuille de cuivre pour créer la zone inter-filamentaire et est étirée en tige de petit diamètre. Ces tiges mono-filamentaires

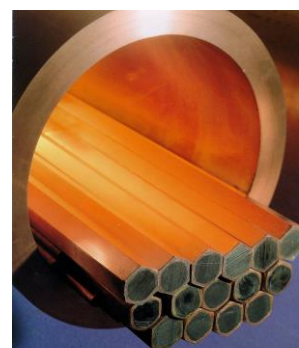


Figure 1. Empilement de filaments dans une billette multi-filamentaire [8]

sont ensuite introduites dans un tube de matrice de cuivre OFHC et un barreau de cuivre occupe également le centre de la billette multi-filamentaire. Le composite est ensuite étiré puis traité thermiquement suivant un processus permettant la diffusion de l'étain dans le niobium et la création du composé supraconducteur. Le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT étudié a donc en fin de fabrication un diamètre de 1mm, une zone inter-filamentaire de diamètre 0.85mm et des filaments d'environ 50 $\mu\text{m}$  de diamètre (figure 2).

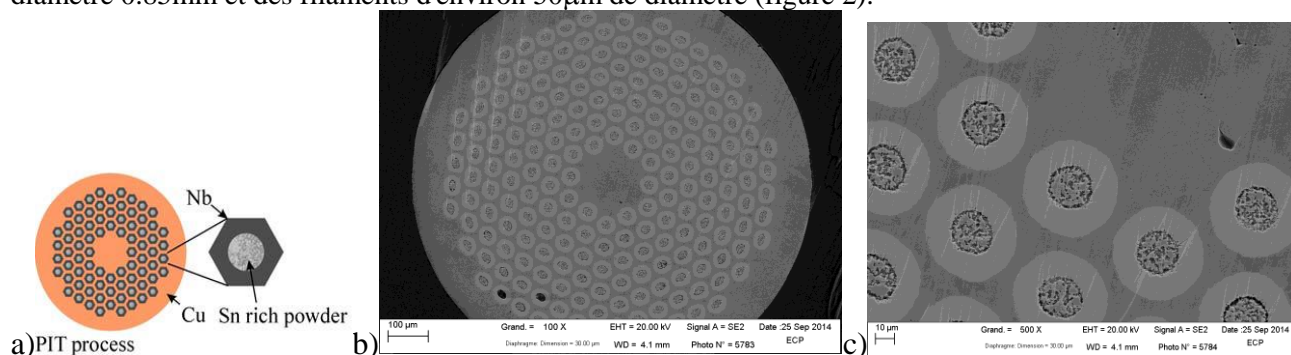


Figure 2. a) Représentation d'un brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  fabriqué par la méthode powder-in-tube (PIT), réalisée par P.J. Lee. b) Coupe transversale observée au MEB. c) Zoom sur des filaments supraconducteurs.

## 2.2 Brins $\text{MgB}_2$

Le diborure de magnésium  $\text{MgB}_2$  est une céramique. Le processus de fabrication « powder-in-tube » pour le  $\text{MgB}_2$  est à peu près le même que pour le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  excepté que le composé supraconducteur est réagi préalablement. De la poudre de bore et de magnésium sont mélangées et subissent un traitement thermique adapté à 900°C afin d'obtenir le  $\text{MgB}_2$ . Le  $\text{MgB}_2$  est ensuite introduit dans un tube de nickel puis tréfilé afin d'obtenir un mono-filament. Ces mono-filaments sont ensuite placés dans un tube de matrice de Monel 400 et un barreau de nickel occupe le centre de la billette multi-filamentaire. Le composite est ensuite étiré puis traité à nouveau thermiquement afin de relâcher les contraintes dues aux tréfilages. Le brin  $\text{MgB}_2$  étudié a donc en fin de fabrication un diamètre de 1.52mm, une zone inter-filamentaire de diamètre 0.85mm et des filaments d'environ 50 $\mu\text{m}$  de diamètre (figure 3).

