

DI-BSCCO Type H の高 J_c ・低コスト化開発

Recent development of DI-BSCCO Type H with high J_c and low cost

菊地 昌志, 鍵山 知宏, 山崎 浩平, 中島 隆芳, 武田 宗一郎, 吉原 健彦, 小林 慎一, 長部 吾郎, 藤上 純, 林 和彦, 佐藤 謙一(住友電気工業); 北口 仁(物質・材料研究機構); 下山 淳一(東京大学)

KIKUCHI Masashi, KAGIYAMA Tomohiro, YAMAZAKI Kohei, NAKASHIMA Takayoshi, TAKEDA Soichiro, YOSHIHARA Takehiko, KOBAYASHI Shinichi, OSABE Goro, FUJIKAMI Jun, HAYASHI Kazuhiko, SATO Kenichi (Sumitomo Electric Industries, LTD.); KITAGUCHI Hitoshi (NIMS); SHIMOYAMA Junichi (The University of Tokyo)

E-mail: kikuchi-masashi@sei.co.jp

1. はじめに

当社は DI-BSCCO(銀シース Bi2223 超電導線材)を製品化して以降、超電導応用機器に使われた場合の技術的・経済的価値を一層高めるため、性能価格低減と高強度化に注力してきた。近年のポストアニール技術開発[1]によって広い温度/磁場領域で高 J_c を得るための熱処理方法を探索した結果、77 K, 自己磁場下の J_c は 273 A を記録したほか、in-field J_c も飛躍的に改善している。

一方で、シースに銀を用いる Bi2223 線材にとっては線材コスト低減も重要な課題である。我々は性能を損なわずに単位長さあたりに含まれる銀使用量を低減した設計の検討を開始し、高性能低価格線材の商品化に向けた開発を進めている。

2. New Type H の検討

高性能線材を得るための指針の一つとして、走査型ホール素子顕微鏡によって線材内の電流分布を可視化した研究結果が報告されている[2]。これによれば、 J_c はフィラメント厚みに対して逆比の関係でふるまうことから、フィラメントを薄肉化すれば J_c が向上することを示唆している。そこで、線材の基本構成を Type H に揃えた上で線材厚みのみ薄くできれば、性能を損なうことなく単位長さあたりの銀使用量を抑えられるのではないかと考え、薄型線材を試作した。Table 1 に作製した線材の構造を示す。線材 A は典型的な Type H を表す。線材 B, C, D は Type H に対して厚みだけを約 30 μm 薄くしており、単位長さあたりの銀使用量は設計上 13% 低減することになる。Fig.1 に線材 A と線材 B の横断面光学顕微鏡写真を示す。写真からわかる通り、薄型線材の銀比と芯数は Type H(線材 A)に揃えており、線材厚みだけを薄くしている。

加圧焼成を経た各試料片に対して RIGAKU・UltimaIV を用いて θ - 2θ 測定と(Bi,Pb)2223 [0010]回折の rocking curve 測定を行い、各 400 m 級尺線に対して 77 K, 自己磁場下の連続 J_c 測定を直流 4 端子法により実施した。これらの測定によって、単相度や配向度といったマクロなフィラメント組織を比較するとともに、長手方向の性能均一性も確認した。

3. 薄型線材試作結果と考察

Fig.2 に線材 A と線材 B の rocking curve を示す。半値幅はともに 8.5° 前後で有意差は見られなかった。また、単相度は全て 95 \pm 0.2% に収まっており、目立った構成相の変化も観察されなかった。これらのことから、Type H に対して線材厚みを薄くしても結晶配向性や単相度などの特性には影響しないと考えられる。各線材の J_c と n 値の分布を評価した結果、薄型線材の J_c は Fig.3 に示した通り 195 A~200 A と高い水準を示し、均一性も Type H と同等以上の性能を実現できることがわかった。

4. まとめ

薄型線材は、性能面とコスト面で従来の Type H に対して優れているだけでなく、補強テープとの断面積比が小さくなることで Type HT の引張り特性改善を見込むことができるなど、特にマグネット応用を想定した場合の技術的利点も増すと考

えられるため、今後も継続して薄型『New Type H』の製品化開発を進める計画である。

当日は、500 MPa(77 K)を超える引張り強度を実現した Type HT-XX[3]において、bare を Type H から薄型線材に置き換えた場合の機械特性への効果を検証したので、その結果についてもあわせて報告する。

Table 1 Wire configuration and silver ratio

Wire No.	Width	Thickness	Silver ratio
A	4.3 mm	0.23 mm	1.6
B	4.3 mm	0.20 mm	1.6
C	4.3 mm	0.20 mm	1.6
D	4.3 mm	0.20 mm	1.6

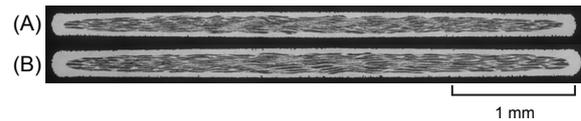


Fig.1 Cross-sectional images of sample A and sample B

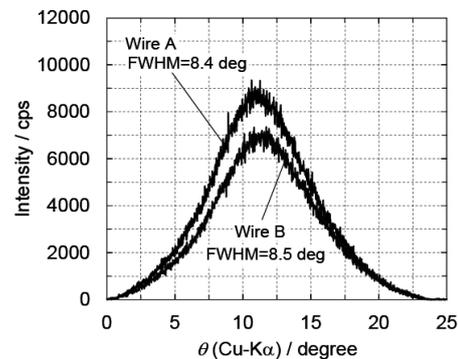


Fig.2 Rocking curve profiles of wire A and wire B

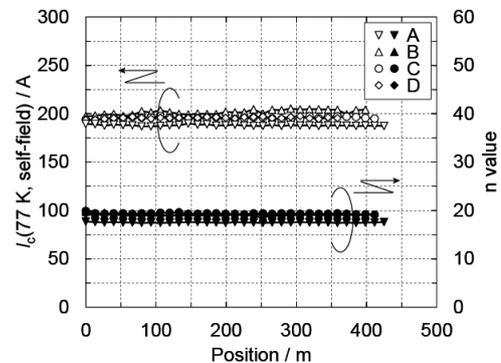


Fig.3 J_c and n value distributions

参考文献

- [1] M. Kikuchi: Abstracts of CSJ Conference(2010), **85**, p.7
- [2] Y. Honda: Physica C, **470**, No. 20, pp. 1333-1379(2010)
- [3] M. Kikuchi: Abstracts of CSJ Conference(2013), **87**, p.162

DI-BSCCO 線材の臨界電流均一性 I_c uniformity of the DI-BSCCO Tapes

長部 吾郎, 藤上 純, 山田 雄一, 山崎 浩平, 小林 慎一, 林 和彦 (住友電工)

OSABE Goro, FUJIKAMI Jun, YAMADA Yuichi, YAMAZAKI Kouhei, KOBAYASHI Shinichi, HAYASHI Kazuhiko (SEI)
E-mail: osabe-goro@sei.co.jp

1. はじめに

臨界電流の均一性など、超電導線材の高品質化は、超電導機器用途など商用ベースで線材を供給するにあたり重要となる。超電導線材の遮蔽磁場を線材全長にわたりホール素子で測定することで、線材の欠陥部分を全長に渡り非接触、且つ高分解能に検出することが可能となる[1] [2]。4端子法で I_c を測定し、健全部分の遮蔽磁場を全長に渡り測定し、DI-BSCCO 線材の臨界電流の均一性を評価した。

2. 実験方法

電圧端子間距離4mで、4端子法による臨界電流 I_c を測定し、線材健全部分をホール素子欠陥検査装置で測定した。Fig.1 に、ホール素子を用いて線材の遮蔽磁場を測定する欠陥検査装置の概略図を示す。液体窒素中にある線材に、永久磁石で静磁場を印加すると、超電導の特性から、外部磁場を遮蔽するように遮蔽電流が発生し、印加磁場と反対方向に遮蔽磁場が発生する。線材の劣化部分では、常伝導状態になっているか、超電導特性が低くなっており、健全部分と比較して遮蔽磁場が小さくなる。アレイ型のホール素子を線材表面近傍、横断方向に配置し、線材を液体窒素中一定速度で移動させる事で、線材の劣化部分のシグナルを全長にわたり検知する事が可能となる。遮蔽磁場のデータは線材長手方向に3.7mm間隔で取得、線速は1m/minで測定した。遮蔽磁場のデータは、 $\text{rot } \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{J}$ の関係を利用して、アレイ型のホール素子(素子数7個、素子間隔0.6mm)の隣り合う素子との磁場勾配を計算し、4端子法で測定した臨界電流値の全長平均値 $I_{c,ave}$ と同じになるように補正係数 α を導入し、臨界電流の値を評価した。測定には、裸線材を銅合金で半田集合したType HT-CA 線材を使用し、単長約120m~160mの線材5本評価した。

3. 実験結果

Fig.2 に Type HT-CA 線材(単長166m)の4端子法と欠陥検査装置で測定した I_c 測定結果を示す。4端子法では、電圧端子間距離4mで測定、ホール素子を用いた欠陥検査測定では3.7mmの測定間隔で計測している。4端子法による I_c 測定結果は、全長の $I_{c,ave}$ が184A、標準偏差0.7A (COV 0.37%)と、全長にわたり I_c は均一であった。一方、欠陥検査装置で測定した場合、分解能は4端子法の1000倍以上での測定となるが、全長の $I_{c,ave}$ 184Aに対して標準偏差3.9A (COV2.1%)であり、高分解能測定においても線材は均一であり4端子法の測定結果を裏付ける結果となった。

Table.1 に4端子法で I_c 測定して健全であった線材を、欠陥検査装置で測定した結果を示す。DI-BSCCO 線材の I_c 均一性を I_c 維持率 R ($I_c/I_{c,ave}$)の特性値から評価、 $I_{c,ave}$ に対して、 I_c 最大値、 I_c 最小値は10%以内に納まる均一性を有する。

4. まとめ

DI-BSCCO 線材の I_c 均一性を、ホール素子を用いた欠陥検査装置による遮蔽磁場を測定することで評価した。線材の I_c 分布に関して、線材を測定、平均 I_c は186A、線材の平均標準偏差は3.6A、COVは2.0%であった。DI-BSCCO 線材の I_c 変動上下限値は、 I_c 平均値に対して、10%以内に納まる均一性を有している。

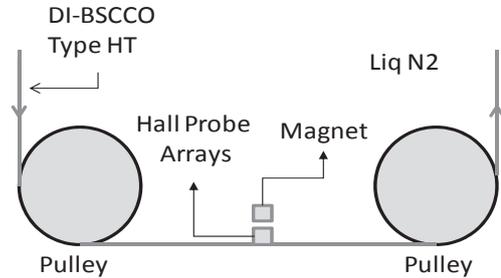


Fig.1 : Schematic illustration of the defect detection measurement system (DDMS) of DI-BSCCO wires at 77K.

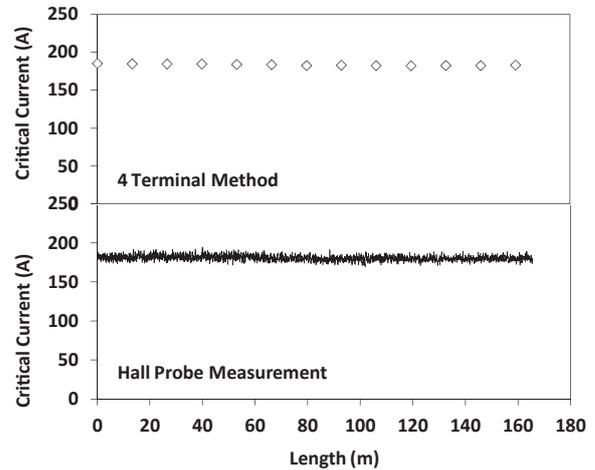


Fig.2 : Critical current distribution at 77K of 166m length DI-BSCCO wire measured by 4 terminal method I_c measurement with the resolution of 4m and hall probe I_c calculation data with the resolution of 3.7mm.

Table.1 Results of I_c uniformity of DI-BSCCO wires (N=5) measured by DDMS with hall probe array at 77K.

Lot #	Length [m]	Reso-lution [mm]	D.D.M.S Hall Probe Array			$R = I_c / I_{c,ave}$			
			Critical Current [A]			R_{max}	R_{min}	Cumulative Probability	
			$I_{c,ave}$ [A]	Std [A]	cov [%]			$R < 0.95$ [%]	$R < 0.90$ [%]
1	130	3.7	188	3.9	2.1%	1.09	0.92	0.11	0.00
2	123	3.7	185	2.8	1.5%	1.08	0.95	0.01	0.00
3	166	3.7	184	3.9	2.1%	1.10	0.92	0.19	0.00
4	142	3.7	186	3.9	2.1%	1.09	0.92	0.52	0.00
5	164	3.7	185	3.6	2.0%	1.07	0.93	0.30	0.00

参考文献

- A. Gandini, et al.: *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 13 (2003) 3332
- Y. Honda, et al.: *Physica.C. Vol.*, 470 (2010) 1377

DI-BSCCO 線材の臨界電流の一軸性引張・圧縮歪依存性と白色X線 による BSCCO フィラメントのひずみ測定

Uniaxial tensile/compressive strain dependence of critical current of DI-BSCCO tapes and local strain on BSCCO filaments measured by white X-ray

町屋 修太郎 (大同大学); 長村 光造 (応用科学研究所); Damian P. HAMPSHIRE (Durham 大); 土屋 佳則 (NIMS); 菖蒲 敬久 (原子力 機構); 梶原 聖太郎 (JASRI/Spring-8); 長部 吾郎, 山崎 浩平, 山田 雄一, 藤上 純 (住友電工)

MACHIYA Shutaro (Daido Univ.); OSAMURA Kozo (RIAS); Damian P. HAMPSHIRE (Durham Univ.); TSUCHIYA Yoshinori (NIMS); SHOBU Takahisa (JAEA); KAJIWARA Kentaro (JASRI); OSABE Goro, YAMAZAKI Kouhei, YAMADA Yuichi, FUJIKAMI Jun (SEI)
E-mail: machiya@daido-it.ac.jp

1. 緒言

DI-BSCCO 線材について、単軸引張によるひずみ特性の報告は多いが、圧縮についてのデータはあまり多くない。これまでU-BendやPackmanなどの貼り付けによる曲げ治具が提案されてきたが、初期曲げが導入されることなど問題は多かった。今回、スプリングボードという初期形状がストレートとなる特殊治具を用いて、一軸性引張・圧縮ひずみを与えた状態で臨界電流の測定を行った。また室温ではあるが、同じ条件で白色X線を用いて治具ごと透過させてフィラメントのひずみ状態の非破壊的測定を行ったので報告したい。

