BaFe₂ (As, P)₂ 薄膜の臨界電流特性に対する膜組成の影響 Effect of chemical composition on critical current characteristics of BaFe₂(As, P)₂ thin films

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

1. はじめに

鉄系超電導体の中で BaFe₂As₂ (Ba122)系は 30K 程度の 高い T_c と比較的低い異方性に加え、比較的良質な膜が得ら れることから、応用に適していると考えられる。

本研究では将来的には長尺線材を製造することを目標に、 P 置換 Ba122 について、製造条件の最適化のため膜組成が 臨界電流特性に及ぼす影響について、系統的に調べたので、 その結果について報告する。

2. 実験方法

BaFe₂(As_{1-x}P_x)₂薄膜は x=0.33~0.4 組成の焼結体ターゲットを用い、Nd:YAG レーザの 2 倍波 (λ =532nm)を用いて、MgO 基板上に作製した。X 線回折の結果、膜はほぼ単相で、c軸配向していることが確認された。また、膜厚は約90nmであった。

臨界電流特性評価は四端子法(PPMS,Quantum Design)の他、SQUID 磁束計を用いた磁化測定法により行なった。また組成の定量分析は EPMA-WDS 法により行なった。

3. 実験結果

Fig.1 に *T*_cの x 依存性を示す。ここで、x は分析組成、Tc は磁化測定における転移のオンセットから求めた。破線は単結晶についての電子相図であるが、*T*_cの変化は単結晶とほぼ一致していることがわかる。

Fig.2 に 4.2K での自己磁場中 J_c 値(磁化法)の x 依存性を 示すが、x < 0.25 で J_c が極端に低下した以外に、 $x \ge J_c$ には明 確な相関は見られなかった。

そこで、他の元素比率との相関をみるために、 $0.25 \leq x \leq 0.3$ の組成範囲の試料について、 T_c 及び J_c (4.2K、自己磁場)の Fe/Ba依存性をプロットしてみたのが、Fig.3である。その結果、 T_c については、Fe/Baに依存せず、ほぼ一定であることから、 xのみに依存する量であることが示唆される。一方、 J_c につい ては、Fe/Baが化学量論組成である2より少し過剰になった方 が、高くなる傾向にあった。

他の元素組成との関係については、当日議論する。



Fig.1 T_c as a function of x in BaFe₂(As_{1-x}P_x)₂ films.



Fig.2 x dependence of J_c measured at 4.2 K in a self field for BaFe₂(As_{1-x}P_{x/2} films.



Fig.3 Dependence of T_c and J_c (4.2 K, self field) on Fe/Ba composition ratio for BaFe₂(As_{1-x}P_x)₂ films.

4. 謝辞

本研究は日本学術振興会の最先端研究開発支援プログラ ムにより助成を受けて実施したものである。

Observation of magnetic flux quantum in Fe(Te, Se) thin film deposited on a CaF₂ single crystalline substrate

金 グラシア,井上 昌睦, 今村 和孝, 東川 甲平, 木須 隆暢 (九大), BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN Genova)

KIM Gracia, INOUE Masayoshi, IMAMURA Kazutaka, HIGASHIKAWA Kohei, KISS Takanobu, (Kyushu Univ.), BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN Genova)

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

1. Introduction

It is well established that electromagnetic properties in a practical type II superconductor is governed by the dynamics of magnetic flux quantum in the superconductor. In the new series of iron based superconductors, however, the behavior of fluxoid in mesoscopic scale is not yet known well. To clarify fundamental properties of flux pinning in iron based superconductors, we studied trapped fluxoids in FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film on CaF₂ single crystalline substrate by use of a scanning SQUID microscopy (SSM).

2. Experiment details

FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film was deposited on CaF₂ single crystalline substrate by a pulsed laser deposition (PLD). The film shows 17.4 K of critical temperature (T_c , 90% onset) with 1.1 K of transition range as shown in Fig.1. The typical θ -2 θ XRD pattern shows the reflected peaks from (00*l*) of the film and CaF (*h*00) peaks. In order to visualize trapped fluxoids in FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film, we used SSM system which is one of the most sensitive magnetic microscopy. The SSM is composed of DC SQUID magnetometer of Nb-based superconductor and 3D motorized sample stage. Sample temperature can be controlled from 5 K to 100 K.

