

# MgB<sub>4</sub>を前駆体とした *in-situ* 法 MgB<sub>2</sub>バルクの微細組織と臨界電流特性

## Microstructure and critical current properties of MgB<sub>2</sub> bulks using MgB<sub>4</sub> precursor

伊藤 明植 (東大院工); 山本 明保 (東大院工, JST さきがけ); 下山 淳一, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工)  
 ITO Akiue (The University of Tokyo); YAMAMOTO Akiyasu (The University of Tokyo, JST-PRESTO);  
 SHIMOYAMA Jun-ichi, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (The University of Tokyo)  
 E-mail: 9302627297@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

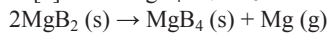
### 1. はじめに

MgB<sub>2</sub>は金属系超伝導体で最高の  $T_c$  (~40 K)を生かし、液体ヘリウムフリーの冷凍機冷却による15-30 Kにおける応用が期待されている。MgB<sub>2</sub>多結晶材料の一般的な作製法の一つである *in-situ* 法は、強い結晶粒間の結合に由来して比較的高い  $J_c$  が容易に実現する一方で、Mg が占めていた場所に空隙が生成するという問題があった。そのため、充填率が50%程度と低く、 $J_c$  とコネクティビティの抑制につながっている[1]。したがって、さらなる高  $J_c$  化に向けては高密度化によるコネクティビティの向上が不可欠である。

我々はホウ素の代わりに MgB<sub>4</sub> を前駆体として用いることで (0.5MgB<sub>4</sub>+0.5Mg→MgB<sub>2</sub>)、高压法を用いずに *in-situ* 法 MgB<sub>2</sub> 多結晶体の高密度化が可能であることを報告してきた[2]。本研究では MgB<sub>4</sub> 前駆体を用いた *in-situ* 法の反応機構、及び得られる MgB<sub>2</sub> の超伝導特性を詳細に評価することを目的に、原料となる MgB<sub>4</sub> 前駆体を種々の条件で作製し、熱処理過程の異なる *in-situ* 法 MgB<sub>2</sub> バルクを合成した。試料の構成相、微細組織と超伝導特性について、従来の *in-situ* 法 (Mg+2B→MgB<sub>2</sub>) で作製したバルクとの比較検討を行った。

### 2. 実験方法

市販 MgB<sub>2</sub> 粉末に対して、真空封入した石英管中で950°C、24 h の熱処理を行い、以下の低 Mg 分圧下における熱分解反応[3]により MgB<sub>4</sub> を得た。



ボールミル処理を施した MgB<sub>4</sub> と Mg を 1:1 の比で混合した粉末を SUS316 管に充填後、一軸プレスにより両端を封じたテープ状に成型し、石英管に真空封入した。これを 650-1000°C、1-12 h の様々な条件で熱処理することにより MgB<sub>2</sub> バルクを作製した。粉末 X 線回折 (XRD) により構成相を、SQUID 磁束計を用いた磁化測定により超伝導特性を、交流四端子法による抵抗率測定からコネクティビティを評価し、FESEM により微細組織観察を行った。

### 3. 結果と考察

MgB<sub>4</sub> を前駆体とした *in-situ* 法により反応温度の異なる MgB<sub>2</sub> バルクを作製した(熱処理条件: 650, 700, 800, 900, 1000°C, 1 h)。得られた試料の粉末 XRD パターンからは、いずれの反応温度においても主相として MgB<sub>2</sub> が得られたが、未反応の MgB<sub>4</sub>、及び MgO が不純物として含まれることがわかった。高温(>800°C)で熱処理した試料においても未反応の MgB<sub>4</sub> が残ったことは、MgB<sub>2</sub> の生成が十分に進行していないことを示唆する。

試料の充填率  $P$ 、コネクティビティ  $K$  の熱処理温度依存性を Fig. 1 に示す。従来の *in-situ* 法における充填率(~50%)と比較して、MgB<sub>4</sub> を前駆体とした *in-situ* 法ではいずれの試料においても充填率に向上がみられた(~57%)。また、充填率の熱処理温度依存性は弱く、ほぼ一定であった。コネクティビティは熱処理温度の上昇とともに向上したが、最高で約 7%であり、従来の *in-situ* 法(5-10%)と同程度であった。

Fig. 2 に MgB<sub>4</sub> を前駆体として作製したバルクの断面研磨面の二次電子像を示す。未反応の MgB<sub>4</sub> 粒子が MgB<sub>2</sub> 凝集粒内に残存し、凝集粒間の結合を阻害している様子がみられ

る。また、従来の *in-situ* 法試料と比較して粒界に存在する MgO 量が多い。

MgB<sub>4</sub> から MgB<sub>2</sub> への反応を完結させるため、900°C において長時間の熱処理を試みたところ、充填率は 61%に増加し、コネクティビティも 17%に大きく改善した(Fig. 1)。また、 $J_c$  も従来の *in-situ* 法と比較して高い~0.3 MA/cm<sup>2</sup> (20 K)に達した。従来の *in-situ* 法と比較して比較的長時間の熱処理を要し、磁場下における  $J_c$  特性の劣化があまり見られなかった。このことから、MgB<sub>4</sub> を用いた *in-situ* 法は、通常の Mg と B の反応とは異なる MgB<sub>2</sub> の生成プロセスを経ることが示唆される。また、結晶粒界において多量の MgO 不純物が見られたことから、MgB<sub>4</sub> 前駆体の高純度化によって  $J_c$  特性のさらなる改善が期待できる。

講演では、熱処理条件の異なる試料における微細組織と臨界電流特性の関係について詳細に議論し、前駆体中の MgO 量低減に向けた取り組みについても報告する予定である。

### 参考文献

1. A. Yamamoto, J. Shimoyama, K. Kishio and T. Matsushita.: *Supercond. Sci. Technol.* Vol. 20 (2007).
2. A. Ito, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 85 (2011) p. 201
3. Z. K. Liu, D. G. Schlom, Qi Li, and X. X. Xi.: *Appl. Phys. Lett.* Vol. 78 (2001).

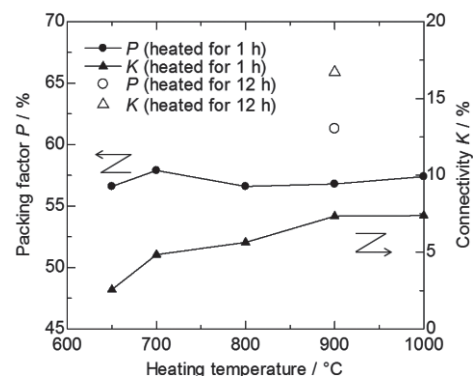


Figure 1. Packing factor  $P$  and connectivity  $K$  as a function of heating temperature for the MgB<sub>2</sub> bulks synthesized from MgB<sub>4</sub> precursor.

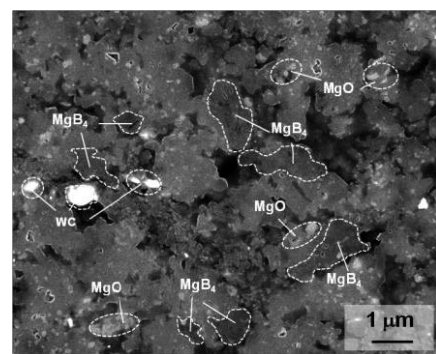


Figure 2. Secondary electron image of the MgB<sub>2</sub> bulk synthesized at 900°C for 1 h from MgB<sub>4</sub> precursor.

# リンゴ酸を添加した MgB<sub>2</sub> 線材の輸送臨界電流特性に与える不純物 MgO の影響

## Effect of MgO impurity on the transport critical current density of malic acid-doped MgB<sub>2</sub> wires

前田 穂, 高野 良紀 (日大); Jung Ho Kim, Shi Xue Dou (Wollongong 大); Yoon-Uk Heo (Pohang 理工大)  
 MAEDA Minoru, TAKANO Yoshiki (Nihon Univ.); KIM Jung Ho, DOU Shi Xue (Univ. Wollongong); HEO Yoon-Uk (POSTECH)  
 E-mail: maeda@phys.cst.nihon-u.ac.jp

### 1. はじめに

二硼化マグネシウム(MgB<sub>2</sub>)は、産業応用されている超伝導体 NbTi と Nb<sub>3</sub>Sn に比べて 20 K 以上高い超伝導転移温度 ( $T_c$ )を有する。このため、次世代の超伝導装置、例えば、20 K の冷却温度で運転可能な磁気共鳴画像(MRI)用マグネットへの応用に期待が持たれている。現在、MgB<sub>2</sub> 線材の臨界電流密度( $J_c$ )を改善するための課題の一つとして、不純物である MgO 生成の制御が挙げられる。特に、MgB<sub>2</sub> 薄膜の応用研究で報告されているように、微細な MgO 粒子は、上部臨界磁場 ( $H_{c2}$ )と  $J_c$  を改善するピンニングセンターとして有効に働く可能性が示唆されている。一方、線材では、そのコア内に形成される MgO 粒子の大きさや形、その生成量が、 $H_{c2}$  と  $J_c$  にどのような影響を与えるかについて、その系統的な研究は比較的少ない。そこで我々は、磁場下で高い  $J_c$  を有するリンゴ酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>) を添加した MgB<sub>2</sub> 線材を使用し、アルゴンと水素の混合ガス中の熱処理工程において、酸素ゲッターとして働くことが期待できる水素ガスの濃度を調整することで、MgO 生成の制御を試み、MgB<sub>2</sub> の格子定数や  $T_c$ 、 $H_{c2}$ 、 $J_c$  との相関を調べた[1]。

### 2. 実験方法

本研究では、Hyper Tech Research, Inc. が Continuous Tube Forming and Filling (CTFF)加工法を用いて作製したリンゴ酸添加の MgB<sub>2</sub> 線材(Strand# 1391)と無添加の MgB<sub>2</sub> 線材(Strand# 960)を使用した。この焼成前の 2 種類の線材から、35 mm の短尺線材を切り出し、図 1 に示す縦型管状炉の中心に配置した。炉の中の空気を取り除くために、拡散ポンプを用いて 10<sup>-5</sup> Pa 程度まで排気し、水素とアルゴンの混合ガスを充填した。混合ガス中の水素濃度は、0~10 vol% の範囲で変化させた。全ての短尺線材は、ガスフロー中で 700 度 30 分の熱処理を行った。走査型透過電子顕微鏡(STEM)と電子エネルギー損失分光法(EELS)、粉末 X 線回折法(XRD)より、線材コアの組織評価を行った。また、4.2 K で線材の臨界電流を測定し、 $J_c$  をコア面積で算出した。

### 3. 結果と考察

XRD パターンのリートベルト解析結果より、リンゴ酸添加の線材の格子定数  $a$  と  $c$  は、混合ガス中の水素濃度が 10 vol% まで増加しても、ほぼ変わらないことが明らかとなった。無添加の線材についても、同様の傾向が見られた。この低い水素濃度下の熱処理では、MgB<sub>2</sub> の結晶構造に大きな影響を及ぼさないことがわかる。これは、各線材の  $T_c$  の測定結果からも、間接的に示唆される。リンゴ酸添加と無添加の両方の線材において、その  $T_c$  が、混合ガス中の水素濃度の増加とともに、わずかに減少する程度であり、その濃度の変化が格子歪みなどを含めた構造変化に与える影響は大きくないと考えられる。一方、図 2 に示す各線材の  $J_c$ - $B$  曲線に顕著な変化がある。具体的に、リンゴ酸添加と無添加の線材の  $J_c$  は、混合ガス中の水素濃度が 0 vol% から 10 vol% まで増加するとともに著しく減少する。この原因は、MgO を含めた不純物の生成量の変化に起因していると考えられる。線材のコアに存在する MgO 粒子を図 3(a)に示す。この粒子は、高速フーリエ変換(FFT)と EELS スペクトルより、MgO と同定した(図 3(b), (c))。この粒子の大きさは、30 ~ 50 nm 程度であることがわかる。これは、ピンニングセンターとして働く適切なサイズより十分大きく、その生成量が増大すれば  $J_c$  低下を招く原因となりうる。

講演では、各線材における MgB<sub>2</sub> と MgO の組成比の結果も含めて報告する予定である。

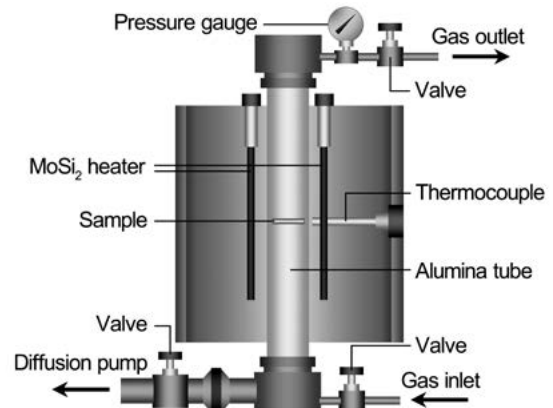


Fig. 1 Schematic diagram of vertical furnace [1].

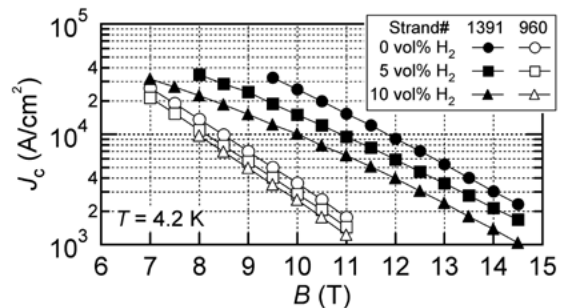


Fig. 2 Transport  $J_c$ - $B$  curves at 4.2 K for all wires [1].

