

LHD 低温システム高信頼化改造のフィールドテスト Field tests of the improved LHD cryogenic system for high reliability

三戸利行, 岩本晃史, 濱口真司, 森内貞智, 大場恒揮, 鷹見重幸, 今川信作, 高畑一也, 山田修一, 柳長門, 力石浩孝, 尾花哲浩, LHD グループ (NIFS)

MITO Toshiyuki, IWAMOTO Akifumi, HAMAGUCHI Shinji, MORIUCHI Sadatomo, OBA Koki, TAKAMI Shigeyuki, IMAGAWA Shinsaku, TAKAHATA Kazuya, YAMADA Shuichi, YANAGI Nagato, CHIKARAISHI Hiroataka, OBANA Tetsuhiro, LHD Group (NIFS)
e-mail: mito@nifs.ac.jp

1. はじめに

大型ヘリカル装置 (LHD) は、高密度・高温の無電流・定常プラズマの閉じ込めを特徴としたヘリカル型の核融合プラズマ実験装置である。1998年3月のファーストプラズマ生成から15年を経過し、この間に16回の安定な長期連続運転を実施し、高性能な核融合プラズマ実験環境を実現している。LHD低温システムの更なる信頼性の向上を目指して、冗長化圧縮機の増設と新制御システムへの更新を実施した。第16サイクル運転中に行われた冗長化圧縮機及び新制御システムのフィールドテスト結果について報告する。

2. LHD 低温システムの信頼性

LHD 低温システムはこれまでの総運転時間が71,000時間を超えと共に稼働率99%の高い信頼性を実証している。Fig. 1に第15サイクルまでの運転でシステムが故障停止に至った時間をその原因毎にまとめた結果を示す。計測系/制御系と圧縮機の故障が全体の97%を占め、停止の主要原因となっていることが分かる。更なる信頼性の向上を目的として、8台構成の圧縮機に低段用および高段用冗長化圧縮機を1台ずつ追加することにより、8台の内どの1台が故障してもバックアップ可能な冗長化機能を追加した[1]。また、制御システムのハードウェアを従来のVMEコントローラとリフレクティブメモリを用いた構成からコンパクトPCI(CPCI)コントローラとリモートI/Oを用いた構成へ更新し、制御機器の世代交代とダウンサイジングによるシステムの簡略化及び高信頼化を図った[2]。

3. 高信頼化改造のフィールドテスト

第16サイクル運転では、圧縮機の故障を想定した冗長化圧縮機の運転を行い、吸入/吐出圧力等に变化のないバックアップ運転が可能であることを確認した。新制御システムへの更新では、従来システムと新システムの同時運転を行い、ソフ

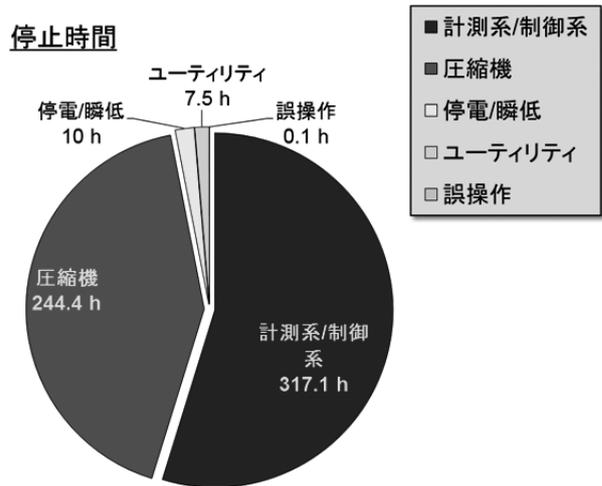


Fig. 1. Outage time according to failure causes.

トウェアの互換性を確認すると共に、新制御システムの安定性を実証するフィールドテストを実施した。Fig.2に、第16サイクルの加温運転中に行ったVMEコントローラからCPCIコントローラへの切替操作時の状況を示す。安全のために圧縮機を一旦停止し、加温運転を再開したが、運転条件を引き継いだ切れ目のない運転が可能であり、その互換性を実証した。

参考文献

- [1] 三戸利行他, 「LHD超伝導システムの高信頼化運転と改良履歴」, 2011年度春季低温工学・超伝導学会講演概要集, p. 156.
- [2] 三戸利行他, 「LHD低温制御システムの高信頼化改造」, 2011年度秋季低温工学・超伝導学会講演概要集, p. 32.

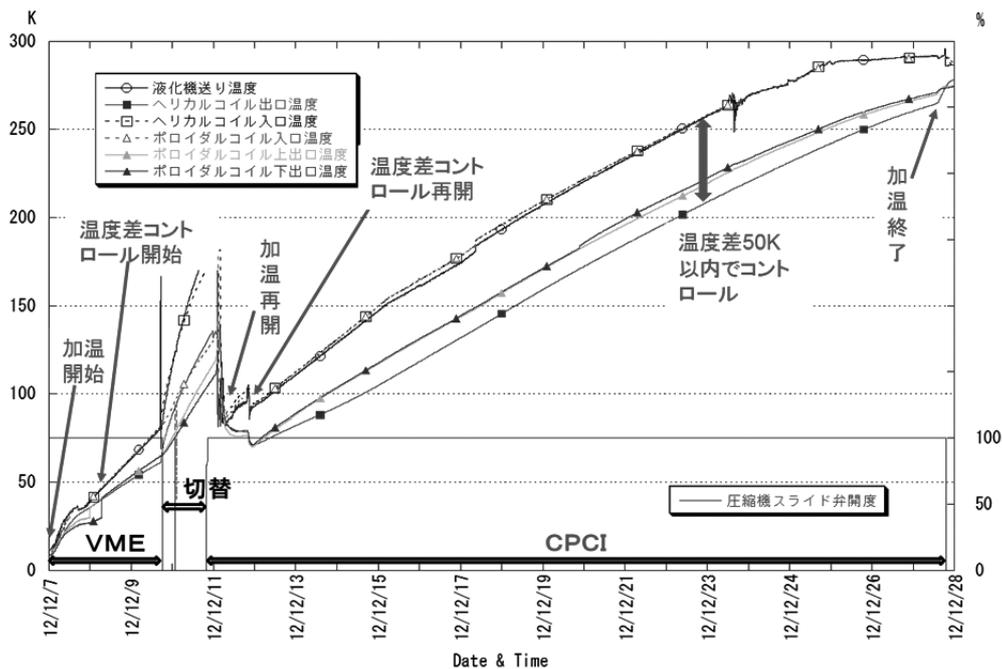


Fig. 2. Switching operation of the LHD cryogenic control system.

鉄道車両用液体水素燃料容器の開発

Study of liquid hydrogen cryogenic tank for railway vehicle

長谷川 均, 柏木 隆行, 米山 崇(鉄道総研); 松岡 美治, 三輪 祐太(岩谷産業)

HASEGAWA Hitoshi, KASHIWAGI Takayuki, YONEYAMA Takashi (RTRI); MATSUOKA Yoshie, MIWA Yuuta (Iwatani Co.)

E-mail: hasegawa@rtri.or.jp

1. はじめに

鉄道車両の駆動エネルギー源として燃料電池が検討されている[1]。この燃料電池の燃料としては、純水素が用いられるが、現在の高压容器による水素ガス貯蔵ではスペースや艤装配置に制約が大きい。

そこで、高密度で貯蔵可能な液体水素について検討を行った。液体水素による貯蔵では、容積密度を高くできると共に、容器の形状については高压容器に比べ自由度が大きい。この利点を生かして車両への艤装を想定した特殊な形状の容器を試作し、定置にて充填、貯蔵、放出試験を行った。ここではこの特殊容器及び試験の結果を報告する。

2. 小型特殊形状容器の試作

試作の第一の目的は特殊な形状の容器が実現可能か否かの検証にある。また、製作後に液体水素の充填、放出試験を行い、熱侵入量を測定し、実使用時の内槽内圧上昇を予測することも必要である。車両の床下に艤装することを考えると、既存の機器類(インバータやブレーキ機器など)を避けて容器を設置しなければならない。車両の空いている部分をできるだけ水素搭載に使用することを考えると、容器を曲げたり、分岐したりすることが考えられる。そこで、試作した容器は、胴の途中部分にクランク状の曲げを施した(Fig.1)。

3. 液体水素による充填、貯蔵試験

試作した特殊容器に液体水素を充填、貯蔵状態し、電子天秤に載せ、その重量の変化を測定することで、蒸発量を測定した。Fig.2 に貯蔵時の BOG (Boil Off Gas) の体積と残存重量を示す。液体水素は荷重支持材や配管類からの熱侵入により逐次蒸発し BOG が発生する。BOG の発生量はガス層と液層の比率が徐々に変化するため、微減していく様子が分かる。

4. 内槽内圧上昇値の試算

2kg と3kg の液体水素を充填した場合を想定し、初期圧力値 0.1MPa からの内槽内圧上昇値を試算した(Fig.3)。

計算は、内槽内は常に気液平衡状態にあり、入熱は全てエンタルピー変化に使用されると仮定し、液重量、ガス重量を算出、エンタルピーの総和を求める。0.1MPa 増加した平衡関係から繰り返しエンタルピー総和と変化量を算出し試算した。なお、入熱量は、Fig.2より求めた 558kJ/day という値を用いた[2]。

グラフをみると、水素 2kg 搭載時で約16時間、水素 3kg 搭載時で約19時間で 0.9MPa 程度になることが分かる。これにより、15時間以上たっても BOG による内槽圧力は1MPa 以下であり、高压容器を必要とせず、夜間などに車両を留置しても問題のないことがわかる。また、燃料電池に供給する水素はガス状態であるため、BOG についても燃料として使用できるため無駄がない。

5. おわりに

特殊な形状の液体水素容器を試作し、充填、貯蔵、放出試験を行った。高压容器を必要としない、内圧上昇値を1MPa 以下に抑えることができたことがわかった。その結果、車両に搭載する場合で既存の機器等を避けるような特殊な形状の液体水素容器が実現できることが検証できた。



Fig.1 Overview of liquid hydrogen cryogenic tank

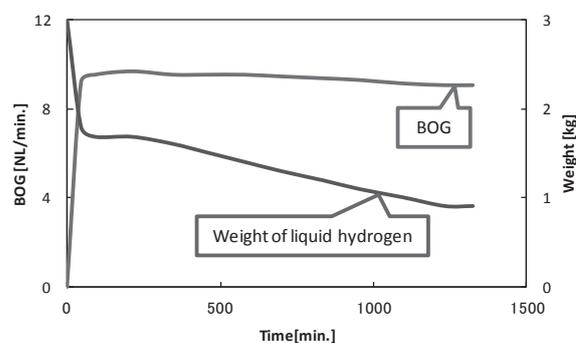


Fig.2 Measurement result of boil of gas

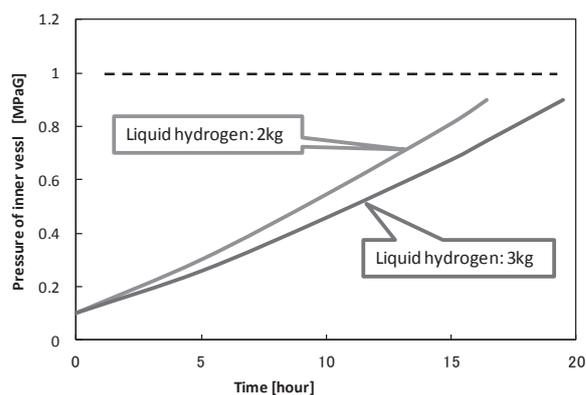


Fig.3 Calculation of inner vessel pressure

参考文献

1. Yamamoto, Hasegawa, Furuya, Ogawa: "Energy Efficiency Evaluation of Fuel cells and Batteries Hybrid Railway Test Vehicles", RTRI REPORT Vol. 23, No. 11. Nov. 2009 (in Japanese)
2. Security Regulation for General High- Pressure Gas (in Japanese)

