

長尺 RE-123 線材の面内臨界電流密度分布非破壊評価に向けた リール式磁気顕微鏡システムの開発

Development of Reel-to-reel Magnetic Microscopy System for Nondestructive Characterization of In-plane Distribution of Critical Current Density in Long RE-123 Coated Conductor

東川 甲平, 塩原 敬, 奥村 慶太郎, 今村 和孝, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大);
木村 一成, 小泉 勉, 青木 裕治, 青木 伸夫 (昭和電線); 吉積 正晃, 和泉 輝郎 (ISTEC)

HIGASHIKAWA Kohei, SHIOHARA Kei, OKUMURA Keitaro, IMAMURA Kazutaka, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);
KIMURA Kazunari, KOIZUMI Tsutomu, AOKI Yuji, AOKI Nobuo (SWCC); YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (ISTEC)

E-mail: kohei@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

希土類系高温超電導 (RE-123) 線材の機器応用に際しては、低特性部での局所発熱を回避するため、また交流損失低減に向けた細線加工を検討する上で、その面内均一性を長尺にわたって把握することが重要となっている。そこで本研究では、長尺 RE-123 線材の面内臨界電流密度分布の非破壊評価に向けたリール式磁気顕微鏡システムを開発した。

2. 方法

Fig. 1 に装置の外観を示す。同装置は、前回報告した長尺線に適用可能な評価速度 (例えば 36 m/h) を有するホール素子の高速走査機構^[1]を、リール式の線材搬送機構に搭載したものである。線材を長手方向に一定速度で搬送しながらホール素子を線材幅方向に往復走査することで、着磁された線材の磁界分布を2次元分布として取得することが可能となる。さらに、同磁界分布から電流密度分布が求められ、最終的には臨界電流密度の2次元分布に関する情報が得られる^[2]。

3. 結果・考察

5 mm 幅の TFA-MOD YBCO 線材を評価した例を Fig. 2 に示す。本装置の測定解像度は評価速度によって可変であるが、本結果は線材長手方向に 800 μm 、幅方向に 40 μm として得られたものである。また、Fig. 3 に示すような臨界電流や線材有効幅の長手方向分布の出力も可能である。本測定試料では、ほぼ均一な特性が得られているが、部分的には線材端部に 20 mm 程度の周期 (Fig. 2)、またより長周期 (Fig. 3) の揺らぎの存在が確認できる。以上のように、線材開発へのフィードバックと品質管理に資する情報を連続的かつ長尺にわたって

評価可能なシステムの構築に成功した。さらに、マルチフィラメント線に関しては、それぞれのフィラメントに対して同様の情報が得られることも、本システムの特徴的な展開の一つである^[3]。

謝辞

本研究は、NEDO からの委託を受けて実施すると共に、日本学術振興会の科研費 (23760263)、中島記念国際交流財団の助成を得て行ったものである。

参考文献

- [1] K. Higashikawa et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 84, p. 36.
- [2] K. Higashikawa et al.: presented at ISS2010, WTP-76.
- [3] K. Higashikawa et al.: presented at MT-22, 4HP1-6.

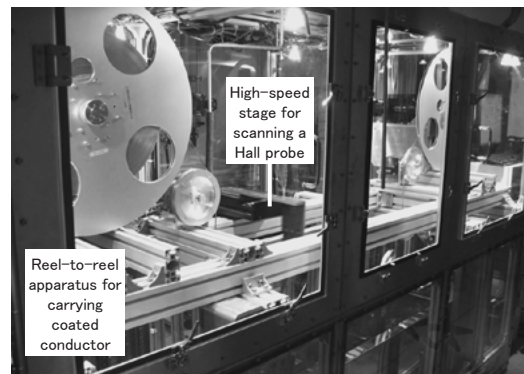


Fig. 1. Photograph of Reel-To-Reel Scanning Hall-Probe Microscopy (RTR-SHPM) system.

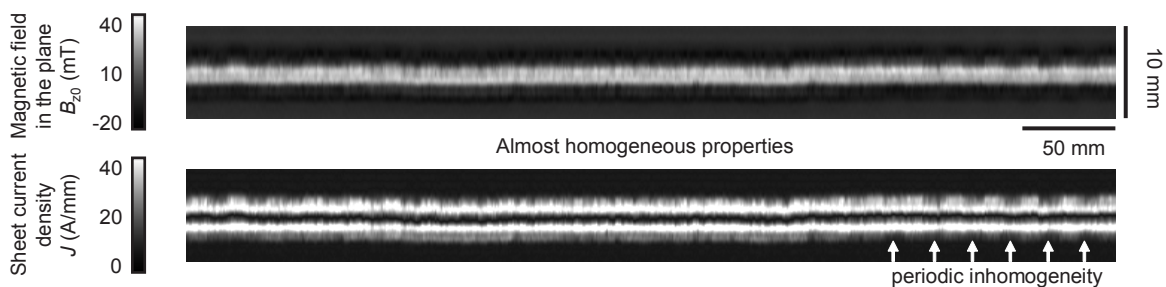


Fig. 2. 2D mapping of magnetic field and sheet current density for a 5-mm-wide YBCO coated conductor (0.5 m of 10 m).

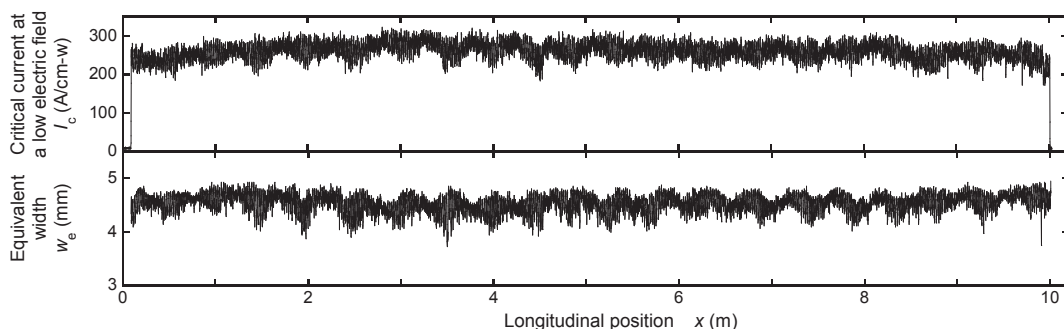


Fig. 3. Local critical current and equivalent width as a function of longitudinal position for a 5-mm-wide YBCO coated conductor.

磁気顕微鏡を用いた RE-123 線材の非破壊評価手法に関する機能検証 Functions of Nondestructive Characterization Method for RE-123 Coated Conductor Based on Magnetic Microscopy

塩原 敬, 東川 甲平, 小牧 佳弘, 奥村 慶太郎, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大);
町 敬人, 筑本 知子, 田辺 圭一, 吉積 正晃, 和泉 輝郎 (ISTEC);
木村 一成, 小泉 勉, 青木 裕治, 青木 伸夫 (昭和電線); 岡元 洋 (九州電力)

SHIOHARA Kei, HIGASHIKAWA Kohei, KOMAKI Yoshihiro, OKUMURA Keitaro, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);
MACHI Takato, CHIKUMOTO Noriko, TANABE Keiichi, YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (ISTEC);
KIMURA Kazunari, KOIZUMI Tsutomu, AOKI Yuji, AOKI Nobuo (SWCC); OKAMOTO Hiroshi (Kyushu Electric Power Co., Inc.)
E-mail: shiohara@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

希土類系高温超電導 (RE-123) 線材は、四端子法で得られるようなマクロな特性としては磁界中の高臨界電流特性などかなり高いポテンシャルが示されているが、実用材料として確立するためには、長尺線の局所均一性に関して注意して評価していく必要がある。長尺線の局所均一性に関する非接触・非破壊評価手法としては、磁気光学イメージング (MOI) や固定式多チャンネルホール素子法 (TAPESTARTM) が認知されており、我々もそれらとは異なる特長を有する走査型ホール素子顕微鏡 (SHPM) の開発を行ってきた。一方、上記評価手法にはそれぞれ特長があり、実用通電性能を評価可能な四端子法を含めて、それらの関係を定量的に明らかとしておくことは、それぞれで得られる結果を有機的に結びつけると共に、標準化の観点からも特に重要となる。そこで本研究では、SHPM による評価結果とその他の手法による評価結果を比較検討し、各評価手法間の関係と特長を整理した。

2. SHPM の特長

線材中の面内磁界分布を定量的に計測することが可能なため、対応する電流密度分布の評価を通じて、線材面内の臨界電流密度分布の評価が可能となる^[1]。

3. SHPM と MOI の比較

SHPMもMOIも線材中の磁気像を取得するという原理は同じであり、Fig. 1に示すように同じ線材に対して同様の情報が得られることがわかる。ただし、SHPMでは線材から少し離れた位置の磁界を計測するため、ほぼ表面上の磁界を可視化するMOIの方が高い解像度を有していることがわかる。一方、SHPMでは磁気像の元になる磁界の値が既知であるため、定量的に優れると考えられる。すなわち、両者の組み合わせにより、定量的かつ高解像度の評価が行える可能性がある。

4. SHPM と TAPESTARTM の比較

SHPMもTAPESTARTMも線材中の磁気像を取得するという原理は同じであるため、Fig. 2に示すように、臨界電流 (I_c) の長手方向分布は同様の傾向で得られる。ただし、磁界の印加手法や I_c 値の計算手法が若干異なるため、絶対値は異なっている。特に、SHPMで得られている I_c 値はキャリブレーション無しで得られる低電界基準での値であり、電界基準を考慮することで両者の関係は整理することが可能である。また、TAPESTARの特長は最大で300 m/hにも達する評価速度であり、SHPMの特長はTAPESTARでは評価することが困難な線材幅方向の情報を評価可能なことである。

5. まとめ

それぞれの評価手法の特徴をTable 1のとおりにまとめる。MOIとTAPESTARTMとの得意項目が異なる一方、SHPMとは上述のように比較可能な項目が存在するため、本手法を通じて各評価手法による評価結果が有機的に結び付けられ、標準化に大きく貢献すると考えられる。四端子法との比較については電界基準の議論を交えつつ、当日に報告する予定である。

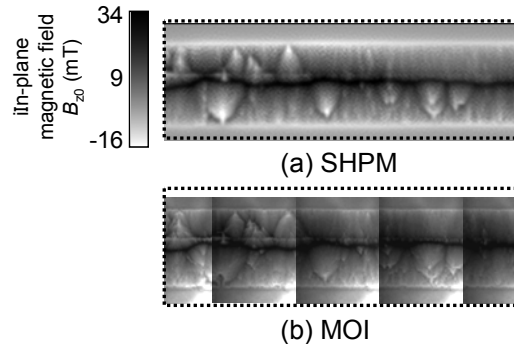


Fig.1. Comparison of magnetic field distribution between SHPM and MOI.

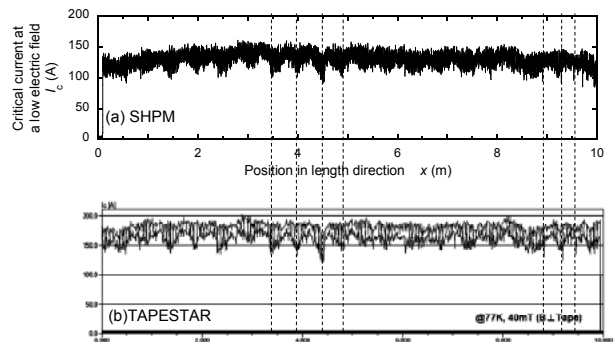


Fig. 2. Comparison of longitudinal distribution of critical current between SHPM and TAPESTARTM.

Table.1. Comparison of measurement methods for long length coated conductor.

	SHPM	MOI	TAPESTAR	4-probe
非破壊・非接触	○	○	○	△
面内 J_c 分布	○	△	△	×
長手方向解像度	○	◎	○	×
幅方向解像度	○	◎	△	×
長尺線評価速度	○	△	◎	○
キャリブレーション不要	○	△	△	◎
実用 (低温高磁界) 特性	×	△	×	○
磁束フロート損	×	×	×	○
I_c 電界基準 [V/m]	$10^{-10} \sim 10^{-8}$	-	10^{-6}	10^{-4}

謝辞

本研究の一部は、イットリウム系超電導電力機器技術開発の一環としてISTECを通じてNEDOからの委託を受けて実施したものである。

参考文献

[1] K. Higashikawa et al.: 3A-a01 at this conference.