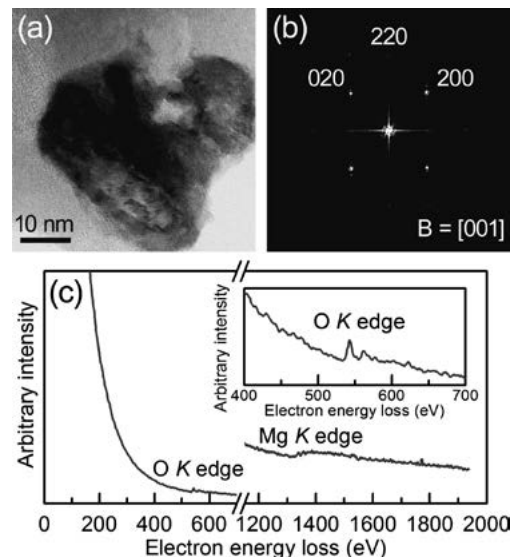


Fig. 3 (a) A BF-STEM image of an MgO particle in the malic acid-doped wire. (b) The FFT pattern coincides with MgO in the [001] beam orientation. (c) EELS spectrum of O K and Mg K edges, with the inset showing an enlargement of the O K edge. [1].

参考文献[1] Maeda *et al.*: Scripta Materialia (2011) 64 1059.

# Al およびジュラルミンテープ上への MgB<sub>2</sub> 薄膜の作製とその超伝導特性

## Fabrication and superconducting properties of MgB<sub>2</sub> thin films prepared on Al and duralumin substrates

常松 裕史, 土井 俊哉, 三宅 正男, 平藤 哲司 (京大)

TSUNEMATSU Hirofumi, DOI Toshiya, MIYAKE Masao, HIRATO Tetsuji (Kyoto University);

E-mail: tsunematsu.hirofumi.66a@st.kyoto-u.ac.jp

### 1. はじめに

二ホウ化マグネシウム(MgB<sub>2</sub>)は、金属系超伝導物質の中で最高の超伝導転移温度( $T_c=39$  K)を有している。このため、高価な液体ヘリウムを用いず、液体水素や冷凍機を用いた冷却により温度 20 K 中での運用が期待されている。

最近、EB 蒸着法により Al テープ上に作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜が、温度 4.2 K、外部磁場 10 T 中で  $10^6$  A/cm<sup>2</sup> 以上の非常に高い臨界電流密度  $J_c$  を有することが報告された[1]。しかし、この報告では  $T_c$  が 30 K 以下と低い。これは成膜中のテープ温度が低いためであると考えられる。もし、テープ温度を高くして、 $T_c$  が 30 K よりも高くなれば、温度 20 K 中  $J_c$  が大きく向上する可能性がある。

本研究では EB 蒸着法における成膜中のテープ温度と  $T_c$  との関係性を調べるため、テープ温度を変化させて実験を行ったので、その結果について報告する。また、成膜中のテープ温度と温度 20 K 中の  $J_c$  の関係性も調べ、どのような条件下で高  $J_c$  となるのかを調べた。

### 2. 実験方法

MgB<sub>2</sub> 薄膜は加熱したジュラルミンテープ上に電子ビーム蒸着装置を用いて作製した。テープ温度  $T_s$  を 200, 220, 250, 280 °C および 300 °C とし、ジュラルミンテープ表面に B 層を 3 nm 着け、その上に MgB<sub>2</sub> 薄膜を成膜した。この B 層はテープと MgB<sub>2</sub> 薄膜の反応を抑制するために着けた。原料である Mg と B の蒸着速度をそれぞれ 0.6 ~ 2.1 nm/sec と 0.3 nm/sec にコントロールすることで、化学量論組成に近い MgB<sub>2</sub> 薄膜を作製した。膜厚は 400 nm とした。組成は ICP 発光分光分析装置を用いて評価した。臨界温度  $T_c$  は磁化の温度依存性から決定した。また、4.2 K と 20 K において、磁化の印加磁場依存性を測定し、その結果から  $J_c$  を算出した。

### 3. 結果と考察

ICP 発光分光分析装置による組成分析の結果、サンプルの組成比はいずれも B/Mg = 1.9 ~ 2.1 であり、化学量論組成に近い組成であることが確認できた。Fig. 1 に磁化の温度依存性を示す。作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜はいずれも反磁化を示すことから超伝導転移していることが確認できた。 $T_s = 200, 220, 250, 280, 300$  °C で作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜の  $T_c$  はそれぞれ 19, 28, 30, 34, 34 K であり、成膜中のテープ温度が高いサンプルほど、 $T_c$  は高くなった。Fig.2 に温度 4.2 K および 20 K における臨界電流密度の外部磁束密度依存性 ( $J_c$ -B 曲線) を示す。温度 4.2 K における  $J_c$ -B 曲線を見ると、 $T_s$  が 200 °C の場合は他に比べて明らかに  $J_c$  が低い。 $T_s$  が 220 ~ 300 °C の場合はすべての磁場中で  $J_c$  はほぼ同じ値となった。一方、温度 20 K における  $J_c$ -B 曲線を見ると、すべての磁場中で  $T_s$  が高いほど  $J_c$  が高くなっている。これはテープ温度が高いほど  $T_c$  が高くなり、その結果として温度 20 K での温度マージン ( $T_c - 20$  K) に大きな差が生じる事になったためであると推測される。テープ温度 300 °C で作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜の  $J_c$  が最も高く、温度 20 K では 1.5 T の外部磁束密度中で  $1.1$  MA/cm<sup>2</sup> の  $J_c$  値を示した。

Fig.3 にテープ温度  $T_s = 250$  °C で作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜 (左) と  $T_s = 300$  °C で作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜 (右) の表面の

SEM 画像を示す。テープ温度が低い  $T_s = 250$  °C の方がやや小さいものが目立つものの、どちらも MgB<sub>2</sub> 薄膜表面の粒径はほぼ同じで 30 nm 程度であった。

以上の結果から、成膜中のテープ温度を上げるほど  $T_c$  および温度 20 K 中の  $J_c$  が向上することが分かった。しかし、テープ温度を上げたことにより、テープと MgB<sub>2</sub> 薄膜が反応している可能性がある。当日は反応防止層の B 層が十分機能しているか検討した結果についても報告する。

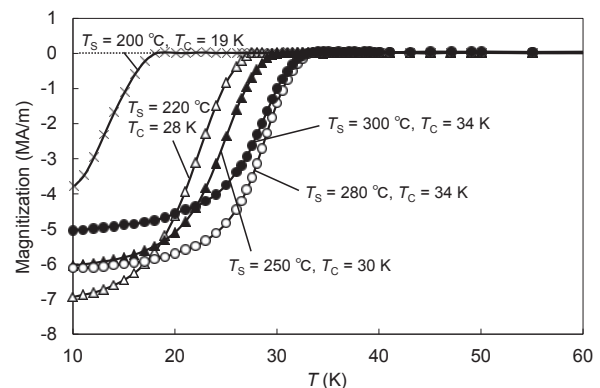


Fig. 1 Temperature dependences of the magnetization of the MgB<sub>2</sub> thin films prepared at different tape temperatures ( $T_s$ ). ×  $T_s = 200$  °C, △  $T_s = 220$  °C, ▲  $T_s = 250$  °C, ○  $T_s = 280$  °C, ●  $T_s = 300$  °C.

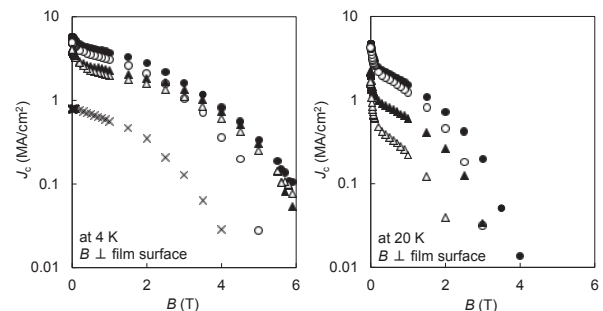


Fig. 2  $J_c$ -B properties of MgB<sub>2</sub> thin films at 4.2 K and 20 K. ×  $T_s = 200$  °C, △  $T_s = 220$  °C, ▲  $T_s = 250$  °C, ○  $T_s = 280$  °C, ●  $T_s = 300$  °C.

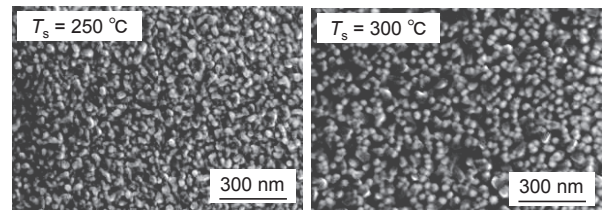


Fig. 3 The surface pictures of MgB<sub>2</sub> thin films prepared at different tape temperatures

[1] 吉原ら, 低温工学, vol.47, 2012 年, pp.103-108.

# 磁気顕微鏡を用いた MgB<sub>2</sub> 多芯線材のフィラメント内局所均一性の評価 Characterization of local inhomogeneity in multi-filamentary MgB<sub>2</sub> wire by use of scanning Hall probe microscopy

木須 隆暢, 東川 甲平(九大); YE Shujun, 熊倉 浩明 (NIMS)  
KISS Takanobu, HIGASHIKAWA Kohei (Kyushu Univ.); YE Shujun, KUMAKURA Hiroaki (NIMS)  
E-mail: kiss@sc.kyushu-u.ac.jp

## 1. はじめに

MgB<sub>2</sub> 線材の特性向上のためには、電流制限因子を解明し、プロセス条件の最適化にフィードバックすることが不可欠である。しかしながら、四端子法や試料の磁化測定に代表される従来の臨界電流 ( $I_c$ ) の評価手法は、大域的な特性しかとらえておらず、電流制限箇所の特定は困難である。一方、磁気顕微鏡法は局所的な  $I_c$  の空間分布の評価に有効な手法であることを、筆者等は酸化物系テープ線材を用いた研究によって示している。しかし、これまで金属系の丸線への適用例はなく、MgB<sub>2</sub> 線材の局所特性の評価技術の確立は、喫緊の課題であった。

本研究では、拡散法による MgB<sub>2</sub> 多芯線材内の局所分布を明らかとすることを目的に、磁気顕微鏡の適用可能性について検討し、フィラメントレベルの局所分布の評価が可能であることを実験によって明らかとした。

## 2. 方法

試料には、拡散法によって作製した7芯の MgB<sub>2</sub> 線材を用いた[1]。これを Fig. 1 に示す様に長手方向に研磨し、中心部の MgB<sub>2</sub> フィラメントを露出したものを準備した。

試料を 10 K に冷却し、試料の長手方向の軸に対し垂直に 3.5 T の外部磁界を印加後に除去し、捕捉磁束の分布を走査型ホール素子磁気顕微鏡 (SHPM) によって観測した。

## 3. 結果・考察

得られた磁気像を Fig. 2 に示す。中央部のフィラメント (M) に加え、その上 (U) 下 (L) に隣接するフィラメントからの残留磁束を観測できている事が分かる。また、磁束分布は空間的に変化が見られ、局所的に強度の強い磁束が捕捉されていることが分かる。この結果は、フィラメント内の局所  $I_c$  に分布を有することを示す。

中央フィラメントの局所  $I_c$  値を定量的に評価するため、フィラメントを半径が一定な円筒と仮定し、電流の経路は上下で対称として、実験によって得られた中心軸上の磁束強度より、各フィラメントの局所電流を評価した。さらに、同様の磁気像を異なる温度、磁場の条件下で取得し、同様の解析を行った。フィラメントの  $I_c$  を求め、7倍することで、線材全体の  $I_c$  の評価を行った。

以上の解析結果を、四端子法による測定結果と比較したところ、Fig. 3 に示す様に、局所的な最小  $I_c$  の温度、磁場依存性は四端子法の結果と定量的に良く一致する事が明らかとなった。すなわち、局所的なボトルネックによって全体の  $I_c$  が制限されていると考えられる。また、局所  $I_c$  の最大値は、局所最小値の約3倍を有しており、プロセス改善による空間均一性の向上による  $I_c$  増大の可能性を確認した。さらに、不均一性の空間周期や、特性良好部と低下部の詳細な位置の特定が可能であり、本手法によって電流制限因子解明に有用な知見が得られることを示した。

## 謝辞

本研究の一部は、JST先端的低炭素化技術開発(ALCA)の助成を得て行ったものである。

## 参考文献

[1] K. Togano et al., *Supercond. Sci. Technol.* 22 (2009) 015003.

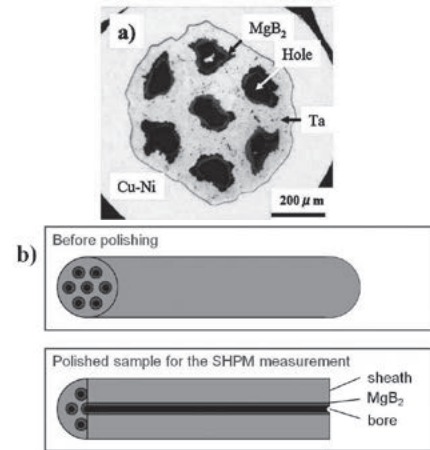


Fig. 1. a) Cross-section of 7-core wire prepared by Mg diffusion process, and b) schematic of sample preparation for measurements.

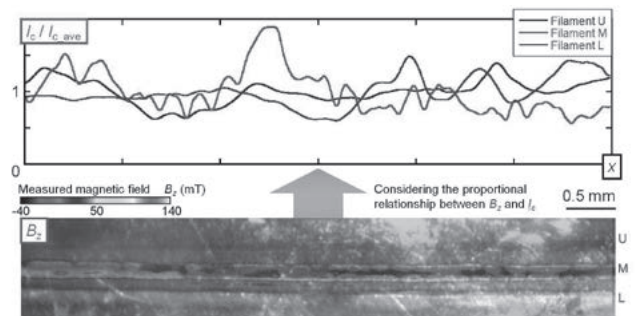


Fig. 2. Remanent magnetic field and its variation along central filament (denoted by M) measured at 10 K. Trapped field comes from upper (U) and lower (L) neighboring filaments are also detected.