高温超電導ケーブルの冷却特性評価

Characteristics of cooling system for high-temperature super conducting cable

大野 隆介, 下田 将大, 仲村 直子, 矢口 広晴, 町田 明登(前川製作所);
渡部 充彦, 増田 孝人(住友電工);

市川 裕士, 三村 智男, 本庄 昇一(東京電力); 原 築志(東電記念財団)

ONO Ryusuke, SHIMODA Masahiro, NAKAMURA Naoko, YAGUCHI Hiroharu, MACHIDA Akito (Mayekawa Mfg.);

WATANABE Michihiko, MASUDA Takato (Sumitomo Electric Industries);

ICHIKAWA Hiroshi, MIMURA Tomoo, HONJO Shoichi (Tokyo Electric Power Company);

HARA Tsukushi (TEPCO Memorial Foundation)

E-mail: ryusuke-ono@mayekawa.co.jp

1. はじめに

高温超電導ケーブルは大容量低損失送電のメリットを生かし、次世代の送電ケーブルとして実用化が期待されている。日本国内においては 2007 年度より「高温超電導ケーブル実証プロジェクト」が実施されている。本プロジェクトは、東京電力旭変電所内に 240m 級高温超電導ケーブルシステムを構築し、66kV の実系統に接続して送電運転を行い、その運用性、信頼性、保守性等の検証を実施するものである。

これまで超電導ケーブルの実運用を想定した冷却システムの事前評価を行ってきた[1]。昨秋からは超電導ケーブルの実系統運転を開始し、無人連続運転下での運転状態の監視を実施している[2]。本報では、系統負荷変動などに対する冷却システムの運転特性評価について報告する。

2. 冷却システム概要

超電導ケーブル冷却システムのフロー図を fig.1 に示す。安定したケーブル冷却を行うため、冷却システムは、温度、圧力、流量制御を行う。温度制御は、ケーブル入口温度 69±1K での冷凍機 ON/OFF 制御とした。圧力制御はリザーバタンクの加圧制御により 0.2MPaG とした。また循環流量は、ポンプインバータで 40L/min に調整し固定とした。

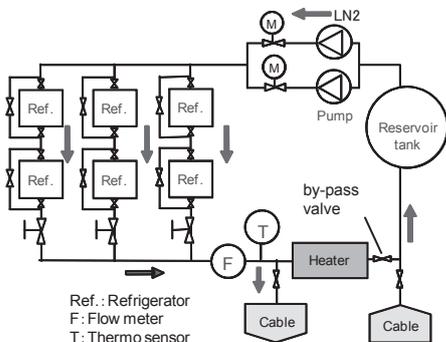


fig1. Schematic of cooling system

3. 初期冷却

超電導ケーブルシステムの初期冷却は、冷却システムとケーブルシステムそれぞれ予冷・貯液が完了した後、冷却システムの運転を行いながらケーブルシステムとの連系を行った。fig.2 に連系中の圧力、流量を示す。連系開始時にリザーバタンクとケーブルの圧力差、及び循環流量を小さくすることで、ケーブルへの急激な液体窒素流入を抑え、ケーブル循環冷却へ円滑に移行することができた。

4. 実系統運転

2012 年 10 月 29 日より、実系統運転を開始した。冷却システムの運転は自動制御で行い、運転状態は遠方で監視できるシステムとした。冷却システムの主要制御であるケーブル入口温度、リザーバタンク圧力、循環流量、ケーブル電流を fig.3 に示す。

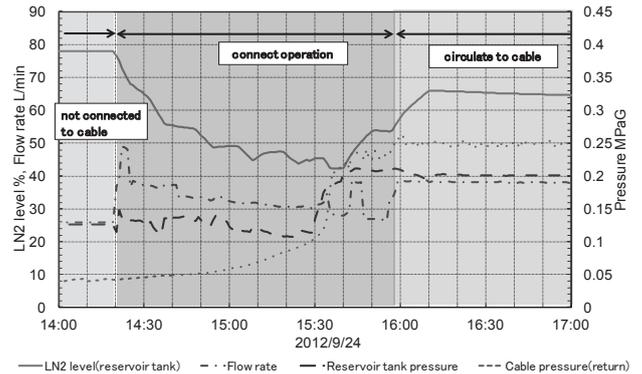


fig.2 Initial cooling of super conducting cable

ケーブル電流等の負荷変動に対し、温度、圧力、流量ともに前記した設計範囲で制御されている。今後、スターリング冷凍機能力の経時変化の影響や、日射による熱侵入量変化の影響などについて、運転状態を継続監視しながら検証するとともに、冷凍機のメンテナンス効果の検証を実施していく。

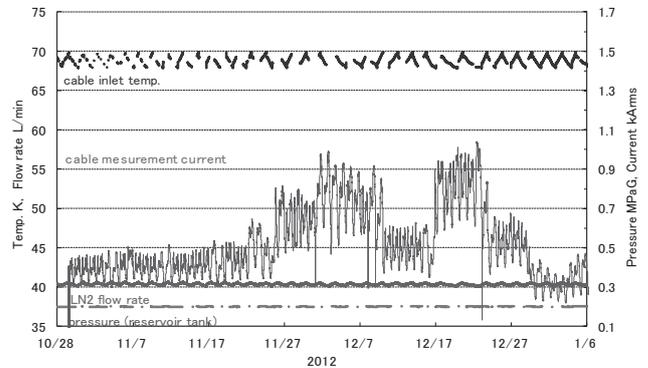


fig.3 Long term operation under actual power grid

5. おわりに

超電導ケーブルの実系統運転を開始し、無人連続運転下で安定した運転を継続している。今後は実系統運転のもと冷凍機等の定期メンテナンスを行い、システムの運用性及び信頼性を評価する。

本研究は、「高温超電導ケーブル実証プロジェクト」として、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) から委託を受けて実施したものである。

参考文献

- R. Ono, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 86 p.57(2012)
- A. Machida, et al: 2013 National Convention Record IEE Japan pp.253(2013)

循環冷却装置でのスラッシュ窒素冷却試験結果

Experimental Result of Slush Nitrogen Refrigeration in Circulating Cooling System

駒込 敏弘, 李 潤錫, 池内 正充, 仲村 直子, 矢口 広晴(前川)

KOMAGOME Toshihiro, LEE Yoonseok, IKEUCHI Masamitsu, NAKAMURA Naoko, YAGUCHI Hiroharu

E-mail: toshihiro-komagome@mayekawa.co.jp

1. はじめに

スラッシュ窒素(以下 SiN_2)とは、微細な固体窒素と液体窒素が混合した二相流体を指す。高温超電導(以下、HTS)ケーブルシステムの冷媒に SiN_2 を用いると、固体融解潜熱を冷却に利用することで、サブクール液体窒素と比べ温度をより低く安定的に維持できる利点がある。その有用性を確認するために、 SiN_2 を用いた循環冷却システムを開発した。今回、 SiN_2 による循環冷却試験を初めて行なったので、結果を報告する。

2. 試験装置

装置フローを Fig. 1 に示す。本装置は、予冷ユニット、生成装置、評価配管などで構成される。液体窒素は、予冷ユニット内のタンクを経由した後ポンプで加圧され、同ユニット内の冷凍機で顕熱を除かれた後、生成装置に送られる。生成装置内では、所定の固相率の SiN_2 が生成され、評価配管へ送られる。評価配管では、一定のヒータ負荷により SiN_2 を加熱して、その温度変化を計測する。

生成装置は、潜熱冷却のための 2 台の GM 冷凍機と撈取羽根を有し、 $100 \mu\text{m}$ オーダーの粒径の固体粒子を伴う SiN_2 を生成する[1]。

評価配管は、超電導ケーブルの熱負荷を模したヒータを有する配管で、流体の温度変化を測定する。同配管は全長約 4.5m の真空断熱構造とし、内管の流体中心部に薄膜抵抗式温度計を約 1m 毎に 5 個設置した。入口温度計 T1 から出口温度計 T5 の間には、パイプ式のヒータを内管外周部に設置して、約 4m にわたり均一な熱負荷を印加する。

予冷ユニットは、評価配管から戻る窒素を、ポンプで加圧すると共に融点付近まで予冷する装置である。装置は、タンク、循環ポンプ、冷凍機から構成される。冷凍機は熱交換器に設けたヒータで、生成装置に送る液体窒素温度の調整を行う。

3. 試験方法

試験は、所定のヒータ負荷を印加した評価配管に、一定温度の液体窒素または SiN_2 を循環させ、流体の温度を測定することで行う。評価配管入口の温度および固相率は、上述の通り予冷ユニット内のヒータを調整することで変化させる。このとき、固相率に応じて評価配管出入口温度差 ($\Delta T = T_5 - T_1$) が変化するので、同配管のヒータ加熱量 Q [W] と温度差 ΔT [K] から、評価配管入口の固相率 ϕ_m [-] を求める。

$$\phi_m = (Q / \dot{m} - C_p \Delta T) / l_s \quad (1)$$

ここで、 l_s [J/g] は窒素融解潜熱、 \dot{m} [g/s] は窒素質量流量、 C_p [J/(g·K)] は液体窒素比熱である。

生成装置の固体生成効率を評価する為に以下の様に撈取効率 η [-] を定義した。

$$\eta = L_p / L_{TOTAL} = L_p / (L_p + P) \quad (2)$$

ここで、 L_{TOTAL} [W] は固体窒素生成に用いた冷却量、 P [W] は生成装置の撈取動力、 L_p [W] は固相率 ϕ_m を基にした潜熱量である。

4. 試験結果

測定結果を Fig. 2 に示す。これは、流量 $2.50/\text{min}$ で液体窒素および SiN_2 を熱負荷 $5\text{W}/\text{m}$ で搬送した結果である。

液体窒素冷却の場合、測定開始位置から温度がリニアに上昇しており、直線によく近似できた。このことから、評価配管の T1 から T5 までの範囲で均一に熱量が印加されていること、および温度測定の見直しを確認した。

一方、 SiN_2 は上流側で融点を維持しており、より下流から温度の上昇が始まる。温度の傾きは液体窒素の場合と同程度である。なお、近似した直線の変曲点は、固体窒素が全て融解した位置と推測する。評価配管入口の固相率 ϕ_m は、式(1)より最大 1.2% (潜熱 12W 相当) と求められた。

撈取効率は、式(2)および $L_p = 12\text{W}$ 、 $P = 37\text{W}$ から、 $\eta = 0.25$ と計算された。撈取効率の向上については、今後検討する。

5. まとめ

スラッシュ窒素を用いた循環冷却システムを開発し、循環冷却試験をはじめて行った。その結果、固体窒素が存在する評価配管上流側で、窒素温度が一定で維持することを確認した。