2. 試料および実験方法

用いたDI-BSCCOの試料は、幅は約4.2 mmでSUSによるラミネート強化を行ったものである。治具は、初期がストレート形状となるスプリングボードを用いた。試料は治具に、低温はんだにて取り付けを行った。

回折実験にはSpring-8の白色ビームラインであるBL28B2を用いた。回折線は(220)を用いた。自動引張試験機を用いて、試料表面に貼ったひずみゲージの値を用いたひずみ制御にて負荷を行った。負荷ひずみは、図1に示すように引張0.2%から圧縮-0.4%まで連続的に負荷を行った。実験中は曲げにより中心位置が動くが、移動のプロファイルをオフラインで一度取得し、常に試料中心が動かないような補正を行った。

臨界電流測定では、液体窒素中で図1と同様の負荷ひずみで測定を行った。

3. 結果および考察

白色X線によるひずみ測定で得られた負荷ひずみとフィラメントの結晶ひずみの結果を図2に示す。(図1での最終負荷ラインのみを示した。)圧縮の-0.1%付近までは、線形にひずみは変化しているが、そこから非線形な挙動を示した。

図3にひずみ下での臨界電流測定の結果を示す。いままで

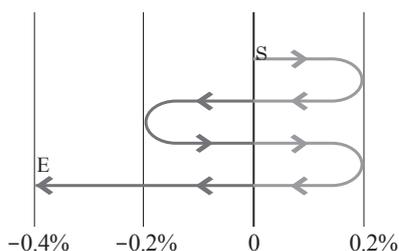


Fig. 1 Applied strain diagram

の報告にもあるように、引張側は臨界電流は線形の単調減少がみられるが、圧縮側では、-0.05%付近で極地を迎えた後に、急勾配で I_c が減少する挙動が見られた。これまで圧縮のフィラメント強度に関する議論はあまりなかったが、これらの結果から、圧縮側では引張とは異なるフィラメントの劣化あるいは破壊のメカニズムがあると推察される。

4. まとめ

本実験では、DI-BSCCO 線材において、引張・圧縮をシームレスに測定できる治具を用いて、圧縮下での臨界電流およびフィラメントのひずみの実測を行った。その結果、圧縮では比較的低いひずみ領域から I_c の不可逆的減少が起こることが明らかとなった。これは、フィラメントのひずみ測定でも確かめられ、引張領域では線形であるが、圧縮では低いひずみ領域から非線形となった。

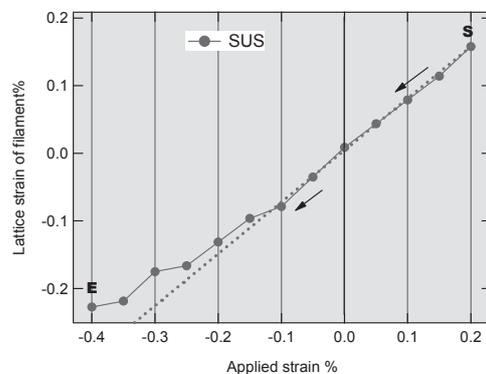


Fig. 2 Relation between applied macro strain and lattice strain of filaments.

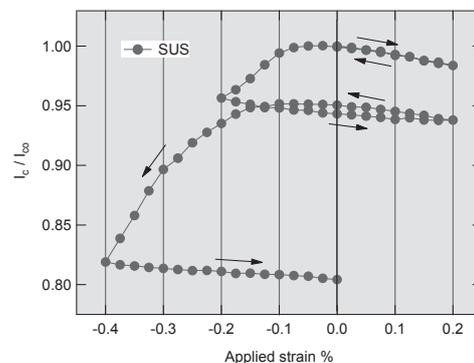


Fig. 3 Relation between applied strain and normalized critical current

DI-BSCCO線材の臨界電流の曲げ歪依存性と一軸性引張・圧縮歪依存性との相関

Interrelation of bending strain with uniaxial tensile/compressive strain dependence of critical current of DI-BSCCO tapes

長村光造 (応科研); 町屋修太郎 (大同大); 長部吾郎, 山崎浩平, 山田雄一, 藤上純 (住友電工);
Damian P. HAMPSHIRE (Durham Univ.)

OSAMURA Kozo (RIAS); MACHIYA Shutaro (Daido Univ.); OSABE Goro, YAMAZAKI Kouhei, YAMADA Yuichi,
FUJIKAMI Jun (SEI); Damian P. HAMPSHIRE (Durham Univ.)

E-mail: kozo_osamura@rias.or.jp

1. はじめに

前の講演でDI-BSCCO線材について、スプリングボードを用いて、一軸性の引張・圧縮を与えた状態で臨界電流のひずみ依存性の測定を行った。その結果は Fig.1 に示すように要約される。 I_{BSCCO}^c は BSCCO フィラメントに生起する歪の負荷歪(A_a)依存性を示している。圧縮側、引張側それぞれのフィラメントが破断し始める限界の歪を A_{acr} , A_{atr} とすると、その内側では臨界電流の歪依存性は可逆となる。Fig.1 の上図に対応する臨界電流の変化を示す。可逆歪範囲では臨界電流は歪が減少するとほぼ線形に増加する。しかしフィラメントが破断すると臨界電流は急速に減少することを模式的に示している。

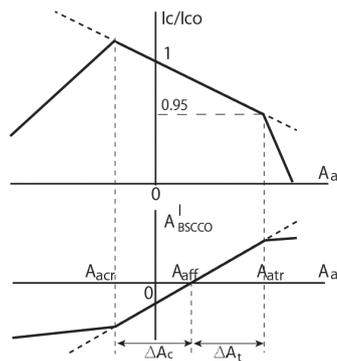


Fig.1 Schematic illustration of the critical current and the local strain exerted on BSCCO filaments as a function of applied strain.

一方臨界電流の曲げ歪依存性には圧縮と引張の歪が同時に影響することになる。そこでスプリングボードの実験で得られた臨界電流の一軸性歪依存性との関係を検討したところ、両者の臨界電流の歪依存性に1対1の相関があることが明らかになったので報告する。

2. 実験方法

供試料は住友電工製の DI-BSCCO テープで、数種の金属テープをラミネートした補強テープを用いた。これを室温で所定の直径の治具に巻き付けて曲げ変形を与えた。その後直線状にして臨界電流測定用のホルダーに取り付けた。臨界電流測定は液体窒素中で行った。また Spring-8 において試料テープを曲げた状態で BSCCO フィラメントに分布する歪の状態を観察した。前講演で報告したスプリングボードによる実験結果を解析に用いた。

3. 実験結果および考察

Fig.2 に臨界電流の一軸性圧縮/引張歪依存性を示す。ここで Fig.1 の模式図に対応させて考えると、(1)の領域はフィラメントの破断が起らない可逆歪領域である。(2)の領域は引張荷重によりフィラメントが破断して急速に臨界電流が減少す

る。(3)の領域は圧縮荷重によりフィラメントが座屈やせん断破壊により臨界電流が徐々に減少する領域である。(4)の領域はさらに大きな脆性破断が起こるため臨界電流が急速に減少している。

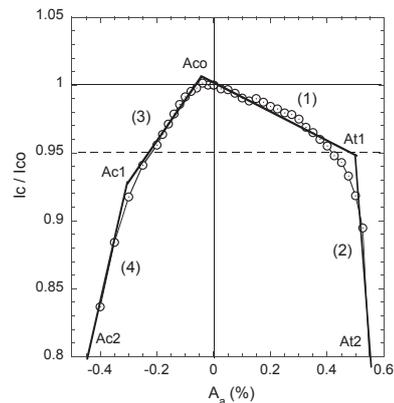


Fig.2 Uniaxial strain dependence of critical current for the stainless sheet laminated BSCCO tape

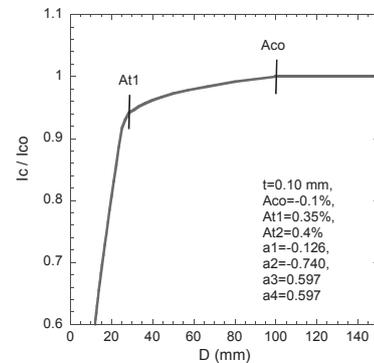


Fig.3 Calculated critical current as a function of bending diameter for the stainless sheet laminated BSCCO tape.

DI-BSCCO テープでは中心部分の厚さ約 0.1mm の範囲は純銀に囲まれた多数本の BSCCO フィラメントで構成されている。このテープを直径 D まで曲げると、歪ゼロの中立面の外側では最大引張歪(A_a)まで、内側では最大圧縮歪(A_a)まで歪が連続して変化する状態になる。臨界電流の曲げ歪依存性は Fig.2 に示すデータについて A_{ac} から A_{at} までの積分をとることにより評価することができる。このようにして計算で求めた臨界電流の曲げ直径依存性を Fig.3 に示す。図中に直径に対応する一軸性歪の値を A_{co} , A_{t1} で示した。このことより $A_{co} \sim A_{t1}$ の間では Fig.2 の圧縮歪の(3)の部分でのフィラメントの座屈等による臨界電流の減少に対応する。 A_{t1} より小さな直径では(2)の領域の引張歪によるフィラメントの急速な破断に対応させることができる。

今回は特に臨界電流の曲げ歪依存性への一軸性圧縮・引張歪の寄与を明確に分離して議論できることを示した。

Pb を含む高温超伝導相 Bi,Pb-2223 薄膜の組織と超伝導特性

The microstructure and superconducting properties of High-Tc Bi,Pb2223 thin films

松本 明善, 北口 仁(物材機構); 土井 俊哉(京大); 波多 聡(九大)
 MATSUMOTO Akiyoshi, KITAGUCHI Hitoshi (NIMS); DOI Toshiya (Kyoto Univ.);
 HATA Satoshi(Kyushu Univ.)
 E-mail: matsumoto.akiyoshi@nims.go.jp

1. はじめに

ビスマス系線材の特性が近年飛躍的に上昇し、実用化を目指した機器開発が盛んに行われている。特に省エネルギー利用を目指した電力ケーブル、MRI 用マグネットやモーター等への応用が期待されている。これらの用途に用いるためにはビスマス系線材のさらなる臨界電流密度特性(J_c)向上が課題となっている。我々のグループでは J_c 特性向上のための指針を得るために線材と同じ元素数を有した Bi,Pb-2223 薄膜を用いた基礎的な研究を行ってきており、 J_c 特性や Bi,Pb-2223 相の生成メカニズム等の解明を行っている。一方で、薄膜の研究は遠藤らによって得られた CVD 法薄膜において非常に高い特性が得られていた[1]が、それ以降ほとんど研究が行われていなかった。近年、我々のグループでは Bi,Pb-2223 ペレットと同時に熱処理を行う手法により、Pb を Bi-2223 相中に注入することに成功し、高い特性を上げつつある[2-3]。本報告では得られた薄膜における超伝導特性とその組織について報告を行う。

2. 実験方法

前駆体薄膜は rf スパッタ蒸着法を用いて作製を行った。薄膜作製にあたり、 $\text{Bi}_{2.0}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{2.5}\text{Cu}_{2.5}\text{O}_x$ ペレットの焼結体ターゲットを用いた。スパッタ蒸着用ターゲットは目的の組成に秤量後、 830°C で 10 時間の仮焼を行った後、粉碎、混合し、ペレット成形を行い、さらに 840°C で 10 時間の本焼成を行って作製した。薄膜蒸着条件としては 50 Pa 純酸素雰囲気下で基板温度を 700°C として STO(100)基板上に成膜を行った。得られた前駆体膜は、特性改善と Pb 挿入を目的とし、Bi,Pb-2223 ペレットとともに焼鈍熱処理を施した[1-2]。さらに超伝導特性向上のため、 450°C で純酸素気流中での後焼鈍を行った。これらの薄膜について X 線回折、SEM、TEM、STEM 等による組織観察および超伝導特性の評価を行った。

3. 結果および考察

図 1 にスパッタ蒸着後と焼鈍後の薄膜の XRD パターンの結果を示す。熱処理前と熱処理後でそのピーク強度を比較するために同じスケールで表示を行っている。蒸着膜では Bi-2223 相の 001 ピークと基板のピークのみ観察され、STO 基板上に Bi-2223 相が形成されていることが確認できる。ただし、その強度は低く、ピークの半値幅も大きい。その後、熱処理を行ったところ、その強度は図に示すように桁違いに大きくなり、半値幅も減少し、強い 001 ピークが観察された。このことから、焼鈍によって結晶性が良くなったと考えている。一方で、ICP 測定による薄膜内組成分析を行ったところ、ターゲットに Pb が大量に存在するにもかかわらず蒸着膜では全く入っていないことがわかった。一方、熱処理を行ったところ Pb 量が Bi:Pb = 1.5:0.4 程度まで含まれることがわかった。

図 2 は液体窒素付近の温度における J_c - B 特性についての結果を示した。図中には比較のために DI-BSCCO 線材の特性と遠藤らによって得られた MOCVD 膜の特性も示した。当初得られていた薄膜は 78K でその特性は DI-BSCCO 線材と同様であった。組織的には Fig.1 のような強い c 軸配向した組織が得られているにもかかわらず、その特性は低いものであった。その大きな要因の一つはキャリア濃度のコントロール

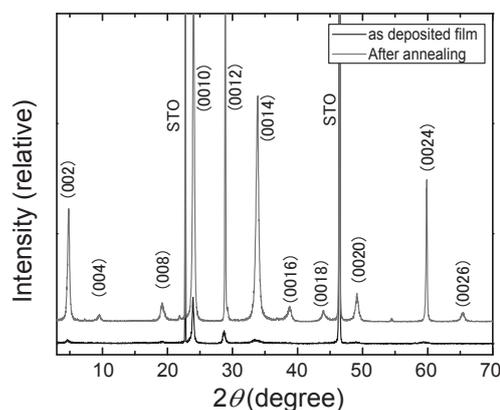


Fig. 1 XRD pattern of as-deposition and after annealing film of Bi,Pb-2223 thin film.