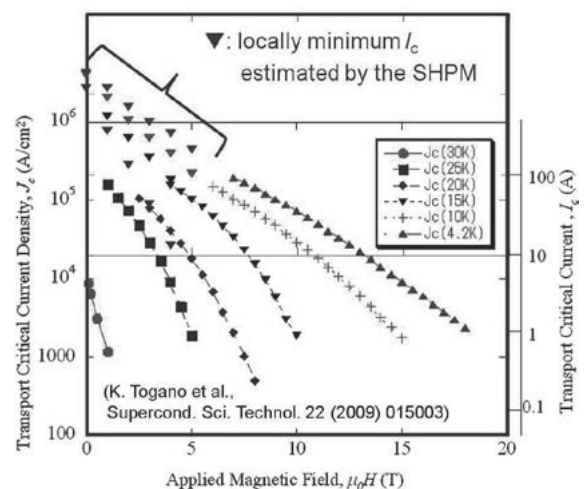


Fig. 3 Comparison between transport measurement in previous study [1] and present scanning Hall probe microscopy. Local minimum  $I_c$  shows good agreement with transport  $I_c$ . This result strongly suggests that global  $I_c$  is limited by local bottlenecks.

# 基板界面における Fe11 系薄膜と CaF<sub>2</sub> 基板の反応

## The reaction between Fe11-based films and CaF<sub>2</sub> substrates at the interface

一瀬 中, 塚田 一郎, 花輪 雅史, 小宮 世紀(電中研); 秋池 孝則, 鍋島 冬樹, 今井 良宗, 前田 京剛(東大院総合)

ICHINOSE Ataru, TSUKADA Ichiro, HANAWA Masafumi, KOMIYA Seiki (CRIEPI);

AKIIKE Takanori, NABESHIMA Fuyuki, IMAI Yoshinori, MAEDA Atsutaka (Univ. of Tokyo)

E-mail: ai@criepi.denken.or.jp

### 1. はじめに

Fe11 系超伝導材料は, Fe 系超伝導材料の中で As を含まず, 結晶構造が最も単純なためにパルスレーザー蒸着法 (PLD 法) により薄膜作製が比較的容易である。Fe11 系超伝導材料は臨界温度 ( $T_C$ ) に圧力効果が見られ, 4GPa に加圧することによりオンセット  $T_C$  が 36K まで上昇する。このように, Fe11 系超伝導材料は格子が歪むことで超伝導特性が変化する。これまでに, 良質な Fe11 薄膜を作製するために, 各種酸化物基板上に薄膜を作製した。その結果, 各種酸化物基板の中で, LaAlO<sub>3</sub>, MgO を用いた場合, 基板からの薄膜への酸素の侵入がほとんど観察されず, 結晶性が良好, かつ, バルクの  $T_C$  に近い値が得られた[1,2]。また, 基板からの酸素の侵入を払拭できると考えられる CaF<sub>2</sub> 基板を用いて Fe11 系薄膜を作製すると, 臨界温度はバルクの  $T_C$  を超える温度まで上昇した[3]。CaF<sub>2</sub> 基板上的 Fe11 薄膜の格子の変化は, 酸化物基板上的薄膜に比べて, c 軸長は伸び, a 軸長は縮んでいた(図 1)。このような格子の変化は, 基板の格子定数の違いのみで説明することができない。そこで, 基板材料の違いによる臨界温度, 格子定数の変化を理解するために, CaF<sub>2</sub> 単結晶基板および CaF<sub>2</sub> バッファ層上に薄膜を作製し, 薄膜界面近傍の微細構造を分析した[4]。

### 2. 実験方法

PLD 法により Fe(Te<sub>1-x</sub>Se<sub>x</sub>), (x=0.4, 0.5) のターゲット材料を用いて, CaF<sub>2</sub>(100) の基板上, あるいは, CaF<sub>2</sub> バッファ層上に薄膜を作製した。CaF<sub>2</sub> の成膜温度は 340°C, 超電導薄膜の成膜温度は 280°C とした。得られた薄膜において, 四端子法により電気抵抗率の温度依存性を測定した。さらに, 基板界面の微細構造を観察するために, 集束イオンビーム装置 (FIB 装置) を用いてマイクロサンプリング法により微小領域を切り出し, 薄片化した。断面構造観察には透過型電子顕微鏡 (JEOL -2100F) を用い, 明視野像の観察, EDX による組成分析等を実施した。

### 3. 実験結果および考察

CaF<sub>2</sub> 単結晶基板および CaF<sub>2</sub> バッファ層上に作製した薄膜の全てが c 軸配向であった。図 2 にホモエピ成長させた CaF<sub>2</sub> バッファ層との界面近傍の STEM 像および EDX の結果を示す。STEM 像内の点が EDX の分析点である。図 2 において, バッファ層表面に近づくにつれてフッ素の含有量が減少し, 相対的に Ca の含有量が増えている。CaF<sub>2</sub> 単結晶基板上においても, 図 2 ほど顕著でないが CaF<sub>2</sub> 基板表面付近で同様にフッ素の減少傾向が見られている。

また, LaAlO<sub>3</sub> 単結晶基板上に CaF<sub>2</sub> バッファ層を作製した場合, バッファ層の構造はホモエピした CaF<sub>2</sub> 層と同様の組織を有していた。このバッファ層の上に薄膜を形成した場合, LaAlO<sub>3</sub> がフッ素と反応して基板表面がアモルファス層になっていることが分かった。CaF<sub>2</sub> が LaAlO<sub>3</sub> に対してエピタキシャル成長していることから, CaF<sub>2</sub> が成長した後に, フッ素と基板が反応したと考えられ, フッ素が CaF<sub>2</sub> バッファ層内を移動した可能性が強く示唆される。以上のことから, CaF<sub>2</sub> は安定な物質と考えられるが, 薄膜成長条件において CaF<sub>2</sub> 内でフッ素が移動している可能性が指摘される。

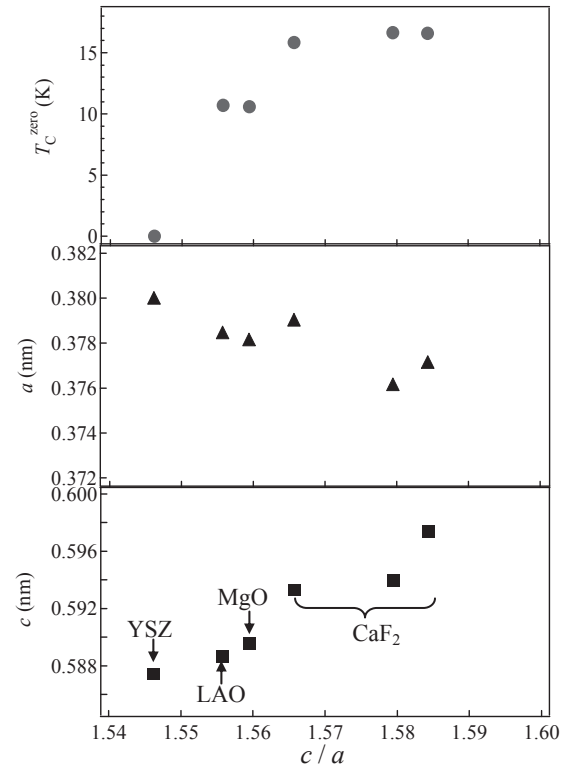


Fig. 1 Dependence of the  $T_C^{zero}$ ,  $a$ - and  $c$ -axis lengths of grown films on the ratio of  $c$ -axis length divided by  $a$ -axis length,  $c/a$ .

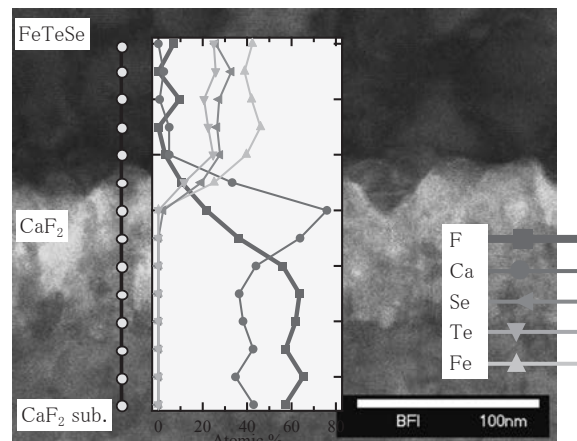


Fig. 2 EDX analyses of each points for FeTeSe/CaF<sub>2</sub>/CaF<sub>2</sub>

### 謝辞

本研究は JST-SICORP の支援を受けて実施された。

### 参考文献

1. Y. Imai *et al.*, APEX 3 (2010) 043102.
2. M. Hanawa *et al.*, JJAP 50 (2011) 053101.
3. I. Tsukada *et al.*, APEX 4 (2011) 053101.
4. A. Ichinose *et al.*, arXiv:1208.3287

## SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> における金属添加効果 Metal addition effect of SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub>

藤岡 正弥 (NIMS), 尾崎 壽紀 (NIMS), 岡崎 宏之 (NIMS), Saleem. J. Denholme (NIMS), 渡邊 徹 (NIMS), 出村 郷志 (NIMS), 出口 啓太 (NIMS), 原 裕 (NIMS), 山口 尚秀 (NIMS), 竹屋 浩之 (NIMS), 熊倉 浩明 (NIMS), 高野 義彦 (NIMS)

FUJIOKA Masaya (NIMS), OZAKI Toshinori (NIMS), OKAZAKI Hiroyuki (NIMS), Saleem. J. Denholme (NIMS), WATANABE Toru (NIMS), DEGUCHI Keita (NIMS), YAMAGUCHI Naohide (NIMS), TAKEYA Hiroyuki (NIMS), KUMAKURA Hiroaki (NIMS), TAKANO Yoshihiko (NIMS)  
FUJIOKA.Masaya@nims.go.jp

### 1. はじめに

鉄系超伝導体、特に 1111 系は非常に大きな上部臨界磁場を有し[1]、応用上期待される超伝導体の一つである。また、単結晶では輸送臨界電流密度は  $10^6$  A/cm<sup>2</sup> を越える[2]。しかし、多結晶試料では磁化から求めた臨界電流密度ですら  $10^4$  A/cm<sup>2</sup> 程度であり、結晶粒間での超伝導流の減衰は著しく大きい[3]。この原因として考えられる大きな問題の一つが、この多結晶物質の結晶粒界に見られる FeAs を主成分としたアモルファス相である。このアモルファス相は 1111 の結晶粒の一部を覆うようにして存在しており[4]、この相を取り除く事が多結晶試料で高い輸送臨界電流を得るためには必要不可欠であると思われる。実際現状で得られている 1111 鉄系超伝導線材の輸送臨界電流密度は  $4000$  A/cm<sup>2</sup> 程度である[5]。

### 2. 目的

本研究では、1111 鉄系超伝導の中でも SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> に着目して研究を行う。より高い臨界電流密度を有する超伝導線材を作成するためには、まず FeAs で構成されるアモルファス相を除去する必要がある。これを除去する事で結晶粒間の結合を強化して、超伝導特性の向上を狙う。

### 3. 実験方法

SmFeAsO はフッ素元素を酸素サイトに置換する事で超伝導化する物質である。また、その合成方法は非常に難しく、完全に単層で作成する事は極めて困難である。われわれのグループでは、単相で高特性を示す SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> の合成方法を確立しているが、ここに金属を添加する事で結晶粒間の結合を強化する新たな合成方法に挑戦する。従来の我々の合成方法は大きく 3 ステップにわかれる。1 ステップ目はプリカーサーの作成である。Sm, Fe, As の単体粉末をそれぞれ 1:3:3、2:3:3 となるよう混合し、これらを 900°C で焼成する(元素比からこれらの混合粉末を 133 粉末、233 粉末と呼ぶ)。次にこれらのプリカーサーと Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と SmF<sub>3</sub> を科学量論比で秤量して 1200°C で焼成し SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> を合成する。ここで得られる SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> でも十分に高い特性が得られるが、最終ステップではさらに 233 粉末と SmF<sub>3</sub> 粉末を 5mol% 混合して 900°C で焼成しフッ素を十分に置換する事でより特性の高い SmFeAsO<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub> 試料が得られる。本研究ではこの最終ステップの際に SmF<sub>3</sub> と 233 粉末ではなく、InF<sub>3</sub> や PbF<sub>3</sub>、SnF<sub>3</sub> と 111 粉末(Sm:Fe:As = 1:1:1 となっている混合粉末)を使用する。

### 4. 実験結果

Figure1 に従来の方法で作成したバルク試料と InF<sub>3</sub> を用いて作成したバルク試料の SEM の表面画像を示す。従来の方法で作成するよりも InF<sub>3</sub> を使用した試料では、結晶粒子間のアモルファス相が減少している事がわかる。

また、Figure2 にこれらの試料の磁化から求めた臨界電流密度を示す。InF<sub>3</sub> で作成した試料では大きな臨界電流密度の増加が確認できる。

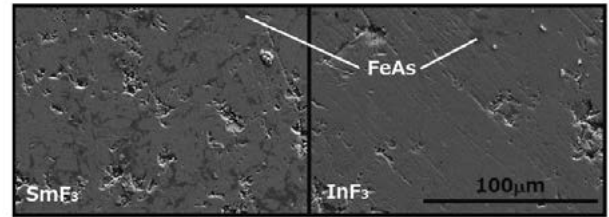


Fig.1 SEM images of the polished surface for the samples made of SmF<sub>3</sub> and InF<sub>3</sub>.

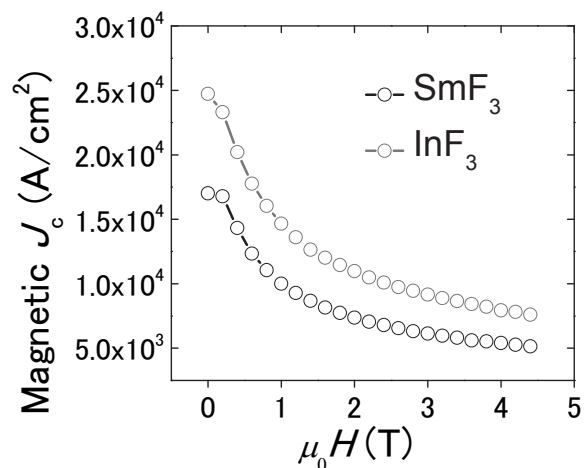


Fig.2 Magnetic  $J_c$  versus magnetic field  $\mu_0 H$  for the samples made of SmF<sub>3</sub> and InF<sub>3</sub>.