本研究は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO 技術開発機構) のプロジェクト「イットリウム系超電導電力機器技術開発」の一環として実施した。

参考文献

- [1] N. Nakamura, et al.: Proceedings of 12th CRYOGENICS 2012, pp.91-95

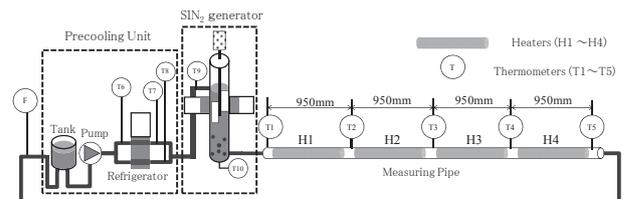


Fig. 1 Circulating cooling system for slush nitrogen

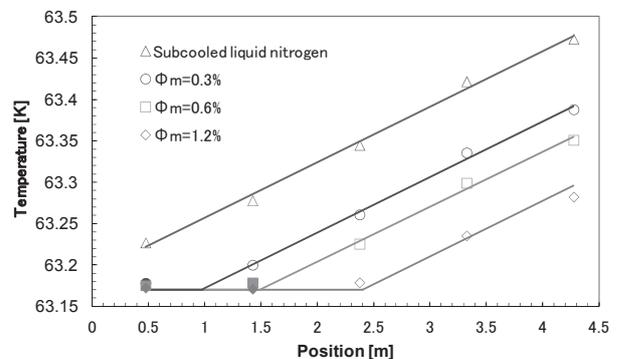


Fig. 2 Temperature distributions of slush nitrogen with different mass fractions

DI-BSCCO の臨界電流・機械強度改善に向けた開発状況

The latest developments of electromagnetic and mechanical performance in DI-BSCCO

菊地 昌志, 山崎 浩平, 中島 隆芳, 鍵山 知宏, 武田 宗一郎, 小林 慎一, 林 和彦, 佐藤 謙一(住友電工)
;長村 光造(応用科学研);下山 淳一(東大);北口 仁(NIMS)

KIKUCHI Masashi, YAMAZAKI Kohei, NAKASHIMA Takayoshi, KAGIYAMA Tomohiro, TAKEDA Soichiro,
KOBAYASHI Shinichi, HAYASHI Kazuhiko, SATO Kenichi (Sumitomo Electric Industries, LTD.);

OSAMURA Kozo (RIAS); SHIMOYAMA Junichi (The University of Tokyo); KITAGUCHI Hitoshi (NIMS)

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

1. はじめに

大型・強磁場超電導マグネット用途では超電導コイルに強いフープ力がかかるため、超電導線材には優れた引っ張り強度が求められる。当社は高強度仕様として Type H を金属テープ(以下補強テープ)で補強した Type HT を製造・販売しているが、その引っ張り強度は約 300 MPa と改善の余地が大きい。我々は既に Pre-tension 補強テープの厚みを大きくするなど引っ張り強度が 500 MPa 以上に改善することを報告している[1]が、この方法では J_c を著しく低下させてしまう課題があった。補強テープの厚みを大きくすることで引っ張り強度が上がるのは、補強テープと bare 線の断面積比が大きくなるためと考えられる。したがって bare 線の厚みを小さくすることでこれと同じ論理で Type HT の引っ張り強度は改善するはずであり、bare 線の厚みをパラメータとした Type HT の引っ張り強度シミュレーションを行った(計算は厚み 20 μm のステンレステープで補強した Type HT-SS20 を想定)。

一方で、Type HT の J_c への影響を明らかにするためにも、bare 線の厚みと超電導特性の変化を把握することは重要であるとの観点から、厚みを変えた複数の bare 線の物性を評価し考察を進めた。

2. Type HT 引っ張り強度への効果

性能評価に備え、実際に線材厚みを広い範囲で変えた試料を複数準備した。準備した試料は Type HT に適用できる寸法でなければ意味を成さないため、銀比・芯数などの設計は Type H に準じ、線材幅も Type H の中心値付近(4.3 \pm 0.1 mm)となるように製造条件を調整した。Type HT の引っ張り強度は、複合体の引っ張り歪みから Type H に付与される(Pre-tension による)予圧縮歪みを差し引いた真歪が、Type H の臨界歪みに達したときの引っ張り応力として定義した。ここで、Type H の臨界歪みは 0.2% [2]とした。Fig.1 に推定引っ張り強度と bare テープ厚みの関係を示す。bare 線の厚みを小さくするほど Type HT に加工したときの引っ張り強度が増えていることがわかる。標準的な Type H (0.23 mm)を使った場合の推定強度を白抜きでプロットしたが、bare 線の厚みを 0.20 mm まで薄くすることで強度を 10%改善できることを示唆している。

3. 線材厚みと J_c の相関

試作した bare 線に対して、77 K, 自己磁場下の J_c を直流 4 端子法で測定した。Fig.2 にそれぞれの厚みに対する J_c を示す。 J_c と bare 線の厚みには明白な負の相関が見られており、Type HT の引っ張り強度改善だけでなく、 J_c 向上の可能性を示唆する結果が得られた。当日は低温磁場中 J_c の挙動もあわせて報告するとともに、厚みに対して性能が変化する要因についても議論する。

4. まとめ

まだ試作段階ではあるが、厚みだけを系統的に変えた bare 線の性能評価と Type HT 強度計算を進めた結果、Type H の厚みを小さくすることは、Type H の J_c 向上ならびに Type HT の引っ張り強度改善に対して有効な手法であることを確認し

た。その上、断面あたりの銀の占有面積を減らせるため、一定分のコスト低減効果も期待できる。

さらなる高強度化に向けて我々は補強テープ材質変更による高強度化検討を進めており、厚み 50 μm の補強材"XX"を使った Type HT 試作線の引っ張り強度が 540 MPa に達するなど、DI-BSCCO の弱点とされる機械強度の水準も飛躍的に上がってきている。詳細は当日報告する。

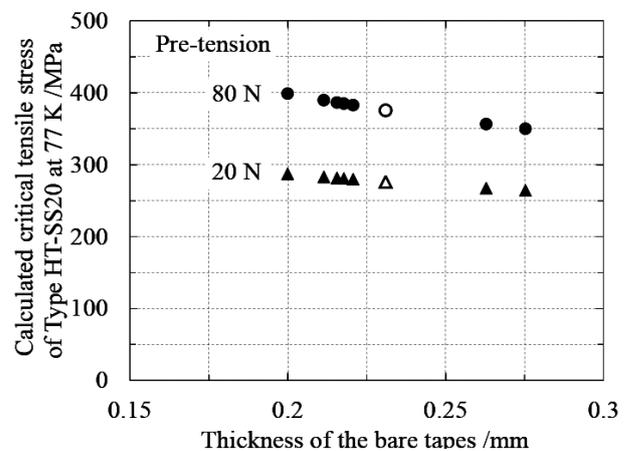


Fig. 1 Calculated relation of the critical tensile stress of Type HT-SS20 to thickness of the bare tapes. The open symbols show the Type HT for which a commercial Type H tape (0.23 mm) is used.

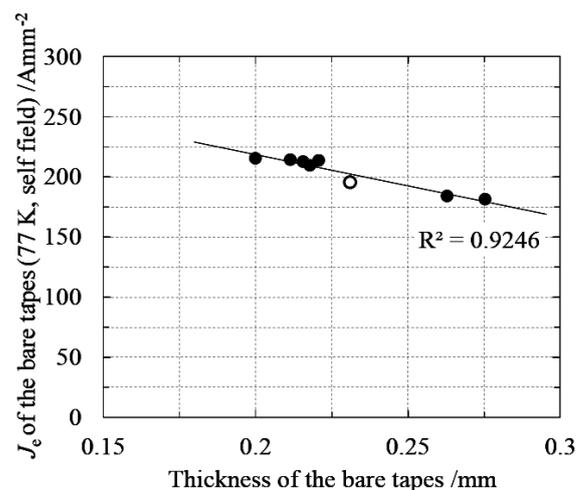


Fig. 2 J_c (77 K, self field) dependence on tape thickness of commercial trial Type H tapes based on the Type H structure.

参考文献

- [1] M. Kikuchi, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 85 (2010) p.7
[2] http://www.sei.co.jp/super/hts/type_h.html

BaHfO₃ 人工ピンを導入した長尺 Gd₁Ba₂Cu₃O_{7-δ} 線材の臨界電流特性Critical current property of long-length Gd₁Ba₂Cu₃O_{7-δ} coated conductor doped with BaHfO₃ artificial pinning center

横溝 孝明、井上 昌睦、榊原 崇志、田中 健太、東川 甲平、木須 隆暢 (九大)
飯島 康裕、齊藤 隆 (フジクラ)

中村 達徳、吉積 正晃、和泉 輝郎 (超電導工研)

YOKOMIZO Takaaki, INOUE Masayoshi, SAKAKIBARA Takashi, TANAKA Kenta,
HIGASHIKAWA Kohei, KISS Takanobu (Kyushu Univ.)

IJIMA Yasuhiro, SAITO Takashi (Fujikura)

NAKAMURA Tatsunori, YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (SRL)

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

1. はじめに

BaHfO₃ (BHO) を人工ピンとして導入した Gd₁Ba₂Cu₃O_{7-δ} (GdBCO) 線材では広い温度、磁場領域に亘り臨界電流特性が向上することが明らかとなっており、同人工ピンの長尺線材への適用が期待されている。しかしながら、リール式搬送システムを通じての連続成膜が要求される長尺線材作製プロセスへの適用についてはまだ十分に行われていない。本研究では、長尺線材作製プロセスにて作製された BHO 導入 GdBCO 線材の臨界電流特性の温度、磁場依存性について詳細に調べ、固定基板成膜で得られた短尺 GdBCO 線材の特性に対する再現性について調べた。また、長尺線材の長手方向に対して複数個所のサンプリングを行い、臨界電流特性の空間均一性についても調べた。

2. 実験

試料の BHO 導入 GdBCO 線材は、リール式搬送システムを用いて作製された。超伝導層を形成する際に、3.5mol% の BHO を添加したターゲットを使用することにより人工ピンの導入を図っている。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。なお、長尺線材の空間的な均一性を確認するため、10m 長の線材のうち 3m、6m、8m の 3 地点においてサンプリングを行った。

3. 実験結果及び考察

Fig.1 に実験により得られた J_c の温度、磁場依存性(●)を示す。同図には、我々が以前報告した固定基板成膜によって得られた、BHO 導入短尺線材の J_c 特性(○)が実験値、実線が解析値[1]も示している。両者を比較すると、幅広い温度、磁場領域に亘り特性がよく一致していることがわかる。すなわち、基板を連続的に搬送させつつ成膜する長尺線材作製プロセスにおいても、短尺線材と同等の BHO 人工ピンを導入することに成功したことを示している。

長尺線材の空間的な均一性について調べた結果を Fig.2 に示す。同図は、77K、1T における J_c の磁場印加角度依存性であり、3 地点の結果を全て重畳している。いずれも、 $B//ab$ 付近で見られるピークの形状や人工ピン導入に伴う $B//c$ 付近でのブロードなピーク特性がよく一致しており、長尺線材作製プロセスにおいて均一な特性を有する線材が作製出来ていることが確認された。