ポインティングベクトル法による高温超伝導短尺直線線材の交流損失測定 AC Loss Measurement of HTS tapes formed into a short, straight by Poynting's vector method

作田 大夢、八重山 洋平、向井 実樹成、川越 明史、住吉 文夫 (鹿児島大・工)

SAKUDA Hiromu, HAHEYAMA Youhei, MUKAI Mikinari, KAWAGOE Akifumi, SUMIYOSHI Fumio (Kagoshima University)
E-mail: k4145053@kadai.jp

1.はじめに

高温超伝導線材で発生する交流損失は機器の効率を低下させるため、実用条件下で交流損失を精度良く測定し、その特性を定量的に評価することが重要である。また交流損失の発生メカニズムを明らかにするために線材内の電磁現象を明らかにすることも重要である。我々はこれまでに、交流損失測定法としてポインティングベクトル法を提案している^[1]。これまでの測定装置は、極低温下でピックアップコイルとポテンシャルリードの対を線材の周方向に回転させて測定するため可動部が必要であり、可動部の不具合や、測定場所をサンプルに十分近づけられないために、エネルギーフロー分布の測定感度が低いなどの課題があった。そこでサンプルに対してピックアップコイル群とポテンシャルリード群を線材近くに多数固定配置することで可動部が不要となる改良型を考案した。今回は、改良した固定型を直線状サンプルに適用した測定装置で、Bi-2223 銀シース多芯テープ線材の交流損失測定を行った。

2.測定方法と本測定装置

ポインティングベクトル法では、電界測定用ポテンシャルリードと磁界測定用ピックアップコイルを用いて電界と磁界を測定し、それらの外積からポインティングベクトルを求める。

Fig.1 は固定配置したポテンシャルリード群とピックアップコイル群の概略図である。数十個のポテンシャルリードをサンプルの一方所に取り付けることは難しいので、ポテンシャルリードを Fig.1(d)に示すような構造にした。ポテンシャルリードは一对の pillar parts と一对の connection parts、それに crossbar parts から構成されていて、サンプルには pillar parts のみが半田付けされている。全ての crossbar parts は、両端でそれぞれ pillar parts に接続されている。今回は、サンプル周囲にポテンシャルリードとピックアップコイルの対を 22 セット配置した。

3.Bi-2223 短尺多芯テープ線材を用いた交流損失測定

今回の測定で用いた線材は、幅 4.2mm、厚み 0.22mm の銀シース Bi-2223 多芯テープ線材であり、臨界電流 I_c は 118A で n 値は 20.1 である。

交流輸送電流印加時の測定を、8~20A_{rms}、周波数を 46~100Hz、液体窒素中で行った。Fig. 2 に結果の分布を示す。通電電流 20A_{rms}、周波数 70Hz 時のエネルギーフローの分布まで測定されており、サンプル断面の詳細な電磁現象を明らかにする上で有用な情報が得られていることが分かる。次に、Fig. 3 に通電損失特性を示す。横軸は電流値、縦軸は測定した交流損失である。測定値は Norris の楕円断面の理論値とよく一致している。以上の事から、本測定装置の有効性を実証することができた。また交流外部磁界印加時の損失測定も行ったので当日報告する。

参考文献

[1]F.Sumiyoshi, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 35 no.12 (2000) p.575

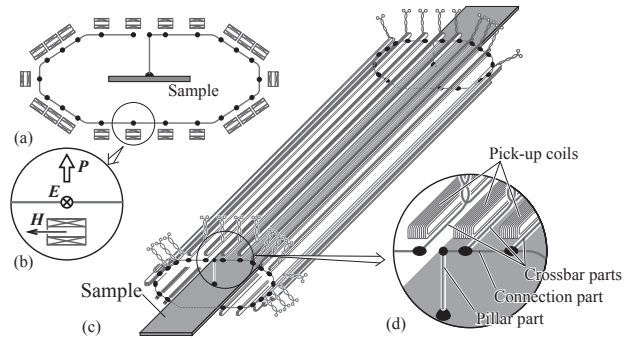


Fig. 1 (a)-(d) The improved Poynting's vector method where (c) is a three-dimensional figure of arrays of potential lead lines and pickup coils, (a) represents cross-sections of (c), and both (b) and (d) represent partial enlargements of (a) and (c), respectively.

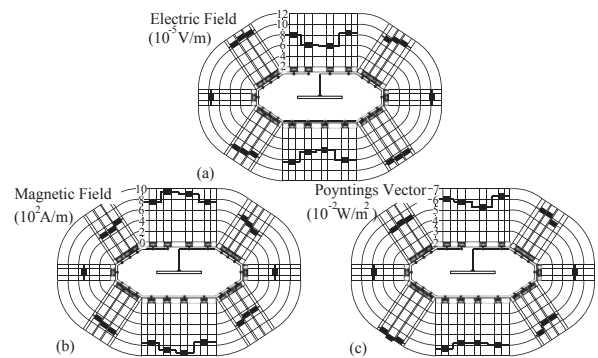


Fig.2 Examples of distributions measured by the improved Poynting's vector method in case of sweep of only ac transport current at 70 Hz and 20 Arms

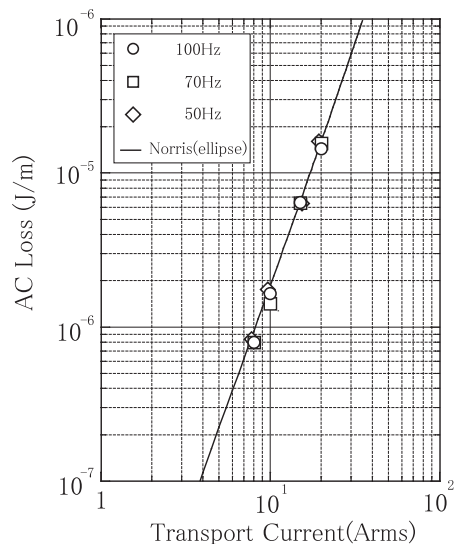


Fig.3 transport-current loss characteristics

ポインティングベクトル法によるソレノイドコイル形状長尺 HTS 線材の交流損失測定 装置の改良 –同時掃引時の交流損失特性に及ぼすサンプル自己磁界の向きの影響–

Improvement of AC loss measuring system for long HTS tapes formed into a solenoidal coil by Poynting's vector method –Effect of self field direction of a sample coil its AC loss properties under simultaneous application–

向井 実樹成、八重山 洋平、作田 大夢、川越 明史、住吉 文夫 (鹿児島大・工)

MUKAI Mikinari, HAEYAMA Youhei, SAKUDA Hiromu, KAWAGOE Akifumi, SUMIYOSHI Fumio (Kagoshima University)

E-mail: k6971069@kadai.jp

1. はじめに

高温超伝導線材で発生する交流損失は機器の効率を低下させるため、実機の使用条件下で交流損失を精度良く測定し、その特性を定量的に明らかにすることが重要である。これまでに我々は、外部磁界と輸送電流について制約条件の少ないポインティングベクトル法を応用し様々な試料形状に適用可能な交流損失測定装置の開発を行ってきた[1]。しかしながらこれまで、可動型のピックアップコイルとポテンシャルリードの対を用いて測定していたため、極低温環境で動作する駆動機構が必要であった。そのため、広いスペースが必要であるだけでなく、不具合が生じて測定時間が長くなるなど、汎用性に課題があった。そこでこの課題を改善する手段として、固定型のピックアップコイル群とポテンシャルリード群を用いる方法を提案し、その有効性を示した[2],[3]。今回は、交流輸送電流と交流外部磁界の同時掃引時において外部磁界に対するサンプル自己磁界の向きを反転させた測定を行った。

2. 測定方法及測定装置

ポインティングベクトル法では、電界測定用ポテンシャルリードと磁界測定用ピックアップコイルを用いて局所的な電界と磁界を測定し、それらの外積から求めたポインティングベクトルを面積積分して交流損失を求める。

今回の測定で用いたサンプルコイルは、幅 4.2mm、厚み 0.22mm の銀シース Bi-2223 多芯テープ線材を 10mm ピッチで 1 層×12 ターン巻線した直径 80mm、高さ 124mm の単層球巻きソレノイドコイルである。コイル形状サンプルの臨界電流 I_c は 103.8A で n 値は 18.5 である。測定はサンプルコイル中心 2 ターンの内側と外側で行う。電界測定用ポテンシャルリード群と磁界測定用ピックアップコイル群を、内側は直径 70mm のホルダに、外側は 90mm のホルダに設置した。

3. Bi-2223 長尺多芯テープ線材を用いた交流損失測定

サンプルコイルに流す電流は、交流外部磁界と同相または逆相の交流電流で、電流値は 0~20A_{rms} とした。また、交流外部磁界は 7~30mT_{rms}、周波数 30Hz とした。測定は全て液体窒素中で行った。

Fig.1 に同時掃引時の交流損失特性を示す。横軸は外部印加磁界、縦軸は交流損失を表している。プロットが測定値を示す。白抜きプロットはサンプル通電電流と外部マグネット通電電流の位相差 ϕ が 0(同相)の測定値で、黒塗りプロットは位相差 ϕ が π (逆相)の測定値である。位相差 ϕ が 0 の時、サンプルコイル内の自己磁界 B_s の向きが外部磁界 B_e と同じ向きになる。

●印のプロットで示す磁界のみの測定値と、実線で示すスラブ近似の理論値は一致しており、本手法の有効性を示すことができている。また、同時掃引時の結果から、サンプルコイル内の自己磁界の向きによって交流損失特性が大きく異なっていることがわかる。これは、サンプルコイル内側と外側の自己磁界の大きさが異なるために、外部磁界を加えた合計磁界

の最大値が自己磁界の向きによって大きく変わるためであると考えられる。通常の直線形状線材 1 本のサンプルの場合、サンプル幅広面の表と裏の自己磁界は同じであるので、このような特性は観測されない。

4. まとめ

ポインティングベクトル法を応用し、コイル形状の長尺超伝導線材の交流損失測定装置を改良するために、固定型のピックアップコイル群とポテンシャルリード群を用いた方法を考案し、同時掃引時の交流損失特性に及ぼすサンプル自己磁界の向きの影響を調べた。サンプルがコイル形状であるために、コイルの内側と外側の磁界の大きさが異なり、外部磁界に対する自己磁界の向きによって交流損失特性が異なることを示した。このような特性の理論的な解析も行い、当日報告する。

参考文献

- [1] Y. Kasahara, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond. 14 (2004) 1078
- [2] Y. Haeyama, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol.83 (2010) P.5
- [3] Y. Haeyama, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol.84 (2011) P.38

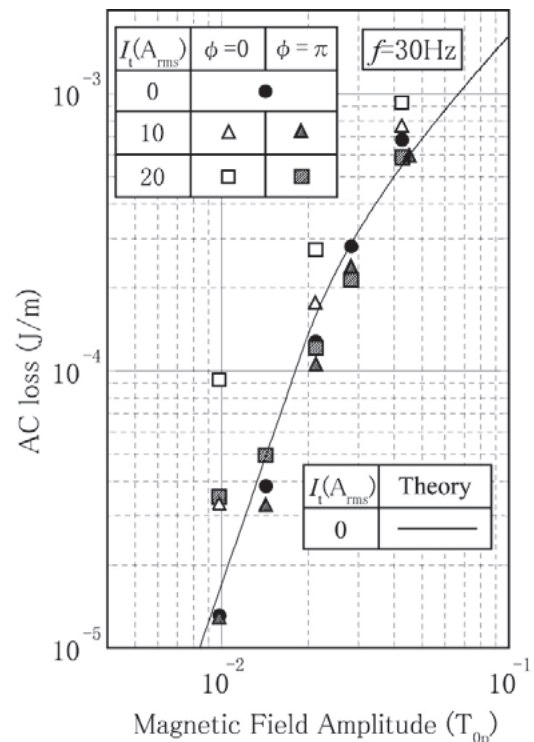


Fig.1 AC loss properties in case of simultaneous application of AC transport current and external AC magnetic field

液体窒素蒸発法による高温超伝導コイルの交流損失測定 AC Loss Measurement of HTS Coils by the Nitrogen Boil-off Method

本村 亮, 平山 齊, 川畑 秋馬 (鹿児島大)

MOTOMURA Ryo, HIRAYAMA Tadashi, KAWABATA Shuma (Kagoshima University)

E-mail: k5851771@kadai.jp

1. はじめに

現在、負荷変動補償や電力系統安定化のための超伝導電力貯蔵装置 (SMES) の研究・開発が行われている。SMES に用いられるコイルはトロイダル配置をしているが、巻線に使用される積層導体の転位がうまく施されていない場合には、要素コイルの配置誤差などが生じたときに要素コイルへの鎖交磁束や磁界印加角度が変化し、交流損失特性に影響を及ぼすことが考えられる。そこで本研究の目的は、Bi-2223 テープ線材 2 枚からなる積層導体を用いて試料コイルを作製し、試料コイルへの磁界印加条件を種々に変化させたときの交流損失特性を明らかにすることである。今回は試料コイルへの磁界印加角度を変化させた場合の交流損失を液体窒素蒸発法を用いて測定したので、その測定結果について報告する。

2. 実験方法

Fig. 1 に本実験で用いた蒸発法による交流損失測定装置の概略図を示す。発泡スチロール製の容器に液体窒素をため、ベークライト製のサンプル容器内に試料コイルと校正用ヒータを入れ、サンプル容器の周囲に外部磁界印加用マグネットを設置した。サンプル容器内で発生した窒素ガスはテフロン製のチューブの中を通り、熱交換器を経由してガスメータへ送られる。ガス流量 1ml 毎に 1パルスの信号を出力するガスメータを使用し、パソコンで連続自動測定が行えるようにしている。また、電流リードはサンプル容器の側面から取り出し、取り出し口の周りには容器外で発生する気泡の侵入を防止するための壁が設けてある。