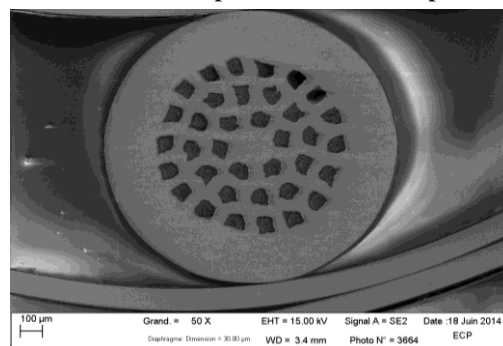


Figure 3. Observation MEB d'un brin  $\text{MgB}_2$  fabriqué par la méthode PIT

## 3. CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES BRINS

La caractérisation de comportement est réalisée par des essais de traction monotone avec décharges. Le matériel utilisé, le protocole expérimental ainsi que les résultats figurent ci-dessous.

### 3.1 Matériels utilisés

Les essais de traction ont été réalisés sur machine de traction-torsion de fatigue (10kN - 100 Nm) Electropuls INSTRON. Les mors utilisés sont des mors pneumatiques 3kN avec des mordaches plats. La force est mesurée par une cellule INSTRON bi-axiale de 10kN-100Nm.

La déformation des brins a été mesurée par un extensomètre axial. Deux extensomètres ont été comparés afin d'analyser l'impact du poids, de la force de rappel des lames et de la mise en place sur le brin. La fixation par collage et par élastique des extensomètres a été testée. La méthode de fixation retenue est le collage car elle présente le moins de sollicitation à l'installation.

### 3.2 Protocole expérimental

Le pilotage de l'essai de traction monotone pour le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  est en déplacement et les décharges sont pilotées en force pour répondre à des problèmes de détection de la valeur minimale pour la recharge (50N). Le  $\text{MgB}_2$  est entièrement piloté en déplacement. La vitesse de déplacement du vérin est de 1.5mm/min, ce qui correspond à une vitesse de déformation de l'ordre de  $5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les brins ont une longueur initiale entre les mors de 50mm et sont positionnés grâce à des équerres réglées à l'aide de vis sur les mordaches.

### 3.3 Résultats et discussion

Les résultats de la campagne d'essais ont montré une erreur maximale entre les résultats de 10MPa, montrant une bonne reproductibilité. La figure 4 présente deux courbes contrainte-déformation stoppée à 9% de

déformation. Elles sont représentatives du comportement en traction monotone des brins supraconducteurs  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  et  $\text{MgB}_2$  présentés ci-dessus.

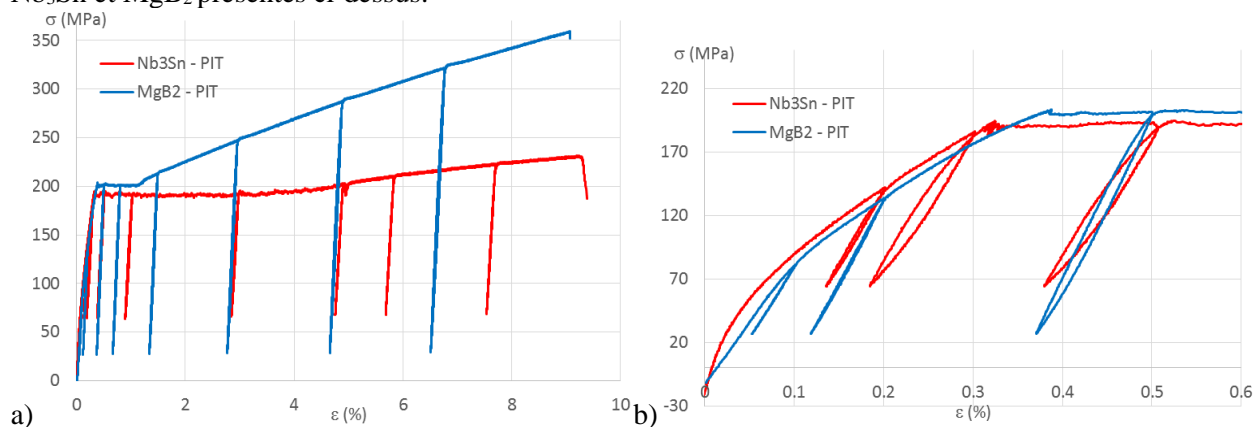


Figure 4. Résultats de traction avec décharge a) courbes  $\sigma$ - $\epsilon$  et b) zoom sur le début des courbes.