当日は、巨視的ピン力密度や転移磁場等のピンニング特性の詳細及び、パーコレーションモデルに基づき作成した J_c - B - T マップによるピンの寄与の考察結果についても報告する。

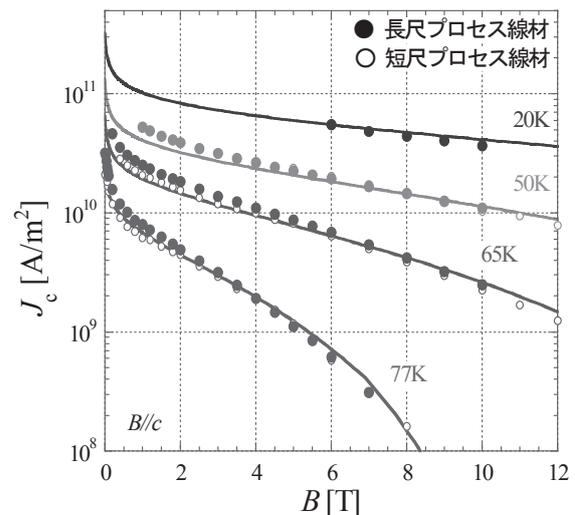


Fig.1 J_c - B - T characteristics in $B//c$

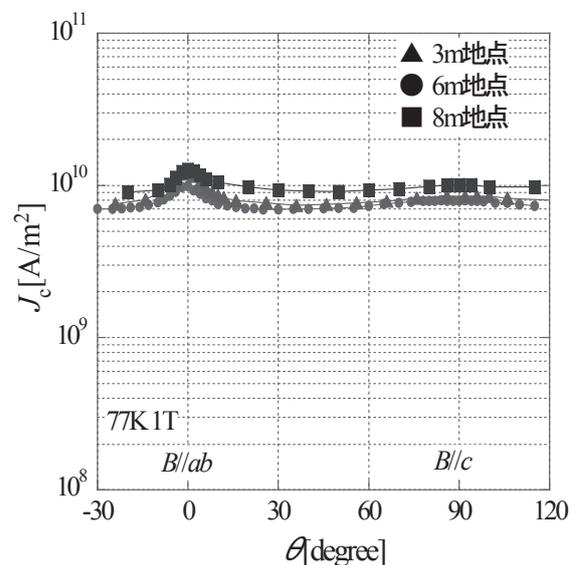


Fig.2 Angular dependence of J_c at 77K in 1T

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。

参考文献

[1] 井上 他, 第 85 回低温工学・超電導学会 1A-a03

有効線幅を指標とした RE-123 線材の最適細線加工法の検討と 長尺線加工技術の評価

Optimal Slitting Process and Its Applicability to Long Coated Conductor Based on Equivalent Width Characterization

東川 甲平, 片平 健太, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大);
新海 優樹, 小西 昌也, 大松 一也 (SEI); 吉積 正晃, 和泉 輝郎 (ISTEC)

HIGASHIKAWA Kohei, KATAHIRA Kenta, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);
SHINGAI Yuki, KONISHI Masaya, OHMATSU Kazuya (SEI), YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (ISTEC)
E-mail: kohei@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

希土類系高温超伝導線材の機器応用に際しては、交流損失低減等の観点から細線加工技術の確立が急務となっている。一方、細線加工による加工部の特性低下は、線材の電流量の低下を招くだけでなく、特に電力ケーブル応用においては、素線間ギャップを大きくすることに相当するため、交流損失の増大の要因となる。そこで本研究では、走査型ホール素子顕微鏡による有効線幅評価^[1]によって、最適細線加工法を検討し、長尺線加工への適用可能性についても評価した。

2. 短尺線材評価による最適スリット法の検討^[1]

Fig. 1 に様々な手法によってスリットされた短尺線材の有効線幅を示す。幾何学的にはすべて 2 mm 幅の線材であるため、その差が加工によるダメージを意味している。レーザースリットと機械スリットの有効線幅には明確に差があり、特にレーザーを安定化層側から照射した(c)が最も良好であることがわかった。また、その有効線幅は 1.9 mm 程度となっており、片側あたり 50 ミクロン程度のダメージで済む加工法であることがわかった。

3. 長尺線加工への適用の実証

さらに、本手法の長尺線加工への適用可能性を検討すべく、計 40 m 長程度の線材の評価を行った。その結果を Fig. 2 に示す。左側 2 つが上記(c)によって加工された線材であり、その有効線幅の平均値は双方とも 1.84 mm となっている。すなわち、上記スリット法がかなり再現性良く長尺線材にも適用可能であることを本評価手法によって実証することができた。

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)、パワーアカデミー研究助成「萌芽研究」の支援を得て行った。

参考文献

[1] K. Higashikawa et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond., in press (DOI: 10.1109/TASC.2013.2238983).

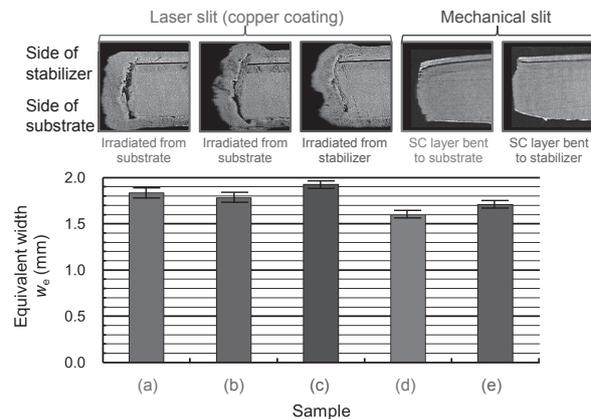


Fig. 1. Equivalent widths characterized for short samples slit by different cutting methods. Micrographs of their cross-sections are also shown in the figure. Each error bar indicates the standard deviation of the equivalent width estimated for 11-mm-long section in each sample.

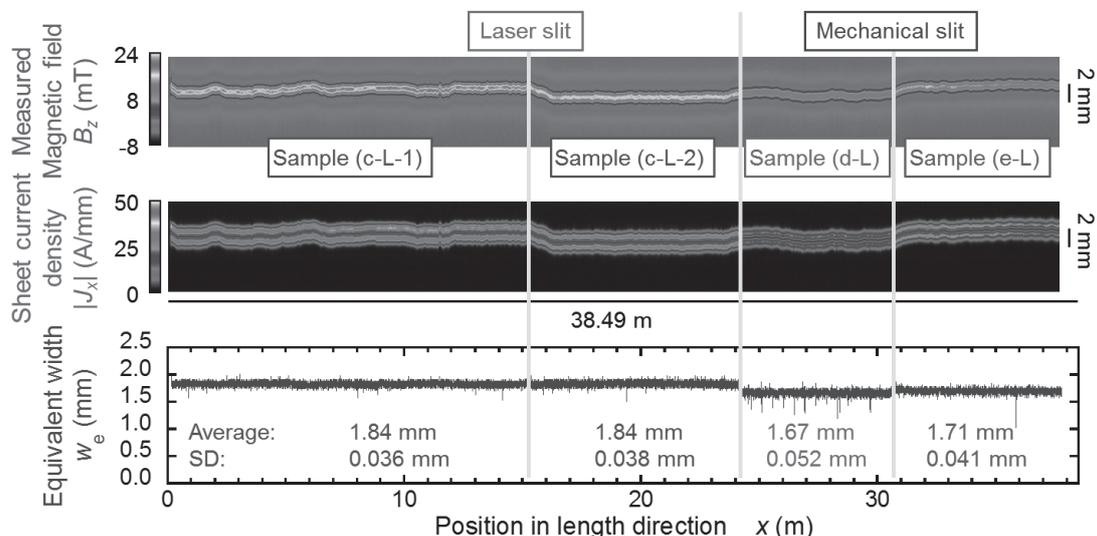


Fig. 2. Distributions of remanent magnetic field, sheet current density and equivalent width characterized for long samples.

レーザーを用いたY系線材の細線加工の進展

Improvement of filamentarization techniques for coated conductors by using laser processing

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、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。ここでは、レーザーによる切断の加工速度向上の検討結果について報告する。

2. 実験方法

線材切断には、Qスイッチ式UVレーザー(355nm, 10W, JDSU, Q301-HD)を、アシストガスはairを用いた。レーザーの強度分布はシリンダ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ビームとしている。

レーザー切断において検討した条件は

- ・アシストガスノズルと試料との距離
- ・Qスイッチの周波数
- ・レーザー入射面(安定化銀側, ハステロイ側)
- ・アシストガスの圧力(ハステロイのみの切断)

である。これらの条件を変えながら、切断が可能であった最高速度を測定した。

また、どこまで細く切断できるかについての検討も行った。

3. 実験結果と考察

図1にQスイッチ周波数と切断速度の関係を示す。ここで、レーザーは安定化銀から入射した。ノズルと線材との間隔が短くなるほど切断速度が高くなるのが分かった。しかしながら、0.3mmという距離は、線材搬送の安定化および接続部は倍の厚さになることなどを考慮すると実際的でなく、この結果から0.5mm間隔が実際的であると思われる。またQスイッチの周波数としては15-20kHzで最大値を取った。しかしながら周波数依存性はレーザーの特性であるので、一般的に適用できるものではないだろう。使用するレーザーの最大出力に依存すると考えられる。

図2はレーザーをハステロイ側から入射した場合である。やはりノズル試料間距離が短いほど切断速度は高くなった。また銀よりも反射率が低いことを反映して、ハステロイ側から入射した方が切断速度が高くなるのが確認された。

図3は、ハステロイのみにレーザーを入射して切断できる最大速度を求めようとした結果である。横軸はアシストガスの圧力である。どの周波数においてもアシストガスの圧力が高くなるほど切断速度は向上している。しかもまだ飽和する様子は見えないので、さらに高いガス圧を用いれば、100m/h以上の速度で切断できる可能性があると考えられるであろう。

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。

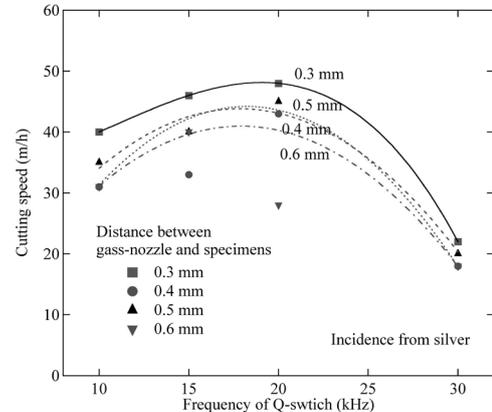


図1 Qスイッチ周波数と切断速度(銀側入射)

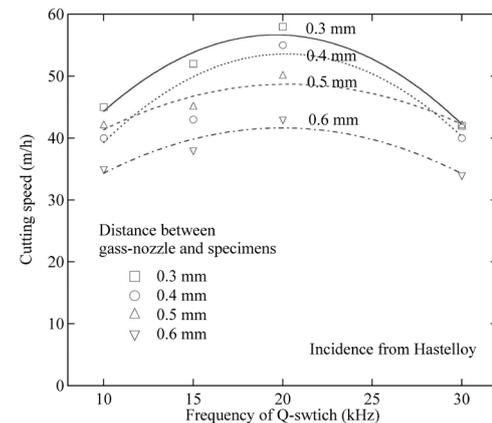


図2 Qスイッチ周波数と切断速度(基板側入射)