測定値を校正するために、ヒータ入熱に対するガス流量の測定値から熱量を換算し、その結果から最小二乗法を用いて校正近似式を算出した。交流損失の測定で得られた測定値に校正近似式を適用することで窒素ガス蒸発量から損失値を求めた。この校正試験は交流損失の測定毎に行った。測定は 1 点につき 15 分間測定し、後半の 7 分を平均した値を測定値として採用した。試料コイルは、内径 40mm、高さ 16.8mm、層数 11、層ターン数 33 のソレノイドコイルを 2 つ積み重ねたものである。このコイルは、断面形状 4.1mm×0.21mm、臨界電流 116A@77K, s.f. の Bi-2223 テープ線材を 2 枚積層した導体で巻線したものであり、線材間には絶縁を施してある。

3. 実験結果

外部磁界印加用マグネットを用いて試料コイルに磁界を印加した時の交流損失の測定結果を Fig. 2 に示す。印加磁界角度 θ は、試料コイル軸に平行 ($\theta = 0$ 度) で、試料コイルの端部は開放したときの結果である。プロットは周波数を 60Hz ~ 150Hz、磁界を 10mT ~ 50mT の範囲で変化させたときの測定値、実線は Bean-London モデルに基づいて算出した磁化損失の計算値である。周波数依存性はなく、測定損失はほぼ磁化損失が占めていることがわかる。また、測定値と計算値がよく一致していることから交流損失を精度よく測定できていることがわかる。

Fig. 3 に試料コイルの磁化損失の磁界印加角度依存性の測定結果を示す。磁界印加角度 θ は 0、10、23 度の 3 通り変化させた。測定周波数は 150Hz である。図中の曲線は導体に印加される磁界を平行成分と垂直成分に分けて、平行磁界成分による磁化損失を Bean-London モデルに基づいて算出、

垂直磁界成分による磁化損失を Brandt の式を用いて算出し、それらを足し合わせたものである。Fig. 3 より計算値と測定値は、定性的には一致した結果が得られていることがわかる。定量的な議論は、測定精度も含め現在検討中である。

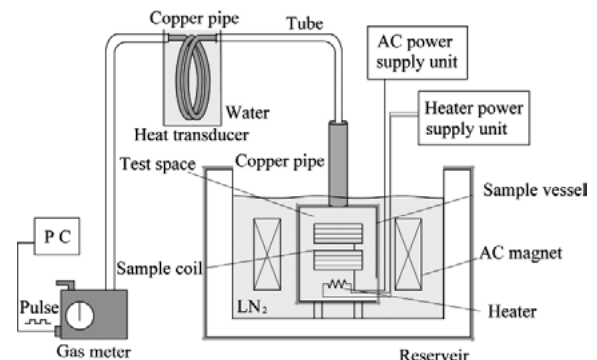


Fig. 1 Experimental apparatus for measuring AC losses using the nitrogen boil-off method.

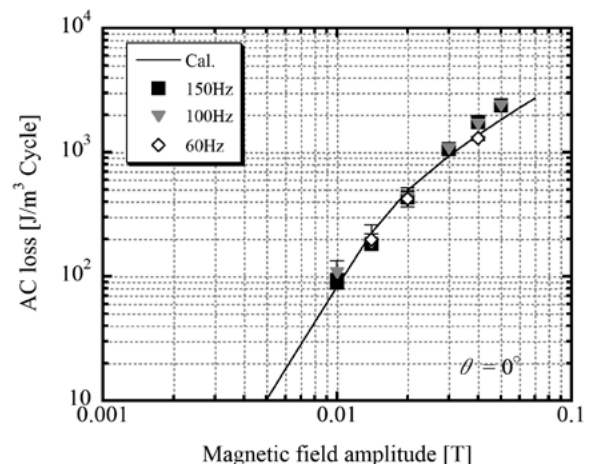


Fig. 2 The magnetic field amplitude dependence of the AC losses in the sample coil.

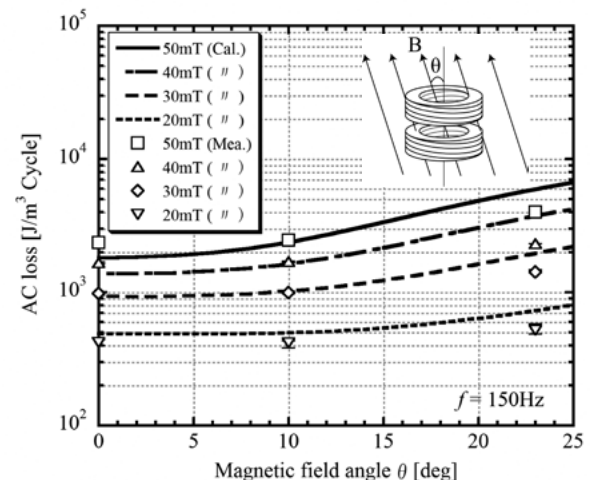


Fig. 3 The magnetic field angle dependence of the AC losses in the sample coil.

第三高調波電圧誘導法における V_3 の SrTiO₃ バイクリスタル基板傾斜角依存性 Dependence of V_3 on misorientation angle of SrTiO₃ bicrystal substrates in the third harmonic voltage method

沖田 健佑, 谷川 将志, 笠原 慎平, 畠中 裕宅, 末吉 哲郎, 藤吉 孝則(熊本大学)

OKITA Kensuke, TANIGAWA Masashi, KASAHARA Shinpei, HATANAKA Yuta,

SUEYOSHI Tetsuro, FUJIYOSHI Takanori (Kumamoto Univ.)

E-mail: okita@st.cs.kumamoto-u.ac.jp

1. はじめに

臨界電流密度 J_c を減少させる要因となる結晶粒界などの欠陥は、高温超伝導テープ線材開発において大きな問題のひとつである。そのため、これらの欠陥を非破壊・非接触で検出、評価する方法が必要となる。臨界電流密度 J_c を非破壊・非接触で測定できる方法のひとつに、第三高調波電圧誘導法がある。この方法は微小なコイルに交流電流 I_0 を流すことで、局所的な J_c の測定が可能である。

本報告では、傾斜角の異なる3枚の SrTiO₃(STO) バイクリスタル基板 ($2\theta = 10^\circ, 22.6^\circ, 36.8^\circ$) と単結晶 STO 基板にそれぞれ YBCO 薄膜を作製した試料と単結晶基板上 YBCO 薄膜にカッターナイフでキズを入れた試料を、第三高調波電圧誘導法を用いて、各試料の V_3 - I_0 特性を測定した。

2. 実験

作製した試料の詳細を Table.1 に示す。バイクリスタル基板の結晶粒界はそれぞれ試料の中心にあり、同様に Sample B のキズも試料の中心に入れた。試料へのキズはカッターナイフを用いた。測定コイルは、駆動コイルと誘導コイルを分離した2コイルを用い、ポビンの内側に誘導コイルを200回巻き、外側に駆動コイルを400回巻いた。各コイルは線径50 μ m のエナメル銅線から成り、誘導コイルは内径1mm、外径2.4mm、高さ1mm、駆動コイルは内径2.4mm、外径5.0mm、高さ1mmである。 V_3 - I_0 特性の測定は、結晶粒界やキズの直上にコイルがあるように試料の中心にコイルをおいて、行った。

Table.1

Sample	Substrate	Misorientation angle
A	STO	-
B	STO	scratch
C	STO bicrystal	$2\theta = 10.0^\circ$
D	STO bicrystal	$2\theta = 22.6^\circ$
E	STO bicrystal	$2\theta = 36.8^\circ$

3. 実験結果

Fig.1 に各試料の自己磁場における V_3 - I_0 特性を示す。測定周波数は 0.5~10kHz である。まず、Fig.1(a) の単結晶基板上 YBCO 薄膜 (Sample A) の特性は、典型的な V_3 の単調な立ち上がりを観測することが出来る。次に Fig.1(c) のバイクリスタル基板 ($2\theta = 10^\circ$) 上 YBCO 薄膜 (Sample C) の特性は、 I_0 の増加と共に V_3 が2段階で立ち上がっている。これは、粒間と粒内に流れる遮蔽電流の臨界値の違いによるもので、1回目、2回目の立ち上がりは、それぞれ粒間と粒内の臨界値を反映していると考えられる。

Fig.1(d) のバイクリスタル基板 ($2\theta = 36.8^\circ$) 上 YBCO 薄膜 (Sample E) の特性は、 I_0 の増加と共に V_3 が単調に増加している。これは Sample E は高傾斜角なため、粒間に遮蔽電流が流れず、 V_3 は2段階でなく単調に増加したと考えられる。そのため、キズに跨って遮蔽電流は流れない Sample B (Fig.1(b)) と同じ特性を示していることが確認できる。結果、低傾斜角のバイクリスタル基板でのみ V_3 の2段階の立ち上がりを観測でき、高傾斜角になると V_3 は単調に増加することがわかった。

4. まとめ

本研究では、第三高調波電圧誘導法を用いて傾斜角の違う STO バイクリスタル基板上 YBCO 薄膜の V_3 - I_0 特性を評価した。その結果、低傾斜角の基板では I_0 の増加と共に V_3 は2段階で立ち上がり、高傾斜角の基板では V_3 は単調に増加した。これは高傾斜角の基板では粒間に遮蔽電流が全く流れていないためだと考えられる。

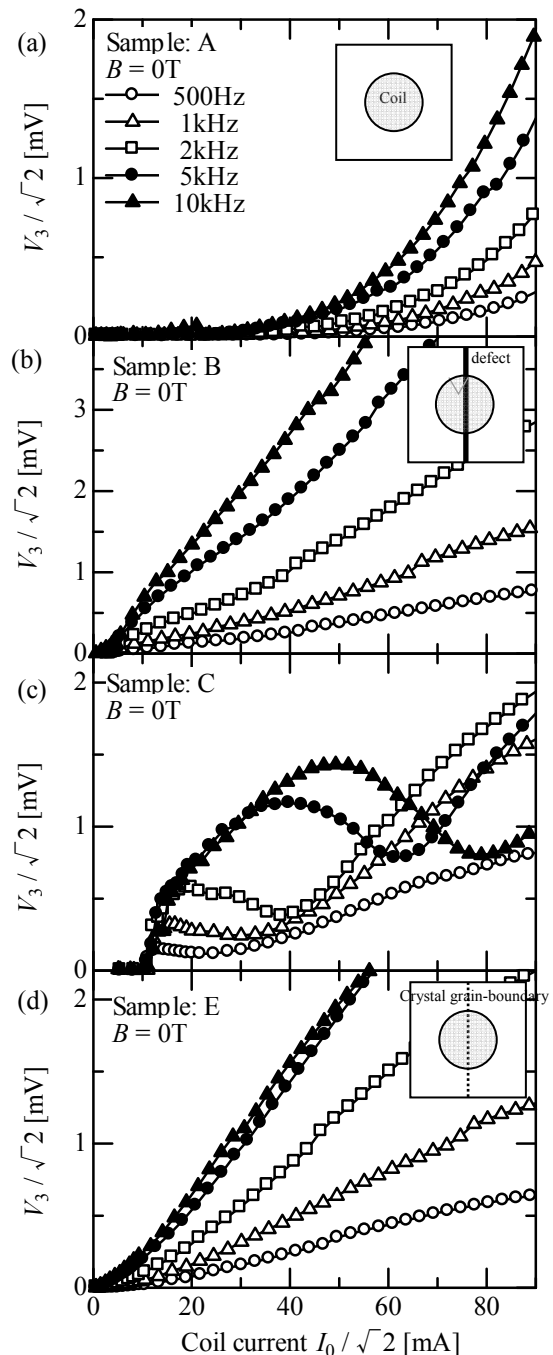


Fig.1 The V_3 - I_0 curves of Sample A, B, C and E, respectively, where the coils were placed at the center of YBCO thin film.