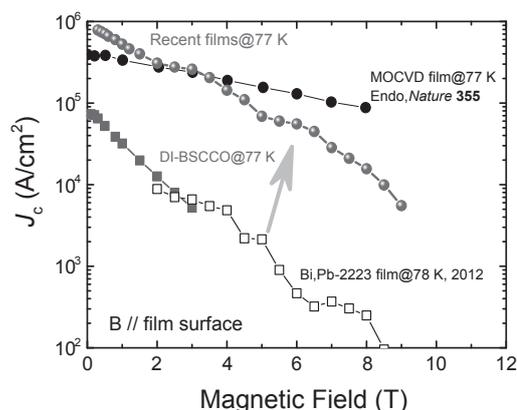


Fig. 2 The J_c as a function of magnetic field of Bi,Pb-2223 films.

である事がわかった。後焼鈍処理として酸素雰囲気下で熱処理を行うことによって特性は格段に向上していき、現時点では 77.3 K 、自己磁場中で最高値の 0.9 MA/cm^2 を達成することに成功した。一方で、強い c 軸配向膜を得られている一方で、磁場方位に対しては極端に弱いこともわかってきた。

4. まとめ

スパッタ法と目的組成のペレットと同時に熱処理を行う手法により Bi,Pb-2223 薄膜の作製し、高い J_c 特性を有した薄膜の作製に成功した。

参考文献

- [1] K. Endo *et al.*, Nature **355**, 327, 1992
- [2] 吉村卓哉ら, 低温工学 **48**, 95, 2013.
- [3] A. Matsumoto *et al.*, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **23**, 7500504, 2013

Ca ドープ及び低温アニールによりキャリア制御を試みた $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_y$ 薄膜の超伝導特性

Superconducting properties on $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_y$ films attempted to control carrier by Ca doping and low temperature annealing

小島 翔, 一野 祐亮, 吉田 隆(名大工)

KOJIMA Sho, ICHINO Yusuke, YOSHIDA Yutaka (Nagoya Univ.)

E-mail: kojima-syo11@ees.nagoga-u.ac.jp

1. はじめに

超伝導マグネットなど磁場中の使用が期待される超伝導体において、上部臨界磁場 B_{c2} の向上は重要な課題である。我々のグループはこれまでに、 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ 薄膜の Cu サイトを 3d 遷移金属で置換することで、 B_{c2} が大きく向上することを報告してきた[1]。一方 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ 薄膜の 3d 遷移金属置換による重大な課題として置換金属の置換位置の同定や、超伝導転移温度 T_c が大きく低下することなどが挙げられる。最近では超伝導機器を 77 K 以下の温度領域で運用することも考えられており、3d 遷移金属置換 YBCO も 77 K 以下での高特性が期待されたものの、 T_c 低下の大きさから十分な特性は得られなかった。 T_c 低下の原因は明らかではないが、元素置換により超伝導転移を担うキャリアへの影響があると考えられる。

そこで本研究では特に T_c の低下という課題に着目し、その解決に向けて低温長時間アニール、及び $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_y$ 薄膜への Ca^{2+} ドープという異なる 2 種類のアプローチにより、キャリアの制御を行うことで T_c 及び J_c の向上を試みた。 Ca^{2+} ドープに関しては組成や置換量が連続的に変化した薄膜を 1 度の成膜で作製できるコンビナトリアル-PLD 法 (C-PLD 法) を用いて、 $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ 薄膜、及び Co の置換量を変えた $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.995}\text{Co}_{0.005})_3\text{O}_y$ 薄膜の Ca の置換量 z を 0~0.1 まで連続的に変化させ、置換量に対する超伝導特性への影響を検討した。

2. 実験方法

SrTiO_3 単結晶基板上に 4 倍波 Nd:YAG レーザー (波長 266 nm) を用いて $\text{YCaBa}(\text{CuM})\text{O}$ 薄膜を作製した。基板ヒーター温度 920 °C、酸素圧力 40 Pa、ターゲット-基板間距離 40 mm、レーザーエネルギー密度 2.0 J/cm^2 で成膜を行った。M 元素として最も B_{c2} 向上効果が大きかった Co を選定し、C-PLD 法では $\text{YBa}(\text{CuCo})\text{O}$ 焼結体と添加量 $z = 0.1$ とした Ca 置換 $\text{YBa}(\text{CuCo})\text{O}$ 焼結体を用いた。作製した薄膜の配向性及び結晶性は X 線回折法で、超伝導特性は直流四端子法で、また薄膜の置換量は SEM に付随したエネルギー分散型 X 線分光器でそれぞれ評価した。

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。

Fig. 1 に $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ 薄膜における T_c 近傍の T - B_{c2} 直線を外挿した 0 K における B_{c2} である $B_{c2}(0)$ の Ca 置換量依存性を示す。なお、 $B_{c2}(T)$ は、種々の印加磁場下において温度に対する電気抵抗率を測定し、常伝導抵抗率の 50% となる温度と磁場で定義した。 $B_{c2}(0)$ は Ca 無置換試料と比べ低下し 230 T 程度となったものの、pure-YBCO 試料の 101 T と比較し約 2.3 倍の値を示した。

Fig. 2 に $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ 薄膜に関する T_c 及び J_c の Ca 置換量依存性を示す。Fig. 1 に示すように、Ca 置換量 z に対して $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ 薄膜の T_c 及び J_c はおおよそ上に凸の形状を示し、極大値を持つことを確認した。その値は $z = 0.045$ の Ca 置換試料で $T_c = 86.3 \text{ K}$ 、 $J_c = 0.86 \text{ MA/cm}^2$ となり、Ca 無置換試料と比較し T_c が約 3 K、 J_c が約 0.7 MA/cm^2 程度向上した。これは 3d 遷移金属置換によりアンダードープ状態となったキャリアが Ca^{2+} 置換によりドープさ

れ、 $z = 0.045$ 付近で最適ドープ状態となったことを示唆していると考えられる。また Ca の置換量がさらに増加するとキャリアがオーバードープ状態となり T_c 及び J_c が低下したと考えられる。

ただし、65 K における J_c は、最も特性の高い $z = 0.045$ の Ca 置換試料において 1.86 MA/cm^2 である。これは同温度における pure-YBCO 試料の J_c と比較して 1 / 5 程度であり、十分な値とは言えない。今後は低温領域における特性に着目し、77 K 以下の温度領域における特性のさらなる向上を図る予定である。

4. まとめ

本研究では Cu サイトに 3d 遷移金属である Co を置換した YBCO 薄膜に Ca をドープし、その超伝導特性を評価した。その結果、 T_c 及び J_c は Ca の置換量に対して上に凸の傾向を示し、置換量 $z = 0.045$ で最大値 $T_c = 86.3 \text{ K}$ 、 $J_c = 0.86 \text{ MA/cm}^2$ を示した。これは Ca 置換によりキャリアがドープされたためと考えられる。

謝辞

本研究の一部は、科学研究費補助金(23226014,19676005,25289358)からの助成を受けて実施したものである。

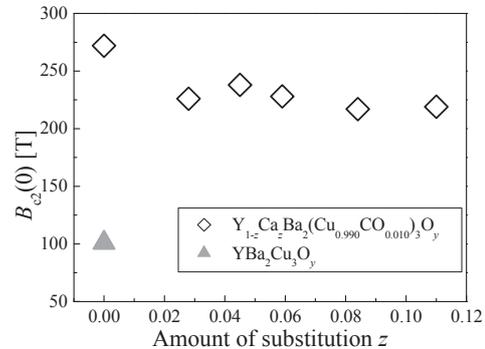


Fig. 1 Amount of Ca substitution dependences of $B_{c2}(0)$ for $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ thin films.

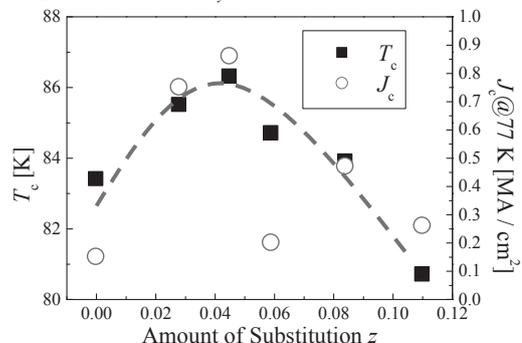


Fig. 2 Amount of Ca substitution dependence of T_c and J_c for $\text{Y}_{1-z}\text{Ca}_z\text{Ba}_2(\text{Cu}_{0.990}\text{Co}_{0.010})_3\text{O}_y$ thin films.

参考文献

- 小島ら 第 87 回・低温工学・超伝導学会講演概要集、2P-p13, p. 117.

**BaHfO₃ 添加 RE_{1+x}Ba_{2-x}Cu₃O_y (RE = Gd, Sm) 薄膜における
RE 元素の違いによる磁束ピンニング特性
Difference of Rare Earth elements in BaHfO₃ doped REBa₂Cu₃O_y (RE = Gd, Sm)
thin films on the Flux pinning properties**

樋川 一好、吉田 隆、一野 祐亮 (名大); 吉積 正晃、和泉 輝郎 (SRL)
HIKAWA Kazuyoshi, YOSHIDA Yutaka, ICHINO Yusuke, (Nagoya Univ.);
YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo, (ISTEC)
E-mail: hikawa-kazuyosi12@ees.nagoga-u.ac.jp

1. はじめに

BMO (BMO: M= Zr, Sn, Hf)材料は気相成長法により作製された REBa₂Cu₃O_y (RE: Rare Earth)薄膜中では基板に垂直にナノロッドとして成長し、基板に垂直に印可された磁場に対して強いピンニング力を有することが知られており、その形状は成膜温度や REBCO と BMO との組み合わせなどによって変化することが報告されている[1-3]。これまで、我々は IBAD-MgO 基板上に成膜した BaHfO₃ (BHO) 添加 GdBa₂Cu₃O_y 薄膜において、直線的なナノロッドを導入することにより磁場中で高い J_c を示すことを報告した[4]。そこで本研究では、BHO ナノロッドを導入した GdBa₂Cu₃O_y (GdBCO)及び SmBa₂Cu₃O_y (SmBCO)薄膜を同一の成膜条件により作製し、Rare Earth の違いによる超伝導特性及びナノロッドの形状変化を明らかにすることを目的とし、BHO 添加 GdBCO 及び SmBCO 薄膜を作製し、超伝導特性及びナノロッドの微細構造評価を行った。

2. 実験方法

KrF エキシマレーザーを用いたパルスレーザー蒸着法により、IBAD-MgO 基板上に BHO を導入した GdBCO 及び SmBCO 薄膜を作製した。成膜は基板温度 780 °C、酸素分圧 53 Pa、ターゲット-基板間距離 60 mm、繰り返し周波数 10 Hz で同一の条件の下で行った。また、BHO の添加方法は GdBCO 焼結体に扇状に加工した薄い BHO 焼結体を乗せて成膜を行う修飾ターゲット法を用い、扇状 BHO の角度を変化させることで BHO 添加量の制御を行った。

作製した薄膜は X 線回折(XRD)法により結晶構造を、直流四端子法を用いて超伝導特性の評価を行った。また、薄膜の微細構造観察に透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。BHO ナノロッドの数密度は薄膜表面を Br メタノールエッチングし、母相と BHO ナノロッドのエッチングレートの違いにより相対的に突出する BHO ナノロッドの数を AFM (Atomic Force Microscope) 観察像から数えることで算出した。

3. 実験結果及び考察

Table 1 に pure 及び BHO 添加した SmBCO 及び GdBCO 薄膜の T_c 及び c 軸長を示す。XRD測定により pure-GdBCO 及び SmBCO 薄膜は良好な c 軸配向を示し、臨界温度 T_c はいずれも 92.5 K を示した。次に、1.5 vol.% の BHO を添加した薄膜は大幅に T_c が低下し、GdBCO 薄膜及び SmBCO 薄膜それぞれで 89.5 K 及び 90.0 K を示した。さらに、BHO を添加した薄膜は c 軸長が 11.79 Å を示し、無添加の薄膜と比較して伸長しており、REBCO と BHO との格子ミスフィットによるものと考えられる。

次に Fig. 1 に pure-REBCO 及び 1.5 vol.% の BHO を添加した REBCO 薄膜の、77 K における B//c 方向に対する J_c の磁場依存性を示す。まず、無添加の薄膜では SmBCO 薄膜及び GdBCO 薄膜は 1 T ではほぼ同様な J_c = 0.5 MA/cm² を示したのに対して、GdBCO 薄膜は特に 6 T 以上において高い J_c を示した。次に BHO を添加した薄膜では、J_c^{self} はそれぞれ J_c^{self} = 1.81 MA/cm² (GdBCO)及び J_c^{self} = 1.24

MA/cm²(SmBCO)とほぼ同等の値を示した。一方、磁場中 J_c は 1 T 以上において GdBCO 薄膜の方が 3 倍程度高い J_c を示した。両薄膜におけるこの J_c の違いは、SmBCO 薄膜の 1 T 以下の低磁場における J_c 低下が大きいことが要因であると考えられる。

今後、添加量に対する BHO ナノロッドの数密度変化から、RE 元素の違いによる BHO ナノロッドの形状変化を明らかにするとともに、添加量に対する T_c の傾向や J_c の磁場印加角度依存性から BHO ナノロッドの磁束ピンニング特性を議論する予定である。

Table 1 T_c and c-axis lengths for the pure-REBCO and 1.5 vol.% BHO doped REBCO thin films

		T _c	c 軸長
Pure-REBCO	GdBCO	92.5	11.74
	SmBCO	92.5	11.75
1.5vol.% BHO doped REBCO	GdBCO	89.5	11.79
	SmBCO	90	11.79

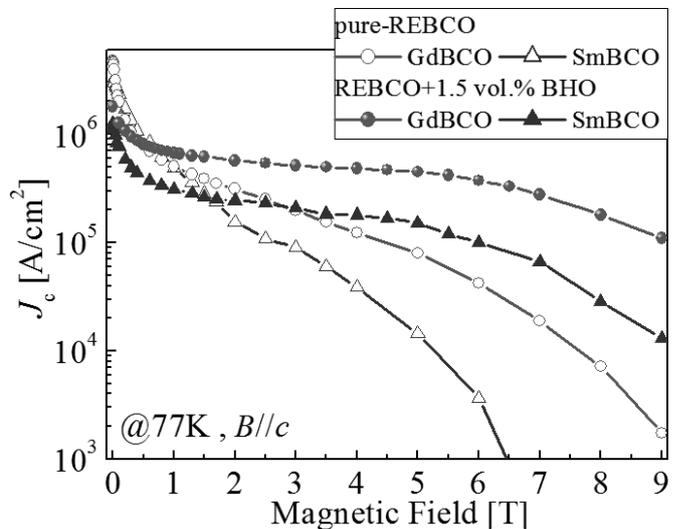


Fig. 1 Magnetic field dependence of J_c for the pure-REBCO and 1.5 vol.% BHO doped REBCO thin films at 77 K in B//c.