### 5. まとめ

InF<sub>3</sub> を使用する事で結晶粒間のアモルファス相が減少して、粒子間の接触面積が増加する。それに伴い、臨界電流密度の上昇が確認された。学会ではさらに、PbF<sub>3</sub> と SnF<sub>3</sub> を用いたときの効果を合わせて報告する。また本研究は 'Funding program for World-Leading Innovative R&D on Science Technology (FIRST)' プログラムによる支援で行っている。

### 参考文献

1. J. Jaroszynski, et al.: Phys. Rev. B, Vol. 78 (2008) p.064511
2. P. J. W. Moll, et al.: Nature Mater, Vol. 9 (2010) p.638
3. A. Yamamoto, et al.: Supercond. Sci. Technol., Vol. 21 (2008) p. 095008
4. F. Kametani, et al.: Supercond. Sci. Technol., Vol. 22 (2009) p.015010
5. M. Fujioka, et al.: Appl. Phys. Express, Vol 4 (2011) p. 063102

## FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 超伝導体の粒間結合の可視化 Visualization of Grain Connectivity in Bulk FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> Superconductor

東川 甲平, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大); SALA Alberto, PUTTI Marina, FERDEGHINI Carlo (CNR-SPIN)

HIGASHIKAWA Kohei, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);  
SALA Alberto, PUTTI Marina, FERDEGHINI Carlo (CNR-SPIN)  
E-mail: kohei@super.ees.kyushu-u.ac.jp

### 1. はじめに

鉄系超伝導体に関しては、特に結晶粒間結合の向上が重要な課題となっているが、その評価のためには、結晶粒の構造に対応する局所超伝導特性の評価が不可欠となる。そこで本研究では、最低到達温度 5 K、最大印加磁界 5 T を有する低温磁場中走査型ホール素子顕微鏡を用いて、FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> バルク超伝導体の表面磁界を観察し、同超伝導体の局所臨界電流密度分布に関する検討を行った。

### 2. 方法

Fig. 1 に試料の写真を示す。同試料は、熔融工程を経て、その後 550 °C で 15 日間の熱処理を施された FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> バルク超伝導体である。同試料を冷却して超伝導状態とし、外部磁界印加時の磁界分布、または同磁界除去後の残留磁界分布を計測することにより、試料内の超伝導特性の空間分布に関する情報を得た。

### 3. 結果・考察

測定温度 5 K で評価した残留磁界分布を Fig. 2 に示す。本磁界分布は、試料を 5 K に冷却した後、1 T の外部磁界を印加し、その後外部磁界を除去した際の残留磁界分布を示している。磁界はいくつかのドメインに分かれて捕捉されており、それぞれが結晶粒に対応するものと考えられる。実際に、偏光顕微鏡による観察から、本試料の結晶粒のサイズは 0.5-2 mm 程度と見積もられており、本結果もそのサイズに対応している。一方、結晶粒界と思われる位置にも磁界が捕捉されている場所があり、これは結晶粒界をまたぐ超伝導電流に起因するものと考えられる。以上のように、本手法によって得られる結果は、結晶粒の構造・結晶粒内の臨界電流密度・結晶粒界の臨界電流密度に関する情報を含んでいるため、超伝導特性と組織構造の対応を議論する上で有効な情報となり、材料開発へのフィードバックに大きく資するものと期待される。

また、本実験システムによれば、同様の磁気像を様々な温度や外部磁界に対して取得することができる。例えば、5 K において 5 T までの外部磁界依存性を測定し、その際に得られた試料由来の磁界強度の外部磁界依存性を Fig. 3 に示す。この依存性は  $J_c$  値の外部磁界依存性に対応するが、本材料が外部磁界に対して高い  $J_c$  値を保つ傾向にあることがわかる。

発表当日には、試料内電流分布から評価した局所臨界電流密度についても報告することを予定している。

### 謝辞

本研究の一部は、JST 国際科学技術共同研究推進事業戦略的国際共同研究推進プログラム(研究領域:超伝導)「SUPER-IRON: 鉄系超伝導体における材料ポテンシャルの開拓」の助成を得て行ったものである。

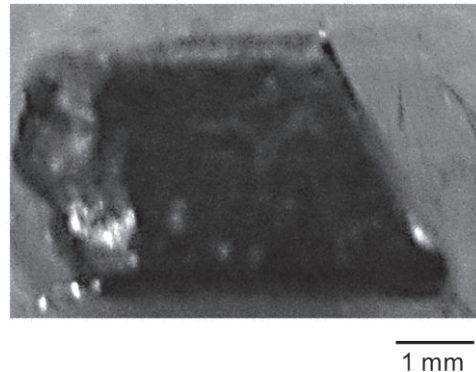


Fig. 1. Photograph of the sample of FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> bulk superconductor.

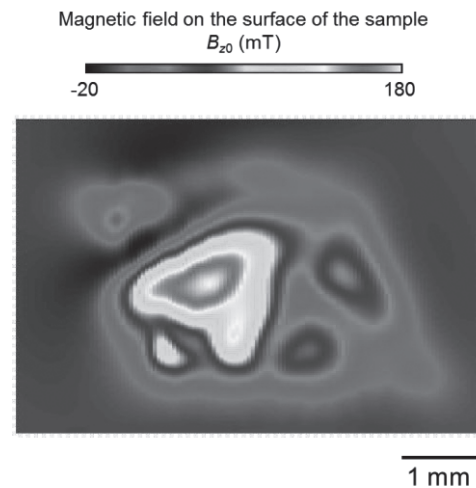


Fig. 2. Magnetic field distribution on the surface of the sample at 5 K for the remanent state.

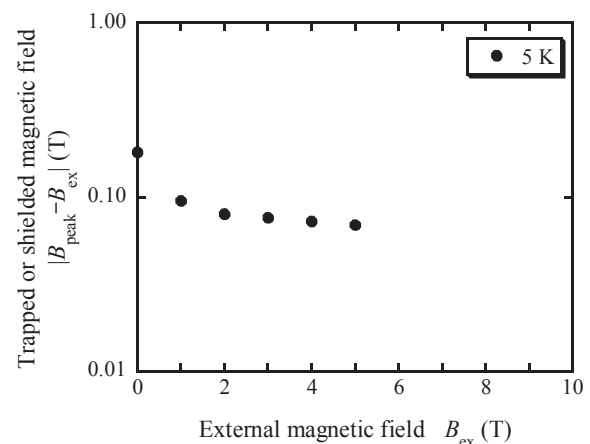


Fig. 3. Trapped or shielded magnetic field in the sample as a function of external magnetic field applied to the sample.

## BaFe<sub>2</sub>(As, P)<sub>2</sub> 薄膜の臨界電流特性 Critical current characteristics of BaFe<sub>2</sub>(As,P)<sub>2</sub> thin films

筑本 知子, 安達 成司, 下出 貴史, 押久保 靖夫, 中尾 公一, 田辺 圭一 (ISTEC); 三浦 正志 (ISTEC・成蹊大)  
 CHIKUMOTO N., ADACHI S., SHIMODE T., OSHIKUBO Y., NAKAO K., TANABE K. (ISTEC); MIURA M. (ISTEC・Seikei Univ.)  
 E-mail: chiku@istec.or.jp

### 1. はじめに

鉄系超電導体の中で BaFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ba122)系は 30K 程度の高い  $T_c$  と比較的低い異方性に加え、比較的良好な膜が得られることから、応用に適していると考えられる。

本系を超電導化するためには元素置換によりドーピングを行なう必要があるが、FeをCoで置換した系については、数多くの報告があるものの、AsをPで置換した系については、今まであまり臨界電流特性評価が行なわれてきていない。

そこで、本研究ではパルスレーザー蒸着法 (PLD 法) にて P 置換 Ba122 膜を作製し、その臨界電流特性評価を行ったので、その結果を報告する。

### 2. 実験方法

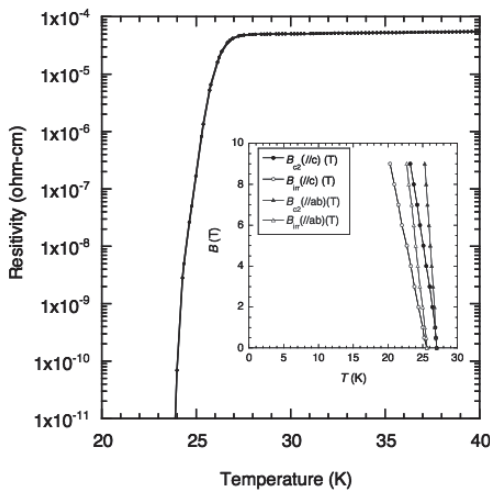
BaFe<sub>2</sub>(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>)<sub>2</sub> 薄膜は x=0.33, 0.4 組成の焼結体ターゲットを用い、Nd:YAG レーザの 2 倍波 ( $\lambda=532\text{nm}$ ) を用いて、MgO 基板上に作製した。X 線回折の結果、膜はほぼ単相で、c 軸配向していることが確認された。また、膜厚は約 90nm であった。

臨界電流特性評価は膜に幅 50  $\mu\text{m}$ 、長さ 350  $\mu\text{m}$  のブリッジを形成して、四端子法 (PPMS, Quantum Design) にて、温度、磁場、磁場印加角度を変化させて行なった。得られた電流-電圧曲線から 10  $\mu\text{V/cm}$  基準をもって  $J_c$  値を決定した。

### 3. 実験結果

Fig.1 に x=0.4 の膜の抵抗転移を示す。 $T_c^{\text{onset}}$  は約 26.5K、 $T_c^{\text{zero}}$  は約 24.0K であった。Fig.1 のインセットに膜面に垂直方向 ( $B_a//c$ ) と面内方向 ( $B_a//ab$ ) に磁場を印加した時の抵抗転移から求めた不可逆磁場 ( $B_{ir}$ ) と上部臨界磁場 ( $B_{c2}$ ) の温度依存性を示す。 $B_{ir}$  と  $B_{c2}$  ともに  $B_a//c$  の方が温度変化が大きく、26K での  $B_{c2}(B_a//ab) / B_{c2}(B_a//c)$  の値は 1.8 であった。

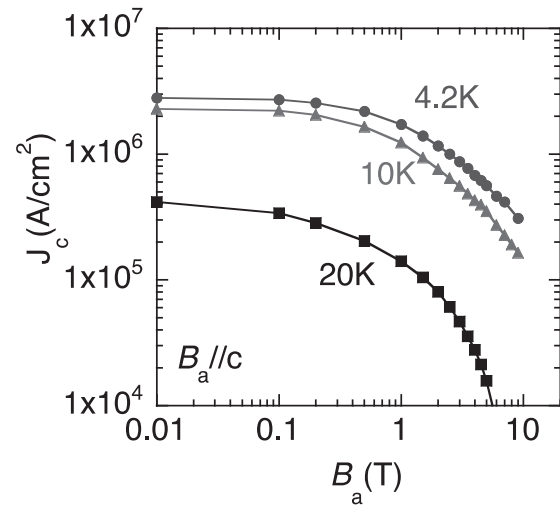
Fig.2 に 4.2、10、20K における  $J_c$  の磁場依存性を示す。4.2K の自己磁場中で、3.5MA/cm<sup>2</sup> と比較的高い  $J_c$  が得られ、3T まで 1MA/cm<sup>2</sup> の高い  $J_c$  値が得られている。また 4.2K におけるピン力密度の最高値は 29GN/m<sup>3</sup> であった。



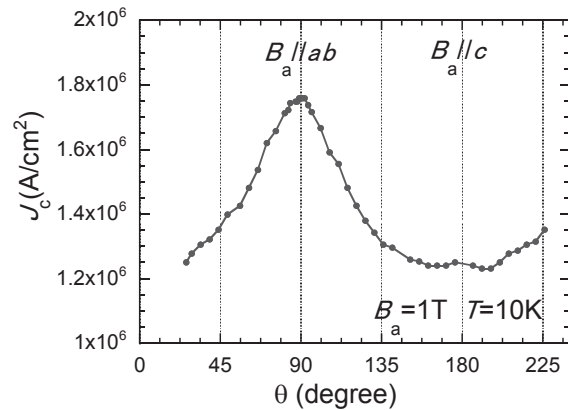
**Fig.1** Resistivity curve of a BaFe<sub>2</sub>(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>)<sub>2</sub> (x=0.4) film. The inset shows the irreversibility field,  $B_{ir}$ , and the upper critical field,  $B_{c2}$ , measured for  $B_a//c$  and  $B_a//ab$ .

Fig.3 に 4.2K、1T 中の  $J_c$  の磁界角度依存性を示す。 $ab$  面に磁場を印加した時に最も高い  $J_c$  値を示したが、イトリウム系超電導テープと比較して  $B_a//ab$  のピークはブロードである。また、 $B_a//ab$  と  $B_a//c$  の  $J_c$  の異方性比は 1.5 と小さな値を示した。

当日は x の値を変化した試料についての、測定結果の比較を行ない、P 濃度の影響についても考察を行なう。



**Fig.2** Field dependence of  $J_c$  measured at 4.2 K for a BaFe<sub>2</sub>(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>)<sub>2</sub> (x=0.4, nominal) film.



**Fig.3** Field angular dependence of  $J_c$  measured at 4.2 K and 1 T for a BaFe<sub>2</sub>(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>)<sub>2</sub> (x=0.4, nominal) film.