マルチターン式 Reel-to-Reel システムを用いた MOD-YBCO 長尺線材の開発

Development of TFA-MOD derived YBCO coated conductors by multi-turn reel-to-reel system

高木裕司, 高橋保夫, 中岡晃一, 赤木長久, 高橋新也, 薄井友紀江, 中畑献治,
吉積正晃, 和泉輝郎, 塩原 融 (ISTEC-SRL)

TAKAGI Yuji, TAKAHASHI Yasuo, NAKAOKA Koichi, AKAGI Nagahisa, TAKAHASHI Shinya, USUI Yukie, NAKAHATA Kenji,
YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (ISTEC-SRL)

E-mail: yuji.takagi@istec.or.jp

1. はじめに

Trifluoroacetates-Metal Organic Deposition (TFA-MOD) 法は、低コストかつ高特性が得られる手法として知られており、実用線材として期待されている。しかしながら、実用化にはコスト・特性と共に製造速度、高臨界電流密度 (J_c) の更なる改善が必要である。本研究においては、マルチターン式 Reel-to-Reel システムを有する大型電気炉で、本焼成の結晶成長速度を上げることで、製造速度、臨界電流特性 (J_c) をともに向上させることに成功した。また、長尺線材においても同様の結果が得られたので報告する。

2. YBCO 線材作製および評価方法

TFA-MOD 原料溶液を、IBAD-MgO 系の基材上にマルチターン式 Reel-to-Reel 仮焼炉を用いて塗布・仮焼し、仮焼膜を作製した。この仮焼膜を本焼成する前に、 $T(\max.) = 575^\circ\text{C}$ で3時間の間熱処理を施した。この熱処理仮焼膜をマルチターン式 Reel-to-Reel 大型電気炉で本焼成し、YBCO 膜 (膜厚 $1.5 \mu\text{m}$) を得た。

得られた YBCO 膜は結晶構造を X 線回折法 (XRD) により評価し、臨界電流特性 (J_c) は四端子法により測定した。

長尺線材においては、酸素アニール後、 J_c 分布を TapeStar™、連続抵抗法 J_c 測定装置にて測定した。

3. 結果及び考察

本試験で用いた大型電気炉導入時の YBCO 層の成長速度 (R) は 0.1 nm/s [1] であり、 J_c は最高 2 MA/cm^2 程度で J_c を維持できる最高焼成膜厚は $1 \mu\text{m}$ であった。またこの導入時の製造速度は、 $1\text{--}3 \text{ m/h}$ であった。

本研究において、まずは厚膜対応も含めた、高速化を目的にして成長速度 (R) と各パラメータとの関係式 [2]、

$$R \propto \frac{\sqrt{P_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot \sqrt{V_g}}{P_t}$$

(V_g , P_t , $P_{\text{H}_2\text{O}}$ は、それぞれ導入ガス量、全圧力、水蒸気分圧) を基に、高速化のための装置改造 (V_g 増、 P_t 減、 $P_{\text{H}_2\text{O}}$ 増) を行った。この改造により成長速度は、約 10 倍向上し、膜厚 $1.5 \mu\text{m}$ の膜を製造速度 15 m/h で焼成が可能となり、製造速度に関しては向上した。ところが、 J_c は 2 MA/cm^2 程度であり、特性向上には至らなかった。

次に特性向上のために仮焼膜に中間熱処理を施した。人工ピンを添加した系において中間熱処理を施した膜は、Pore が少なく、膜層内の緻密性が向上することにより、特性が向上することが [3] 報告がされている。そこでこの技術を本系に適用したところ、短尺試料において有意な差が見られた。中間熱処理膜の J_c は、 $440 \text{ A}(2.9 \text{ MA/cm}^2@77 \text{ K, s.f.})$ 、未処理膜では $332 \text{ A}(2.2 \text{ MA/cm}^2@77 \text{ K, s.f.})$ であった。未処理膜では、 2 MA/cm^2 程度であるのに対し、中間熱処理を施した試料では高特性が得られた。複数の異なるロットの仮焼膜にこの中間熱処理を適用した結果、全ての試料で中間熱処理を施した膜で J_c が $2.7\text{--}2.9 \text{ MA/cm}^2$ となり、従来の熱処理を施していない膜に比べ、高い特性を得ることができた。中間熱処理を施すことによって、本系においても Pore が減少し、膜層内の緻密性が向上したものと考えられる。

更に、これらの成長速度制御技術と中間熱処理を用いて、長尺線材作製に適用した。200 m 線材を仮焼し、本焼成工程の前に中間熱処理を施し、本焼成した。結果は Fig.1 に示すように、200 m 線材において $J_c(\min.) = 372 \text{ A/cm-w}$ ($2.6 \text{ MA/cm}^2@77 \text{ K, s.f.}$) であり、この全体標準偏差は、 11.3 A (2.8%) であった。また 200 m の両端を除いた均一部 ($18\text{--}177 \text{ m}$) においては、標準偏差は、 5.9 A (1.5%) となり、均一性の高い長尺線材を作製することに成功した。中間熱処理により膜層内の均質性が向上したことにより長尺線材においても高い均一性が得られたと考えられる。この 200 m 線材作製時の製造速度は 15 m/h であり、実用レベルに近いプロセスであると言える。

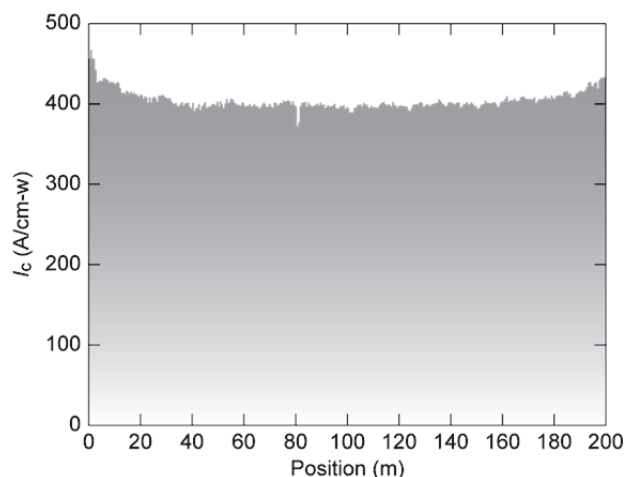


Fig.1 J_c distribution of 200 m-YBCO CC (@77 K, s.f.)

4. 謝辞

本研究は、イットリウム系超電導電力機器技術開発の研究として、独立行政法人新エネルギー・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。

参考文献

- [1]. M. Miura, et al.: TEION KOUGAKU, (J. Cryo. Soc. Jpn.) Vol. 44 No.4 (2009) p.164-169
- [2]. T. Honjo, et al.: Growth Mechanism of YBCO films in Metal Organic Deposition method using trifluoroacetates, IEEE Trans. Appl. Supercond. 13 (2003) 2516-2519
- [3]. Y. Takahashi, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 84 (2011) p.73

TFA-MOD 法による BZO ピン導入 YGdBCO 線材の磁場中高 I_c 化技術の開発(2)Development of BZO doped YGdBCO coated conductors with high infield- I_c by TFA-MOD Process (2)

高橋保夫、中岡晃一、高木裕司、吉積正晃、和泉輝郎、塩原融 (ISTEC-SRL),
青木伸夫、長谷川隆代 (SWCC Showa Cable System Co. Ltd.)、加藤丈晴、平山司 (JFCC)

Y.Takahashi, K.Nakaoka, Y.Takagi, M.Yoshizumi, T.Izumi, Y.Shiohara (ISTEC-SRL)

N.Aoki, T.Hasegawa (SWCC Showa Cable System Co. Ltd.), Takeharu KATO, Tsukasa HIRAYAMA (JFCC)

e-mail: y.takahashi@istec.or.jp

はじめに:

TFA-MOD 法は低コストかつ高性能な超電導層を作製可能な製造プロセスとして知られており、昭和電線において 500m 級で 300A/cm 幅の I_c を有する YBCO 線材を作製したという報告がなされている。[1] しかしながら、MOD により作製した YBCO 線材は比較的磁場による I_c 低下が大きく、磁場中特性の向上が必要とされてきた。我々は TFA-MOD 法を用いた YGdBCO 膜中に BaZrO₃ (BZO) ナノ粒子を導入することによる磁場中特性向上技術を開発している。今回は本焼成プロセス中に中間熱処理を施すことにより約 1.5 μ m 厚で I_{cmin} =32A (77K, 3T) が得られたことを報告した[2]。本発表では厚膜化試料をもちいた、磁場中特性の向上検討結果について報告する。

実験方法:

BZO ピン導入 YGdBCO 膜の作製は TFA-MOD 法で行い、YGd 混晶溶液に ZrO 塩を添加した原料溶液を用いた。本原料は Y,Gd,Ba,Cu,ZrO のモル濃度をそれぞれ 0.154, 0.046, 0.32, 0.6, 0.02mol/L (Y: Gd: Ba: Cu: Zr= 0.77: 0.23: 1.6: 3: 0.01) となるように調整したものを用いた。仮焼膜の作製は CeO₂/LMO/IBAD-MgO/GZO/ハステロイ™ 基板上に上記原料溶液をディップコーティングし、RTR タイプの電気炉で仮焼を行った。塗布・仮焼速度は 5m/h で行い、本焼後 1.5-2.5 μ m となるように多層成膜した。本焼時の温度プロファイルと磁場中 I_c の関係を調べることににより磁場中特性を向上させるための適正条件を検討した。評価は表面及び断面観察を SEM、TEM を用い、結晶構造の評価は XRD ($\theta/2\theta$ 、極点図) で行い、輸送電流特性 (I_c) の測定は 77K、自己磁界中及び 3T 中で直流四端子法を用いて行い、1 μ V/cm の電圧基準で定義した。3T 中の I_c 測定については印加角度を変化させた磁場下で I_c の角度依存性を評価した。

結果:

本焼昇温途中の T_{max} (760°C) 以下の温度で保持ステップを導入した中間熱処理を施し 77K, 3T における磁場中 I_c への影響を調査した。図1に 20mol-ZrO 添加した YGdBCO 膜の膜厚と 77K, 3T の I_{cmin} の関係を示す。(中間熱処理有(●)、中間熱処理無(■)) 2 μ m 厚を超える厚膜でも中間熱処理を行うことにより I_c の向上が見られており、膜厚にもなって 77K, 3T の I_c は向上し 2.3 μ m 厚で 41.5A が得られている。77K, 3T における I_{cmin} は 0.18MA/cm₂ 程度であり膜厚による I_c 変化は見られなかった。また、77K, 自己磁場における I_c = 626A (2.3 μ m) であった。これに対して中間熱処理していない膜の場合厚膜化により磁場中の I_c は低下する傾向にある。1.5 μ m 厚の膜を SEM, TEM による断面組織観察した結果、中間熱処理を行うことによって Pore の減少と BZO ナノ粒子の微細分散が得られることがわかって

おり 2.3 μ m に厚膜化した場合においても同様の効果が得られたものと考えられる。また、2.3 μ m 膜の XRD の結果より中間熱処理を行った後に本焼した YGdBCO 膜はほぼ c 軸配向した組織が得られているのに対し中間熱処理を行わない膜の場合には弱い a 軸ピークが見られた (YBCO(200)/YBCO(006) : 1%)。また、それぞれの c 軸配向度も YBCO(006) の $\Delta\omega$ の測定結果より中間熱処理を行った膜の $\Delta\omega$ (1.2deg.) は中間熱処理していない膜 ($\Delta\omega$ = 2.6deg.) に比べて大きく向上しており、中間熱処理による組織の微細化、緻密化が結晶成長挙動を変化させ、高配向、高特性等につながったと考えられる。中間熱処理条件等による結晶成長機構の違いや特性に及ぼす影響などの詳細については当日報告する。

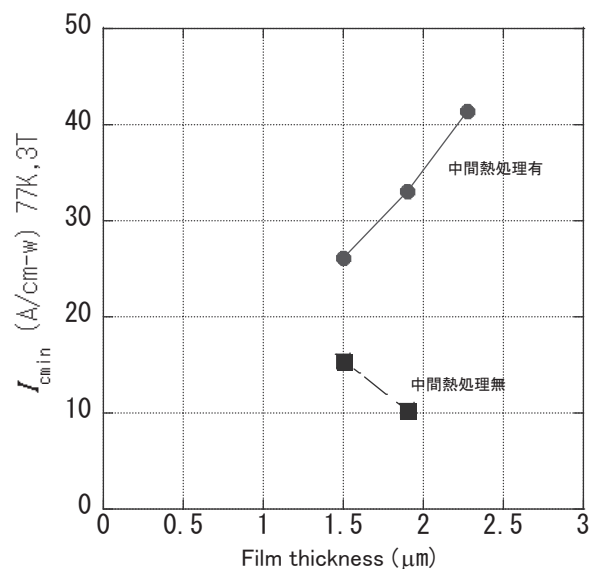


図1. BZO 添加した YGdBCO 膜の膜厚と 77K, 3T の I_{cmin} の関係 (●: 中間熱処理有、■: 中間熱処理無)

謝辞:

本研究は、イットリウム系超電導電力機器技術開発の研究として、新エネルギー産業技術開発機構 (NEDO) の委託により実施したものである。

参考文献

- [1] 小泉ら 第 80 回・低温工学・超電導学会講演概要集、3A-a08, p. 187.
- [2] 高橋ら 第 84 回・低温工学・超電導学会講演概要集、1P-p23, p. 73.