4. 謝辞

本研究の一部は、科学研究費補助金(23226014, 19676005, 25289358)からの助成及び、ISTEC を通じて NEDO から委託を受けて実施したものである。

5. 参考文献

- P. Mele, *et al.*: Supercond. Sci. Technol. 21 (2008) 032002
- T. Ozaki, *et al.*: TEION KOGAKU 44 (2009) 549-557
- B. Maiorov, *et al.*: Nature Materials 6 (2009) 398
- 樋川ら:第74回応用物理学会春季学術講演会 29P-G3-1 (2013)

超伝導膜中ナノロッドの成長に関する一考察

An explanation for the growth of nano-rods in superconducting films

向田 昌志 (九州大工); 一瀬 中 (電中研); Paolo Mele (広島大工); 松本 要 (九工大); 吉田 隆 (名古屋大工);
堀井 滋 (京成大工)

M. Mukaida (Kyushu Univ.); A. Ichinose (CRIEP); P. Mele (Hiroshima Univ.); M. Matsumoto (Kyshu Inst. of Tech.);
Y. Yoshida (Nagoya Univ.); S. Horii (Kyoto Univ.)

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

1 はじめに

高温超電導体のパワー応用に向けて、 $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 薄膜中への人工ピンニングセンタ導入 [1] の研究が活発化している。特に磁場中での臨界電流密度 (J_c) の低下が大きい、 c -軸方向について、磁場中 J_c の増加が求められている。我々は BaZrO_3 や BaSnO_3 を導入した $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 膜が 77.3 K で 28.3 GNm⁻³ ものピン力を持つことを報告してきた。[2] これらの膜中の BaZrO_3 や BaSnO_3 ナノロッドが膜中で曲がっていることが透過電子顕微鏡観察から分かっている。今回、このナノロッドの成長メカニズムを考察したので報告する。

2 実験方法

BaZrO_3 や BaSnO_3 を導入した $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 膜はエキシマレーザー蒸着法により作製した。ターゲットには 3% から 4% の BaZrO_3 もしくは、 BaSnO_3 がドープされた $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 焼結体を用いた。ナノロッドの形状は、表面および断面透過電子顕微鏡観察 (TEM) により評価した。また、表面形状は原子間力顕微鏡 (AFM) と走査電子顕微 (SEM) で観察した。薄膜の膜厚は FE-SEM (JSM-6500F) により計測した。

3 実験結果および考察

XRD $\theta/2\theta$ 測定結果より、 BaZrO_3 、 BaSnO_3 がドープされた $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 薄膜であることが分かっている。図 1 に得られた膜の、それぞれ (1) 表面と (2) 断面の透過電子顕微鏡像を示す。表面から見えるナノロッドの長さから、外周部に行くに従って、ナノロッドが曲がっていると判断できる。さらに、曲がりは最終的に隣の花火構造の曲がりと接したところで不鮮明になって終わっている。しかも、薄膜の成長初期にはナノロッドは基板表面に垂直であり、膜の成長に従って徐々に曲がりが発生している。なお、図 2-(a) における曲がったナノロッドはほぼ同じ軌道を通っていることについては、一瀬等が詳しく解析している。[3]

我々は花火構造の大きさ (200nm ~ 600nm ほど) が AFM 像から測定される結晶粒の大きさに近いことから、結晶粒の大きさに対応しており、さらに、このナノロッドの曲がりが膜表面の法線ベクトルの方向に対応していると考えた。[4] 超伝導膜は Stranski-Krastanov mode で成長することが知られている。

そのため、成長初期には、膜は 2 次元 layer by layer モードで成長し、その場合の膜表面はほぼフラットであることから、ナノロッドは垂直に成長する。膜の成長が徐々に spiral 成長に移ると spiral の中心から遠ざかるに従って、その表面形状を反映し、nanorods に曲がりが生じていると考えられる。さらに、この膜では、断面 TEM 像から、花火構造の境界付近の膜表面に段差があることが分かった。この段差は、結晶粒の段差を反映していると考えられる。また、我々は、ほぼ基板面に垂直なナノロッドを持つ $\text{ErBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 膜の成長に成功している。その膜の表面は非常にフラットであることが分かった。これもナノロッドが膜表面の法線ベクトルの方向に成長している証拠となっている。

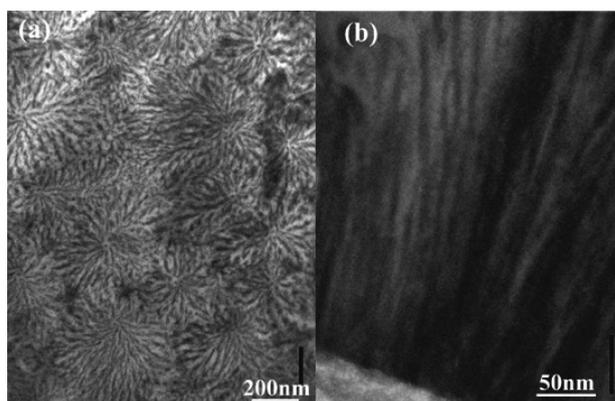


Figure 1: (a) a planar view TEM image and (b) a crosssectional TEM image of the films.

更に今回の報告では、不鮮明になってからどのように成長するかについても言及する。

4 まとめ

BaZrO_3 や BaSnO_3 を導入した $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 膜に現れるナノロッドの花火構造の発生メカニズムについて考察した。花火構造の大きさ (200nm ~ 600nm ほど) は膜の結晶粒の大きさに対応している。ナノロッドの曲がりは超伝導膜が Stranski-Krastanov mode で成長することから、表面の形状を反映し、表面の法線方向に成長していると考えると矛盾無く説明できる。

謝辞

本研究は、日本学術振興会の科研費 (23560801) の助成を得て行ったものである。

References

- [1] M. Mukaida, *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys. pt. 2* **43**, L1623 (2004).
- [2] P. Mele, *et al.*, *Supercond. Sci. Technol.* **21**, 32002 (2008).
- [3] A. Ichinose, *et al.*, *Abstracts of CSJ Conference* **79**, 1 (2008).
- [4] M. Mukaida, *et al.*, *SUPERCONDUCTIVITY CENTENNIAL CONFERENCE 2011* **36**, 1631 (2012).

マスクレスレーザースクライビング法で作製した分割線材の評価

Development of filamentarization technique for coated conductors by etching-less laser scribing

町 敬人, 中尾公一, 吉積正晃, 和泉輝郎, 田辺圭一(超電導工学研究所)

Takato MACHI, Koichi Nakao, Masateru Yoshizumi, Teruo Izumi, 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、細線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、我々はこれまでレーザーを用いた切断およびスクライビング技術の開発を行っている。従来は、レーザー照射と化学エッチングを組み合わせることで、長尺線材の分割加工を成功させてきた[1]が、長尺加工においては化学エッチングによるオーバーエッチングの発生を回避することが困難であることが分かってきた。今後、更なる細線化および高い均一性を必要とする応用には、オーバーエッチングによるフィラメント幅や特性のばらつきを抑制しなければならない。化学エッチングを用いずにレーザー照射だけでスクライビングする手法としては、KITグループがパルス幅を狭くして1パルス当たりのダメージを少なくしたピコ秒レーザーによる加工法を報告している[2]が、この方法ではフィラメント間の電気絶縁が確保できず、交流応用ではカップリング損失を低減することができないと考えられる。そこで、溝幅を低減させながらオーバーエッチングが生じず、フィラメント間抵抗も確保できる加工方法を実現する試みとして、エキシマレーザー照射を用いたスクライビング加工を行うマスクレス(エッチングレス)スクライビング手法を開発したので報告する。

2. 実験結果および考察

(1) UVレーザーの選択

本用途に適した高出力のUVレーザーとして固体レーザーであるYAGの4倍高調波($\lambda=266\text{nm}$, ビーム幅 $20\mu\text{m}$)と、ガスレーザーであるExcimer KrF($\lambda=248\text{nm}$, ビーム幅 $25\mu\text{m}$)の2種類のレーザー光源を用いた加工の比較を行った。いずれの場合も光学マスクにより長方形に整形したレーザービームを照射した。

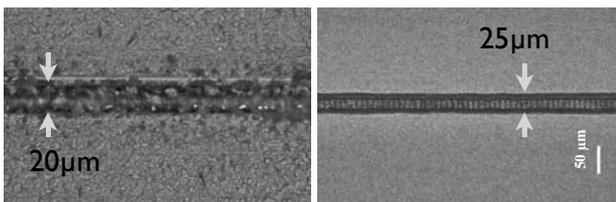


Fig.1 Photographs around slot formed by YAG (left) and Excimer (right).

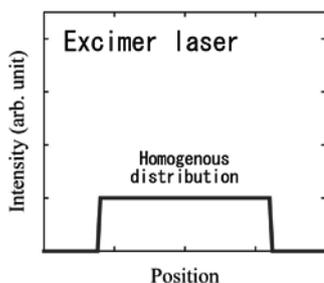


Fig.2 A schematic view of the distribution of laser output

図1にYAGの4倍高調波と、Excimer KrFによる加工後の写真を示す。それぞれのフィラメント間抵抗は、YAGでは $2\Omega\text{cm}$ 未満で、Excimerでは $8\text{M}\Omega\text{cm}$ 以上となった。写真から明らかにExcimer KrFで形成した溝の端部は平坦であり、そのためフィラメント間抵抗が確保されたと思われる。つま

りExcimer KrFでは図2のような理想的なビーム強度分布が実現したため加工精度が高まったと考えられる。したがってExcimerレーザーの方がこの加工には適していると判明した。

(2) エキシマレーザーによる加工

前項の結果を受けて、短尺のY系線材(PLD/IBAD)においてExcimer KrFを光源としたエッチングレススクライビング加工を行った。ここで、ビームの長方形のサイズを $50\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$ とした。これは、光路中でビームを15倍に拡大して、 $750\mu\text{m}\times 7500\mu\text{m}$ のマスクを挿入し、線材直上の焦点レンズで1/15に集束させることによって実現した。線材を動かしながら、このビームによる照射を同じ場所に2回ずつ行って、スクライビング加工を行った。

図3に長さ20mmで5mm幅の線材を、エキシマレーザーによるスクライビング加工により10分割した線材について、各フィラメントのI-V特性を測定した結果を示す。溝幅はビームサイズ通り、 $50\mu\text{m}$ であった。両サイドにもレーザーを照射してフィラメント1とフィラメント10が電氣的に繋がらないようにしている。そのため、溝形成による面積低下率は18%であり、それを差し引いた面積での I_c を加工前と比較した結果、加工による I_c 低下は約4%という結果を得た。化学エッチングを用いた場合には、少なくとも10%以上の加工低下が生じていたのと比較して、この手法の優位性が示された結果となった。

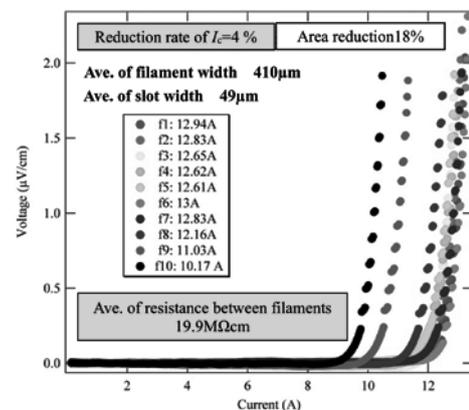


Fig.3 I-V curves of each filaments processed by etching-less laser scribing (5mm W, 10-filament).

以上のように、エキシマレーザーを照射するだけでスクライビング加工することは実現可能であり、今後は長尺線材への適用、安定加工などの課題を克服していく予定である。

3. 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。

4. 参考文献

- [1] T. Machi, et al., Supercond. Sci. Technol. 26 (2013).
- [2] R. Nast, et al., CCA2012.

塩素ドーブ FF-MOD 法 Y123 薄膜の厚膜化

Increase in thickness of chlorine-doped Y123 thin films by FF-MOD method

元木 貴則, 下山 淳一, 山本 明保, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工)

MOTOKI Takanori, SHIMOYAMA Jun-ichi, YAMAMOTO Akiyasu, OGINO Hiraku and KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo)

E-mail: 3064622801@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

有機金属熱分解法(MOD)法は製造コストが低いため、 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (Y123)超伝導体薄膜の作製に適した手法である。なかでもトリフルオロ酢酸塩を原料とした TFA-MOD 法が主流で、既に長尺線材の作製手法が確立されている。一方、フッ素を含まない Fluorine-Free MOD (FF-MOD)法は反応が単純で、Y123 相の結晶化が非常に速い^[1]が、他の手法で作製された薄膜に比べて磁場中での J_c を低い。その一因として、結晶性の高さを反映して欠陥や不純物が膜中から押し出されてしまい、有効なピンニングセンターの導入が困難であったことが挙げられる。前回我々は原料溶液に塩素ドーブを行い適切な条件下で焼成することにより、 $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ (Ba2342)酸塩化物が Y123 に対して格子整合性の高いピンニングセンターとして導入でき磁場中の J_c 特性を大きく改善することを報告した。本研究では、高 J_c 化を目的に塩素ドーブ Y123 薄膜の厚膜化を試みた。FF-MOD 法では均質で平坦な表面を持つ薄膜が得られるという特徴を活かし、2 回焼成により厚膜化を行った。

2. 実験方法

Y, Ba, Cu のアセチルアセトン塩溶液に微量の塩酸を添加して、仕込組成が $\text{YBa}_{2+2x}\text{Cu}_{3+3x}\text{Cl}_{2x}$ ($x = 0, 0.05$) となるように原料溶液を用意した。STO(100)単結晶基板上に溶液を塗布後、酸素気流中 $\sim 500^\circ\text{C}$ で仮焼して有機物を分解した。この操作を複数回繰り返して仮焼膜を作製し、続いて O_2/Ar フロー中 $P_{\text{O}_2} = 10 \text{ Pa}$, 800°C , 30 min の条件下で焼成した後、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。厚膜化のため一部試料では焼成後の薄膜に 2 度目の溶液塗布・仮焼・焼成・アニールを施した。本研究では塗布回数として 3 層薄膜及び 7 層薄膜を作製し、膜厚はそれぞれ約 $0.4 \mu\text{m}$, $0.9 \mu\text{m}$ であった。これらの薄膜に対して、X 線回折による構成相の同定、SEM, TEM による微細組織観察、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

2 回焼成により作製した $x = 0, 0.05$ の 7 層薄膜の表面 XRD パターンを Fig. 1 に示す。塩素ドーブを行うことで Ba2342 の生成とともに強く c 軸配向した Y123 薄膜が得られた。ノンドーブの試料では (001) 面のピーク強度が弱く配向度は低い。このことから、Ba2342 は Y123 と格子の整合性が高いために、厚膜化した際に Y123 の c 軸配向を助ける働きがあると考えられる。3 層薄膜と 7 層薄膜の塩素ドーブの有無による J_c 特性を Fig. 2 に示す。ノンドーブで厚膜化した試料では配向度の低下から大きく J_c 特性が低下した。2 回焼成により作製した塩素ドーブ 7 層薄膜では、77 K においては J_c がやや低下したものの、40 K において

塩素ドーブ 3 層薄膜と同等の高 J_c を維持した。塩素ドーブと 2 回焼成を組み合わせることで、 J_c 特性を維持したまま 2 倍以上の厚膜化に成功した。1 回目の焼成後に薄膜表面に析出した Ba2342 が 2 回目の焼成において配向を補助するテンプレートとして働いた可能性が考えられる。Ba2342 の析出を制御することで、Y123 母相の c 軸配向度を低下させることなくさらなる厚膜化や他の不純物ピンニングセンターの導入が可能になると期待している。

参考文献

- [1] Y. Ishiwata *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **23** (2013) 7500804.