### 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。



# (Ba,K)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> 銀被覆 PIT 線材の中間圧延、熱処理による 輸送臨界電流密度の向上

Enhancement of transport critical current density of Ag sheathed (Ba,K)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> PIT wire  
by applying intermediate rolling and heat treatment

戸叶 一正、松本 明善、熊倉浩明(NIMS)

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

E-mail: TOGANO.Kazumasa@nims.go.jp

## 1. はじめに

鉄系超伝導体は高い臨界温度( $T_c$ )と極めて高い上部臨界磁界( $H_{c2}$ )を有するため、液体ヘリウムのみならず液体水素、冷凍機冷却など中温度での強磁場発生用線材として応用が期待されている。そのため 11 系の Fe(SeTe)、122 系の (Sr,K)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub>、(Ba,K)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub>、1111 系の SmFeAsO<sub>F</sub> などを対象にして、Powder-in-tube(PIT)法による線材の作製が試みられてきた。しかし、測定される輸送臨界電流密度( $J_c$ )は低く、その改善が線材開発の大きな課題となっている。

本研究では銀被覆(Ba,K)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> PIT 線材で、中間圧延と熱処理を繰り返す手法によって、 $J_c$  の向上が得られたので報告する。122 系 PIT 線材については、超高圧印加[1]、鉄シースを用いた高温、短時間熱処理[2]などによっても比較的高い  $J_c$  が報告されている。しかし、本手法は銀シースのみを用い、比較的低温の熱処理ですむため、将来の長尺化を考えた場合にはより現実的であるといえる。

## 2. 実験方法

最初に(Ba<sub>0.6</sub>K<sub>0.4</sub>)Fe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> + 0.5Sn 混合粉末を銀管に詰めて溝ロール、スウェッジ、熱処理によって 2 mm 径の丸線材を作製した。Sn は結晶粒間の結合を強化する目的で添加した[2]。次にこの丸線材に圧延と熱処理を加えて、薄いテープ状の線材を作製した。この中間的な圧延、熱処理は少なくとも2回以上繰り返し、熱処理はすべて 800–875°C の温度で行った。得られた線材について 4.2 K、磁場中で臨界電流( $I_c$ )の測定を行い、銀被覆を除いたコア部の断面積で除して  $J_c$  を求めた。さらに顕微鏡、走査電顕、X線回折などにより組織を調べ、 $J_c$  向上の原因について考察した。

## 3. 結果と考察

Fig. 1 は、2 mm 径→熱処理→0.6 mm 厚→熱処理→0.36 mm 厚→熱処理のプロセスで作製した場合の各段階での線材の断面を示した。中間熱処理を2回加えてもコアは一樣に変形され、加工は問題なく行われた。Fig. 2 は各段階における  $J_c$ —磁場特性である。これから、圧延、熱処理を繰り返すことによって急速に  $J_c$  が上昇していくことが分かる。この上昇は特に磁場中で顕著で、例えば 10 T での  $J_c$  は 2 mm 径丸線材で  $6.2 \times 10^2$  A/cm<sup>2</sup> ( $I_c=4.6$  A)であったものが、0.36 mm 厚テープでは  $3.5 \times 10^3$  A/cm<sup>2</sup> ( $I_c=12.6$  A)まで約 5 倍以上に上昇している。

Fig. 3 は 0.36 mm 厚テープのコア部の顕微鏡組織である。組織は一樣かつち密で、平均粒径がもとの丸線よりも若干大きくなっている傾向がみられた。また XRD 回折を行うと、圧延加工が進むにつれて底面(001)の相対強度が強くなる傾向を示し、c-軸配向が進んでいく。このような結晶組織のち密化、配向化によって  $J_c$  の向上が得られたものと思われる。

## 4. 謝辞

前駆体を供給戴いたAISTの平 英明、石田 茂之、木方 邦宏、伊豫 彰、永崎 洋の諸氏にお礼を申し上げます。

なお、本研究は日本学術振興会の最先端研究開発支援 (FIRST) プログラムにより助成を受けたものである。

## 参考文献

1. J.D. Weiss et al, Nature Materials 11(2012) 682.
2. Y.W. Ma, Supercond. Sci. Technol. 25(2012) 113001

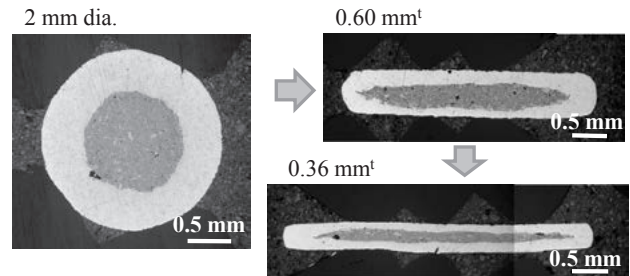


Fig. 1 Cross sections of the wire and tapes

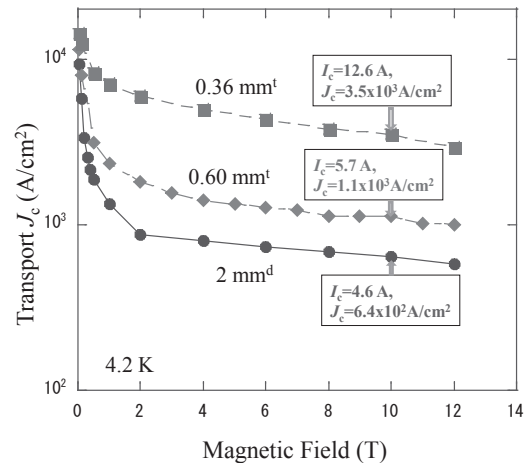


Fig. 2 Transport  $J_c$ -H curves of the wire and tapes

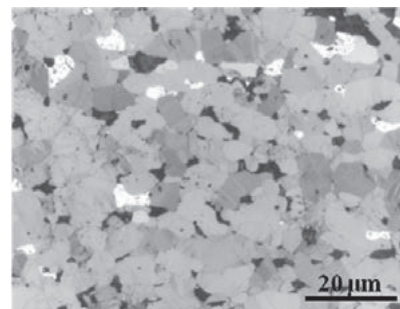


Fig. 3 Optical micrograph on the cross section of the 0.36 mm thick tape

# PLD-GdBCO 線材の耐剥離性とレーザースクライブ加工の影響に関する検討

## Study on delamination of PLD-GdBCO coated conductor and effect of laser scribing

坂井 直道、重森 正隆、衣斐 顕、町 敬人、遠藤 佐保、中岡 晃一、種子田 賢宏、吉積 正晃、田辺 圭一、和泉 輝郎 (超電導工研)

SAKAI Naomichi, SHIGEMORI Masataka, IBI Akira, MACHI Takato, ENDO Saho, NAKAOKA Koichi, TANEDA Takahiro, YOSHIZUMI Masaaki, TANABE Keiichi, IZUMI Teruo (ISTEC-SRL) E-mail: nsakai@istec.or.jp

### 1. はじめに

近年、REBCO 系テープ線材を用いた各種機器開発が活発に進められている。ここで、機器製作の際に線材の剥離が原因で特性劣化したケースがいくつか報告されており、信頼性向上の観点で耐剥離性の改善が求められている。そのため我々は、各種 REBCO 系テープ線材に関し、剥離の原因を調査するとともに改善方法の検討を行っている[1]。本報告では、IBAD 基板上に PLD 法で作製した GdBCO 系線材に関し、その耐剥離性を評価するとともに、剥離強度が低下した原因の調査および対策に関する検討結果を報告する。また、線材の交流応用時の交流ロス低減を目的として、レーザーによるスクライブ加工(細線化)が検討されているが、ここではスクライブ加工が剥離強度に与える影響についても報告する。

### 2. 実験方法及び結果

耐剥離性評価は、垂直引張剥離強度測定および SEM による組織観察により行った。ここで、剥離試験は 2.7mm $\Phi$  の剥離治具を用い、端部の影響を除くため試料中央部にて実施した。評価試料は、IBAD 基板 (CeO<sub>2</sub>/LMO/MgO/GZO/Hastelloy) 上に PLD 法で GdBCO を成膜した線材 (PLD-GdBCO) を用いた。以下、耐剥離性の検討結果とレーザースクライブ加工の影響に関して述べる。

#### (1) 耐剥離性評価および強度低下の原因調査

PLD-GdBCO 線材の剥離強度測定結果(測定数 N=30)を図 1(a)に示す。平均剥離強度は、68MPa と高かったが、1 箇所だけ、25MPa と低い剥離強度を示した。ここで、剥離強度 $\sigma$  の信頼性評価として、ワイブル分布関数  $F(\sigma)$  による評価を行い、ワイブルプロットとして図 1(b)に示した。ここで、N=30 のデータから得られた傾き  $m$  (ワイブル係数) は、 $m=4.74$  であり、コイルにおいて剥離が起きるとされている 13MPa 以下となるのは、11m に 1 箇所の確率で起こることが推定された。また、最低強度を示した測定データを除き、N=29 とした場合、 $m=9.18$  となり、22km に 1 箇所の割合で低強度を示す箇所が発現することが示唆された。これより、低強度となる原因を調査し、それを改善することが、線材の剥離に対する信頼性を向上させるために重要となる。そこで、低強度を示した箇所の剥離面基板側の観察を行った。これを図 2(a)に示す。図中、半円状の破線円内が剥離箇所である。強度の高い試料は剥離が GdBCO 内部で発生していたのに対し、強度が低い試料には、赤点線で示す 500 $\mu$ m 位の箇所で Ni 等基板の成分が検出された。この原因として、基板の汚れ等の不良に起因して基板近傍からの剥離が生じたものと推測された。

ここで、別途実施した 4 点曲げ剥離試験の結果[1]より、PLD-GdBCO のき裂抵抗  $G_c$  は 5.9[J/m<sup>2</sup>]と求められた。GdBCO のヤング率を 89GPa (Raynes らの報告)と仮定すると、破壊靱性値  $K_{Ic}=0.725$ [MPa m<sup>1/2</sup>]が得られる。これらから、Dugdale の式(欠陥長  $R=(\pi/8)(K_{Ic}/\sigma_y)^2$ )にて、欠陥サイズ  $R$  と強度  $\sigma$  の関係を計算した結果を図 2(b)に示す。図より、欠陥サイズが大きくなるにつれ強度低下し、500 $\mu$ m では 30MPa 以下に低下することが示された。

このように、内部に大きな欠陥を含む線材では、剥離強度が大きく低下する。現在、この欠陥の起源は、基板に付着したコンタミの影響などと考えており、洗浄方法等に工夫を加えるこ

とで解決させることを試みている。

#### (2) レーザースクライブ加工が剥離強度に与える影響

エキシマレーザーを用いて、5mm 幅の PLD-GdBCO 線材を 10 分割した試料の剥離強度測定 (N=6) を実施したところ、55~83MPa (平均 68MPa) の剥離強度が得られた。ここで、細線の幅は 0.41mm、線間溝の幅は 0.05mm であった。これより、剥離強度測定面積に対する GdBCO の面積率は 89%となる。これにより、有効面積換算した剥離強度は、62~93MPa (平均 77MPa) となり、ここで用いた線材のスクライブ加工無し試料の強度 (55~93MPa、平均 79MPa) とほぼ一致した。これより、エキシマレーザーによるスクライブは、線材の剥離強度に何ら影響していないことが分かった。しかしながら、加工方法や線材種類を変更した試料では、加工端に欠陥が入り強度低下するものがあり注意を要する。

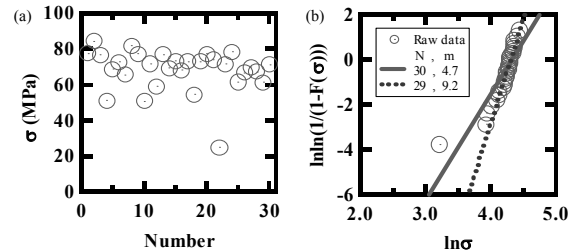


Fig.1 (a) Transverse tensile strength of PLD-GdBCO coated conductor. (b) Weibull plot for (a).

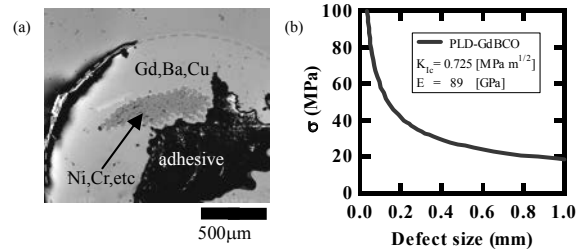


Fig.2 (a) Delaminated surface of the sample showed the lowest strength (Hastelloy side). (b) Estimated tensile strength as a function of defect size.