(Y,Gd)BCO 線材における BaMO₃(M=Zr, Nb, Sn)ナノ粒子の密度、サイズが磁場中超伝導特性に及ぼす影響

The effects of density and size of BaMO₃ (M=Zr, Nb, Sn) nanoparticles on J_c and H_{irr} in (Y,Gd)BCO coated conductors

三浦 正志(成蹊大学, LANL); Leonardo Civale (LANL); 和泉 輝郎, 塩原 融 (ISTEC SRL)
 MIURA Masashi (SEIKEI Univ., LANL); Leonardo Civale (LANL); IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (ISTEC SRL)
 E-mail: masashi-m@st.seikei.ac.jp

1. はじめに

電力機器応用に向けた REBa₂Cu₃O₇ 線材の開発が行われている。そのなかでも磁場応用には磁場中における臨界電流密度(J_c)を向上させる必要がある。また、不可逆磁場(H_{irr}; 実用上臨界磁場)の向上も更なる応用の可能性を考える上で必要不可欠である。J_c及びH_{irr}の向上には磁束の運動を抑制するために、人工的に磁束ピンニング点の導入が有効である。

本研究では TFA-MOD を用い(Y, Gd)Ba₂Cu₃O₇ 線材内に BaMO₃ ナノ粒子を導入し、それらが J_c及び H_{irr}に及ぼす影響について検討した。

2. 研究背景

磁場中 J_c 向上には大きく分けて①超伝導層の結晶性、組成制御による自己磁場 J_c^{s.f.}向上、②人工磁束ピンニング点導入がある。①に関しては YBCO の Y サイトを Sm, Gd と変え(Y,Gd)BCO において自己磁場 J_c^{s.f.}~4.0 MA/cm², T_c~90.5 K を得ることに成功した[1-3]。②に関しては、超伝導相が成長する前に前駆体内に BaZrO₃ を結晶化させることで、ランダムかつ均一な BaZrO₃ ナノ粒子の導入・制御に成功し[4]、非常に等方的かつ高い磁場印加角度依存性を得た[1-3, 5]。また、J_c 及び磁束クリープの温度依存性を調べたところ、特に高温(65, 77 K)において~25 nm サイズの BaZrO₃ (size > 2ξ(T))が有効的に磁束の運動を抑制し、高い J_c、非常に低い磁束クリープが確認された[5]。

超高磁場における H_{irr}に関しては、これまで実用 REBCO 線材に関する報告はなく、発表者は米国ロスアラモス国立研究所(LANL, NHMFL)の 65T パルスマグネットを用いて、H_{||c}, H_{||ab}のみならず H_{||45°} についても測定し、H_{irr||c}=45 T(@48 K), H_{irr||45°}=60 T(@48 K)を得た[6]。

上記に示す研究背景をもとに更なる磁場中 J_c及び H_{irr}向上を目的に、TFA-MOD法を用BaMO₃(M=Zr, Sn, Nb)ナノ粒子導入(Y, Gd)Ba₂Cu₃O₇線材を作製し、ナノ粒子のサイズ、密度が磁場中特性に及ぼす影響について検討した。

3. 実験方法

今回は、BaMO₃ の導入量を変化させ、(Y,Gd)BCO 線材内に導入した。磁場測定は、米国ロスアラモス国立研究所の DC マグネット及び 65T パルス磁場を用いて、J_c 及び H_{irr} 特性を調べた。

4. 実験結果

BaMO₃のMをZr, Sn, Nbと変えることによりナノ粒子のサイズを22~81 [nm]と変化させることに成功した。また、密度に関しては溶液中への導入量を変化させることで0.1~13×10²¹[m³]と制御した。

また、ナノ粒子の超伝導相への影響を調べたところ、いずれの線材も結晶性、J_c^{s.f.}、T_cはほぼ同等であることからナノ粒子導入による超伝導層への影響はいずれのサンプルに相違はないと考えられる。

Fig. 1 に 65 K, 77K の異なる磁場強度、磁場角度における J_c のナノ粒子密度依存性を示す。図よりナノ粒子密度と J_cには相関があることが確認された。

また、H_{irr}とナノ粒子密度にも相関があることを確認している。

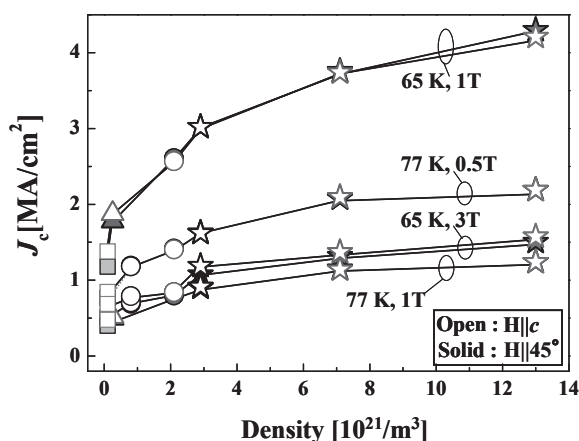


Fig. 1 J_c for H_{||c} and H_{||45°} as a function of the density of nanoparticles in (Y,Gd)BCO+BaMO₃ systems at the indicated temperatures and fields.

5. 謝辞

米国ロスアラモス国立研究所における研究は、LDRD, US DOE, Office of Electricity Delivery & Energy Reliability, NHMFL-UCGP と US NSF の支援を受けたものである。

また、超電導工学研究所における研究は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託によって実施されたものである。

参考文献

1. M. Miura, et al., Appl. Phys. Express, **1** (2008) 051701
2. M. Miura, et al., Appl. Phys. Express, **2** (2009) 023002
3. M. Miura, et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., **19** (2009) 3275.
4. M. Miura, et al., Supercond. Sci. Technol., **23** (2010) 014013
5. M. Miura, et al., Phys. Rev. B, **83** (2011) 184519
6. M. Miura, et al., Appl. Phys. Lett., **96** (2010) 072506

TFA-MOD 法により BaZrO₃ を導入した YBCO 膜の結晶成長過程Film growth of YBCO with BaZrO₃ particles by TFA-MOD method

寺西 亮, 紺屋和樹, 木須隆暢, 山田和広, 宗藤伸治 (九州大学); 吉積正晃, 和泉輝郎, 塩原 融 (超電導工研)

TERANISHI Ryo, KONYA Kazuki, KISS Takano, YAMADA Kazuhiro, MUNETOH Shinji (Kyushu Univ.);

YOSHIKAZUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (SRL-ISTEC)

E-mail: teranishi@zaiko.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

Y 系テープ線材の超伝導層を非真空かつ高材料収率で作製できる溶液塗布/熱分解法 (MOD) において、Zr 塩を添加した出発溶液を用いて超伝導膜を作製する手法により、膜中に直径 30nm 程度の粒状の BaZrO₃ ピン止め点がランダムに分布する[1]。これら BaZrO₃ 粒の配置が反映されて臨界電流特性の磁場角度依存性で等方的な挙動が示される[2]。しかし、線材応用の観点からは臨界電流密度の高度化が求められており、その為には粒状ピン止め点の大きさや数密度を制御することが重要であるが、同手法ではピン止め点の大きさを制御することが難しい。

本研究では、ピン止め点の大きさを制御することを目的として、出発溶液に微細粒子を分散させる方法により YBCO 膜中に粒状ピン止め点を導入し、膜成長前後の微粒子の大きさや膜組織及び臨界電流特性を評価した。

2. 実験方法

Y,Ba の TFA 塩と Cu のオクチル酸塩を金属モル比 Y:Ba:Cu=1:1.5:3 で混合した溶液に SnO₂ (粒径 15~25nm) や ZnO₂ (粒径~8nm) を 2mol% の濃度で分散させた出発溶液を、IBAD 基板にスピコートした。その後、水蒸気を含んだ酸素中で最高温度 430℃にて仮焼したのち溶液塗布と仮焼を更に 2 回繰り返す、最後に低酸素雰囲気下にて 780℃で結晶化し YBCO 膜を得た (膜厚約 0.5μm)。得られた試料は、電子顕微鏡により微細組織を観察し、4 端子法により磁場中での電流特性を評価した。

3. 結果と考察

各溶液により作製した YBCO 膜の表面を走査型電子顕微鏡で観察した結果を Fig.1 に示す。SnO₂ 粒子を含んだ溶液による YBCO 膜では、組成分析の結果粒径 1μm 程度の CuO が析出していることが示された。透過型電子顕微鏡を用いた膜断面の組織観察からは膜中に 30nm 程度の第二相粒子の析出が観察され、これら粒子周辺の制限視野回折像から BaSnO₃ と SnO₂ が膜中に存在することが示された。これらの結果から、SnO₂ を添加した溶液では同程度の大きさの粒子が YBCO 膜中に導入されることが分かり、また BaSnO₃ の生成による組成ずれにより CuO が析出することが示された。また、Ba と未反応の SnO₂ の存在により、添加する SnO₂ の大きさによって Ba との反応性あるいは反応の仕方に違いがあることが示された。Fig.1 において、

より微細な ZrO₂ 粒子を含んだ溶液による YBCO 膜の表面では CuO が観察されないことから、添加する MO₂ (M=Sn, Zr) 粒子の大きさにより Ba との反応性に違いがあることが示唆される。

Fig.2 に、各溶液にて作製した YBCO 膜の磁場中での臨界電流密度(J_c)を示す。微細粒子を含んだ溶液にて実用基板上に作製した YBCO 膜の磁場中 J_c の向上が観察されたことから、本手法により膜中に導入された第二相粒子がピン止め点として機能することが示唆された。同法によるピン止め点の粒径制御に関して、現在、ZrO₂ 粒子を添加した YBCO 膜の詳細な組織観察を行っており、それらの結果を基に議論する。

謝辞

本研究は(財)国際超伝導産業技術研究センター(ISTEC)を通じて新エネルギー・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。

参考文献

1. J.Gutierrez, et al.:*Nat. Mater.* Vol. 6 (2007) p.367
2. M.Miura, et al.:*Supercond.Sci. Technol.* Vol.23(2010)p.014013

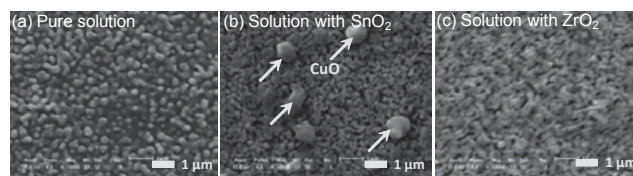


Fig.1 SEM images of YBCO film surface.

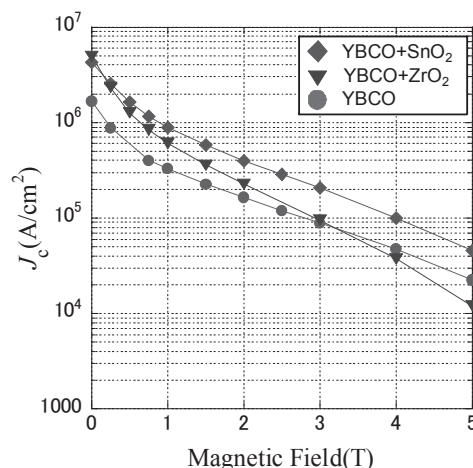


Fig.2 J_c of YBCO films at 77.3K in magnetic fields (B//c).

FF-MOD 法における焼成条件と Y123 薄膜の超伝導特性

Heat-treatment condition and superconducting properties of FF-MOD Y123 films

石渡 悠人, 下山 淳一, 元木 貴則, 岸尾 光二 (東大); 永石 竜起 (住友電工)

ISHIWATA Yuto, SHIMOYAMA Jun-ichi, MOTOKI Takanori, KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo); NAGAISHI Tatsuoki (SEI)

E-mail: tt116633@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

YBa₂Cu₃O_y (Y123)薄膜の作製法のうち有機金属熱分解 (MOD)法は、高真空装置や大出力レーザーなどの高価な装置を必要としない安価な化学プロセスとして注目されている。中でも原料にフッ素を用いない Fluorine-free MOD (FF-MOD) 法は TFA-MOD 法による薄膜線材開発に遅れているものの、Y123 の生成反応に水蒸気を必要とせず、HF の発生が無いという特長がある。これまでの FF-MOD 法による Y123 薄膜作製の研究から、良質な c 軸配向膜が得られる焼成条件 (基板温度、酸素分圧) はほぼ明らかにされているが、焼成条件と超伝導特性、特に臨界電流特性との関係はほとんどわかっていない。そこで本研究では、焼成時の酸素分圧、温度、焼成時間を系統的に変えた一連の Y123 薄膜を作製し、その微細組織、結晶性、超伝導特性の評価を行った。

2. 実験方法

SrTiO₃ (STO) (100)単結晶基板の上に Y, Ba, Cu のアセチルアセトン塩溶液[1]を塗布・乾燥した後、約 500°C で仮焼して有機物を分解した。溶液の塗布、乾燥、仮焼を 3 回繰り返した後、様々な酸素分圧、温度、保持時間の下で焼成を行い、膜厚約 0.32 μm の Y123 薄膜を作製した。その後、酸素気流中 450°C でのアニールによってキャリア濃度を調節した。

これらの薄膜に対して、X 線回折による構成相の同定及び c 軸配向度の評価、SEM による表面微細組織の観察、SQUID を用いた磁化測定 ($H \parallel c$)を行った。 J_c は磁化ヒステリシスの幅から拡張 Bean モデルを用いて計算した。

3. 結果

保持時間を 75 min に固定し、様々な酸素分圧、温度の下で焼成した Y123 薄膜の J_c の焼成温度依存性を Fig. 1 に示す。焼成時の酸素分圧が高いほど最適焼成温度が高くなる傾向にあることがよくわかる。

酸素分圧 30 Pa, 100 Pa において、それぞれの最適焼成温度近傍で焼成した Y123 薄膜の J_c の焼成時間依存性 Fig. 2 に示す。全ての酸素分圧、焼成温度の組合せにおいて、焼成時間に対する系統的な J_c の変化は認められず、1 min という非常に短時間での焼成でも 2 MA cm⁻² を超える高い J_c を示

す薄膜が得られた。これらの薄膜は膜厚約 0.32 μm と薄いものであるが、FF-MOD 法においては Y123 結晶が成長が極めて速やかに成長することが明らかになった。

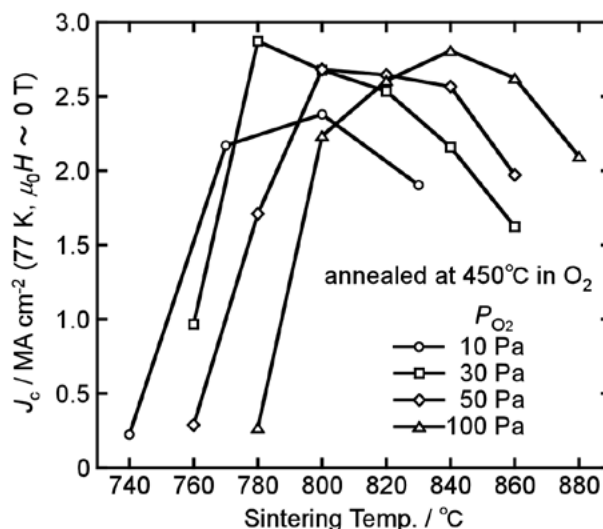


Fig. 1 Sintering temperature dependence of J_c (77 K, $\mu_0 H \sim 0$ T) for Y123 thin films sintered for 75 min under various P_{O_2} .