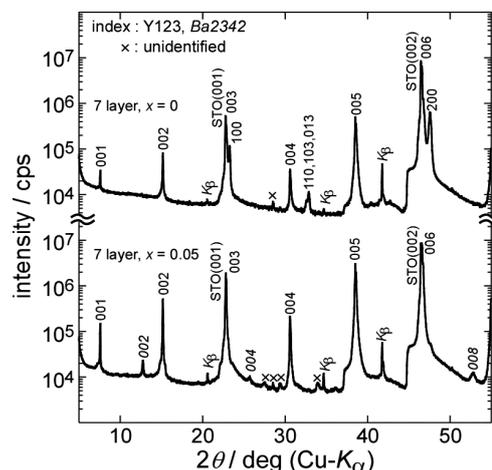


Fig. 1 Surface XRD patterns of the undoped and chlorine doped 7 layer Y123 films.

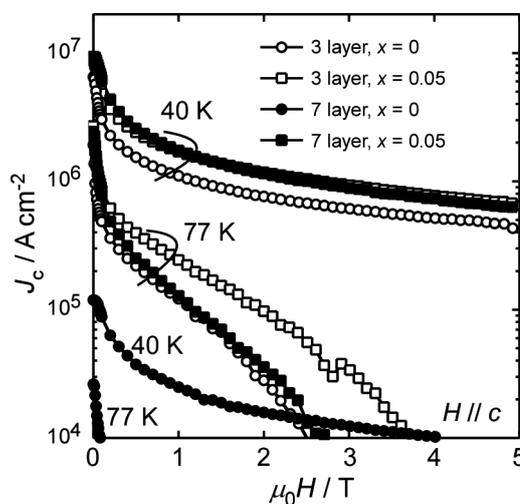


Fig. 2 J_c - H curves of the undoped and chlorine doped Y123 films with 3 layer ($\sim 0.4 \mu\text{m}$) and 7 layer ($\sim 0.9 \mu\text{m}$).

TFA-MOD REBa₂Cu₃O_y 線材の最適酸素アニールによる高特性化

Influence of annealing treatments on the superconducting properties of TFA-MOD REBa₂Cu₃O_y coated conductors

小峯 拓也, 江幡 勇紀, 三浦 正志(成蹊大); 高木 裕司, 中岡 晃一, 吉積 正晃, 和泉 輝郎, 塩原 融(超電導工学研究所)
 KOMINE Takuya, EBATA Yuki, MIURA Masashi (Seikei Univ.); TAKAGI Yuji, NAKAOKA Koichi,
 YOSHIKUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (SRL-ISTEC)
 E-mail: dm126313@cc.seikei.ac.jp

1. はじめに

Trifluoroacetates-Metal Organic Deposition (TFA-MOD)法により作製した REBa₂Cu₃O_y (REBCO)線材は、液体窒素温度(77 [K])下においても高い超伝導特性を示すため、電力機器への応用が期待されている[1]。しかし、応用のためには更なる臨界電流密度(J_c)の向上が必要である。臨界温度(T_c)や自己磁場 J_c ($J_c^{s.f.}$)の向上に向け、REの一部を異なる RE で置換することで超伝導特性が向上することが報告されている[2]。また、別の方法として酸素アニールによるキャリア制御(酸素量の最適化)が挙げられる。バルク体における酸素アニールの最適温度はREBCOによって異なることが報告されている[3]。しかし、TFA-MOD REBCO 薄膜線材における最適温度は報告されていない。

そこで、本研究では TFA-MOD YBa₂Cu₃O₇(YBCO)線材及び Yの一部を Gd で置換した TFA-MOD Y_{0.77}Gd_{0.23}Ba₂Cu₃O₇(YGdBCO)線材を作製し、酸素アニール温度(T_A)の違いが結晶性及び超伝導特性に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

本研究では、PLD-CeO₂/LMO/IBAD-MgO/Gd₂Zr₂O₇/Hastelloy C276™ 基板[4]上に TFA-MOD 法を用いて YBCO 線材および YGdBCO 線材を作製した。作製した YBCO 線材の膜厚は 0.621 [μm]、YGdBCO 線材の膜厚は 0.508 [μm]である。

各線材の酸素アニール時の保持時間は 3 時間一定とし、 T_A を 300 °C ~550 °C と変化させ酸素アニールを行った。また、本実験では温度による超伝導特性の違いを調べるために保持後に酸素を流さず急冷した。作製した線材の結晶性、超伝導特性はそれぞれ X 線回折法、四端子法を用いて行った。

3. 実験結果

REBCO 超伝導体は酸素量が多いほど、 c 軸長が短くなることが報告されている[5]。そこで、アニール温度の違いが酸素量に及ぼす影響を調べるために、NR 関数を用いて XRD の結果より c 軸長を求めた。Fig.1 に YBCO、YGdBCO 線材の c 軸長を示す。YBCO 線材は $T_A = 400$ [°C]で短い c 軸長 = 11.698 [Å]、YGdBCO 線材では $T_A = 350$ [°C]で短い c 軸長 = 11.700 [Å]を示すことが確認された。YBCO、YGdBCO 線材ともに短い c 軸長を示した T_A で最も酸素が入っていることが考えられる。

酸素アニール温度の違いによる YBCO、YGdBCO 線材の $J_c^{s.f.}$ を Fig.2 に示す。 c 軸長と同様に YBCO 線材は $T_A = 400$ [°C]で高い $J_c^{s.f.} = 3.8$ [MA/cm²]、YGdBCO 線材では $T_A = 350$ [°C]で高い $J_c^{s.f.} = 4.8$ [MA/cm²]を示すことが確認された。YGdBCO 線材の最適アニール温度は YBCO 線材の最適アニール温度より低い温度を示し、材料により異なることが確認された。

これらの結果より、いずれの線材も短い c 軸長を示した T_A で高い $J_c^{s.f.}$ を示すことがわかる。

発表では、それぞれのREBCO線材における酸素アニール温度の違いが結晶性、 c 軸長、超伝導特性等に及ぼす影響についても詳細に議論する。

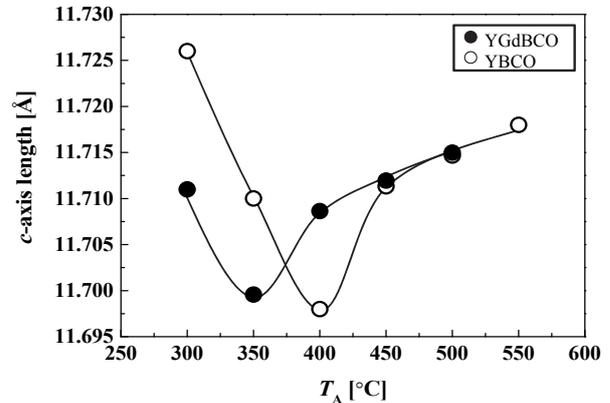


Fig.1 Annealing temperatures (T_A) dependence of c -axis length for YBCO and YGdBCO CCs.

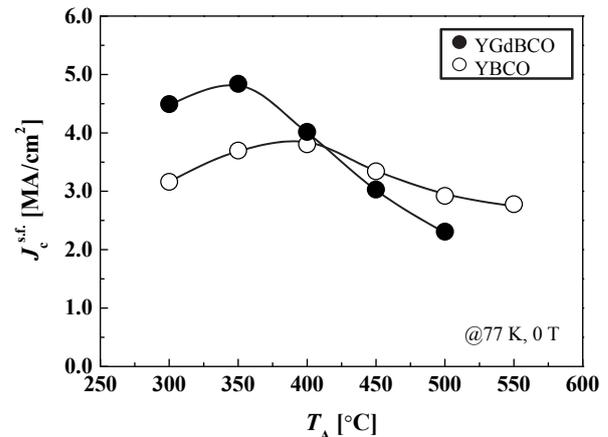


Fig.2 Annealing temperatures (T_A) dependence of $J_c^{s.f.}$ for YBCO and YGdBCO CCs.

謝辞

本研究は JSPSP 科学研究費(24760732)、(公財)東電記念財団基礎研究の助成、日揮・実吉奨学会研究助成を受け実施したものである。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] Y. Shiohara, et al., Jpn. J. Appl. Phys. **51** (2012) 010007.
- [2] M. Miura, et al., APEX **2** (2009) 023002.
- [3] J. Shimoyama, et al., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **689** (2002) 265.
- [4] Y. Yamada, et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. **19** (2009) 3236.
- [5] J. D. Jorgensen, et al., Phys. Rev. B **41** (1989) 1863.

塗布熱分解法により作製された BaZrO₃ 人工ピン導入
 長尺 Y_xGd_{1-x}Ba₂Cu₃O_{7-δ} 線材の臨界電流特性
 Critical current property of TFA-MOD processed long-length Y_xGd_{1-x}Ba₂Cu₃O_{7-δ}
 coated conductor doped with BaZrO₃ artificial pinning centers

横溝 孝明、井上 昌睦、田中 健太、東川 甲平、木須 隆暢 (九大)
 木村 一成、高橋 保夫、小泉 勉、長谷川 隆代 (昭和電線)
 中村 達徳、吉積 正晃、和泉 輝郎 (超電導工研)

YOKOMIZO Takaaki, INOUE Masayoshi, TANAKA Kenta, HIGASHIKAWA Kohei,
 KISS Takanobu (Kyushu Univ.);
 KIMURA Kazunari, TAKAHASHI Yasuo, KOIZUMI Tsutomu, HASEGAWA Takayo (SWCC)
 NAKAMURA Tatsunori, YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (SRL)
 E-mail: t.yokomizo@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

トリフルオロ酢酸塩を用いた塗布熱分解 (TFA-MOD) 法とバッチ式一括熱処理を組み合わせた高温超伝導線材作製手法は、低コスト化が可能な長尺線材作製プロセスとして期待されている。近年では、プロセス技術の革新により超伝導層の 2μm を超える厚膜化と人工ピンとして BaZrO₃ ナノ粒子を均一分散させることに成功し、線材の臨界電流 I_c 値を向上させることに成功している。しかしながら、磁場中臨界電流特性については 77K の自己磁場や 3T で調べられているのみで、幅広い実用領域においては明らかとなっていない。本研究では、ナノ粒子分散型人工ピン導入技術を適用し電熱バッチ式一括熱処理プロセスにより作製された、長尺 Y_xGd_{1-x}Ba₂Cu₃O_{7-δ} 線材の臨界電流特性について詳細に調べた。

2. 実験

試料は TFA-MOD 法とバッチ式一括熱処理プロセスを組み合わせて作製された、130m 長の Y_xGd_{1-x}Ba₂Cu₃O_{7-δ} 線材である。同線材では、Zr を添加した原料溶液を用いることにより BaZrO₃ 人工ピンの導入を図っている。また、超伝導層の膜厚は 2.5μm である。同線材の一部を約 1cm 長に切り出し、ウェットエッチングによりマイクロブリッジを形成した後、直流四端子法により電流-電圧特性の温度、磁場、磁場印加角度依存性を計測した。

3. 実験結果及び考察

Fig.1 に実験により得られた臨界電流 I_c の温度、磁場依存性を示す。77K、自己磁場で約 600A/cm-w の I_c 値を有する同線材の低温での特性を見てみると、20K、10T で 340A/cm-w 程度の I_c 値が得られることが分かる。線材の高 I_c 化に伴い、低温での I_c 値測定が困難になることから、パーコレーション転移モデルを用いて、 I_c 値の温度、磁場依存性を解析的に求めた。その結果を、Fig.1 に実線で示す。解析解は、幅広い温度、磁場領域に亘って実験結果とよく一致していることが分かる。この結果から、20K の 5T では 500A/cm-w の I_c 値が、1T では 1,000A/cm-w を超える I_c 値が得られることが推定される。上記の解析手法を用いて、温度-磁場平面における等 I_c マップを求めたのが Fig.3 である。これにより、人工ピン導入長尺 Y_xGd_{1-x}Ba₂Cu₃O_{7-δ} 線材の広範な実用領域における磁場中臨界電流特性の把握が可能となった。