### 3. まとめ

IBAD-PLD-GdBCO 線材の剥離強度分布に関して検討するとともに、強度の低下原因とその改善策に関して検討を行った。ほとんどの箇所で 50MPa 以上の高い剥離強度を示したが、一部線材内部に数百 $\mu$ m の欠陥を含む箇所では、剥離強度が大きく低下した。この欠陥の起源は、基板に付着したコンタミの影響などを考えており、洗浄方法等に工夫を加えることで解決できる見込みである。この様に、線材の耐剥離性は線材作製プロセスが洗練されるとともに改善されるものと考えている。本研究は「イットリウム系超電導電力機器技術開発プロジェクト」として NEDO の委託により実施したものである。

#### 参考文献

[1] N. Sakai et al. ; Abstracts of CSJ Conference, Vol.82 (2010) pp.15 and Vol.85 (2011) pp.138

# 超電導テープ線材の剥離強度とその試験法

## c-axis tensile strength and its test methods of superconducting tape wires

笠場 孝一(富山大); 藤上 純, 長部 吾郎(住友電工)

KASABA Koichi (Univ. Toyama); FUJIKAMI Jun, OSABE Goro (SEI)

E-mail: kasaba@eng.u-toyama.ac.jp

### 1. はじめに

超電導マグネットとして用いられる線材が実機中に受ける力としては、主に軸引張り、曲げ、横圧縮が考えられるが、例えば線材を巻線後に含浸する場合には、引き剥がされるような力も受けることとなる。テープ状の線材ではそれが問題となる場合がある。本研究では DI-BSCCO 線材の引き剥がし試験を通し、この種のテープ線材がどの程度の引き剥がし強度を有しているのか、またその強度について、どのような試験を行い、それをどのように数値化することが実際に即したものであるのか、の考察を行う。

### 2. 実験方法

Bi 系超電導体 Bi-Sr-Ca-Cu-O(BSCCO)テープ線 Type H, Type HT-SS(ステンレス補強), Type HT-CA(銅合金補強)を、引き剥がし試験のサンプル材として実験を行った。0.2~0.4mm の厚み(c 軸方向)の線材を引き剥がすための、試験治具への固定には、何らかの接着が必要である。その結果、Fig.1(厚み方向寸法を誇張して表示)の(C)(D)(E)内部やその間で破壊する試験片破壊の他に、(B)内やその間で壊れる接着剤破壊でも実験が終わる。なおこの実験での負荷面積は線材幅4mm×治具の長さ10mmの40mm<sup>2</sup>であり、上下治具でそろえてある。負荷面積依存性を調べるために、上部治具の両端を2.5mm ずつ小さくした4mm×5mm での比較試験も行った。それぞれ応力は、荷重をその面積で除したものとした。

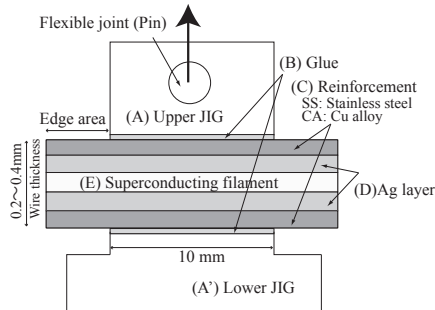


Fig.1 Test for c-axis strength

### 3. 接着剤の選定

接着剤は、はんだを除けば、強いもので接着限界の公称応力(カタログ値)は20MPa 程度である。40mm<sup>2</sup>の上部治具で、(B)の部分の接着剤もしくははんだを替え、破断するまで負荷を加えた予備実験の結果を Table1 に示す。低い応力には(A)-(B)間、もしくは(B)-(C)間の接着不良が表れている。また仮に(C)~(E)内の線材損傷が目視できても、それははんだ処理の際の熱負荷が悪影響を及ぼしている場合がある。一方で、最終破断応力は高くても、それ以前の応力で(E)内の破壊は既に進行し、超電導特性が失われていることがあり得る。よって、この結果から線材の引き剥がし強度がすぐに求まる訳ではなく、例えば最終破断前に試験を中断し、内部破壊を観察する実験等を経て、引き剥がし強度を定義する必要がある。なおこの予備実験を通し、線材へ与える負担、硬化時間等を

Table1 Fracture stress depending on glues or solders [MPa]

Ecobond +catalyst	Stycast +catalyst	Araldite standard	In-Sn solder	Sn-Pb solder	Polyester resin
4.8±1.4	3.9±1.1	9.6±1.4	5.4±4.1	4.3±2.2	6.0±0.9

考え、本研究ではアラルダイト系の接着剤で試験を続けた。

### 4. 引き剥がし試験結果

Fig.2 に引き剥がし試験で、中断もしくは破断した際の応力値●を示す。例えば図の(α)は健全だが、(β)(γ)は実験後の縦断面写真で線材損傷が観察できることから、有効断面が40mm<sup>2</sup>の実験では、Hの強度は7MPa 程度と判断できる。対して、Fig.2 左図のように上部治具面積を20mm<sup>2</sup>に代えた実験ではそれが明らかに上昇している。フィラメント部での実際の有効面積は、負荷の伝達過程において20mm<sup>2</sup>を上回る大きさになっているようである。負荷治具を小型化し、特に上下面の面積を変える場合には、このことを考慮する必要がある。

一方、Fig.2 右図は HT-SS,HT-CA の結果であり、HT-SS は同様に7MPa 程度の強度を示したが、HT-CA は10MPa 程度まで健全であった。これら●の結果は Fig.1 の両端 Edge area を10mm 程度残しているが、それを切断して実験したものが○である。10MPa 以下での破断例がなかった HT-CA で、それが見られるようになっており、HT-CA の Edge 部分が強度に貢献していることが分かる。CA 層を仲介して線材長手方向に負荷が分布し、有効面積を40mm<sup>2</sup>+αに広げるからであると考えている。

線材損傷は、いずれも(E)の超電導フィラメント内で起こっていた。引き剥がし試験は、主に c 軸方向に垂直に存在すると思われる内部欠陥を活性化させる試験であり、得られる強度は欠陥状態に著しく依存する。最弱リンク説による寸法効果の影響は大きく、その意味でも負荷面積を広くとることが、安全側の厳しい規準での強度を定義することになる。

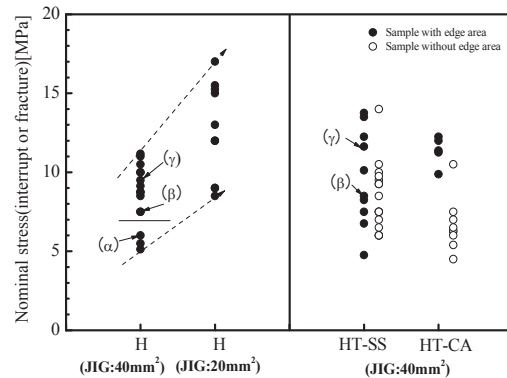


Fig.2 Interrupt or fracture stress of c-axis strength test

### 5. まとめ

本研究では、含浸線材にあり得るような負荷形態の1つを模擬することを考え、40mm<sup>2</sup>という比較的広い負荷領域を設定し、それと同じ面積分の線材を切り出して、厚み方向に引っ張るとい、線材にとって最も厳しいと思われる設定での評価を提案している。そしてこれによる結果を、引き剥がし強度の最下限値として把握するべきと考えている。この試験で仮に試料表面よりも接着面積が小さい負荷治具を用いるのなら、有限要素解析等で(E)のフィラメント部に至る段階での圧縮領域面積を求め、それを有効断面積とする必要がある。あるいは線材表面の剥離して膨らんだ領域を実測する方法も有効かもしれない。今後も試験法確立のための検討を続けていきたい。

# DI-BSCCO テープの高強度化および臨界電流の耐歪特性に及ぼす予歪の効果

## Effect of Pretension for Strain Dependence of Critical Current and Strengthening of DI-BSCCO Tapes

長村 光造(応科研); 町屋 修太郎(大同大); 落合 庄治郎(京大); 長部 吾郎, 山崎 浩平, 藤上 純(住電)  
 OSAMURA Kozo(RIAS); MACHIYA Shutaro(Daido Univ); OCHIAI Shojiro(Kyoto Univ);  
 OSABE Goro, YAMAZAKI Kouhei, FUJIKAMI Jun (SEI)  
 E-mail: kozo\_osamura@rias.or.jp

### 1. はじめに

最近 DI-BSCCO テープに予歪を印加して SS シートをラミネーションすることにより臨界電流の耐歪特性および破断応力が著しく改善することが報告されている。その原因を探るため放射光で局所歪を調べ、室温の引張特性および臨界電流の歪依存性との関連を調べた。

### 2. 実験方法

本研究では Bare の試作 DI-BSCCO テープと、それに厚さ 20, 50, 100  $\mu\text{m}$  のステンレス箔(SS シート)をラミネートした4種類のテープを用いた。ラミネート時点で予荷重( $P_p$ )を印加した。室温での機械特性を調べるため国際規格(IEC61788-18)に準拠して引張試験を行った。応力-歪曲線の勾配が急速に小さくなる応力を耐力( $R_f$ )と定義した。BSCCO フィラメントに生じる局所歪を調べるため Spring-8BL46XU で回折実験を行った。BSCCO の(220)回折面間距離から室温での歪( $A_{\text{BSCCO}}$ )を求めた。臨界電流の引張歪依存性を液体窒素温度で調べた。引張応力の増加により臨界電流が 95%にまで減少したときの応力を  $R_{95}$  と定義した。

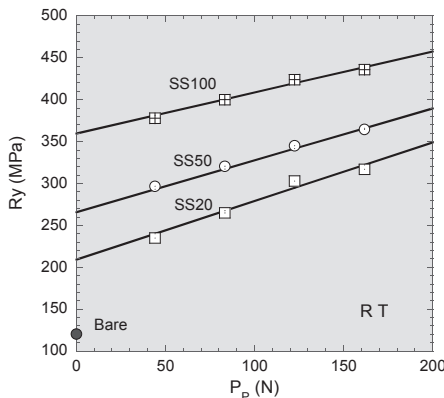


Fig.1 Change of yield stress as a function of pretension.

### 3. 実験結果および考察

Fig.1 は耐力の予荷重依存性を示す。耐力は予荷重増加とともに、また SS シート厚さとともに増加した。図にみられるように耐力の予荷重依存性の勾配は SS シート厚さの増加とともに減少する。これは同じ予荷重の値であっても SS シートの厚さの違いにより SS の体積分率が異なることから応力状態の違いが生ずるためである。

テープの軸方向の BSCCO フィラメント内に生じる局所歪の印加応力依存性を Fig.2 に示す。印加応力ゼロに対応する縦軸との交点の値を熱歪( $A_{\text{BSCCO,T}}$ )とすると、Bare、予荷重の増加とともに負の大きな値となる。これは圧縮性の局所歪が増加したことに対応する。

圧縮性の局所歪  $A_{\text{BSCCO}}$  は印加応力増加とともに減少し、 $R_f$ (force free stress)で示した応力でゼロとなる。さらに応力を増加すると引張の局所歪となり増加する。そして  $R_f$ (relaxation stress)で示した応力で飽和、あるいは極大となる。

Fig.1 で示した耐力  $R_f$  と Fig.2 で定義した緩和応力  $R_f$  の値はほぼ一致することが明らかとなった。 $R_f$  は BSCCO フィラメントに生じる局所歪がフィラメントの破断等により緩和したことを意味しており、従って耐力  $R_f$  はフィラメントの破断に伴う機械特性の降伏であると結論づけることができる。

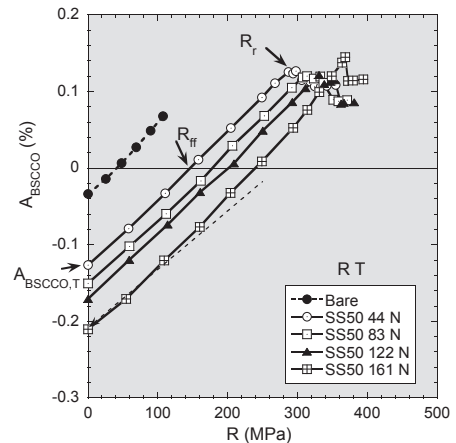


Fig.2 Applied stress dependence of local strain exerted on BSCCO filaments.

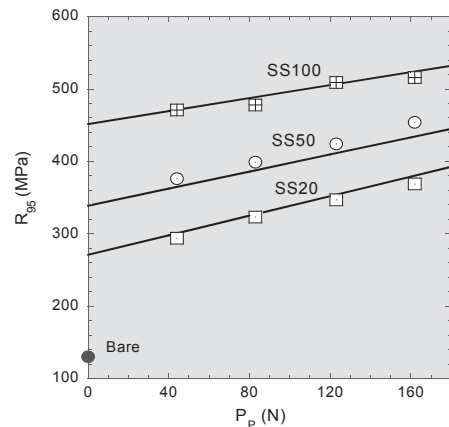


Fig.3 Change of 95% Ic retention stress vs pretension.

Fig.3 に示すように  $R_{95}$  の予荷重( $P_p$ )の増加とともに、SS シート厚さの増加とともに増加する。SS100 では 500MPa を超えることが明らかとなった。解析の結果  $R_{95}$  と  $R_f$  は比例関係にあり、 $R_{95}$  は BSCCO フィラメントの破断による応力と関係付けられることが明らかとなった。

### 4. まとめ

予荷重を印加したラミネーション法により特性が改善するのは、主に熱歪と予歪の和で表される force free stress ( $R_f$ ) および BSCCO フィラメント自身の引張強さの増加によることが明らかとなった。

## REBCO コート線材における歪み印加アニールによる双晶と残留ひずみの制御

## Control of twin boundary and residual strain of REBCO coated conductors by annealing under strains

鈴木 匠, 淡路 智, 小黒 英俊, 渡辺 和雄(東北大金研); 菅野 未知央(KEK); 町屋 修太郎(大同大); 佐藤 眞直(JASRI); 和泉 輝郎(SRL)

SUZUKI Takumi, AWAJI Satoshi, OGURO Hidetoshi, WATANABE Kazuo(Tohoku University); SUGANO Michinaka(KEK); MACHIYA Shutaro(Daido University); SATO Masugu(JASRI); IZUMI Teruo(SRL)  
E-mail: takumi-s@imr.tohoku.ac.jp

## 1. はじめに

希土類酸化物高温超伝導体 ( $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  (REBCO, REは希土類元素)のコート線材は長尺化、高 $J_c$ 化が進んでいる。しかし、コート線材は超伝導層が双晶界面を形成し2軸配向していることにより、ひずみ効果等の超伝導特性の詳細な理解が難しくなっている。また、マグネット応用等においてひずみが印加される場合に、線材の残留歪みを制御できれば更なる超伝導特性の向上が期待できる。本研究ではひずみ印加アニールにより双晶と残留ひずみを制御した試料における制御法と超伝導特性を議論する。

## 2. 試料緒元および実験方法

試料線材はPLD(Pulse Laser Deposition)法によって作製したGdBCOコート線材であり、基板はIBAD(Ion-Beam Assisted Deposition)法により作製されたMgOバッファ層を持つHastelloy基板である。また、最表面には保護層として20  $\mu\text{m}$ のAgを用いた。

この試料に対して、ひずみを印加しながら、酸素雰囲気中で400  $^{\circ}\text{C}$ 、100時間アニールを行った。ひずみはSUSの円柱型ジグに巻きつけることで印加した。このひずみ量は、ジグの曲率を変化させることにより印加する歪みを制御した。また、コート線材を巻きつけるときに超伝導層を外側にして巻きつけることにより、引っ張りの歪みを、超伝導層を内側にして巻きつけることにより、圧縮の歪みを印加することができる。残留ひずみの測定はSPring8、BL46XUの放射光を用いて透過法により測定した。