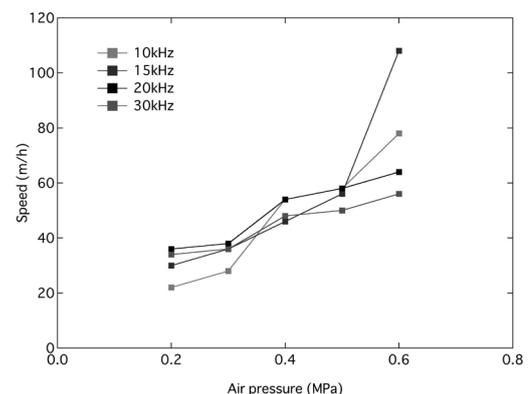


図3 ガス圧と切断速度の関係

TFA-MOD 法による BaZrO₃ を導入した YBa₂Cu₃O_y 膜の結晶成長過程Film growth of YBa₂Cu₃O_y with BaZrO₃ particles by TFA-MOD method

寺西 亮, 紺屋和樹, 山田和広, 金子賢治, 木須隆暢 (九州大学); 吉積正晃, 和泉輝郎, (超電導工研)

TERANISHI Ryo, KONYA Kazuki, YAMADA Kazuhiro, KANEKO Kenji, KISS Takanobu (Kyushu Univ.);

YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo (SRL-ISTEC)

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

1. はじめに

溶液塗布熱分解法(MOD)は非真空で材料収率が高いことから、Y系線材の作製方法として有望視されている。特にZr塩を含んだ出発溶液を用いてYBa₂Cu₃O_y(YBCO)膜を作製し、膜中に直径30nm程度のBaZrO₃(BZO)粒を磁束ピン止め点としてランダムに分散させることにより [1]、等方的な臨界電流特性の磁場角度依存性を発現させることが可能となる[2]。実用化を目指した更なる臨界電流特性の高性能化の為に、膜中に高数密度の微細なピン止め点を分散させることが最も効果的であることから、膜の結晶成長過程におけるピン止め点の生成や成長など、組織に関する知見を得る必要がある。

本研究では、BZO粒を導入したYBCO膜の結晶成長過程を調査し、結晶化条件の制御によりBZO粒を微細化及び高数密度化することを目的とした。

2. 実験方法

Y,Baの三フッ化酢酸(TFA)塩とCuのオクチル酸塩を金属モル比Y:Ba:Cu=1:1.5:3で混合した溶液にナフテン酸Zrを1mol%添加し、CeO₂/MgO/Hastelloy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703Kにて仮焼し、溶液塗布と仮焼を更に2回繰返した後、低酸素雰囲気下で1053Kにて150min本焼し膜厚約0.6μmのYBCO膜を得た。これまでの実験からBZOの結晶化温度は973K付近であることが報告されている[3]。そこで本研究ではBZO粒の核生成を促進する目的から、本焼前に873Kで温度保持した。本焼時間より短時間の60minから長時間の540minの間で3種類の保持時間を施し、XRD-θ/2θ scanによりBZOの生成挙動及びBaF₂の分解挙動を調べ、4端子法にて磁場中の臨界電流密度(J_c)を測定した。

3. 結果と考察

Fig.1に、保持時間に対するBaF₂(111)及びBZO(110)のピークの挙動を示す。同図(a)のBaF₂では、ピーク強度比は保持60minまでは増大し、その後は時間の増加に伴い減少した。このことから、保持初期にBaF₂の生成が進み、その後は水蒸気中での温度保持により分解が進むことが示された。同図(b)のBZOでは、ピーク強度比は保持時間の増加に伴い増加し60min以降でその傾向が顕著となった。一方、半値幅は60minまでは減少したが、その後の変化は殆ど見られなかった。これらの結果から、温度保持の長時間化によりBaF₂の分解が進行し、BZO生成の為にBa源

と反応時間とが十分に与えられたことによりBZOの生成が促進されBZO粒の数が増大したものと考えられる。また、温度保持を180min行ったYBCO膜の断面をTEM観察した結果、粒径約18~30nmのBZO粒がほぼ均一に分散していることが判明し、温度保持しない試料(粒径約20~50nm)よりBZO粒が微細化していることが明らかとなった。更に、温度保持した試料のJ_cはいずれの磁場強度においても温度保持しない試料より高い値を示した(Fig.2)。

以上より、①本焼途中に低温での温度保持を行なうことによりBZO粒を微細化することが可能となり、②微細化されたBZO粒が有効なピン止め点として機能し、③磁場中でのJ_cを改善することが可能となった。

謝辞

本研究は(財)国際超電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
3. K.Konya, et al., *Physics Procedia*, vol.27(2012)p.212

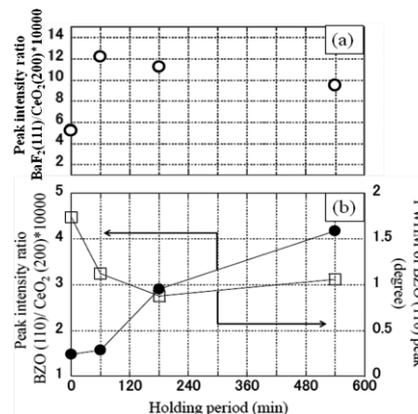
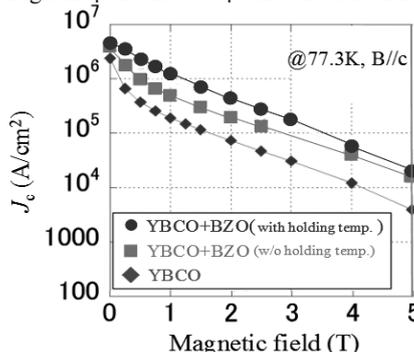


Fig.1 Dependences of peak behavior on holding time.

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

成長速度が BaZrO₃ ナノ粒子導入 TFA-MOD (Y,Gd)BCO 線材の超伝導特性に及ぼす影響

Influence of crystal growth rate on superconducting properties for (Y,Gd)BCO+BaZrO₃ coated conductors

成蹊大¹, 超工研²

鄭翔麟¹, 川口亮¹, 三浦正志¹, 高木裕司², 中岡晃一², 吉積正晃², 和泉輝朗², 塩原融²

SEIKEI Univ.¹, ISTECSRL²

JUNG Sanghyuk¹, KAWAGUCHI Ryo¹, MIURA Masashi¹, TAKAGI Yuji², NAKAOKA Koichi², YOSHIZUMI Masateru², IZUMI Teruo², SHIOHARA Yuh²

E-mail: dm136316@cc.seikei.ac.jp

1. はじめに

Trifluoroacetates-Metal Organic Deposition (TFA-MOD)法により作製された REBa₂Cu₃O_y 超伝導線材は、低コスト化かつ高特性化が期待されている。しかしながら高磁場応用に向け、磁場中臨界電流密度(J_c)を更に向上させる必要がある。これまで、磁場中 J_c 向上に向け BaZrO₃(BZO)ナノ粒子を人工欠陥として導入することにより TFA-MOD 法 Y_{0.77}Gd_{0.23}Ba₂Cu₃O_y ((Y,Gd)BCO)+ BZO 線材は、等方的かつ高い磁場中 J_c 特性を得ることに成功している[1]。更なる特性向上には、BZO ナノ粒子の均一分散、サイズ制御が必要と考えられる。

本研究では、更なる磁場中 J_c 特性向上に向け、(Y,Gd)BCO)+BZO 線材の本焼成時における成長速度 R を制御し、結晶性や磁場中 J_c 特性に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

本研究では、金属基板上に TFA-MOD 法を用いて (Y,Gd)BCO+ 2wt%BZO 線材を作製した。作製した膜厚は 0.375 μm である。本焼時ガス流量 V を変化させることで成長速度を制御した。作製した線材の結晶性は X 線回折法、自己磁場及び磁場中 J_c は四端子法を用いた。また、比較のために同様の装置を用いて (Y,Gd)BCO 線材の特性も調べた。

3. 結果と議論

従来の成長速度 R に対し、ガス流量 V を変化させることで 1.5 倍までの成長速度 R で成長させることに成功した。図 1 に成長速度 R に対する $J_c^{s.f.}$ を示す。図より 77 K における $J_c^{s.f.}$ は $R=8.0 \times 10^{-14}$ m/s 以上で 4 MA/cm² 以上の特性を示すことが分かる。

図 2 に異なる成長速度 R で作製した (Y,Gd)BCO+ 2wt%BZO 線材の 77 K、1 T における J_c - B - θ 特性を示す。比較のために $R=1.00 \times 10^{-13}$ m/s で作製した (Y,Gd)BCO も示す。図より、1.44 倍の成長速度で成長させた (Y,Gd)BCO+ 2wt%BZO 線材は、従来の (Y,Gd)BCO+ 2wt%BZO 線材に比べ 1.2 倍、(Y,Gd)BCO 線材の 2.5 倍の $J_{c,min} = 0.94 \text{ MA/cm}^2$ を得ることに成功した。この特性は、TFA-MOD 線材の特性としては世界最高レベルである。これらの要因として、成長速度 R を速くすることで、Y₂Cu₂O₅ 等の異相が減り、結晶性が向上したことが考えられる。また、成長速度を速くすることで BZO ナノ粒子のサイズが小さくなり、膜中に高密度かつ均一分散したと考えられる。

発表では、成長速度が、結晶性、異相の粗大化など微細構造に及ぼす影響についても詳細に議論する。

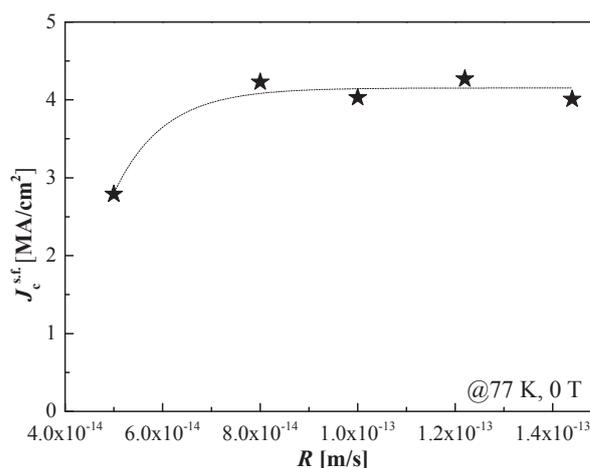


Fig.1 Crystal growth rate dependence of $J_c^{s.f.}$ for (Y,Gd)BCO +BZO CCs.

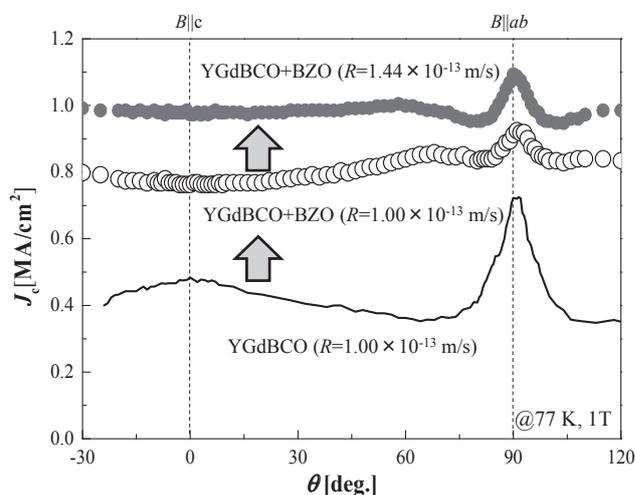


Fig.2 Angular dependence of J_c at 77 K, 1 T for various growth rate CCs.