La figure 4.b) présente un zoom sur le début des courbes. Un changement de pente est clairement visible sur chacune des courbes. Ce changement reflète le comportement d'une structure composite élasto-plastique avec des limites d'élasticité variées des différents constituants.

Le module d'Young a été évalué à chaque décharge et tracé en fonction du niveau de déformation (figure 5).

Un endommagement notable des deux brins au-delà d'une déformation de 0.5% est observé. Les résultats concernant le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  fabriqué par la méthode PIT sont assez peu nombreux, mais [9, 10] ont montré que la valeur de déformation avant dégradation irréversible des performances électriques ( $\epsilon_{\text{irr}}$ ) varie de 0.18% à 0.6% suivant le processus de fabrication. Étant donné la récente découverte de la supraconductivité du  $\text{MgB}_2$ , la littérature est très limitée et est axée sur la comparaison des processus de fabrication et des matériaux de matrices. Les résultats de  $\epsilon_{\text{irr}}$  sont résumés par [11, 12] pour des brins à matrice et barreau intérieur en Cuivre ou Fer et donnent des résultats de 0.5 à 0.7%. Plus récemment, [13] a fourni des résultats de  $\epsilon_{\text{irr}}$  pour un  $\text{MgB}_2$  à matrice de Monel de 0.3%. Ces valeurs de déformations irréversibles avant dégradations concordent avec les résultats d'endommagement des brins testés.

Un plateau débutant à 0.3-0.4% de déformation suivant le brin testé est également observé. Ce phénomène est donc très proche de la limite de la zone d'utilisation en déformation des brins supraconducteurs avant dégradation des performances électriques. Cependant, ce plateau n'a été que rarement observé dans la littérature [14]. Il paraît donc nécessaire d'étudier ce phénomène afin d'analyser son impact sur l'endommagement et sur les propriétés électriques des brins supraconducteurs.

#### 4. CARACTÉRISATION DU PHÉNOMÈNE DE LOCALISATION DE DÉFORMATION

##### 4.1 Protocole expérimental

Un essai de traction avec suivi de marqueurs a été réalisé sur un brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . L'extensomètre INSTRON de longueur de jauge 12.5mm et de 20% de déformation a été placé sur la partie supérieure du brin afin de comparer les résultats obtenus. La figure 6.a) expose le montage utilisé ainsi que la répartition des marqueurs.

##### 4.2 Résultats et discussion

La figure 6.b) montre l'évolution des déformations mesurées localement en fonction du temps. La déformation nommée « Déf i - i+1 » correspond à la déformation calculée entre deux marqueurs consécutifs. En rouge est tracée la déformation mesurée par l'extensomètre.

On observe sur cette figure une évolution linéaire et homogène de la déformation (entre  $t=25$  et  $40$ s). Au-delà, une localisation de la déformation apparaît, visible d'abord entre les marqueurs 11 et 12. Ce front de localisation se propage d'abord vers le bas de l'éprouvette jusqu'au marqueur 1, puis dans un 2<sup>e</sup> temps vers le haut de l'éprouvette (saut de déformation de l'extensomètre à  $t=185$ s). Ce front de localisation fait passer la déformation locale d'environ 0.3% à 5%. Après le passage de ce front, la déformation redevient homogène dans l'éprouvette.