臨界電流密度は試料をフォトリソグラフィー及びウェットエッチング技術を用いて、幅約100  $\mu\text{m}$ 、長さ、約1 mmのブリッジ形状に加工し、直流四端子法を用いて通電法にて測定した。試料温度は、ヘリウムガスフローと試料ホルダー上のヒーターにより、精密にコントロールし、臨界電流決定の電界基準は1  $\mu\text{V}/\text{cm}$  とした。

## 3. 実験結果と考察

Fig.1 に線材長手方向における、(200)、(020)ピークの X 線回折パターンを示す。as-received の線材のそれぞれのピーク強度はほぼ等しくなった。しかし、ひずみ印加アニールによりピーク強度とピーク位置がそれぞれ変化した。ピーク強度は、圧縮アニールにより、(200)のピーク強度が増加した、これは、線材長手方向に  $a$  軸を持つドメインが増加したことを示唆している。逆に、引っ張りアニールでは(200)のピーク強度が減少した。また、ピーク位置は、圧縮アニールによって低角度側へ、引っ張りアニールでは高角度側へ変化した。これは残留歪みが増加し、格子定数が変化していると考えられる。この結果から、ひずみ印加アニールにより残留ひずみと双晶の制御が可能であることが示唆された。

Fig.2 に as-received と 0.5%引っ張りアニールにおける臨界電流密度  $J_c$  の温度依存性を示す。高温においてはアニールにより  $J_c$  が低下しているが、低温領域においては  $J_c$  が大幅に向上した。この結果は、アニールにより試料がオーバードープ状態となり、不可逆磁場が向上したことに起因すると考えられる。詳細については当日報告する。

## 4. 謝辞

本研究の一部は、超電導応用基盤技術研究開発業務の一環として、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託により実施したものである。また、JST 戦略的創造研究推進事業ALCAの一環として行われたものである。

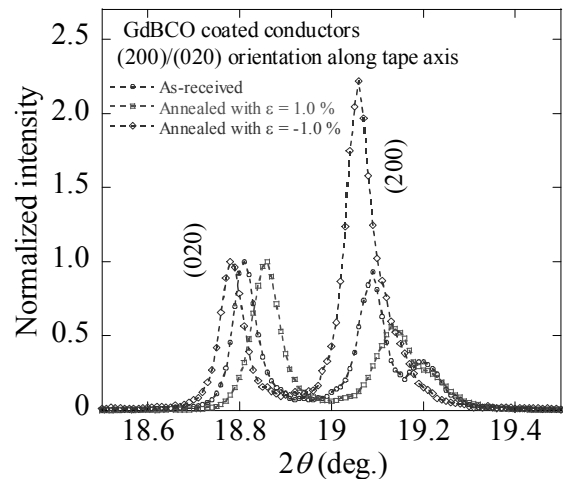


Fig.1. (200) and (020) reflections along the longitudinal direction after the annealing under the strains in the GdBCO coated conductors. Intensity was normalized by that of the (020) reflection for comparison.

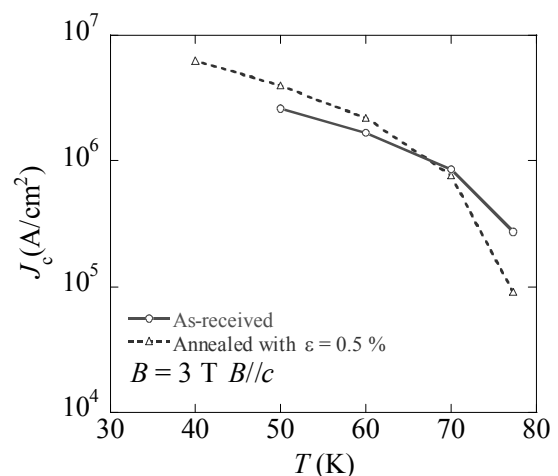


Fig.2. Temperature dependence of  $J_c$  after the annealing under the strains and the as-received in the GdBCO coated conductors at 3 T for  $B//c$ .

# 高温超電導線材特性に対する含浸熱処理時の温度と時間の影響

## Influence of temperature and duration at epoxy impregnation process to $I-V$ characteristics of HTS

狩野 開, 道辻 健太, 矢崎 真二郎, 柄澤 彰良, 王 旭東, 石山 敦士(早稲田大学); 宮原 信幸(放射線医学総合研究所)  
 KARINO Hiraku, MICHITSUJI Kenta, YAZAKI Shinjiro, KARASAWA Akira, WANG Xudong, ISHIYAMA Atsushi (Waseda Uni); MIYAHARA Nobuyuki (NIRS)  
 E-mail: atsushi@waseda.jp

### 1. はじめに

超電導線材を機器応用する際にははんだ付けやエポキシ含浸といった高温環境下にさらされる。エポキシ樹脂は熱伝導率や熱膨張率の観点から硬化温度の高いものが適しているため樹脂を選定する際に超電導特性に対する温度と時間の影響を評価する必要がある。

そこで我々はエポキシ含浸を想定し、一般的なエポキシ樹脂の硬化温度(135°C)において時間をパラメータに加熱を行い、超電導特性( $I_c$ )を評価してきた。今回はより高い温度において加熱を行ったのでその結果について報告する。

### 2. 実験方法

これまで市販されている YBCO 線材を用いて、温度をパラメータに 10 分間の加熱を行い、超電導特性の劣化開始温度を評価してきた。その結果 195°C までは劣化が確認されなかった[1]。また、一般的なエポキシ樹脂の硬化温度(135°C)において、加熱時間をパラメータに実験を行い、加熱前後の超電導特性( $I_c$ )を評価してきた。その結果、36 時間までは劣化が確認されなかった[1]。そこで今回劣化を許容できる最大温度(195°C)を設定温度とし時間をパラメータに加熱し、評価を行った。

試料線材の諸元を表 1 に示す。はじめに、77 K 液体窒素浸漬冷却、自己磁場中、 $1 \mu V/cm$  基準で超電導線材の  $I-V$  特性評価( $I_c$  測定)を行い、これを初期  $I_c(I_{c0})$  とした。次に熱電対を取り付けたダミー線材および試料線材を高温槽内に宙ぶりにし、一定温度(=195°C)で加熱時間をパラメータとして行った。

各種線材を各設定時間につき 2 本ずつ計 24 本を投入、加熱を行った。加熱後に試験前と同環境下で  $I_c$  測定を行い  $I_{c0}$  と比較する事で温度と  $I_c/I_{c0}$  の関係性を評価した。

### 3. 結果

Type 1, Type 2 の加熱時間と  $I_c/I_{c0}$  の関係をそれぞれ図 1, 2 に示す。試料は加熱時間ごとに新しいものに交換したので各線材につき 2 本の測定結果をプロットした。

Type1 は 10 分で  $I_c$  値が約 9% 低下し、15 分で超電導特性が失われた。Type2 は加熱時間と共に低下傾向が確認され 1 時間で約 5% 低下し、36 時間で約 30% 低下した。

Table 1 Specification of HTS samples

Number	Type 1	Type 2
Material	YBCO	
	AMSC	SuperPower
Manufacturer	344	SCS4050
	Superconductors	
	2G HTS	
Process	MOD/RABiTS	MOCVD/IBAD
Width	4.8 mm	4.0 mm
Length	100 mm	100 mm
Thickness	0.22 mm	0.1 mm
$I_{c0}$	90 A	135 A

加熱後の両線材のサンプルに対し行った XRD 分析の結果を表 2 に示す。Type1, Type2 共に c 軸長に大きな変化は見られず、酸素欠損は確認されなかった。なお、本研究は「科研費(基盤研究 A)」によったことを付記する。

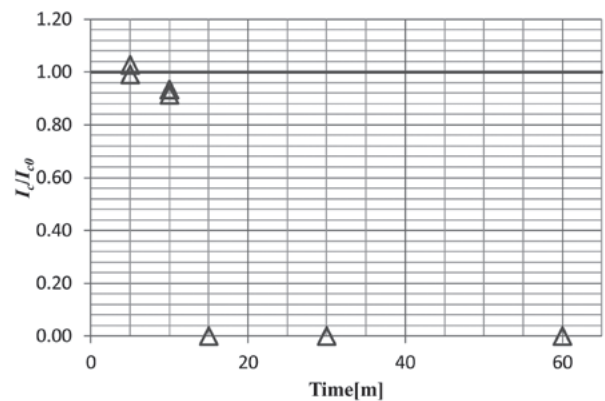


Fig. 1 Heating time vs.  $I_c/I_{c0}$  of Sample 1

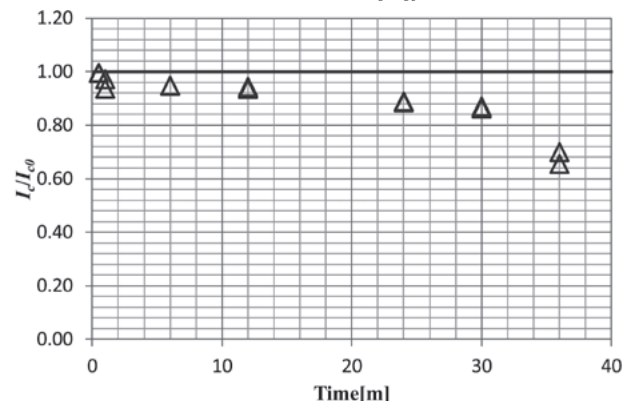


Fig. 2 Heating time vs.  $I_c/I_{c0}$  of Sample 2

Table 2 XRD analysis results of YBCO tapes

	Time	Decreasing rate of $I_c$	c-axis length
	PDF	-	11.6997 Å[2]
Type1	5min	0%	11.6800 Å
	10min	9.0%	11.6972 Å
	1h	100%	11.7101 Å
Type2	0.5h	0%	11.6728 Å
	3h	5.7%	11.6930 Å
	36h	34.5%	11.6877 Å

### 参考文献

- S.Yazaki, A.Ishiyama, et al: The papers of technical meeting on application of superconductivity, IEEEJ, ASC-12-015
- K. Egawa, T.Umemura, et al.: Journal of Cryogenics and Superconductivity Society of Japan, vol. 25(1990)p.106

# Design method of combined-function magnets wound with high $T_c$ superconductors

李全, 雨宮尚之, 中村武恒 (京都大学); 荻津透 (KEK)

LI Quan, AMEMIYA Naoyuki, NAKAMURA Taketsune (Kyoto University); OGITSU Toru (KEK)

E-mail: quan@asl.kuce.kyoto-u.ac.jp

## 1. Introduction

For accelerator magnets, high  $T_c$  superconductors (HTS) are a remarkable option comparing with low  $T_c$  superconductors (LTS), since they possess several distinctive characteristics, e.g. good thermal stability and high cooling efficiency. However, on the other side, HTSs have strong mechanical restriction which makes them hard to bend and wind. In this paper, a detailed method is presented to apply coated conductors (tapes) into the design of a combined-function accelerator magnet, specifically a magnet involving both dipole and quadrupole magnetic field components, which is named 2+4 pole magnet in this paper. This method takes electromagnetic characteristics of the tapes into account, and it is capable of solving their mechanical restriction issues. Both 2D cross-sectional design for the straight section and 3D design for coil ends considering bending and torsion tolerances of tapes were carried out.

## 2. Design method

The main target is to design a 2+4 pole magnet with the properties listed in Tab. 1. This magnet can realize multiple functions simultaneously involving bending by dipole component and focusing/defocusing by quadrupole component.

Table 1. Properties of 2+4 pole magnet

Magnet	Value	Tape	Value
Dipole	2.88 T	Width	5 mm
Quadrupole	9.0 T/m	Thickness	0.2 mm
Beam length	1 m	SC thickness	2 $\mu$ m
Bore radius	50 mm	Operation Current	200 A
Effective area	35 mm	Temperature	20 K

First, based on the magnetic strength and gradient to generate, the current distribution versus angle around the mandrel can be calculated, as shown in Fig. 1. Instead of using conventional centered pulse PWM to locate superconductors, the trailing edge modulation PWM is applied for the first time in designing accelerator magnets. The new method has been proved efficient by using less turns of tapes to generate the same magnetic fields. By applying this method an 8-layer 2+4 pole magnet has been designed as shown in Fig. 2, with each layer adjustable to optimize the magnetic fields in order to achieve the field uniformity in the order of  $10^{-4}$ .

To carry out the 3D design for coil ends, both bending and torsion restrictions of HTS should be considered. The winding of a tape in 3D differential geometry [1-2] is shown in Fig. 3. The vectors can be described in Frenet-Serret formulas as (1).

$$dT/ds = \kappa_n n - \kappa_g b, \quad dn/ds = \kappa_n T + \tau b, \quad db/ds = \kappa_g T - \tau n \quad (1)$$

where  $T$  is the tangent of base curve on the mandrel surface,  $n$  is perpendicular to the tape surface and  $b$  is orthogonal to  $T$  and  $n$ , with  $\kappa_n$ ,  $\kappa_g$ , and  $\tau$  as surface bending, edge bending and torsion curvature. When designing a coil end, the base curve is determined beforehand assuming that  $\kappa_g$  is zero. Then a new set of parameters can be derived using additional torsion  $\theta_T^*$  obtained by the cubic spline function [2]. Since the accelerator magnet is asymmetric, the design of coil ends is more complicated as end-spacers are asymmetric too and some block needs more end-spacers in order to connect to different blocks. For practical fabrication, coil ends are designed using the least end-spacers, which means that tapes are not separated but aligned into groups. The magnetic field along beam width in the designed magnet is shown in Fig. 4, with both dipole and quadrupole components meeting the target values.

## 3. Conclusion

Results show that using this method, combined-function accelerator magnets wound with coated conductors can be successfully designed to meet the requirements.

## Acknowledgement

This work was supported by Japan Science and Technology Agency (JST) under the Strategic Promotion of Innovative Research and Development Program.