当日は、パーコレーション転移モデルによる解析の詳細や n 値の温度、磁場依存性などについても報告する。

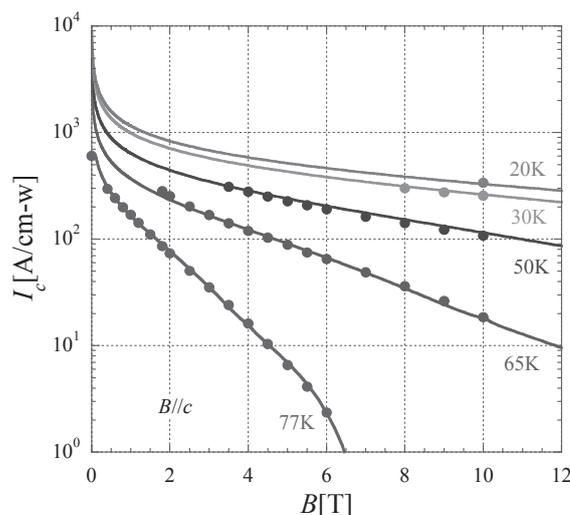


Fig.1 I_c - B - T characteristics in $B//c$

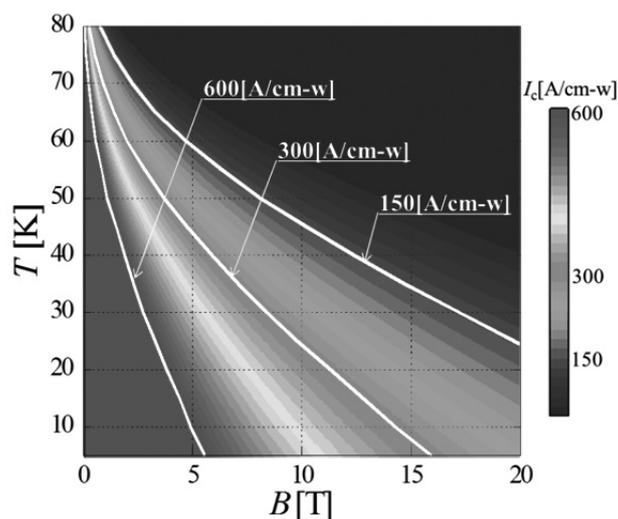


Fig.2 Contour map of I_c in B - T plane

謝辞

本研究の一部は、イットリウム系超伝導電力機器技術開発 (M-PACC) の一環として、ISTEC を通じて、NEDO からの委託を受けて実施するとともに、日本学術振興会の科研費の助成を得て行ったものである。

バッチ式プロセスを用いた TFA-MOD 法 REBCO 線材の 磁場中特性向上と長尺化検討

Improvement of in-field properties for long REBCO coated conductors fabricated by the TFA-MOD method using a batch process

木村 一成, 広長 隆介, 高橋 保夫, 中西 達尚, 小泉 勉, 長谷川 隆代 (昭和電線);

東川 甲平, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九州大学);

中村 達徳, 吉積 正晃, 和泉 輝郎, 塩原 融 (超電導工学研究所)

KIMURA Kazunari, HIRONAGA Ryusuke, TAKAHASHI Yasuo, NAKANISHI Tatsuhisa, KOIZUMI Tsutomu,
HASEGAWA Takayo (SWCC); HIGASHIKAWA Kohei, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (KYUSYU Univ.);

NAKAMURA Tatsunori, YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (ISTEC-SRL)

E-mail: k.kimura066@cs.swcc.co.jp

1. はじめに

近年, REBCO 超電導線材(RE: Rare earth metal)の高性能化に伴い, 様々な分野において超電導機器の実用化に向けた開発が行われている。また, 様々な超電導応用機器がある中で, 高磁場発生領域での応用も少なくなく, 磁場中でより高性能な線材が求められる。例えば, 加速器やモーター等の高磁場発生領域で運転される機器への適用には, 磁場中特性の向上は重要なタスクである。

当社では, バッチ式プロセスを用いた TFA-MOD 法による REBCO 超電導線材の開発を行っており, 高 I_c 化, 長尺特性均一性および歩留り向上を主とした研究開発を進めている。また, 磁場中特性の向上を目的とした, 人工ピン止め点 (Artificial Pinning Centers: APC) 導入型 REBCO 超電導線材の開発も行っており, TFA-MOD 法 YGdBCO 超電導線材の超電導層内に BaZrO₃ 粒子を微細に均一分散させた 100 m 級 APC 導入型線材を開発したことを前回報告した。

本報告では, 更なる超電導特性の向上を図るため, バッチ式長尺線材本焼プロセスにおけるパラメータの一つである, 超電導体の結晶化温度までの昇温速度が超電導特性に及ぼす影響についての調査結果を報告する。

2. 実験方法

トリフルオロ酢酸塩 (Y-, Gd-, Ba-), およびオクチル酸塩 (Cu-) を用い, 金属元素の組成比が Y:Gd:Ba:Cu=0.77:0.23:1.5:3.0 になるように原料溶液を調製し, 超電導体を構成する金属元素総量に対して 2.0 at% の Zr 元素をオクチル酸塩として添加した。この溶液を Hastelloy™ C-276/MgO/LaMnO₃/CeO₂ の構造をもつ, 金属基板上に, Reel-to-reel (RTR) 式塗布・仮焼装置にて, 前駆体膜を形成した。その前駆体膜をバッチ式焼成炉にて, 水蒸気を含む減圧低酸素雰囲気中, 最高到達温度 760 °C の条件下で本焼成を行った。その後, Ag 安定化層を形成し, 酸素雰囲気中においてポストアニールを行った。

線材の I_c 値は, 液体窒素中において, 直流四端子法にて評価し, I_c 値は電圧基準 1 μ V/cm で定義した。

3. 結果

本焼パラメータの一つである, 超電導体の結晶化温度までの昇温速度について調査を行うため, 昇温速度 4~15 °C/min の範囲で本焼を行い, J_c による評価を行った。Figure 1 に示すように, 77K, 自己磁場中での J_c 値は, 昇温速度 8~11 °C/min に最適値を持つことが認められた。Figure 2 に昇温速度 4 及び 9 °C/min で本焼を行った試料の断面 SEM 像を示す。図からわかるように, 昇温速度 9 °C/min において, CeO₂ 層との界面から c 軸方向への結晶成長が認められるのに対し, 昇温速度 4 °C/min においては, CeO₂ 層界面近傍では c 軸方向への結晶成長が認められるが, それ以降については, 昇温速度 9 °C/min で認められたような結晶成長は認められなかった。以

上の結果から, 特性向上には結晶化温度での条件の最適化とともに, 昇温速度についても最適化を行う必要があることが判った。

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, 新エネルギー産業技術総合開発機構 (NEDO) からの委託を受け実施したものである。

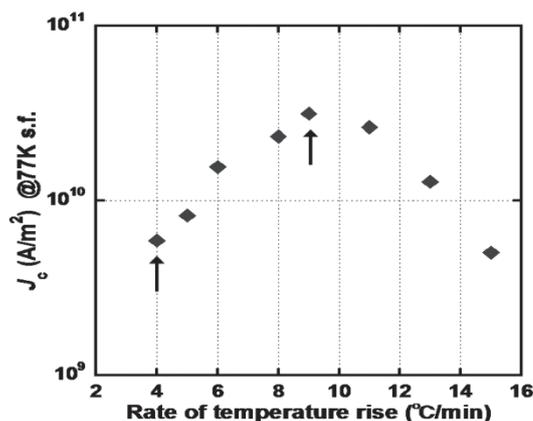


Figure 1 Heating rate dependence of J_c value in self-field at 77K.

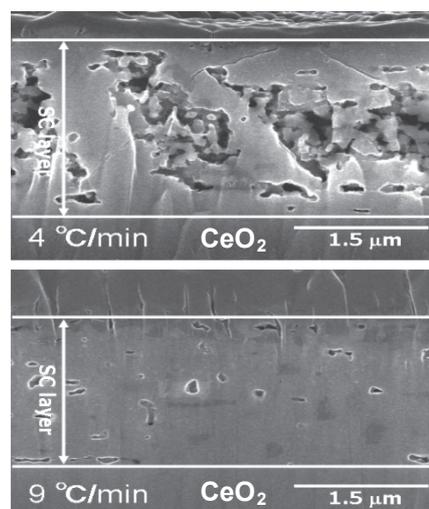


Figure 2 Cross-sectional images of YGdBCO-APC at heating rate 4 and 9 °C/min by scanning electron microscope.

高配向 IBAD 基板上に作製した $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 線材の磁場中臨界電流特性In-field critical current property of $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ coated conductor deposited on highly orientated IBAD substrate

井上 昌睦、横溝 孝明、田中 健太、東川 甲平、木須 隆暢 (九大)
種子田 賢宏、吉積 正晃、和泉 輝郎 (超電導工研)

INOUE Masayoshi, YOKOMIZO Takaaki, TANAKA Kenta, HIGASHIKAWA Kohei,
KISS Takanobu (Kyushu Univ.)
TANEDA Takahiro, YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (SRL)
E-mail: inoue@ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

希土類系の薄膜型高温超伝導線材においては、結晶粒界における J_c 低減の影響を避けるため、 c 軸のみならず面内配向度の高い基板が求められるが、基板の配向度の向上と線材の作製コストとはトレード・オフの関係にあることから、線材の超伝導特性との対応を含めた検討が必要不可欠である。特に、自己磁場中の J_c のみではなく、磁場中の特性を詳細に調べることが重要となる。本研究では、面内配向度 1.98° を有する高配向基板上に作製した $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 線材の磁場中臨界電流特性について詳細に調べるとともに、従来線材との比較を行い、高配向基板の有用性について検討を行った。

2. 実験

線材作製に用いた基板は、イオンビームアシスト蒸着 (IBAD) 法で作製された中間層に CeO_2 を蒸着したもので、 CeO_2 の面内配向度 $\Delta\phi$ は 1.98° であった。同基板上にパルスレーザー蒸着法で膜厚 $1.5\mu\text{m}$ の $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (GdBCO) 超伝導膜を形成している。77K、自己磁場における 1cm 幅での臨界電流 I_c 値は 565A であった。同線材にマイクロブリッジを形成し、磁場中臨界電流特性の詳細測定を行った。

3. 実験結果及び考察

Fig.1 に実験により得られた 77K での J_c の磁場依存性を示す。また、比較のため、従来の標準的な IBAD 基板上に PLD 成膜を行った 600A 級 GdBCO 線材 (点線) と、 BaHfO_3 (BHO) 人工ピンを導入した GdBCO 線材 (破線) の特性も載せている [1,2]。同図に示すとおり、高配向基板上の線材は磁場中の J_c 値が向上しており、 1T を超える磁場中では BHO を導入した GdBCO 線材に匹敵する J_c 値が得られている。また、 $1.5\mu\text{m}$ の超伝導膜厚を有することから、線材の実用性能である I_c 値も高く、例えば 77K、 3T では、 30A/cm-w の I_c 値 ($J_c=2.1 \times 10^9 \text{A/m}^2$) が得られている。特性向上の機構を調べるため、電界-電流密度特性より J_c の統計分布を求めた結果を Fig.2 に示す。高配向基板では J_c 分布の最頻値は、ピンを導入していない GdBCO 線材 (点線) とほとんど変わらないものの、分布の最小値が上昇していることが分かる。すなわち、均一性の向上に伴って depinning に対するパーコレーション閾値が向上し、磁場中 J_c が向上したと考えられる。

以上の成果は、現在進められている人工ピンの導入効果の検証や各種超伝導機器の仕様に応じた最適線材の検討にも資するものである。当日は、 J_c の温度依存性等の詳細についても報告する。

参考文献

- [1] M. Inoue, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 83 (2010) p.132
[2] M. Inoue, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 86 (2011) p.3

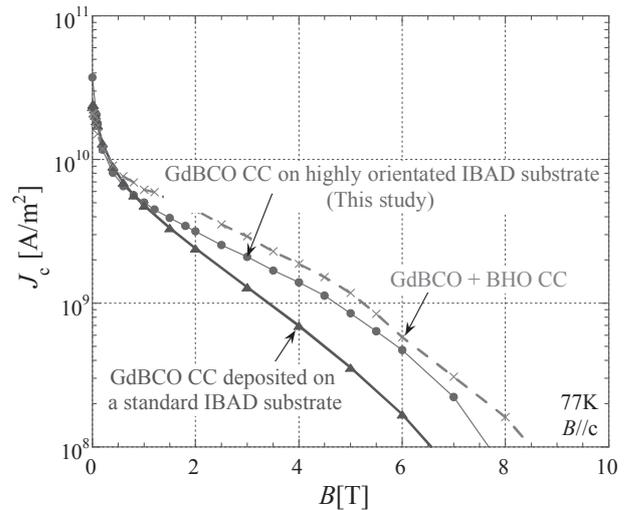


Fig.1 J_c - B characteristics at 77K in $B//c$

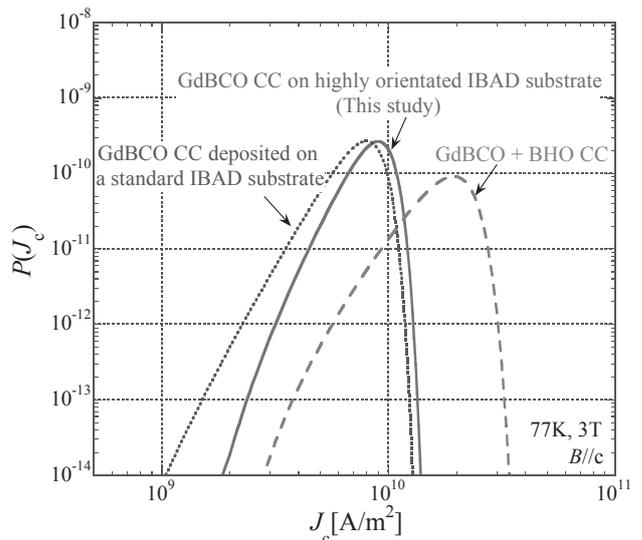


Fig.2 Statistical distribution of J_c in 3T at 77K

謝辞

本研究の一部は、イットリウム系超伝導電力機器技術開発 (M-PACC) の一環として、ISTEC を通じて、NEDO からの委託を受けて実施するとともに、日本学術振興会の科研費 (24760235) の助成を得て行ったものである。

ドメイン制御した REBCO コート線材における J_c と T_c のひずみ依存性

Applied strain dependence of T_c and J_c for domain controlled REBCO coated conductors

鈴木 匠, 淡路 智, 小黒 英俊, 渡辺 和雄(東北大)

SUZUKI Takumi, AWAJI Satoshi, OGURO hidetoshi, WATANABE Kazuo (Tohoku Univ.)