謝辞

本研究は、JSPS 科研費(24760732)、(公財)東電記念財団 基礎研究の助成を受け実施したものです。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., Phys. Rev. B **83** (2011) 184519.

TFA-MOD 法により作製した(Y,Gd)BCO 線材のキャリア制御による高特性化

Effect of annealing treatments on the superconducting properties of TFA-MOD (Y,Gd)BCO coated conductors

江幡 勇紀, 小峯 拓也, 三浦 正志(成蹊大); 高木 祐司, 中岡 晃一, 吉積 正晃, 和泉 輝郎, 塩原 融(SRL)

EBATA Yuki, KOMINE Takuya, MIURA Masashi(SEIKEI Univ.); TAKAGI Yuji, NAKAOKA Koichi,

YOSHIZUMI Masateru, IZUMI Teruo, SHIOHARA Yuh(SRL)

E-mail:dm136307@cc.seikei.ac.jp

1. はじめに

Trifluoro Acetates Metal Organic Deposition(TFA-MOD)法により作製した $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO)線材は、安価な液体窒素(77 K)下においても高い超伝導特性を有するため、特に期待されている。しかし、応用には更なる臨界電流密度(J_c)の向上が必要であり、そのための具体的な方法として、①Y/RE 置換、②キャリア制御(酸素量の最適化)、③結晶性の向上がある。Y/RE 置換に関しては、Yの一部をGdに置換した $Y_{0.77}Gd_{0.23}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YGdBCO)線材がYBCO線材に比べ、高い超伝導特性が得られると報告されている[1]。しかしYBCO線材の最適アニール条件(アニール温度:500 °C、保持時間:3時間)は明らかにされているがYGdBCO線材の最適アニール条件は現状では明らかにされていない。

そこで本研究では、Yの一部をGdに置換した(YGdBCO)線材を作製し、酸素アニール温度を300 °C~500 °Cと変えて最適な酸素アニール条件を検討した。

2. 実験方法

本研究では、YGdBCO線材の作製方法としてTFA-MOD法を用いた。溶液(Y:Gd:Ba:Cu=0.77:0.23:2:3)を面内配向した基板の上に塗布を行い、仮焼、本焼を行うことにより、超伝導体を結晶化させた。本焼後の膜厚は0.508 [μm]である。

YGdBCO線材の酸素アニール時の保持時間は3時間とし、温度(T_a)を300 °C~500 °Cと変化させ実験を行った。また、本実験では温度によるYGdBCO線材の超伝導特性の違いを調べるために3時間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線回析法、四端子法を用いて行った。

3. 実験結果

図1に酸素アニール温度の違いによるYGdBCO線材の自己磁場 J_c を示す。図より350 °Cで酸素アニールしたYGdBCO線材が最も高い $J_c^{s.f.}=5.1$ MA/cm²を示すことが確認され、キャリア制御に成功した。また、500 °Cで酸素アニールした線材は $J_c^{s.f.}=2.9$ MA/cm²を示し、300 °Cで酸素アニールした線材は $J_c^{s.f.}=4.5$ MA/cm²を示すことが確認された。本研究で得られた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であることが分かる。これは材料の違いにより最適アニール温度が異なるためであると考えられる。

また、酸素アニール温度が磁場中特性に及ぼす影響を調べるために500 °C及び350 °Cで酸素アニールしたYGdBCO線材の77 K, 1 Tにおける J_c の磁場印加角度依存性を評価した。図2より500 °Cアニールに比べ350 °Cアニールはすべての磁場印加角度で1.3倍以上 J_c の向上が確認され、特に $B||ab$ では2倍の向上が確認された。

発表では、酸素アニール温度の違いによる結晶性、酸素量など超伝導特性に及ぼす影響についても詳細に議論する。

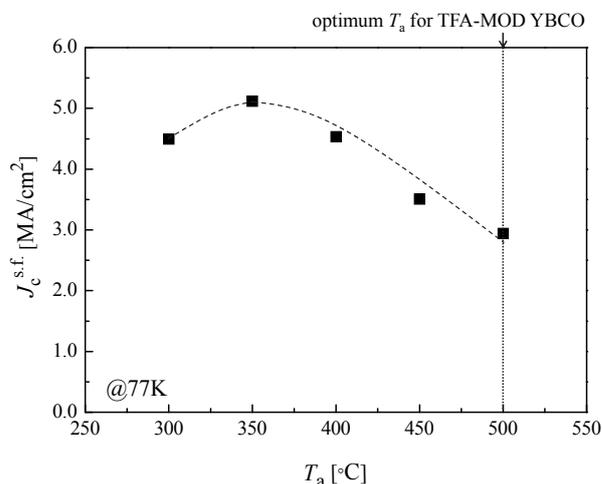


Fig.1 Annealing temperatures dependence of $J_c^{s.f.}$ for YGdBCO CCs.

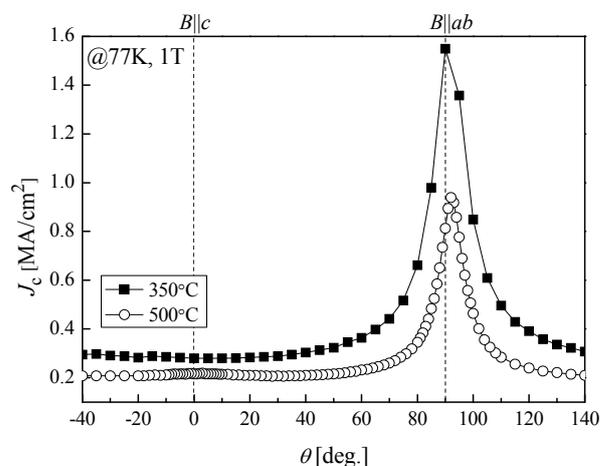


Fig.2 Field Angular dependence of J_c for YGdBCO CCs (500 °C and 350 °C).

謝辞

本研究は、JSPS 科研費(24760732)、(公財)東電記念財団基礎研究の助成を受け実施したものである。また、超伝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.APEX 2 (2009) 023002.

FF-MOD 法 Y123 薄膜のピンニング特性に及ぼす塩素ドーピング効果

Effect of chlorine doping on flux pinning properties of FF-MOD Y123 thin films

元木 貴則, 下山 淳一, 山本 明保, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大)

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. Introduction

The chemical solution process is one of the promising methods to synthesize $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (RE123) thin films because of the relatively low production cost. In particular, the metal organic decomposition (MOD) method using trifluoroacetate (TFA) solution has been extensively studied and developed thus far. Although fluorine-free MOD (FF-MOD) has advantageous points, such as simple chemical reaction and fast crystallization of RE123, resulting RE123 films show poor critical current properties in magnetic fields due to high crystallinity without effective pinning centers. In addition, very few studies have succeeded in introduction of effective pinning sites in the FF-MOD RE123 films. Based on the background, we have attempted to improve flux pinning properties of FF-MOD Y123 films by doping of chlorine which forms oxychloride in Y123 crystals.

2. Experimental

Raw Y123 films were formed on $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}^3$ SrTiO_3 (100) single crystal substrates by spin-coating of acetylacetonate-based solutions [1] with nominal compositions of $\text{YBa}_{2+2x}\text{Cu}_{3+3x}\text{Cl}_{2x}$ ($x = 0 \sim 0.05$). The coating and heating for decarbonation at $\sim 500^\circ\text{C}$ in flowing oxygen were repeated for three times and chlorine was doped only in the second layer by addition of dilute hydrochloric acid. Films were sintered in the tube furnace at 800°C in the flowing O_2/Ar gas with $P_{\text{O}_2} \sim 10\text{ Pa}$, and finally annealed at 450°C in flowing oxygen. Crystallinity and constituent phases of the Y123 films were investigated by the X-ray diffraction method. Microstructures of the surface were observed by SEM. Magnetization properties were measured by a SQUID magnetometer and J_c was estimated by using the extended Bean model.

3. Results and discussion

The surface XRD measurement revealed the generation of c -axis aligned $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ in chlorine doped Y123 thin films (Fig. 1). It should be noted that coexistence of $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ particles did not degrade the crystallinity of Y123 probably due to small lattice mismatch between them. The size of $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ precipitates was a few μm as shown in Fig. 2. The chlorine doped Y123 films exhibited improved J_c in magnetic fields. Figure 3 shows the J_c - H curves of the Y123 films with $x = 0, 0.025$ and 0.05 in the second layer. J_c of the chlorine doped Y123 films reached $\sim 0.1\text{ MA/cm}^2$ (77 K, 2.2 T) and $\sim 1\text{ MA/cm}^2$ (40 K, 4.3 T), while a chlorine-free film exhibited $J_c \sim 0.1\text{ MA}$ (77 K, 1.7 T) and $\sim 1\text{ MA/cm}^2$ (40 K, 2.0 T).

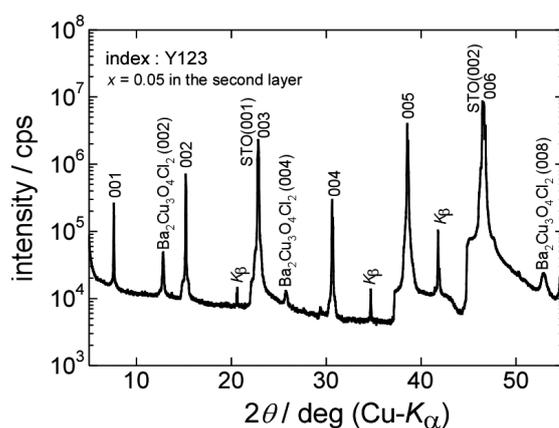
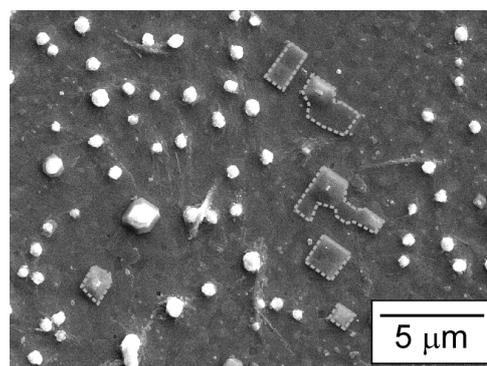
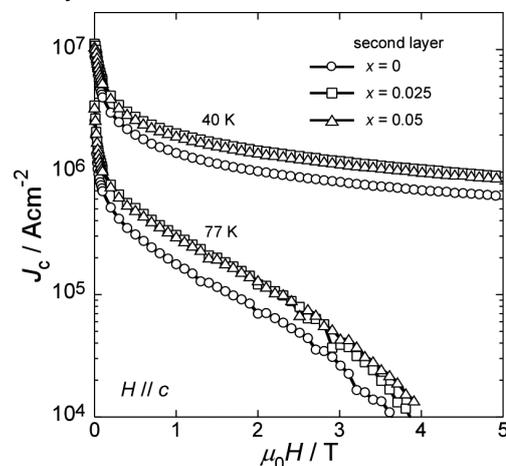


Fig. 1 Surface XRD pattern of a chlorine doped Y123 film.