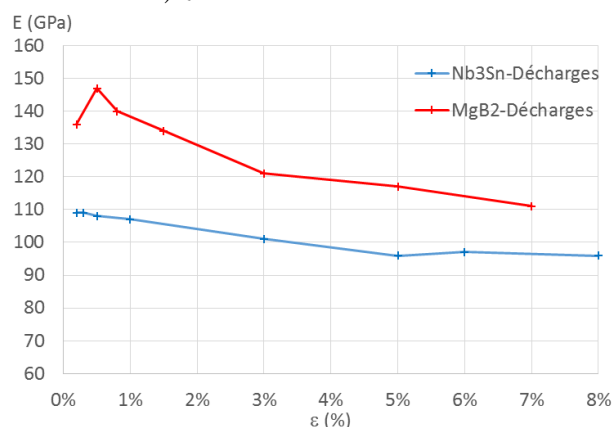


Figure 5. Module d'Young en fonction de la déformation montrant l'endommagement des brins

et augmente jusqu'à rupture. Comme la rupture du brin supraconducteur est survenue au niveau de la lame inférieure de l'extensomètre, nous supposons que celle-ci pourrait être le lieu de la première localisation de la déformation.

Les matériaux supraconducteurs qui constituent les filaments de ces brins sont fragiles et ne supportent que des faibles déformations. Étant donné que ce front de déformation survient dans la zone d'utilisation en service des supraconducteurs, il pourrait être à l'origine de la dégradation observée des propriétés électriques via l'endommagement des filaments, ou bien en être la conséquence.

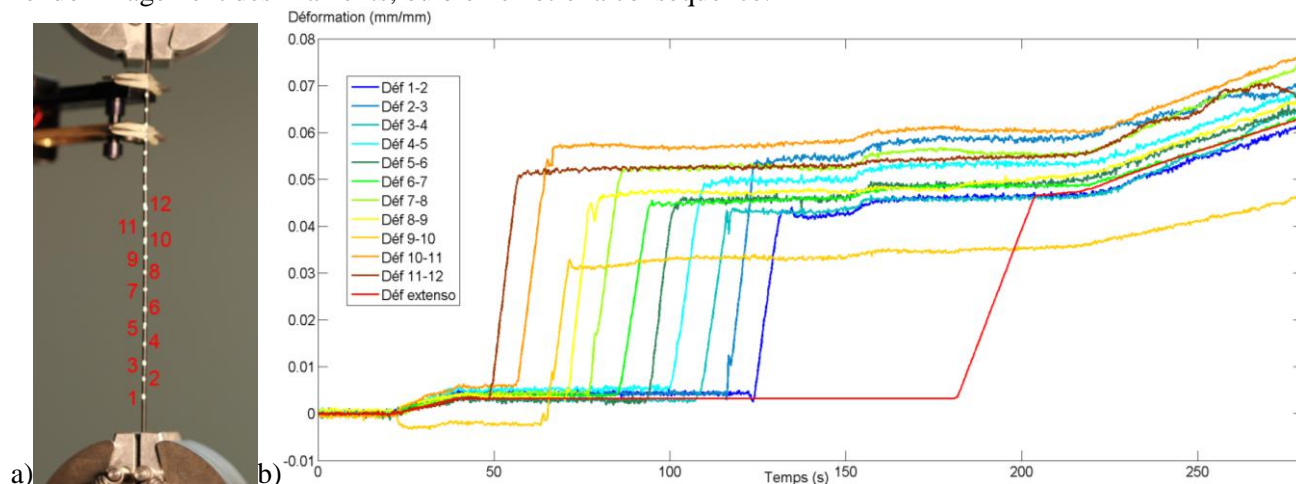


Figure 6. Essai de traction à rupture avec suivi de marqueurs a) Répartition des marqueurs et b) Evolution des déformations en fonction du temps entre les marqueurs  $i$  et  $i+1$  et de l'extensomètre.

## 5. PERSPECTIVES

Ce travail a permis de mettre au point une méthodologie expérimentale adaptée aux dimensions et à la fragilité des brins supraconducteurs. Des premiers essais de caractérisation du comportement mécanique ont été réalisés. Ils doivent encore être complétés par des essais sous chargement cyclique afin d'analyser l'endommagement cyclique. L'analyse des propriétés locales des matériaux en présence complétera les essais sur brins afin de construire un modèle adapté à la structure composite complexe des brins supraconducteurs. Enfin, la localisation de la déformation mérite une investigation plus approfondie. En effet, il reste à étudier son origine, la caractériser et analyser son impact sur l'endommagement.