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 $REBa_2Cu_3O_y$ (REBCO, RE は希土類元素) のコート線材は長尺化、高 J_c 化が進み、マグネット応用に向けた研究開発が進められている。線材は製造工程やマグネットとして使用される際のフープ力などのひずみが印加される。そのため、ひずみ依存性に対する様々な研究が行われてきた。しかし、コート線材は双晶を形成し 2 軸配向しているため、単純に単結晶の結果と比較することができない。これまで、コート線材における、 J_c のひずみ依存性はべき乗の変化をされると考えられている。しかし、磁場を印加することにより、ピークを持つなど複雑な振る舞いを示すことが報告されている[1]。このため、REBCO コート線材のひずみ依存性はまだ、明らかになっていない。

線材長手方向に a 軸を持つ A ドメインと b 軸を持つ B ドメインの J_c 変化を分けて考えることにより、 J_c の振る舞いが解析されている。また、放射光を用いて、印加ひずみと実際にドメインに印加されるひずみの関係も明らかになっている。この結果を用いると、a 軸のひずみにより J_c が減少し、b 軸のひずみでは J_c が向上するという解析結果が得られている[2]。

我々は、ひずみを印加しながらアニールをすることにより、ドメインの割合と残留ひずみを制御できることを報告している[3]。本研究ではひずみ印加アニールをすることにより実際に各ドメインの割合を変化させることにより、それぞれの軸方向の J_c と T_c のひずみ依存性について議論する。

2. 試料緒元および実験方法

試料線材は SuperPower 社製の MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 法によって作製した (Y, Gd)BCO コート線材を用いた。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 °C、20 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。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 $MoK\alpha$ 線を用いて透過法により測定した。

I_c の引張りひずみ依存性は 77 K、外部磁場 0-3 T において、カム式ひずみ印加装置を用いて測定した。 I_c は通電法によって測定し、電界基準は $1\mu V/cm$ とした。印加ひずみは、ひずみゲージを用いて測定を行った。

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。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。(200)のピーク強度が増加すると、線材長手方向に a 軸を持つドメインが増加することを示している。また、ピーク位置の変化により、残留歪みが変わっていると考えられる。引張りひずみを印加してアニールを行った試料を tension-annealed、圧縮ひずみを印加した試料を compression-annealed とすると、それぞれの A ドメインと B ドメインのドメイン比は A:B = 35:65、60:40 となった。

各ドメインを制御した試料に対する J_c のひずみ依存性を Fig. 2 に示す。B ドメインが多い tension-annealed の試料はひずみ依存性が小さく、compression-annealed はひずみ依存性が大きくなった。この結果から b 軸方向のひずみ依存性が小さいことを実験的に明らかにした。

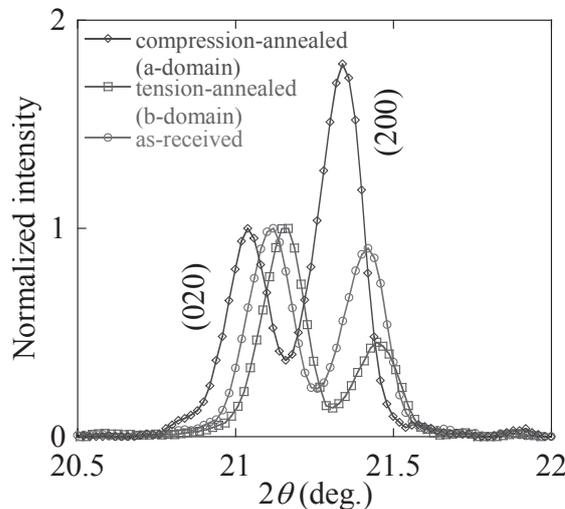


Fig.1 (200) and (020) reflections along the longitudinal direction after the annealing under the strains in the (Y,Gd)BCO coated conductors.

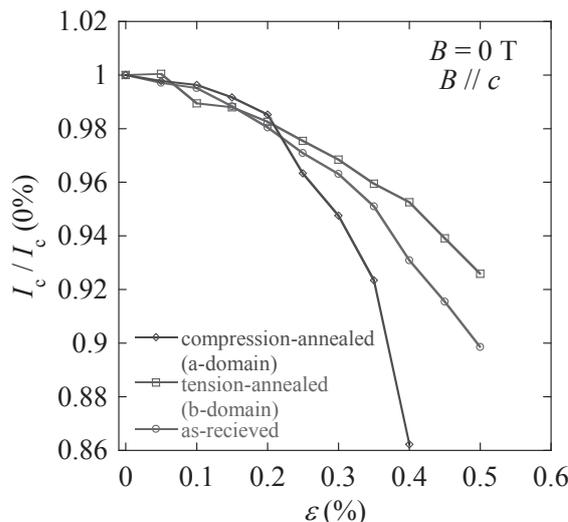


Fig.2 Strain dependence of J_c after the annealing under the strains and as-received in the (Y, Gd)BCO coated conductors.

当日は、各軸に対する J_c のひずみ依存性にべき乗則を仮定し、ドメイン比を導入したモデルを用いた解析結果について報告する。

4. 謝辞

本研究の一部は、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。

参考文献

1. D C van der Laan et al., Supercond. Sci. Technol. **23** (2010) 072001
2. M. Sugano et al., Supercond. Sci. Technol. **25** (2012) 054014
3. T. Suzuki et al., IEEE Trans. Appl. Supercond., **23** (2013) 8000104.

PLD 法で作製された 200 m 長商用コート線材の面内臨界電流密度分布

In-plane Distribution of Local Critical Current Density in Commercial Coated Conductor Fabricated by PLD Process

片平 健太、東川 甲平、井上 昌睦、木須 隆暢(九大); 吉積 正晃、和泉 輝郎、塩原 融 (ISTEC)
 KATAHIRA Kenta, HIGASHIKAWA Kohei, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ);
 YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh (ISTEC)
 E-mail: katahira@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

希土類系高温超伝導線材(RE-123 コート線材)の機器応用に際しては、局所特性低下部の発熱集中による焼損事故も懸念されることから、均一性の確保が重要な課題となっている。そこで本研究では、既に市販されている商用コート線材の均一性を把握すべく、PLD 法によって作製された 200 m 長の線材を購入し、リール式走査型ホール素子顕微鏡(RTR-SHPM)によって、同線材の局所臨界電流密度(J_c)の面内分布の二次元的評価を行った。

2. 実験

測定対象とした試料は、PLD 法によって作製された 200 m 長 5 mm 幅の GdBCO 線材である。購入した際の仕様書には、Fig. 1 に示すような TAPESTAR™ の評価結果が添付されており、全長にわたって極めて均一な特性を有することが示されている。一方、同図の 2 本の線は、ある区間内の局所 J_c の最大値と最小値を示しており、このばらつきが測定時の雑音の影響か、あるいは線材の本質的性能であるのか、またそれほどの様な事に起因しているのか、といった点がこの一次元的な情報のみからは不明となっている。そこで、二次元的な情報を得るため、RTR-SHPM により、本線材の残留磁界分布を長手方向解像度 830 μm 幅方向解像度 32.8 μm で測定し、面内 J_c 分布に対応するシート電流密度分布を評価した。

3. 結果、考察

Fig. 2 にその結果を示す。それぞれの線材において、テープ面下半分では右側に、テープ面上半分では左側に流れる

電流分布が可視化されており、臨界状態モデルによればその大きさは J_c に対応することがわかっている。これを見ると、200 m という長さにわたって極めて良好な均一性を示しており、また TAPESTAR™ の結果に相当する J_c の長手方向分布に換算した場合には、このような高解像度な測定でも標準偏差が 3.4% に収まる。

一方、テープ面下半分においては周期的な低特性部が観測されており、これが TAPESTAR™ の結果に見られるばらつきの要因であると考えられる。具体的には、局所的に J_c が 40% 程度低下している部位が観測され、これは 5 mm 幅の線材としては 20% 程度の局所 J_c の低下に相当する。このような特性低下部が存在する場合、細線化やマルチフィラメント化を行った場合には電流が迂回できず、フィラメント幅によっては電流容量を確保できなくなる可能性がある。ただし、テープ面上半分では顕著なゆらぎが見られないことから、上記は基板に起因しており、超伝導層の成膜法としての PLD 法は、高均一線材の実現にさらに高いポテンシャルを有していると考えられる。

以上のように、通常行われる TAPESTAR™ による一次元的な空間情報のみからは把握困難な二次元的な特徴を把握することができ、機器への適用や線材作製プロセスへのフィードバックに有用な情報を得ることができた。

謝辞

本研究は、イットリウム系超伝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するとともに、日本学術振興会の科研費(24360122)の支援を得て行ったものである。

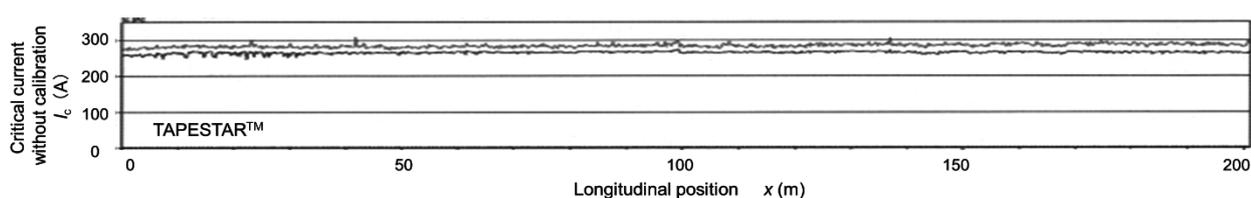


Fig. 1 1D longitudinal distribution of critical current characterized by TAPESTAR™ listed in the specification sheet.

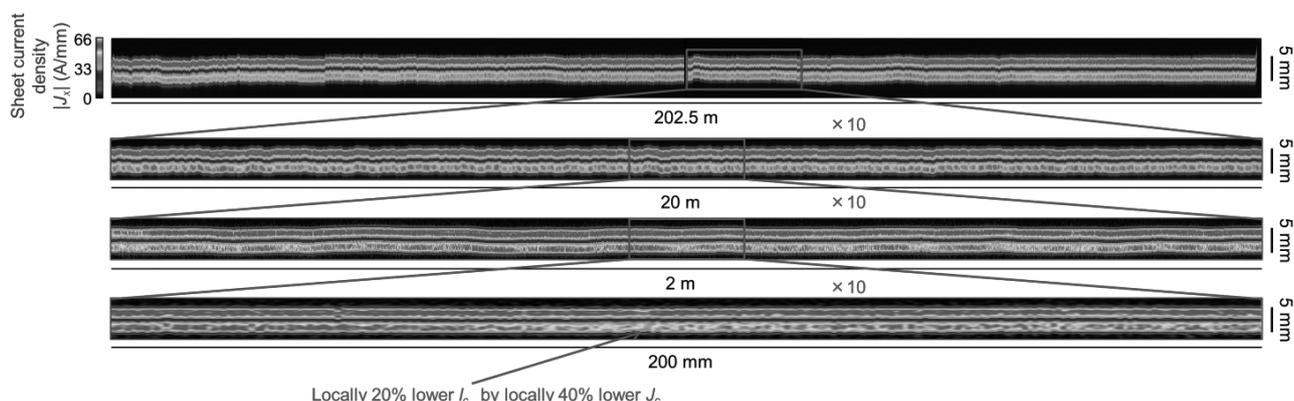


Fig. 2 2D distribution of local critical current density characterized by RTR-SHPM.

ピックアップコイル群による HTS 線材の電流分布測定法の精度向上のための検討

Study on measurement accuracy improvement of measuring method of AC current distributions in HTS tapes by a pickup coil array

水野 正浩, 今岡 貴史, 平山 斎, 川畑 秋馬 (鹿児島大)

MIZUNO Masahiro, IMAOKA Takashi, HIRAYAMA Tadashi, KAWABATA Shuma (Kagoshima University)

E-mail: hirayama@eee.kagoshima-u.ac.jp

1. はじめに

本研究では、HTS テープ線材内の電流分布を定量的に評価できる測定法を確立することを目的としている。本測定法では、極小サイズのピックアップコイル群を試料線材に直接貼り付けて、試料線材表面付近の磁場分布を測定し、その結果から数値計算により電流分布を求める[1]。今回は、ピックアップコイル群を構成する個々のコイル形状と位置を正確に把握することで校正精度の向上を図り、電流分布の測定精度の改善を試みた。測定精度の評価は、Cu 線材で作製したマルチフィラメント HTS 模擬線材を用いて行った。

2. ピックアップコイル群とその校正方法

電流分布の測定に用いたピックアップコイル群は、 ϕ 30 mm の絶縁 Cu 線を紙製ボビンに巻線したピックアップコイル 40 個から成る。各コイルは、コイル長 0.18 mm、巻数 3 層 17 ターンである。ピックアップコイル群を試料導体に直接貼り付けて試料導体周辺の磁場分布の周方向成分を測定する。

ピックアップコイル群を構成する個々のコイルの断面積は、これまで全て同じ値を用いていたが、今回は個々のコイル断面積を正確に見積もることで、電流分布算出精度の改善にどの程度寄与するかを調べることにした。個々のコイル断面積は、Fig. 1 に示すようにピックアップコイル群をマグネットの一樣磁場空間中に設置し、磁場を印加した際のコイルの測定電圧値から求めた。

各コイルの断面積を求めた後、1.1 mm 幅で 0.1 mm 厚の Cu テープ線材を 5 本平行に並べた校正用導体 (マルチフィラメント HTS 模擬線材) にピックアップコイル群を貼り付けて、コイル群の校正を行った。線材 5 本のうち 1 本にのみ通電したときの磁場分布の測定結果より、個々のコイル位置を校正した。さらに、校正用導体の電流パターンを変えたときの磁場分布を測定し、ピックアップコイル群全体の位置を校正した。

3. 試験導体と測定方法

測定精度を評価するために用いた試験導体は、校正時と同じ 5 本の Cu テープ線材で作製したマルチフィラメント HTS 模擬線材を用いた。各 Cu テープ線材にはシャント抵抗を接続し、通電電流値を測定した。測定精度の評価は、試験導体に通電した既知の電流と、ピックアップコイル群による測定磁場分布から算出した電流分布とを比較することにより行った。

4. 測定結果

Fig. 2 に、個々のコイル断面積と位置を校正したピックアップコイル群による測定結果を示す。測定は周波数 500 Hz で行い、線材に通電する電流パターンを変えて行った。Fig. 2(a), (b), (c) は磁場分布の測定結果であり、縦軸はピックアップコイルで測定した線材表面の磁場分布、横軸はピックアップコイルの位置を示している。図中のプロットは測定値であり、実線は算出した電流値から求めた計算値である。Fig. 2(d), (e), (f) は測定磁場分布から算出した各フィラメント電流である。棒グラフは測定結果から数値計算を用いて算出した電流値、プロットはシャント抵抗で測定した電流値である。3 つの電流パターンでの測定結果を示しているが、いずれも誤差 5 % 以内で電流算出が行えていることを確認した。一方、全てのピッ

クアップコイルの断面積を同じとして求めた従来の方法での電流算出精度は誤差 5~10 % 程度であり、個々のコイル断面積を正確に把握し個々のコイル位置を校正することで、若干ではあるが、電流分布の測定精度の改善が図れた。