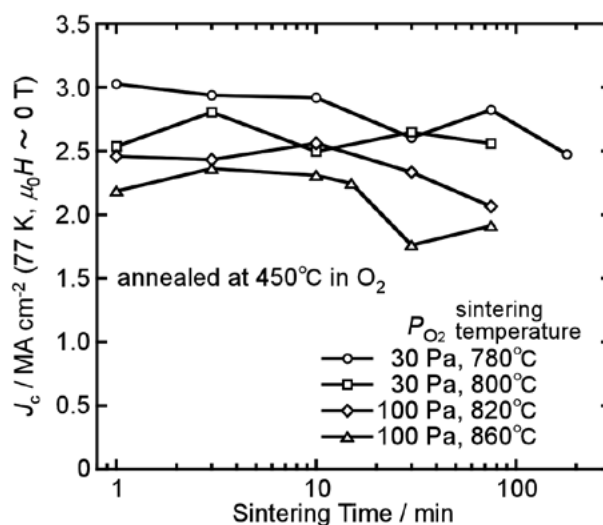


Fig. 2 Sintering time dependence of J_c (77 K, $\mu_0 H \sim 0$ T) for Y123 thin films under P_{O_2} of 30 or 100 Pa.

参考文献

1. K. Tsukada *et al.*: *Physica C* **458** (2007) 29-33.

REBa₂Cu₃O_y 薄膜組成によるナノロッドの形態制御

Control of nanorod morphology by composition of REBa₂Cu₃O_y thin films

春田 正和、藤田 夏斗、小椋 裕太、中田 貴大、前田 敏彦、堀井 滋(高知工科大)

HARUTA Masakazu, FUJITA Natsuto, OGURA Yuta, NAKATA Takahiro, MAEDA Toshihiko, HORII Shigeru
(Kochi Univ. Tech.)

E-mail: haruta.masakazu@kochi-tech.ac.jp

1. はじめに

希土類系高温超伝導(REBa₂Cu₃O_y, REBCO)薄膜の磁場中における臨界電流密度(J_c)の向上には、ナノロッドの導入が有効である。我々グループは、ナノロッドの形態が成膜温度に依存しており、それに伴い臨界電流特性が成膜温度によって変化することを報告してきた¹⁻³。ここでナノロッドを導入したREBCO 薄膜の臨界電流特性は、超伝導薄膜材料とナノロッド材料の組み合わせにより異なった成膜温度依存性が報告されている¹⁻⁴。しかし、成膜装置の違いなどにより、成膜温度依存性の系統的な理解は出来ていない。そこで、本研究では同一の PLD 装置を用いて、ナノロッドを導入した YBCO 薄膜および ErBCO 薄膜を作製し、異なる薄膜材料において臨界電流特性の成膜温度依存性を明らかにした。

2. 実験

PLD 法を用いて SrTiO₃(100)単結晶基板上に YBCO 薄膜および ErBCO 薄膜を作製した。BaNb₂O₆ (BNO) を 5 at.% 添加したターゲットを用いて成膜することにより、薄膜中に BNO ナノロッドを導入した。レーザー光源には Nd:YAG レーザの 4 倍波(波長:266 nm)を用いた。レーザーのフラッシュランプおよび Q スイッチの繰り返し周波数は、それぞれ 10 Hz および 2 Hz とし、30 分間成膜を行った。成膜中の酸素圧力が 20 Pa になるように酸素ガスの流量を制御した。基板温度(T_s)は二軸配向薄膜が得られる 840°C から 890°C の範囲で変化させた。作製した試料は X 線回折により c 軸配向および面内配向を確認した。通電特性の評価のため、試料を幅 100 μ m、長さ 1.5mm のブリッジ状に加工し、四端子法により測定を行った。

3. 結果

BNO を添加した YBCO 薄膜の TEM 観察により、ナノロッドが YBCO 母相の c 軸方向に沿って形成されていることを確認した。成膜温度を変化させて作製した BNO 添加 YBCO および ErBCO 薄膜の不可逆曲線を Fig.1 に示す。不可逆線が低磁場領域の下に凸の曲線から、直線特性に変化する磁場をクロスオーバー磁場(B_{cr})として定義する。なお、 B_{cr} 以下の磁場領域においては、重イオン照射で導入される柱状欠陥と同様に BNO ナノロッドにより磁束線がピン止めされ、Bose グラス的磁束状態になっていると考えられる。各成膜温度において導出した B_{cr} を Fig.2 に示す。YBCO 薄膜では、 T_s の増加に伴い B_{cr} が増加する傾向が見られた。一方、ErBCO 薄膜では T_s の増加に伴い B_{cr} が減少しており、YBCO 薄膜とは対照的な振舞いであった。これは、超伝導母相の材料とナノロッドの材料の組み合わせにより、ナノロッド形態(直径、密度、曲り)の成膜温度依存性が異なることを示している。すなわち、磁場中で高い臨界電流密度を有するナノロッドを導入した REBCO 薄膜を作製するためには、材料の組み合わせによって成膜温度を最適に制御する必要がある。しかしながら、REBCO 線材の製造において、成膜温度に依存して特性が大きく異なることは好ましくない。製造においては、多少の成膜温度の変動に対しても均一な臨界電流特性が得られることが好ましい。臨界電流特性が成膜温度に依存しない超伝導母相の組成として、Y と Er の混晶である (Y,Er)BCO が候補として考えられる。

謝辞

本研究の一部は、科学研究費補助金(23760020)、および中部電気利用基礎研究振興財団の助成を受けて実施したものである。

参考文献

1. S. Horii *et al.*, *APL* **93** (2008) 152506.
2. M. Haruta *et al.*, *Physica C* (2011) *in press*.
3. 春田ら、第 83 回 2010 年度秋季低温工学・超伝導学会、2P-p09.
4. D. M. Feldmann *et al.*, *SuST* **23** (2010) 095004.

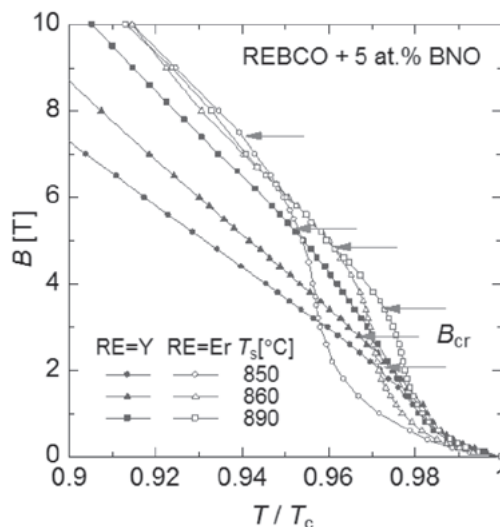


Fig.1 Irreversibility lines for BNO-doped YBCO and ErBCO thin films deposited at 850, 870 and 890°C.

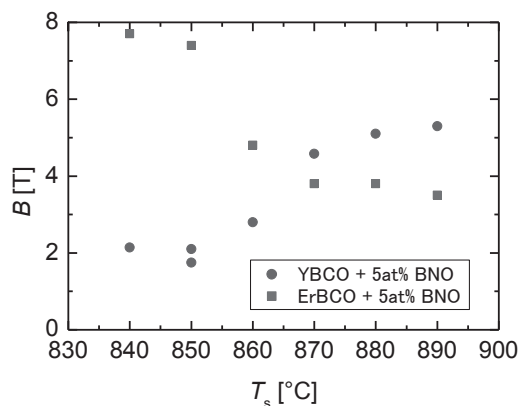


Fig.2 Deposition temperature dependences of crossover field (B_{cr}) for BNO-doped YBCO and ErBCO thin films.

Ba 複合酸化物を添加した YBCO 薄膜の低温における超伝導特性

Superconducting properties at low temperatures of YBCO thin films containing Ba-complex oxides

一野 祐亮, 吉村 拓也, 吉田 隆(名大); 鈴木 浩二, 竹内 稔晃, 喜多 隆介(静岡大)

ICHINO Yusuke, YOSHIMURA Takuya, YOSHIDA Yutaka (Nagoya Univ.);

SUZUKI Koji, TAKAUCHI Toshiaki, KITA Ryusuke (Shizuoka Univ.)

E-mail: ichino@nuee.nagoya-u.ac.jp

1. はじめに

コンビナトリアル-PLD(C-PLD)法は、一枚の基板の上に組成が連続して変化した薄膜の作製が可能である。我々は、C-PLD 法が人工磁束ピン止め点(APC)の最適添加量の高速度探索や、新規 APC 材料の高速度探索に有効であることを明らかにした[1]。APC 材料は、 BaMO_3 ($M=\text{Zr}, \text{Sn}$) や Ba-Nb-O などのように、YBCO 薄膜中で自己組織化し強力なピン止め力を示す材料がある。

これまで、新規 APC 材料の探索を目指し、APC 候補材料として、 BaTbO_3 (BTO) と $\text{Ba}_3\text{In}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$ (334) に注目した。C-PLD 法を用いてこれらの Ba 複合化合物を YBCO 薄膜に添加したところ、77 K においては BSO ほどの磁場中超伝導特性の向上は見られなかった[2]。しかし、最近では超伝導機器を 77 K 以下の温度で動作させることも考慮されていることから、必ずしも 77 K で高い超伝導特性を示す必要は無く、むしろより低温で優れた特性を示す材料も有用である。

以上より、本報告では、BTO と 334 を添加した YBCO 薄膜の 77 K 以下における磁場中超伝導特性を評価した。

2. 実験方法

4 倍波 Nd:YAG レーザー(波長 266 nm)を用いて、 SrTiO_3 (100)単結晶基板の上に YBCO 薄膜を作製した。基板温度 920°C、酸素圧力 0.2 Torr、基板-ターゲット間距離 40 mm そしてレーザーエネルギー密度 1.8 J/cm^2 で成膜を行った。C-PLD 法で用いたターゲットは、無添加 YBCO と Ba 複合酸化物添加 YBCO 焼結体である。作製した薄膜の配向性・結晶性は X 線回折法(XRD)そして超伝導特性は磁場中直流四端子法を用いて評価した。また、YBCO 薄膜中の Ba 複合酸化物添加量は SEM に付随したエネルギー分散型 X 線分光器(EDX)を用いて評価した。

3. 実験結果および考察

以前の報告[2]から、77 K における J_c - B が最も高かった試料を用いて、65 K および 40 K で J_c - B の測定を行った。Fig. 1 に様々な温度で測定した J_c - B 曲線を示す。図より、77 K においては、Ba 複合酸化物添加による大幅な J_c - B 曲線の向上は見られなかった。しかし、測定温度が低下するにつれて Ba 複合酸化物添加試料の J_c - B 曲線は向上し、40 K においては無添加試料を上回る J_c - B 曲線を示した。また、334 添加試料は低温になるほど J_c - B 曲線の向上が大きく、40 K では最も高い J_c - B 曲線を示した。温度が低下するほどコヒーレンス長が短くなることから、Ba 複合酸化物添加試料には、サイズの小さなピン止め点が導入されているため、低温で無添加試料よりも J_c - B 曲線が向上したと考えられる。

40 K におけるピンニング力 F_p を見積もった結果を Fig. 2 に示す。334 添加試料において、5 T で本報告最高の $F_p = 73.5 \text{ GN/m}^3$ が得られた。また、BTO 添加試料の F_p は 9 T までの磁場では極大値を示していないため、さらに高磁場では 334 添加試料の F_p を越える可能性がある。

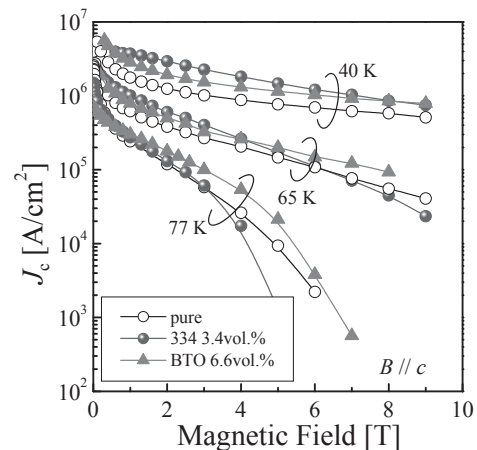


Fig. 1 J_c of BTO and 334 doped YBCO films as a function of magnetic field at 77, 65 and 40 K.