## REFERENCES

- [1] Todesco E., Zimmermann F., "The high energy LHC", *CERN Yellow Report, 2<sup>nd</sup> EuCard meeting*, Paris (2011).
- [2] Ekin J. W., Suenaga M., Clark M., "Strain scaling law and the prediction of uniaxial and bending strain effects in multi-filamentary superconductors", *Filamentary A15 Superconductors Plenum Press*, USA (1980), 187-203.
- [3] Miyoshi Y., van Lanen E. P. A., Dhallé M. M. J., and Nijhuis A., "Distinct voltage-current characteristics of Nb<sub>3</sub>Sn strands with dispersed and collective crack distributions", *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 22, no. 8, (2009).
- [4] Nijhuis A., Ilyin Y., Wessel S., Krooshoop E., Feng L., Miyoshi Y., "Summary of ITER TF Strand Testing Under Axial Strain, Spatial Periodic Bending and Contact Stress," *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 19, no. 3, (2009), pp. 1516–1520.
- [5] Kitaguchi H., Kumakura H., "Superconducting and mechanical performance and the strain effects of a multi-filamentary MgB<sub>2</sub>/Ni tape", *Supercond. Sci. Tech.*, vol.18 no.12 (2005), S284
- [6] Bruzzone P., Fuchs A. M., Stepanov B., Vecsey G., "Performance evolution of Nb<sub>3</sub>Sn cable-in-conduit conductors under cyclic load [for Tokamaks].", *Applied Superconductivity, IEEE Transactions*, 12, (2002), 516–519.
- [7] Tixador P., "Les supraconducteurs", *Traité des nouvelles technologies, Série Matériaux, Hermès*, (1995), 44.
- [8] Devred A., "Superconductors with low critical temperature for electro-magnets", DAPNIA, Saclay, (2002)
- [9] Goodrich L. F., Cheggour N., Lu X. F., Splett J. D., Stauffer T. C., and Filla B. J., "Method for determining the irreversible strain limit of Nb<sub>3</sub>Sn wires," *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 24, no. 7, (2011), p. 075022.
- [10] Nijhuis A., Pompe van Meerdervoort R. P., Krooshoop H. J. G., Wessel W. A. J., Zhou C., Rolando G., Sanabria C., Lee P. J., Larbalestier D. C., Devred A., Vostner A., Mitchell N., Takahashi Y., Nabara Y., Boutboul T., Tronza V., Park S.-H., and Yu W., "The effect of axial and transverse loading on the transport properties of ITER Nb<sub>3</sub>Sn strands," *Superconductor Science and Technology*, vol. 26, no. 8, (2013), p. 084004.
- [11] Vinod K., Kumar R. G. A., and Syamaprasad U., "Prospects for MgB<sub>2</sub> superconductors for magnet application," *Superconductor Science and Technology*, vol. 20, no. 1, (2007), pp. R1–R13.
- [12] Hanna M., Fang H., Zhou Y. X., Alessandrini M., Putman P. T., and Salama K., "Mechanical properties of superconducting MgB<sub>2</sub> wire," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 181, no. 1–3, (2007), pp. 44–47.
- [13] Kováč P., Kopera L., Melišek T., Rindfleisch M., Haessler W., and Hušek I., "Behaviour of filamentary MgB<sub>2</sub> wires subjected to tensile stress at 4.2 K," *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 26, no. 10, (2013) p. 105028.
- [14] Van Den Eijnden N. C., Nijhuis A., Ilyin Y., Wessel W. A. J., and ten Kate H. H. J., "Axial tensile stress-strain characterization of ITER model coil type Nb<sub>3</sub>Sn strands in TARSIS," *Superconductor Science and Technology*, vol. 18, no. 11, (2005), pp. 1523–1532.