Fig. 2 Surface secondary electron image of the chlorine doped Y123 film ($x = 0.025$). $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_4\text{Cl}_2$ crystals are indicated by dashed lines.Fig. 3 J_c - H curves of the Y123 films at 77 K and 40 K.

Reference

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

YBCO テープ線材用鉄基板の作製 (2)

Fabrication of Fe substrate for YBCO coated conductor tapes (2)

岡井 大祐(兵庫県立大, JST-ALCA); 中元 一晴(兵庫県立大); 池邊 和也(兵庫県立大);
土井 俊哉(京大, JST-ALCA); 山本 厚之(兵庫県立大)

OKAI Daisuke (Univ. of Hyogo, JST-ALCA); NAKAMOTO Kazuharu(Univ. of Hyogo); IKEBE Kazuya(Univ. of Hyogo);
DOI Toshiya (Kyoto Univ., JST-ALCA); YAMAMOTO Atsushi (Univ. of Hyogo)
E-mail: okai@eng.u-hyogo.ac.jp

1. はじめに

YBCO 超電導テープ線材の普及のためには、YBCO テープ線材の低コスト化が課題のひとつである。現在、YBCO テープ線材に使われている Ni, Ni-W 金属基板の代わりに安価な Fe 金属基板をテープ線材用金属基板として用いることができれば、テープ線材の材料コストを低減できる。我々は RABiTS 法(圧延と熱処理)による二軸配向した {100} 集合組織 ($\{100\}\langle 0vw \rangle$) の Fe 金属基板の作製を試みている。{100} 集合組織は Ni などの fcc 構造をもつ金属では圧延後の熱処理により比較的容易に発達する。一方、鉄の bcc 構造で熱処理された再結晶集合組織においては、{111} 集合組織が発達しやすい。また、fcc (γ 鉄) から bcc (α 鉄) に相変態させた鉄の集合組織は変態集合組織と呼ばれ、{100} 集合組織が発達しやすいことを前回報告した。本研究では、圧延と純鉄の変態集合組織の関係を調べた。一次冷間圧延と熱処理(変態処理)の後、さらに二次冷間圧延を施した。純鉄の変態集合組織を EBSD (Electron BackScattered Diffraction pattern) により観察した。

2. 実験方法

試料は 99.99% の高純度 Fe を用いた。幅 11mm × 長さ 23mm × 厚さ 3mm に切出した板材を真空中で 700°C、1 時間の均質化処理を行った後、室温で圧下率が 80% になるまで多段パスにより一次圧延を施した。その後、真空中、950°C で焼鈍処理を施した。純鉄は 912°C で bcc (α 鉄) と fcc (γ 鉄) との変態が起きる。912°C から 1394°C の温度範囲では fcc 構造である。さらに圧下率が 50% になるまで多段パスにより二次冷間圧延を施した。SEM-EBSD 法による集合組織観察では、観察前に電解研磨により Fe テープの表面処理を行った。

3. 実験結果と考察

Fig. 1 に 80% 圧延後の標準ステレオ三角形を示す。集合組織で観察された $\{hkl\}$ 面はマーカーで表示されている。一次圧延集合組織は {100}, {111}, {112} 面方位粒からなっていた。{100} 面に関しては $\{100\}\langle 011 \rangle$ 面の集合組織が発達していた。Fig. 2 に変態熱処理後の標準ステレオ三角形を示す。{100} 面方位粒も存在しているが {111} 面方位粒が最も支配的であった。試料の組織では、ミリメートルサイズの粗大化した粒が多く存在していた。Fig. 3 に 50% 二次圧延後の標準ステレオ三角形を示す。二次圧延によって、{100} 集合組織がさらに強く形成されたが、{111} 系面粒も存在していた。2 次圧延前後の同一視野観察により、変態集合組織中に存在していた {210}, {310}, {410} 面方位などの粒は二次圧延により {100} 面方位に粒回転することが観察された。多くの {111} 面系方位粒は二次圧延の影響を受けにくく、{100} 面方位まで至る回転は生じなかった。変態集合組織に与える二次圧延効果として、{110} 面から {100} 面との間に分散している

面方位粒を {100} 面へ粒回転させることができることが示された。

4. まとめ

一次圧延 + 変態熱処理 + 二次圧延の連続プロセスは純鉄の {100} 集合組織形成に有効なプロセスである。

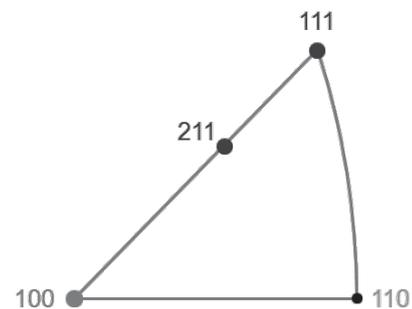


Fig.1 Standard stereograph triangle for the specimen after first cold-rolling at 80%.

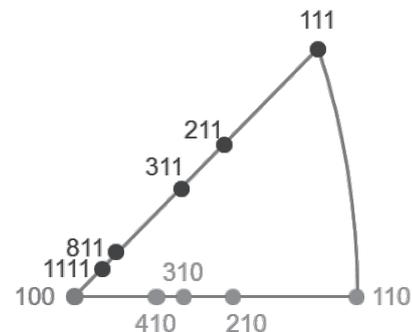


Fig.2 Standard stereograph triangle for the specimen annealed at 950°C for 1h after first cold-rolling at 80%.

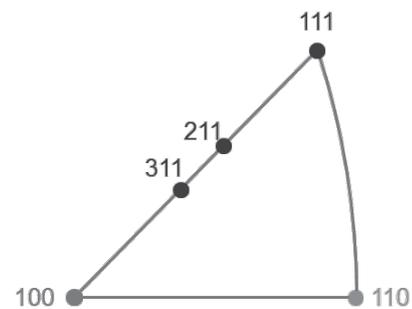


Fig.3 Standard stereograph triangle for the specimen after second cold-rolling at 50%.

IRレーザーアシスト CVD 法を用いた $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ 薄膜の 高速成膜プロセスの開発

Rapid Fabrication of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ Thin Films by IR-Laser-Assisted Chemical Vapor Deposition

宮田成紀、松瀬研也、衣斐顕、和泉輝郎、塩原融（超電導工学研究所）

加藤文晴、平山司（ファインセラミックスセンター）

MIYATA Seiki, MATSUSE Ken-ya, IBI Akira, IZUMI Teruo, and SHIOHARA Yuh (SRL-ISTEC)

KATO Takeharu, and HIRAYAMA Tsukasa (JFCC)

E-mail: miyata@istec.or.jp

1. はじめに

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ (YBCO) 超電導線材の高速プロセスの開発を目指し、MOCVD (金属錯体原料を用いた化学気相蒸着) 法をベースに、赤外レーザーの同時照射を利用することによる成膜速度向上の可能性についての検討をおこなっている [1-3]。この IR レーザーアシスト MOCVD 法を用いて、これまでに $J_c = 1 \text{ MA/cm}^2$ 以上の特性を維持しながら、 $58 \text{ } \mu\text{m/h}$ (約 $1 \text{ } \mu\text{m/min}$) という高い成膜速度を達成したことを報告してきた。このとき、成膜速度は原料供給量に比例し、最大速度においても飽和する兆候が見られなかったことから、今回、装置仕様の増強を行い、原料供給量の増大によって更に成膜速度を向上できるかどうかの検討をおこなった。

2. 実験方法

今回用いた成膜装置は、原料には Y、Ba および Cu の dpm 錯体を thf 溶媒に溶かした単一カクテル溶液を採用し、 280°C に保たれた気化器により原料ガスを発生、Ar キャリアガスによって移送し、真空排気された成膜チャンバー内で酸素ガスと混合された後、ヒーターおよび IR レーザー照射により分解して、基板上に YBCO 膜として堆積させるシステムとなっている。使用したレーザーは近赤外波長 ($1.03 \text{ } \mu\text{m}$) をもつ連続発振方式の半導体レーザーである。基板には、金属テープ上に IBAD (ion-beam-assisted deposition)-MgO 層を含む中間層が成膜された二軸配向基板を用いた。試料はすべて搬送状態で作製された。成膜条件を Table I に示す。

3. 実験結果および考察

これまでに、成膜速度を増大させた場合の振る舞いとして a 軸配向した結晶粒が優勢となる傾向があり、さらに増大すると結晶の配向性 (基板に対するエピタキシャル成長) そのものが保てなくなっていくことがわかってきた。このとき、膜の結晶性は劣化するものの、成膜速度と原料供給量の比例関係は保持されており (つまり成膜速度の支配因子はレーザーパワーではなく原料供給量である。Fig.1 参照)、また主相として十分な量の YBCO 相が形成されていることも TEM 観察により確認されている。したがってレーザーの役割に関しては、基板上への堆積速度を向上させることにあるのではなく、さらに YBCO 相の合成にあるのでもなく、その照射パワーを上げることによりまずエピタキシャル性が回復され、さらに高いエネルギーを投入することによって (速度論的に優勢とされる a 軸方位ではなく) より熱力学的に安定とされる c 軸方位成長を促進する効果があるということが言える。

また、成膜速度と原料供給量における比例関係は、我々のプロセスにおける膜成長が、成膜速度を律速しない付着モードにあることを示唆しており、実際、律速段階を CVD プロセスにおける高温・高成長速度領域において一般に報告される気相拡散過程にあるとしてモデル化することにより、原料収率も含めて矛盾無く説明できることがわかった。

今回、原料供給量をこれまでの最大値である 1.0 g/min からさらに増大し、レーザー照射エネルギーなどの成膜条件の適正化をおこなった結果、やはり最大値である 2.0 g/min まで

比例関係は保持されることが確認され、 $J_c = 1 \text{ MA/cm}^2$ 以上の電流特性を示す試料において、最大で $97 \text{ } \mu\text{m/h}$ の成膜速度 (膜厚 $0.36 \text{ } \mu\text{m}$) を達成することができた。この速度は $1 \text{ } \mu\text{m}$ 厚の YBCO 膜を得るために必要な時間がわずか 40 秒 足らずという速さに相当する。さらに、今回の実験においても原料供給量と成膜速度の比例関係は最大速度まで保持されていることから、高速化の余地はまだまだ残されていると考えられる。

Table I: Typical deposition conditions of YBCO films by IRL-MOCVD.