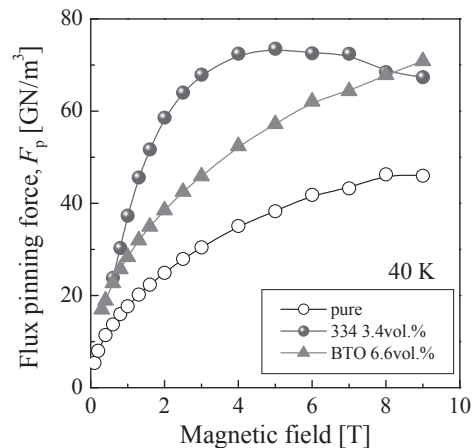


Fig. 2 flux pinning force, F_p of BTO and 334 doped YBCO films as a function of magnetic field at 40 K.

4. まとめ

Ba 複合酸化物(BTO, 334)を添加した YBCO 薄膜を作製し、低温における磁場中超伝導特性を評価した。その結果、低温になるほど Ba 複合酸化物添加試料の J_c - B は向上した。また、40 K における F_p を見積もった結果、334 添加試料が 5 T で 73.5 GN/m^3 を示した。また、BTO 添加試料はさらに高磁場側で 334 添加試料の F_p を越える可能性がある。

参考文献

1. T. Yoshimura, et al.: Physica C, in press (2011)
2. Y. Ichino, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 83 (2010) p.17

ターゲット交換法により作製した BaSnO₃ 添加 Sm₁Ba₂Cu₃O_y 薄膜の 磁束ピンニング特性と微細構造観察

Flux pinning properties and microstructures of the BaSnO₃ doped Sm₁Ba₂Cu₃O_y thin film prepared by Alternating Targets Method

鶴田彰宏、一野祐亮、吉田 隆(名大); 一瀬 中(電中研); 松本 要(九工大); 淡路 智(東北大)
 TSURUTA Akihiro, ICHINO Yusuke, YOSHIDA Yutaka (Nagoya Univ.); ICHINOSE Ataru (CRIEPI);
 MATSUMOTO Kaname (Kyushu Inst. Tech.); AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)
 E-mail: tsuruta-akihiro11@ees.nagoya-u.ac.jp

1. はじめに

現在、REBa₂Cu₃O_y(REBCO)薄膜において、磁場中の超伝導特性を向上させるために、薄膜中に人工ピンニングセンター(APC)を導入する研究が盛んに行われている。その中でも薄膜の *c* 軸方向に強いピンニング力を有する BaMO₃(M = Zr, Sn)ナノロッドは、そのピンニング力と薄膜への導入が容易であるため広く研究が成されている。これまで我々は、Sm_{1.04}Ba_{1.96}Cu₃O_y 薄膜への BaSnO₃(BSO)導入方法を検討し、ターゲット交換法(Alternating Targets Method)によって導入した BSO が他の導入方法に比べ、より強いピンニング力を有することを確認した。本研究では磁束ピンニングに対する BSO ナノロッドと 3 次元ピンニングセンターとして働く Sm/Ba 固溶体からの影響を切り分けるため Sm₁Ba₂Cu₃O_y ターゲットを使用し、ターゲット交換法を用いて単結晶基板上に BSO を添加した Sm₁Ba₂Cu₃O_y 薄膜(SmBCO+BSO 薄膜)を作製し、その超伝導特性の評価及び微細構造観察を行った。

2. 実験方法

SmBCO+BSO 薄膜は PLD 法により単結晶 LaAlO₃ 基板上に作製し、レーザーパルス数の制御により BSO 添加量は 4.8 vol.% とした。作製した薄膜の結晶性、配向性を X 線回折法(XRD)、超伝導特性を直流四端子法で測定し、微細構造観察に透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。

3. 実験結果及び考察

XRD の結果から作製した薄膜は、良好な 2 軸配向であることを確認した。また BSO の添加により *T_c* は 90.0 K となり、pure な SmBCO 薄膜の 92.8 K に比べ低下し、Sm_{1.04}Ba_{1.96}Cu₃O_y+BSO 薄膜の 90.4 K と同等の値を示した。自己磁場下での *J_c* は 3.07 MA/cm² と pure な SmBCO 薄膜と同等の値を示した。Fig. 1 に *J_c* の磁場依存性を示す。同様の添加方法で BSO を添加した Sm_{1.04}Ba_{1.96}Cu₃O_y 薄膜に比べ全ての磁場下において向上し、1.8 T の磁場下では *J_c* が 1.36 MA/cm²、*F_p* にして 24.5 GN/m³ と非常に強いピンニング力を示した。これは Sm_{1.04}Ba_{1.96}Cu₃O_y+BSO 薄膜の *F_p* の最大値である 14.8 GN/m³ に比べ大きく向上している。また、*J_c* の磁場印加角度依存性においては、これまで報告されている BSO ナノロッドの特徴と同様に *B*//*c* にのみピークを持つ結果となった。

Fig. 2 に膜全体と高倍率 TEM 観察像を示す。これまで作製されている BSO 添加 SmBCO 薄膜に比べ BSO が基板から膜表面に向かい直線的に成長していることが確認される。直径(14.3 nm)や密度(900 /μm²)はそれらに比べわずかに増加した。これまでの結果からでは Sm₁Ba₂Cu₃O_y+BSO 薄膜におけるピンニング力の大幅な向上の要因を明らかにすることはできていない。今後 BSO と SmBCO 界面の高分解能 TEM 観察や TEM-EDX による組成分布観察が必要であると考えられる。

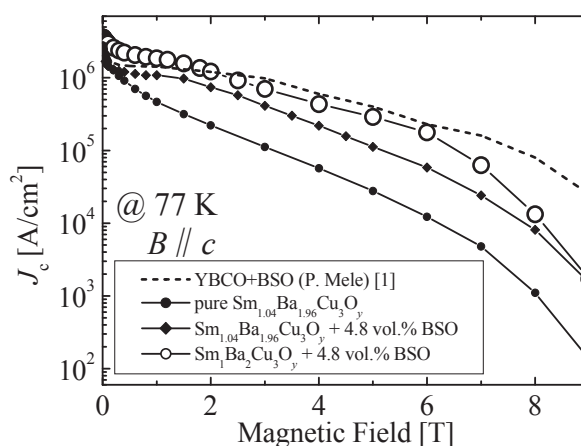


Fig. 1 Magnetic field dependence of *J_c* for SmBCO+BSO film.

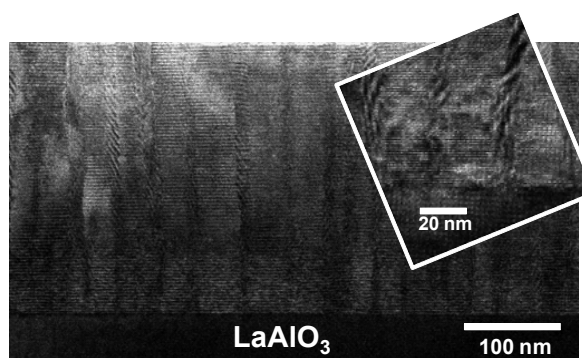


Fig. 2 TEM image of SmBCO+BSO film.

謝辞

本研究の一部は、科学研究費補助金(23226014, 19676005)の助成を受けて実施したものである。

参考文献

- [1]. P. Mele, et al.: Supercond. Sci. Technol. Vol. 21 (2008) 032002

BaHfO₃ 導入による PLD-GdBCO 線材の磁場中 I_c 特性の向上

Improvement of in-field I_c characteristics by BaHfO₃ doping into PLD-GdBCO Coated Conductors.

飛田 浩史, 衣斐 顕, 吉積 正晃, 和泉 輝郎, 塩原 融 (ISTEC-SRL); 横江 大作,
加藤 丈晴, 平山 司 (JFCC); 東川 甲平, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大)

TOBITA Hiroshi, IBI Akira, YOSHIKUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (ISTEC-SRL); YOKOE Daisaku,
KATO Takeharu, HIRAYAMA Tsukasa (JFCC); HIGASHIKAWA Kohei, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.)
E-mail: tobitahiroshi@istec.or.jp

1. はじめに

PLD 法は、将来の超電導応用機器に向けた高 I_c 特性が期待できる REBCO (RE=Rare Earth) 線材の作製手法の一つである。近年、同手法により 77K、自己磁場中 I_c 特性が向上する一方、機器の実現には磁場中 I_c 特性の向上が求められており、超電導層に人工ピン止め点を導入した線材開発が盛んに行われている。

本研究では、人工ピンの一つとして BaZrO₃ (=BZO) に代表される BMO (M=Metal) に注目し開発を行っており、今回、BaHfO₃ (=BHO) を GdBCO 層に導入することにより、BZO 導入線材を上回る世界最高レベルの磁場中 I_c 特性向上を実現したので報告する。

2. 実験

全ての GdBCO 層成膜の基材として、PLD-CeO₂/RF Sputter-LaMnO₃/IBAD-MgO/IBS-Gd₂Zr₂O₇/Hastelloy C-276 二軸配向基板を用いた。GdBCO 層の成膜には長尺線材への展開が可能な RTR (Reel to Reel)-PLD システムを用いた。本試験では 80W-KrF エキシマレーザー (Lambda Physik 製 LPX200) を使用し、レーザーエネルギー 34W、基板温度約 850°C などの条件で、短尺サンプルの成膜を行った。

母材として、BMO を混合した GdBCO ターゲットを用いた。各 BMO (M=Hf, Zr, Sn) の添加量適正化については、それぞれ添加量の異なる BMO 混合ターゲットを準備、前述の条件で膜厚約 1μm の GdBCO 層を成膜、 $I_{c, \min}$ @77K, 3T が最大となる添加量を採用した。

上記各 BMO 添加量の適正後、繰り返し成膜にて厚膜化を行った。

3. 実験結果

Fig.1 に BHO 3.5mol%、BZO 5.0mol%、BSO 7.5mol%、および無添加の PLD-GdBCO 線材の膜厚に対する $I_{c, \min}$ @77K, 3T を示す。膜厚 1μm 程度では無添加膜が 10-15A/cm-w であるのに対し、BHO 3.5mol%、BZO 5.0mol%、および BSO 7.5mol% は 25-32A/cm-w で、BMO 導入により磁場中 I_c が顕著に向上した。さらに厚膜化に伴い、BHO は $I_{c, \min}$ =0.3MA/cm²@77K, 3T をほぼ維持して膜厚 2.9μm で 84.8A/cm-w に達し、BSO および BZO と比較して膜厚- $I_{c, \min}$ @77K, 3T 相関が異なることが明らかになった。

Fig.2 に 65K、1-5T 範囲での BHO 導入 PLD-GdBCO 線材の I_c -B- θ 図を示す。いずれの磁場においても $I_{c, \min}$ は >200A/cm-w であり、この磁場範囲で液体窒素冷却 65K による超電導応用機器実現の可能性を示すことができた。

BHO ピンの特徴把握に向けてピンサイズを比較するために、断面 TEM による BHO、BZO、および BSO ピンの観察結果を Fig.3 に示す。

いずれも c 軸方向にほぼ揃ったナノロッドピンを形成している一方、ロッド径、長さ共に、BHO<BZO<BSO の傾向があることが明らかとなった。BHO ナノロッドは細く短いため、 I_c -B- θ 角度依存性が小さいものと考えられる。

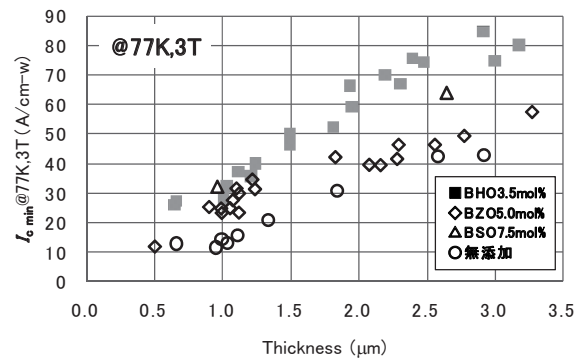


Fig.1 Thickness dependence of I_c at 77K, 3T for BHO doped GdBCO CCs compared with BZO, BSO doped GdBCO CCs.

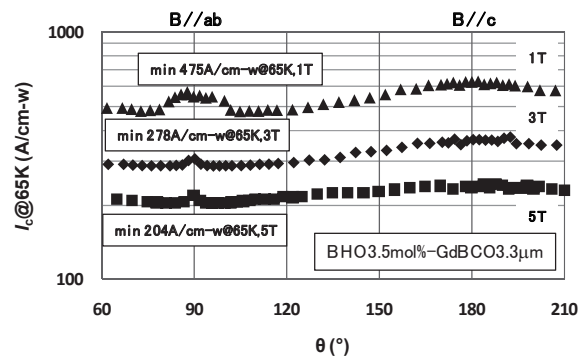


Fig.2 Angular dependence of I_c at 65K for PLD-GdBCO CCs with BHO.