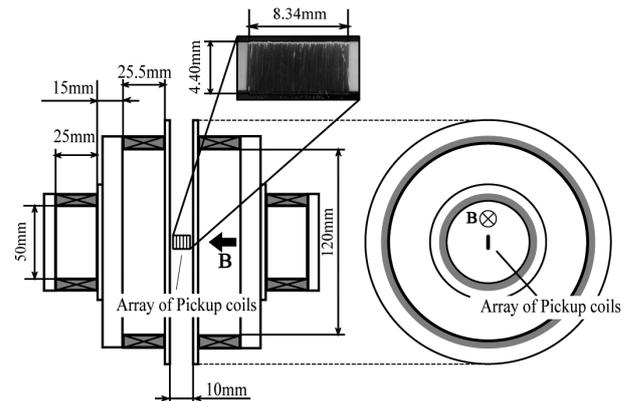


Fig. 1 Arrangement for cross section measurement of pickup coils by using copper magnet

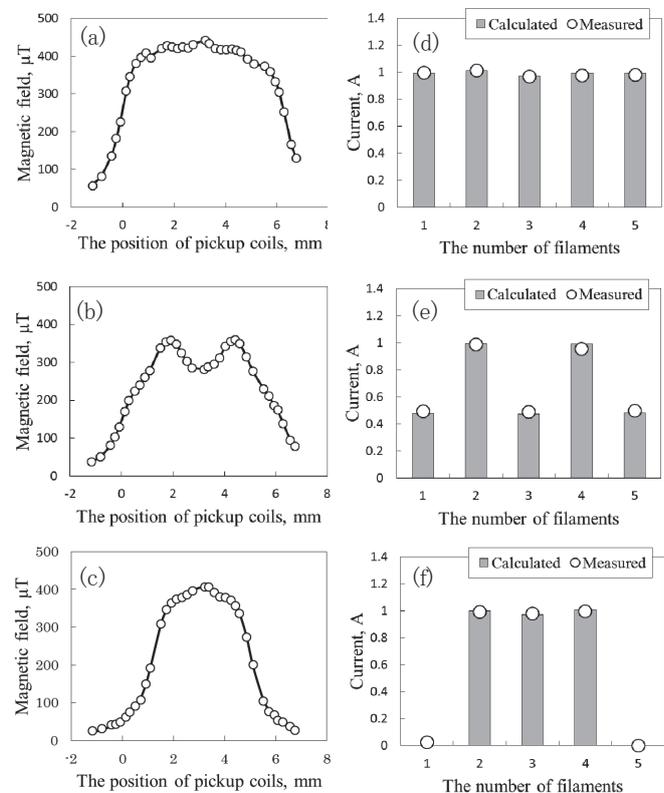


Fig. 2 Measured field distributions and calculated current distributions

参考文献

1. T. Hirayama, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.33

ポインティングベクトル法を用いた ソレノイドコイル形状 REBCO 長尺線材の交流損失測定

AC loss measurements of REBCO long tapes formed into a solenoidal coil by using Poynting's vector method

帯田 啓太, 古川 匡玄, 川越 明史 (鹿児島大・工)
OBITA Keita, FURUKAWA Masaharu, KAWAGOE Akifumi (Kagoshima University)
E-mail: k2866788@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下げるため、実用条件下で交流損失を精度よく測定し、その特性を定量的に明らかにすることが重要である。そこで我々は、外部磁界と輸送電流についての制約条件が少ないポインティングベクトル法を応用して、ソレノイドコイル形状長尺線材の交流損失測定装置を開発している[1]。これまでに、線材断面が対称な楕円形状である Bi-2223 多芯テープ線材の交流損失測定を行い、本測定装置の有効性を示している[2-3]。今回は、線材断面が非対称で積層構造である REBCO 線材に、交流外部斜め磁界を印加して交流損失測定を行ったので、その結果について報告する。

2. 測定原理と本測定装置

ポインティングベクトル法は、局所的なポインティングベクトルを線材周囲の複数の点で測定し、その値を線材周囲の面で面積積分することにより交流損失を求めている。局所的なポインティングベクトルは、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測定する局所的な電界と磁界の外積から求める。ポテンシャルリードの信号電圧には、電界の損失成分に加えて非常に大きな誘導成分が含まれているので、誘導成分をキャンセルして損失成分を得る。

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の測定素子対は、線材を囲むように合計 32 対配置されている。線材内側・外側にそれぞれ 11 対ずつ、線材エッジ部分の上下にそれぞれ 5 対ずつである。

また、今回の測定で用いたサンプルコイルは、線材幅 4.01mm、線材厚み 0.094mm の REBCO 線材と線材幅 4.20mm、線材厚み 0.22mm の銀シース Bi-2223 多芯テープ線材を 10mm ピッチでそれぞれ 7 ターンと 5 ターン巻線し、さらにその上下に銅線の電流リードをそれぞれ 0.5 ターンずつ巻線しており、1 層×13 ターンの直径 90mm、高さ 134mm の単層疎巻きソレノイドコイルとなっている。サンプルの臨界電流 I_c は 108A で n 値は 32.6 である。測定領域は、磁界一様度を保っているサンプルコイル中心部分の REBCO 線材 1 ターンである。

3. REBCO 長尺線材を用いた交流損失測定

サンプルコイルに印加する交流外部磁界は、振幅 10～30mT_{0p}、コイル軸方向に対して 20～30 度の印加角度、周波数 30Hz とした。測定は全て液体窒素中で行った。

Fig.1 に交流外部斜め磁界を印加した時の交流損失特性を示す。横軸は外部印加磁界の振幅値、縦軸は交流磁界一周周期当り、線材単位長さ当りの交流損失を表している。プロットが測定値で、実線と破線は、Brandt の式を用いて、線材幅広面に垂直に印加される磁界成分のみを考慮して算出した理論値を示している。測定結果より、交流損失の測定値は、これまでの研究結果と同様に印加角度および印加磁界が大きい程大きくなり、理論値とよく一致している。したがって、線材断面が非対称で積層構造である REBCO 線材においても本測

定装置の有効性を実証し、本測定法が試料断面形状によらないことを示した。

4. まとめ

ポインティングベクトル法をコイル形状長尺超伝導線材へ適用した交流損失測定装置を用いて、線材断面が非対称で積層構造である REBCO 線材に、交流外部斜め磁界を印加して交流損失測定を行った。その結果、測定値と理論値がよく一致したことから、本測定装置の有効性を実証し、本測定法が試料断面形状によらないことを示した。

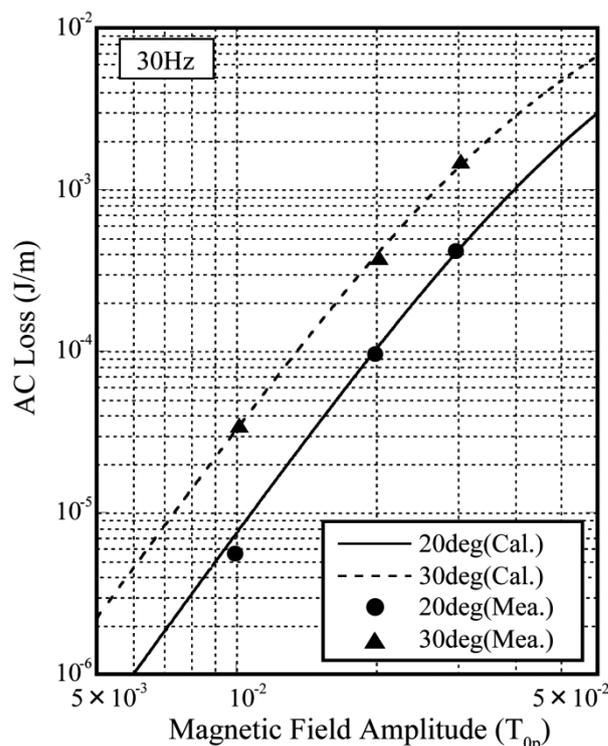


Fig.1 AC loss properties in case of application of external ac spread magnetic field.

参考文献

- [1] Y. Kasahara, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond. 14 (2004) 1078
- [2] M. Mukai, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 85 (2011) P. 156
- [3] M. Furukawa, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 87 (2013) P. 15

REBCO Roebel ケーブルで巻いたコイルの電磁界解析

Electromagnetic Field Analyses of REBCO Roebel Cables Wound into Coil Configurations

曽我部 友輔, 塚本 伊秋, 中村 武恒, 雨宮 尚之(京大)

SOGABE Yusuke, TSUKAMOTO Tadaaki, NAKAMURA Taketsune, AMEMIYA Naoyuki (KU)

E-mail: y-sogabe@asl.kuee.kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

直線状の REBCO Roebel ケーブルの交流損失特性についてはさまざまな研究がなされているが[1]-[3], コイル形状にした Roebel ケーブルの交流損失特性の研究は十分にはなされていない。我々は Roebel ケーブルで巻いたコイル (Roebel コイル) の三次元電磁界解析を行い、交流損失を計算した。

2. Roebel ケーブルで巻いたコイルの数学的表現

電磁界解析の支配方程式として以下の式を用いた。

$$\nabla \times \left(\frac{1}{\sigma} \nabla \times \mathbf{nT} \right) \cdot \mathbf{n} + \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{\mu_0 t_s}{4\pi} \int_{S'} \frac{(\nabla \times \mathbf{n}' T') \times \mathbf{r} \cdot \mathbf{n}}{r^3} dS' + \mathbf{B}_{\text{ext}} \cdot \mathbf{n} \right) = 0$$

ここで、薄板近似を適用している。 n 値モデルにより得られる等価抵抗率を用いた、拡張されたオームの法則を構成方程式とした。

Roebel ケーブルは周期的な構造を持ち、その構造はコイル形状となっても保持される。そこで、はじめに直線状の Roebel ケーブルの座標を構成し、その座標から Fig. 1 に示すような Roebel コイル全体の座標を得た。Model I, E はリング状の Roebel ケーブルであり、Model E は有限長ソレノイドコイルの端部を模擬している。Model M は Roebel ケーブルで巻いた無限長ソレノイドの一部に相当する。

3. 解析結果

Fig. 1 に示す三種類の Roebel コイルの電流値及び Roebel ケーブル間のギャップ (Turn gap) をそれぞれ変えて解析を行った。長手方向に平均した交流損失の解析値を Fig. 2 に示す。一本の素線で巻いたコイルと同様に、Turn gap が大きくなると損失が大きくなり、コイル端 (Model E) では損失が大きくなることわかる。一方、Roebel ケーブルには素線同士の間隙 (Strand gap) がある (今回の解析では 2 mm)。Fig. 3 に線材幅方向の交流損失の分布を示す。Turn gap と Strand gap のうち、より広いギャップ付近においてより大きな損失が発生している。すなわち、Roebel コイルにおいては Turn gap のみならず、Strand gap も損失発生へ影響する。

Fig. 4 に転位長半分にわたる交流損失密度の長手方向分布を示す。25 mm 及び 125 mm 付近は他の素線が転位している箇所にあたり、ケーブルの厚さが薄くなるため他の位置の導体の電流が作る磁束が侵入しやすくなるため、損失が大きくなる。75 mm 付近は考慮している素線自身が転位している箇所である。Fig. 5 に示すように、ここは Roebel ケーブルの中央部分にあたるため、他の位置の電流が作る磁束は侵入しにくく、交流損失は小さくなる。このように、Roebel ケーブルをコイル形状にしても、Roebel ケーブルが持つ三次元的な転位構造の影響が現れることがわかる。

参考文献

1. M. Nii, et al.: Supercond. Sci. Technol. **25** (2012) 095011
2. V. M. R. Zermeno, et al.: Supercond. Sci. Technol. **26** (2013) 052001
3. S. Terzieva, et al.: Supercond. Sci. technol. **23** (2010) 014023

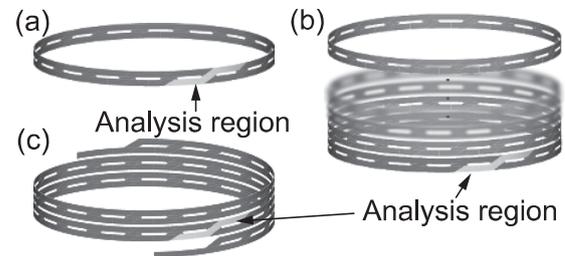


Fig. 1 The shape of the coils: (a) Model I; (b) Model E; (c) Model M.

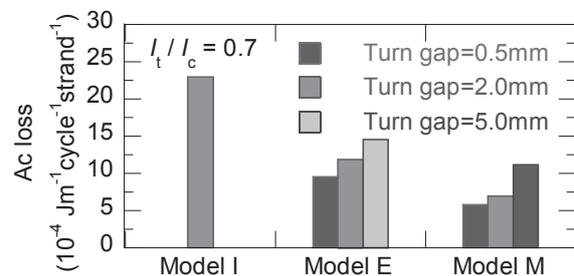


Fig. 2 Ac loss of the coil.

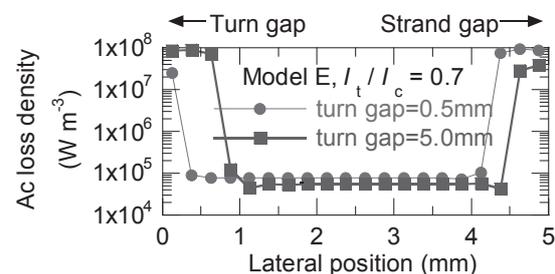


Fig. 3 Ac loss density distribution between Turn gap and Strand gap.

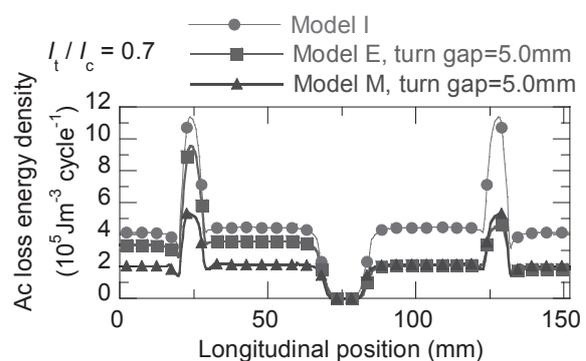


Fig. 4 Ac loss density distribution in longitudinal direction.

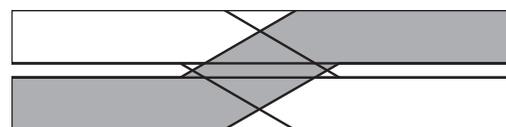


Fig. 5 The transposition section.