Precursors	$\text{Y(dpm)}_3, \text{Ba(dpm)}_2, \text{Cu(dpm)}_2$
Solvent	tetrahydrofuran (thf)
Molar ratio	Y : Ba : Cu = 1.0 : 2.0 : 3.0
Molarity (total)	0.18 mol/L
Precursor delivery rate	1.5 – 2.0 g/min
Additional thf rate	0.2 g/min
Vaporization temp.	280°C
Carrier gas flow rate	0.6 – 1.0 L/min (Ar)
Reaction gas flow rate	1.0 – 1.4 L/min (O_2)
Total pressure	0.67 kPa
Heater plate temp.	700°C
Laser power	460 W (max.)
Substrate trans. speed	2.4 – 8.0 m/h
Deposition zone	3 cm (single lane)
Deposition time	13.5 – 45 sec

dpm = dipivaloylmethanato

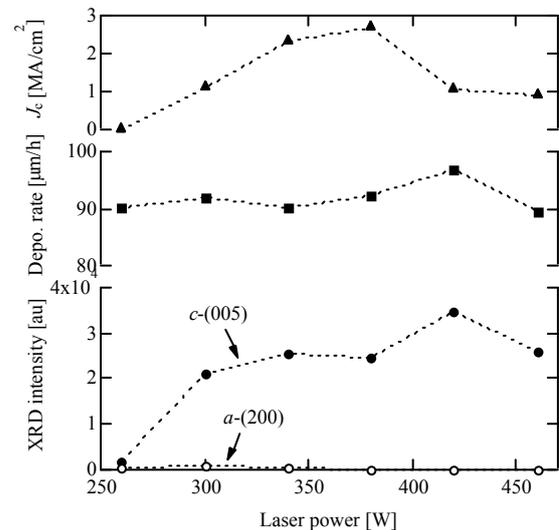


Fig. 1: Laser power dependencies of the XRD intensities, the deposition rate, and the J_c performance for YBCO films fabricated by IRL-MOCVD at a precursor delivery rate of 2.0 g/min .

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

[1] 宮田ほか, 応用物理学会 2012 年秋季講演会, 12p-A2-10.

[2] 宮田ほか, 低温工学・超電導学会 2012 年秋季講演会, 1A-a08.

[3] S. Miyata et al., Supercond. Sci. Technol. **26**, 045020 (2013).

TFA-MOD法を用いたY系超電導長尺線材の高特性化 Improvement of superconducting characteristics of long YBCO coated conductor using TFA-MOD method

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

中村 達徳, 吉積 正晃, 和泉 輝郎, 塩原 融 (超電導工学研究所)

HIRONAGA Ryusuke, KIMURA Kazunari, TAKAHASHI Yasuo, NAKANISHI Tatsuhisa,

KOIZUMI Tsutomu, HASEGAWA Takayo (SWCC);

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

E-mail: r.hironaga041@cs.swcc.co.jp

1. はじめに

近年では高温超電導線材を用いた電力ケーブルや変圧器、限流機、モーター等の応用機器の実用化に向けた研究開発が様々な機関にて行われている。高温超電導線材の中で、Y系線材は、Bi系線材に比べ、液体窒素温度において、磁場中での臨界電流密度が高いことや材料に用いられる貴金属が少量であり、低コストでの作製が可能とされることから、実用線材の候補として期待されている。

現在、昭和電線ではY系超電導線材の作製方法の中でも低コストでの線材の作製が可能であるTFA-MOD法を用いた線材開発を行っており、実用化を目指し、高 I_c 化、長尺安定性並びに製造歩留向上等を課題とし、製造技術の確立に向けた研究開発を行っている。

本報ではTFA-MOD法を用いたY系超電導長尺線材の開発状況について報告する。

2. 実験方法

トリフルオロ酢酸塩(Y-, Ba-)、およびオクチル酸塩等に代表される金属酢酸塩(Cu-)を用い、金属元素組成比がY:Ba:Cu=1.0:1.5:3.0になるように混合溶液を作製し、これらをCeO₂/LaMnO₃/MgO(IBAD)を主な中間層とした金属基板上に、Reel-to-reel(RTR)式塗布・仮焼装置を用いて超電導前駆体膜を形成し、仮焼テープとした。その仮焼テープ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740-760°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。臨界電流値は、液体窒素中において、直流四端子法(電圧基準1 μ V/cm)にて測定を行なった。

3. 結果

Fig.1に臨界電流(I_c)超電導膜厚依存性を示す。図に示すように、出発原料にオクチル酸銅を用いることで、超電導膜厚1.5 μ mにおいて、77K、自己磁場中では $I_c=420$ A/cm-wが得られ、出発原料の変更による効果が確認された。また、出発原料の変更により、厚膜化も可能となった。

Fig.2に単長100m線材の各ロットの I_c 分布を示す。ロット間での製造条件の変更点は以下のとおりである。2,3間で I_c の不均衡性を引き起こしていた異物の付着を低減するために溶液塗布・仮焼時の塗布方法の改善, 7,8間では、出発原料をナフテン酸銅からオクチル酸銅に変更するとともに、塗布時にダイスを用いた線材幅方向の超電導膜厚均一性向上, 11,12間

では超電導層の厚膜化を試みた。以上の結果、改善が反映され I_c 値及び均一性が向上していることがわかる。

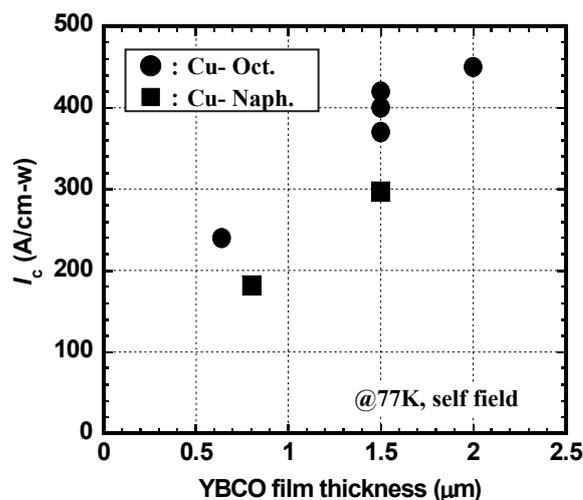


Fig.1. YBCO film thickness dependence of critical current (I_c) of short sample.

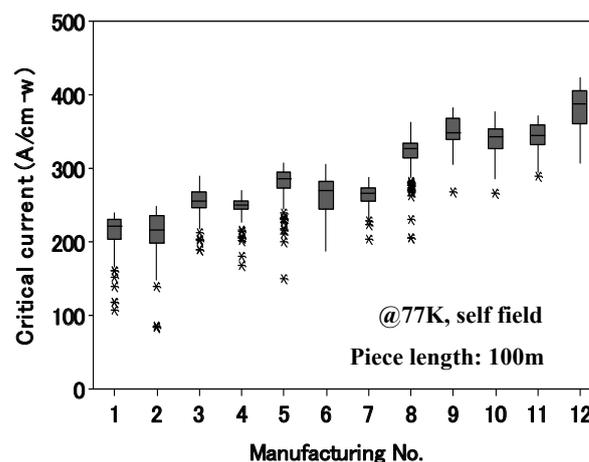


Fig.2 Critical current distribution results of manufacturing of YBCO coated conductor.

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。

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 (SRL-ISTEC)

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

1. はじめに

近年, REBCO 超電導線材の高性能化に伴い, 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。しかしながら, 応用機器の観点から, より高特性な線材が求められており, 特に加速器や超電導モーター等の高磁場を発生する機器に適用する線材として磁場中での特性向上が重要な課題となる。

当社ではバッチ式プロセスを用いた TFA-MOD 法による YBCO 超電導線材の開発を行っており, 高 I_c 化, 長尺安定性向上を主とした研究を進めている。一方, 磁場特性向上を目的として, 人工ピン止め点(Artificial Pinning Centers: APC)を導入した超電導線材の開発も行なっており, TFA-MOD 法線材にも導入することに成功している[1, 2]。我々は, Y 元素を一部 Gd 元素に置換した YGdBCO 超電導層内に BaZrO₃ を微細に均一分散させた, APC 導入型線材とした。

これまでの研究では, 短尺試験片を作製し検討を行っており, 磁場中で高特性を示す線材が得られている[3]。これらの検討結果を基に, 均一性の高い長尺線材を作製することが重要になってくる。

本報では, 磁場特性の向上を目的とした APC 導入型超電導線材の長尺化について, 本焼条件の最適化と大型バッチ式焼成炉を用いた長尺線材の焼成結果について報告する。

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 MgO (IBAD)/LaMnO₃/CeO₂ を中間層とした金属基板上に, Reel-to-reel (RTR) 式塗布・仮焼装置にて, 超電導前駆体膜を形成し仮焼テープとした。その仮焼テープ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た。 I_c 値は電圧基準 10^{-6} V/cm で定義した。また, 印加磁場角度依存性については, スプリット型の超電導マグネットを用いて評価した。

3. 結果

長尺線材を本焼する前段階として, 短尺試験片を使用して大型バッチ式焼成炉における本焼成条件の最適化を行った。この時, 長尺線材を模擬するためにダミーテープを使用した。このダミーテープを用いた試験により, 大型バッチ式焼成炉での本焼条件を適正化した。

引き続き, 上述の最適化条件にて長尺焼成を試みた。80m 長の仮焼テープを作製し, 大型バッチ式焼成炉で本焼を行った。80m 全長の I_c 特性評価はホール素子法を用いた。評価結果を Figure 1 に示す。全長に渡り高特性を持ち, 均一性の高

い線材が得られた。また, 0m と 80m の位置から短尺試験片を切出し, 77 K, 自己磁界中での通電特性を調べたところ, 590 A/cm-w ($J_c=2.6$ MA/cm²) と 610 A/cm-w ($J_c=2.7$ MA/cm²) という特性を有していることが判った。Figure 2 に, 両サンプルの外部磁場 3T 中における I_c 磁場印加角度依存性の評価結果を示す。その結果, 0m 側の I_c の最小値が 50 A/cm-w ($J_c=0.22$ MA/cm²), 80m 側が 55 A/cm-w ($J_c=0.24$ MA/cm²) であった。以上の結果より, 大型バッチ式焼成炉にて 100m 級線材の作製が可能であることが示唆された。

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。

参考文献

1. M. Miura, et al.: Applied Physics Express **1** (2008) 051701
2. M. Miura, et al.: Applied Physics Express **2** (2009) 023002
3. K. Kimura, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond, Vol. 23 (2013) 6601704

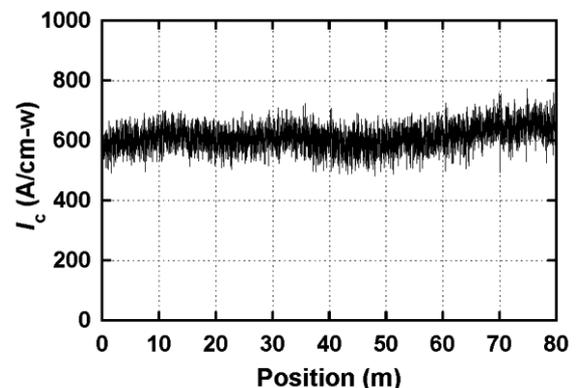


Figure 1. Distribution of I_c of 80m long YGdBCO tape with BZO at 77 K measured by Hall probe method.

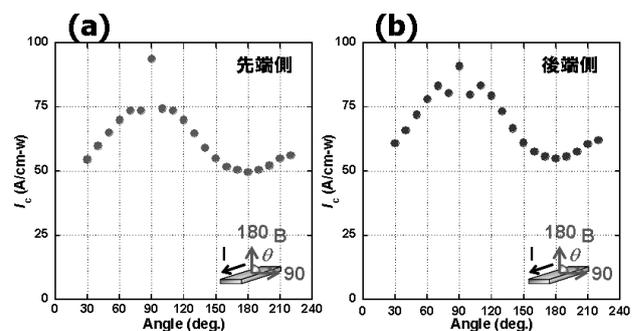


Figure 2. Angular dependence of I_c for 80m long YGdBCO tape with BZO cut from both end at 77 K, in 3 T. (a) 0m side, (b) 80m side.