## References

1. B. Auchmann, S. Russenschuck: *IEEE Trans. Magn.* Vol. 40, No.2 (2004), pp.1208-11
2. S. Russenschuck: *Field computation for accelerator magnets*. Weinheim: WILEY-VCH (2010), pp.609-36

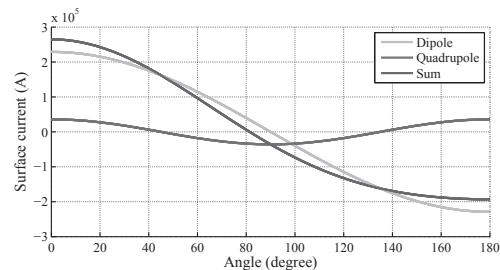


Fig. 1 Current distribution versus angle around the mandrel.

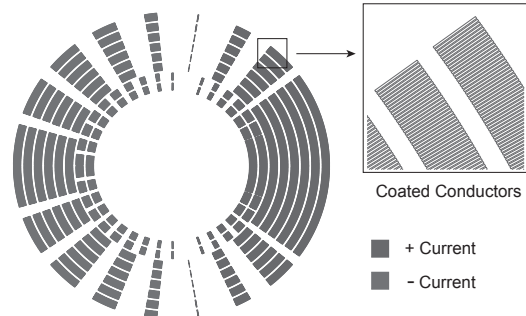


Fig. 2 Cross-sectional design for 2+4 pole magnet.

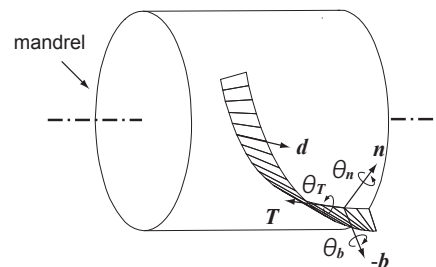


Fig. 3 Winding in 3D and established coordinate system.

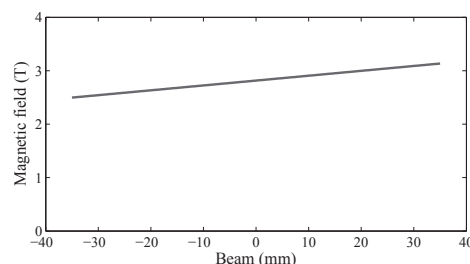


Fig. 4 Magnetic field along the beam width of the magnet.

# スパイラルセクタ FFAG 加速器用 コイル支配型マグネットの実現可能性検討

合田 和弘, 雨宮 尚之, 中村 武恒, 森 義治(京都大学);  
 荻津 透(KEK); 来栖 努(東芝); 野田 耕司(放医研); 吉本 政弘(原子力機構);  
 GODA Kazuhiro, AMEMIYA Naoyuki, NAKAMURA Taketsune, MORI Yoshiharu (Kyoto University);  
 OGITSU Toru(KEK); KURUSU Tsutomu(TOSHIBA); NODA Koji(NIRS); YOSHIMOTO Masahiro(JAEA)  
 E-mail: goda@asl.kuee.kyoto-u.ac.jp

## 1. まえがき

我々は、スパイラルセクタ FFAG 加速器応用へ向けたコイル支配型マグネットの研究を行っている。本研究では、まず加速器マグネットの機能の指標である積分磁場が要求仕様を満たすような空心コイルを設計した。次に、リターンヨークやビーム方向の漏れ磁場を低減するフィールドクランプといった磁性体の効果を調べるため有限要素法を用いた非線形磁場解析を行った。なお、今回の解析では超電導線材の機械的特性は無視し、電流は線電流の集合で近似し、鉄の透磁率は一定と仮定している。

## 2. 設計方法

まず、FFAG 加速器用マグネットの発生磁界を多極磁界成分で表現する。

$$B_0 \left( \frac{r}{R_0} \right)^k = B_0 \left( \frac{R_0 + x}{R_0} \right)^k$$

$$= B_0 \left( 1 + r_0 \frac{k}{R_0} \frac{x}{r_0} + r_0^2 \frac{k(k-1)}{2! R_0^2} \left( \frac{x}{r_0} \right)^2 + \dots \right)$$

各極成分を発生するようなコイル断面の電流分布を求め重ね合わせることで必要な電流分布を得る。

$$I(\theta) = B_0 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2R_c^n}{\mu_0} \frac{k!}{R_0^{n-1} (n-1)! \{k - (n-1)\}!} \cos(n\theta)$$

この電流分布を模擬するように導体配置を行い、断面をトラス上に引き延ばし、スパイラル角にそってコイルエンドを形成した。ここで積分磁場を計算し、加速器の要求仕様として定められた積分磁場の値との比較を行った。その誤差が小さくなるまで断面導体配置を修正し空心コイルを設計した (Fig. 1)。

## 3. 結果と検討

Fig. 2 に空心コイルに磁性体を取り付けたモデルを示す。空心コイルを覆うようにリターンヨークを配置し、適当なギャップを設けてフィールドクランプを配置した。リターンヨーク、フィールドクランプの寸法を様々変えて解析を行った。

鉄の比透磁率を 5000 とし、磁気飽和を無視したところ、ビーム方向の漏れ磁場を低減できることがわかった (Fig. 3)。今後はこのモデルを基本として磁気飽和を考慮したモデルも検討していく。

## 謝辞

本研究は科学技術振興機構の研究成果展開事業「戦略的イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)」の支援によって行われた。

## 参考文献

1. K. R. Symon, et al.: "Fixed-Field Alternating-Gradient Particle Accelerators," Phys. Rev., vol. 103, no. 6, (1956) pp. 1837-1859.

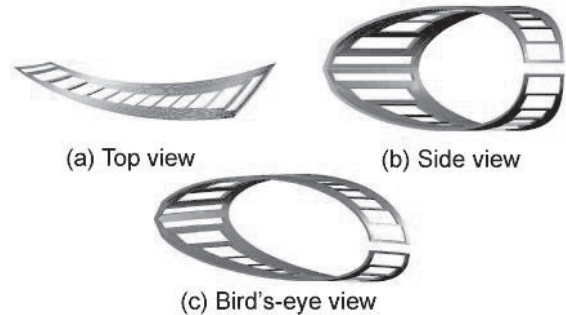


Fig. 1 Coil shape of coil-dominated magnet

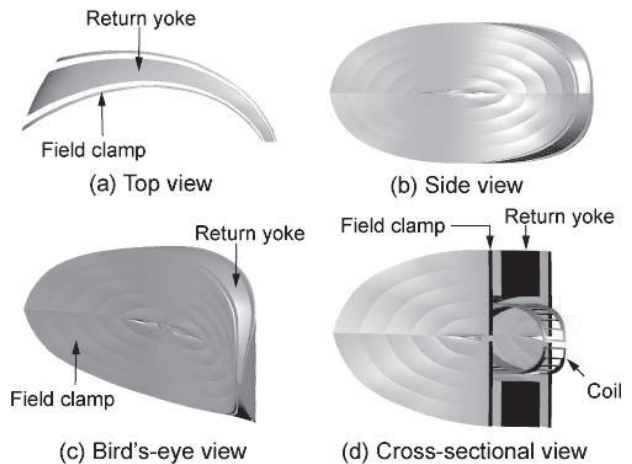


Fig. 2 Return yoke and field clamps together with coil

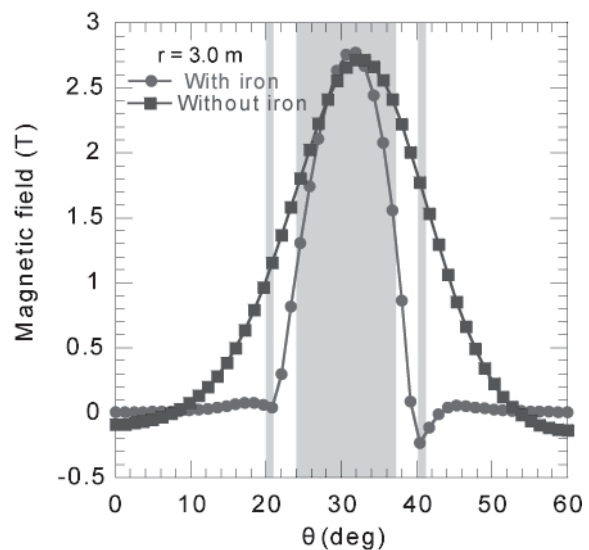


Fig. 3 Effect of return yoke and field clamps



# 液体窒素冷却した薄膜線材レーストラックコイル 4 個で構成される 2 極マグネットの磁場測定

Measurement of magnetic field in dipole magnet which comprises four racetrack coils wound with coated conductors in liquid nitrogen

大竹 宏明, 佐野 拓也, 雨宮 尚之, 中村 武恒(京大); 荻津 透(KEK); 小柳 圭, 来栖 努(東芝)  
 OTAKE Hiroaki, SANO Takuya, AMEMIYA Naoyuki, NAKAMURA Taketsune (Kyoto University);  
 OGITSU Toru (KEK); KOYANAGI Kei, YOSHIYUKI Takeshi (Toshiba)  
 E-mail: otake@asl.kuee.kyoto-u.ac.jp

## 1. はじめに

我々は加速器用マグネットへの高温超伝導線材の適用を目指した研究開発を進めている[1]-[3]。これまでに、Bi 系多芯線材で巻かれたコイルと RE 系薄膜線材で巻かれたコイルを比較し、液体窒素温度における実験では、RE 系薄膜線材コイルの方が Bi 系線材コイルより線材磁化(遮蔽電流)の減衰による磁場変動が小さいことを確認した。今回は、RE 系薄膜線材で作成したレーストラックコイル 4 個で構成される 2 極マグネットの磁場測定を行い、薄膜線材の磁化が多極磁場成分に与える影響について検討し、また、二次元断面モデルによる数値解析結果と比較した。

## 2. 実験・解析方法

測定対象のマグネットを液体窒素浸漬冷却し、回転ピックアップコイル法により通電時と電流遮断時の多極磁場成分を測定した。この方法では、ピックアップコイルを回転して得られる誘導起電力の角度依存性から、Fourier 展開により多極磁場成分を求める。本稿では、

- 1) 通電電流を 0 A から 50 A、-50 A、50 A、-50 A と 5 A 刻みで変化させたときのヒステリシス特性の測定
- 2) 50 A の通電と遮断を 1 時間ごとに 4 回繰り返した場合の多極磁場成分の時間変化の測定

について説明する。

また、実験結果と比較するために、マグネット断面に対する二次元有限要素法による電磁界解析を行った。線材に対して薄板近似を適用し、線材の超伝導特性は  $n$  値モデル、臨界電流密度の磁場依存性については Kim モデルにより表現した。

## 3. 結果

ヒステリシス特性の測定で得られた 50 A 通電時の最大磁場と、0 A での残留磁束密度を表 1 に示す。allowed 成分である 2 極成分および 6 極成分において、残留磁束密度が大きく、ヒステリシスループも大きくなっている。次に、50 A の通電と遮断を 4 回繰り返した測定における多極磁場成分の時間変化を図 1, 2 に示す。ここで、縦軸は一樣電流分布での 2 極成分の理論値で規格化した値である。1 回目から 4 回目の通電における 2 極成分のドリフトの大きさは、図 1 より、 $7.4 \times 10^{-4}$ 、 $1.5 \times 10^{-4}$ 、 $1.1 \times 10^{-4}$ 、 $0.6 \times 10^{-4}$  と変化する。6 極成分については、図 2 より、 $1.8 \times 10^{-4}$ 、 $1.6 \times 10^{-4}$ 、 $1.5 \times 10^{-4}$ 、 $1.6 \times 10^{-4}$  と変化する。一回目の通電時の 2 極成分についてはドリフトが大きいが、他の通電時の 2 極成分および 6 極成分では、ドリフトが小さく、安定している様子が伺える。

実験と同条件の数値解析においても、実験と同様な傾向が定性的に再現できた。

## 謝辞

本研究は科学技術振興機構の研究成果展開事業「戦略的イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)」の支援によって行われた。

## 参考文献

1. N. Amemiya, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond., vol. 20, no. 3, pp. 364-367, Jun., 2010.
2. K. Takahashi, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond., vol. 21, no. 3, pp. 1833-1837, Jun., 2011.
3. N. Amemiya, et al.: Physica C, Jul., 2012. accepted for publication.  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.physc.2012.05.017>

Table 1 Multipole components of magnetic field when 50 A excitation and residual magnetic flux density

Normal pole	Magnetic field when 50 A excitation (mT)	Residual magnetic flux density (mT)
2	87.788	0.533
4	-0.166	0.007
6	-1.834	0.137
8	0.346	0.035

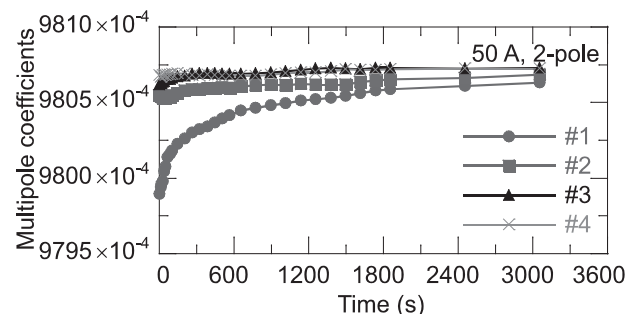


Fig. 1 Temporal evolutions of 2-pole coefficients after ramping up.

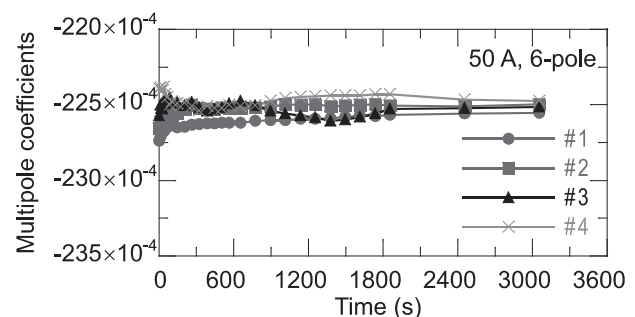


Fig. 2 Temporal evolutions of 6-pole coefficients after ramping up.