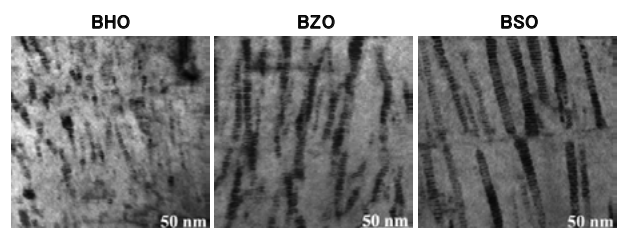


Fig.3 TEM cross-sectional images of PLD-GdBCO CCs doped BHO, BZO, and BSO.

謝辞

本研究は新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) からの委託により実施したものである。

参考文献

1. K. Matsumoto, et al.: Supercond. Sci. Technol. Vol.23 (2010) 014001-014012
2. L. Civale: Supercond. Sci. Technol. Vol.10 (1997) A11-A28
3. M. Driscoll, et al.: Nat. Mater. Vol.3 (2004) 439-443

RE123 系線材の剥離強度評価

C-axis tensile strength test of RE123 wires

鈴木 龍次, 中村 直識, 飯島 康裕, 伊藤 雅彦, 齊藤 隆(フジクラ)

SUZUKI Ryuji, NAKAMURA Naonori, IJIMA Yasuhiro, ITOH Masahiko, SAITOH Takashi (Fujikura Ltd.)

E-mail : ryuji.suzuki@jp.fujikura.com

1. はじめに

フジクラでは、IBAD/PLD 法による RE123 線材の開発を行っており、特に高 I_c の線材を作製する上で本手法における優位性を実証し、歩留りおよび品質の向上に努めており、高 I_c で長尺線材の製造が可能になっている ($I_c \times L$ の値は現時点で $572A \times 816.4m = 466,981Am^{[1]}$ に到達している)。線材の製造にあわせて、信頼性評価についても検討をおこなっている。今回は線材の信頼性評価の一つとして剥離試験を実施したので報告する。

2. 実験方法

RE123 線材の構造は図 1 に示すような構造である。 Hastelloy 基板に Al_2O_3 -GdBCO 層を IBAD/PLD 法により成膜し、Ag をスパッタ蒸着した後に電気炉によって酸素気流中でアニールを行い、Cu テープを Sn で貼り付けてポリイミドテープを巻きつける構造となっている。

剥離試験を行なったサンプルは 100 μm 厚の Hastelloy 基板に IBAD 法により Al_2O_3 ~MgO 層を成膜し、PLD 法により Ce, GdBCO 層を成膜し、GdBCO 層上に Ag をスパッタ蒸着し、アニールをおこない作製した。剥離試験に使用したサンプルは、作製工程ごとにサンプルを取ったものを使用した。IBAD 層のサンプルは別途 PLD 工程の熱履歴を加えたサンプルも別途作成している。

剥離試験は図 2 に示すスタッドプル法で実施した。スタッドプル法はサンプル固定用のバックングプレート上にサンプル (10mm 幅) を載せ、エポキシ樹脂付きのスタッドピン (ϕ 2.7mm) を垂直に試験サンプル中央部に取り付けて、熱を加えることでサンプルにスタッドピンを固定する。取り付けしたスタッドピンを 3 軸グリッパで固定し、垂直下向きに引張ることにより、サンプルが支持台に引っかかり、サンプルに荷重をかけていき、剥離を起こしたときの荷重を測定する方法である。作成したサンプルを図 3 に示す。

3. 結果および考察

Ag スパッタ、アニール後のサンプルを $n=60$ で試験した結果を図 4 に示す。剥離応力は 41~76MPa となり、全数で 40MPa 以上と比較的高い剥離強度の結果が得られた。図 4 中の上矢印はテスト途中でスタッドピンが滑ってしまい、打ち切りとなってしまったサンプルであるが、その試験応力までの剥離は発生しなかったサンプルである。各層のサンプルの試験サンプルの結果は当日報告するが、サンプル数は各 30 以上で実施し、 Al_2O_3 ~MgO 層のサンプルについては Hastelloy/ Al_2O_3 層で剥離が発生した。また、 Al_2O_3 , Y_2O_3 層のサンプルは別途 PLD 工程の熱履歴を受けたサンプルで剥離試験を実施したところ剥離応力が向上していることを確認した。PLD 工程を通ることで IBAD 層の剥離強度が向上しているのが確認された。Ce 層、GdBCO 層のサンプルは Ce 層、GdBCO 層で剥離が発生し、剥離応力は 40MPa 以上であった。

4. 謝辞

本研究は経済産業省の「イットリウム系超電導電力機器技術開発」として独立行政法人「新エネルギー・産業技術総合開発機構」からの受託により実施された。

参考文献

[1] 柿本他、2011 年春季低温工学・超電導学会講演概要集 p.185

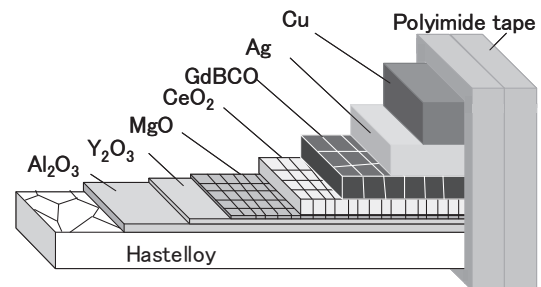


Fig.1 RE123 Coated Conductor

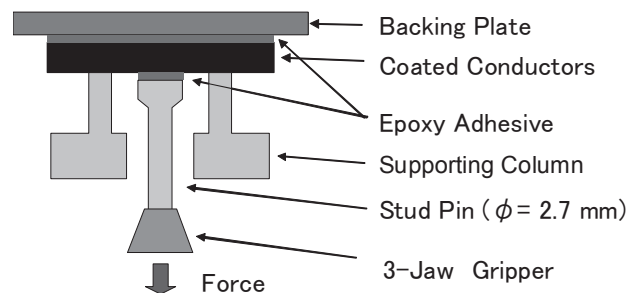


Fig.2 Stud-pull Method

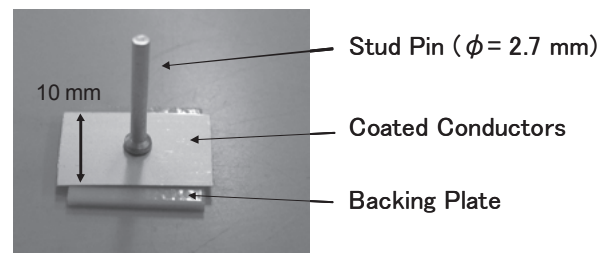


Fig.3. Test Sample

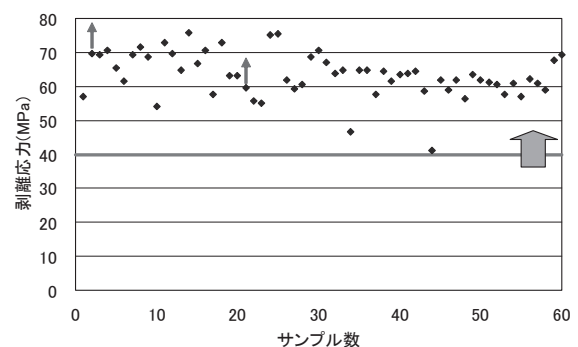


Fig.4. Delaminating Test Result

レーザースクライビング加工によるマルチフィラメント化プロセスの高速化 Speed up of multi-filamentarization process for coated conductors

町 敬人, 中尾公一, 田辺圭一(超電導工学研究所)
 Takato MACHI, Koichi Nakao, Keiichi TANABE (SRL-ISTEC)
 E-mail: machi@istec.or.jp

1. はじめに

Y 系超電導線材を交流電力機器に応用するためには、マルチフィラメント化により交流損失を低減しなければならない。これまで報告したように、我々は従来のレーザースクライビング法を改良して、Shallow laser scribing (浅いレーザー照射) および 2 段階エッチングにより、フィラメント間抵抗を確保しつつ、溝幅 100-250 μm 、エッチング時間約 1/10、加工による I_c の低下率は 10-25% という技術を開発した。

前回報告したように、改良型レーザースクライビング法にさらに複数回の洗浄工程を追加することにより、加工の歩留りを 70% まで高め、3 分割では 282m 長の長尺分割加工に成功した。今回は、レーザ光源およびエッチング装置を変更することによって、加工速度の向上を行った結果を報告する。

2. 実験方法

レーザースクライビング法により IBAD/PLD 線材の細線加工を行った。ここでレーザ照射に用いる Q スイッチ式 UV レーザ (355nm) として、5W (片岡製作所, KLY-QV5 α) と 10W (JDSU, Q301-HD) で比較を行った。線材種類、マスクテープ (ポリプロピレン)、Q スイッチ周波数 (10kHz) 等の条件は同じであるが、アシストガスは前者が O_2 で後者は Ar を用いた。これは、切断時のデブリの出現が少ないことを基準にアシストガスを選定した結果である。また、5W レーザを用いた集束レンズの焦点距離は 100mm、10W レーザでは 150mm とした。ビーム形状は、5W レーザは円形とし、10W レーザはシリンドリカルレンズを用いて線材長手方向に長軸のある楕円形とした。レーザースクライビングの搬送速度の最適値は、2 段階エッチングまで終了した段階で、フィラメント間抵抗が 1M Ωcm 以上を確保できることとして決定した。

次に銀層のエッチングに用いるエッチング槽およびリンス槽での行程が長くなるように縦長の槽への入れ替えを行った。従来のエッチング槽の行程は約 40cm であったが、入れ替えによって約 220cm となった。リンス槽の行程も長くなったため、これまでの超音波発振子を水槽底面に設置する構造

では均一な超音波洗浄が望めないと考えて、側面に縦長の超音波振動子 (シャープ UI-60S5) を設置した。また超音波の出力を変更できる工夫を施した。

3. 実験結果と考察

円形ビームでの最適な加工条件は、出力 30-40% (1.5W-2W)、線材搬送速度 54m/h であった。ただし、1 回だけの照射では照射ムラが生じたために、2 回以上の照射となり、実質の加工速度は 27m/h 以下となった。一方、楕円形ビーム (10W レーザ) での最適な加工条件は、出力 4.2W-4.5W で、線材搬送速度 180m/h であった。ビーム形状が楕円のため、1 回の照射でムラのない溝が形成された。加工速度は 6 倍以上に向上したことになる。

図 1 に円形ビームで加工した溝周辺の写真を、図 2 に楕円形ビームでの加工結果を示す。円形ビームでは溝幅に分布があつて、350 μm ~400 μm 程度となった。若干ドロスが出る条件でのスクライブであるが、(b) で分かるようにビーム中心が溝の上側に偏っており、また溝とフィラメントの境目にがたつきが多かった。一方、楕円形ビーム加工では図 2 のようにドロスは溝中心にあり、溝幅は約 150 μm で溝内も綺麗で、フィラメントとの境目が直線的となった。

図 3 に示したエッチング装置の入れ替えでは、行程が約 5.5 倍となったため、エッチング時間をこれまでの 26m/h から 144m/h に向上させることができた。しかしながら、リンス槽で超音波が印加される時間が長くなったため、スクライブした線材に剥離が生じる場合があつた。そこで、超音波発振子を限界値である 50% まで低下させ、さらに超音波発振子と線材との間に、パンチングメタルを 2 枚入れることで、最終的には出力を約 1/8 まで低下させて剥離を防止することができた。

4. 謝辞

本研究は、新エネルギー産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託を受けて実施したものである。

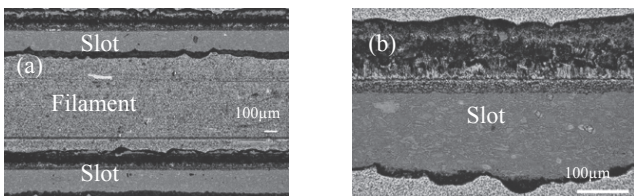


図 1 円形ビームを用いたスクライビング加工溝写真

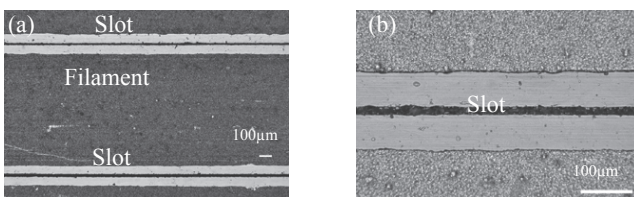


図 2 楕円ビームを用いたスクライビング加工溝写真

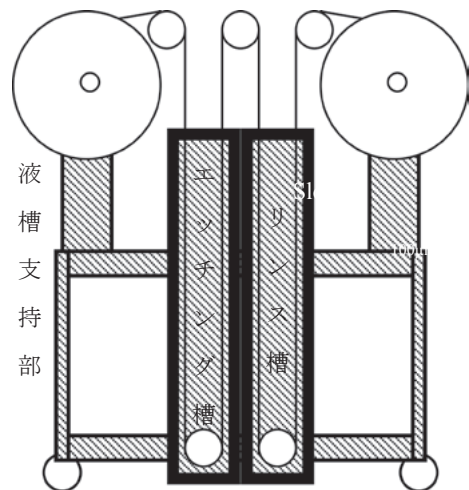


図 3 行程を長くしたエッチング装置の模式図