3. Results and discussion

For the observation of trapped fluxoids, we applied external magnetic field of 1 μ T during sample cooling down to about 5 K. Fig.2 shows magnetic field distribution on FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film surface. Localized magnetic fields are clearly observed. The localized magnetic field are corresponding to fluxoids because 1) the magnetic field distribution shows good agreement with theoretical one estimated from magnetic monopole analysis as shown in Fig.3, and 2) the localized signals appear below T_c and disappear above T_c . These results indicate that trapped fluxoids in FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film are successfully observed. On the other hand, influence of ferromagnetic materials is also observed. We will discuss the details of fluxoids and ferromagnetic properties.



Fig. 1. ρ -T characteristics of FeTe_{0.5}Se_{0.5} thin film.



Fig. 2. Magnetic field distribution in $FeTe_{0.5}Se_{0.5}$ thin film at 5 K in 1 μ T.



Fig. 3. Magnetic field distribution of a fluxoid. Solid curve is theoretical calculation with a lift-off distance of $11.6 \,\mu m$.

Acknowledgement

This research was supported by the Strategic International Collaborative Research Program (SICORP), Japan Science and Technology Agency, as SUPER-IRON.

— 176 —

磁気顕微法による Fe(Se,Te)バルクならびに薄膜の局所臨界電流密度評価 Characterization of Local Critical Current Density in Fe(Se,Te) Bulk and Film by Magnetic Microscopy

<u>東川 甲平</u>, 細谷 築, 井上 昌睦, 木須 隆暢 (九大); SALA Alberto, BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN) <u>HIGASHIKAWA Kohei</u>, HOSOYA Kizuku, INOUE Masayoshi, KISS Takanobu (Kyushu Univ.); SALA Alberto, BRACCINI Valeria, BELLINGERI Emilio, PUTTI Marina (CNR-SPIN) E-mail: kohei@super.ees.kyushu-u.ac.jp

1. Introduction

For the performance improvement of iron-based superconductors, it is essential to clarify the relationship between local superconducting properties and the corresponding microstructures in a sample. However, general transport measurement or magnetization measurement only can estimate averaged properties such as critical current or averaged critical current density. In this study, local critical current density distribution was visualized in a Fe(Se,Te) bulk and a film by scanning Hall-probe microscopy (SHPM). This abstract only describes details for the film because of the limit of space, and those for the bulk characterization will be presented on site.

2. Method

The sample was a Fe(Se_{0.5}Te_{0.5}) film deposited on a CaF₂ single-crystal substrate. Critical temperature determined at 90% of the resistivity transition onset was 17.8 K. The thickness of the film was 100 nm, and critical current density, J_c , at 4 K and 1 μ V/cm was estimated to be 1 MA/cm² class by a transport method. The film was mounted on the cooling stage of the SHPM system by using thermally conductive grease. The stage was cooled by helium gas flow, and the temperature was controlled at 5 K. Then, we made a remanent state for the sample by removing an external magnetic field after the application of a sufficient intensity.

3. Results and Discussion

Fig. 1 shows the remanent magnetic field distribution obtained at 5 K. The magnetic field was trapped at separated domains. This indicates that there should be some defects at the boundaries of the domains. Furthermore, the corresponding distribution of current density distribution was also estimated from that of magnetic field by solving an inverse problem of the Biot-Savart law. Fig. 2 shows the results. The intensity of current density was relatively inhomogeneous as shown in the figure. According to the critical state model, the intensity of the current density corresponds to J_c . This means that J_c should also be non-uniform in the film. For example, Fig. 3 shows the histogram of the intensity of the current density. The value of $J_{\rm c}$ at 4 K and 1 µV/cm was also estimated on the second horizontal axis of the graph by considering the temperature dependence and the difference of the electric field criterion. The intensity of current density was widely distributed; the maximum value was 2.6 times larger than the mode. The mode value of 1.3 MA/cm^2 in $J_{\rm c}$ agreed well with the above-mentioned reported value of 1 MA/cm^2 by the transport measurements. On the other hand, the maximum J_c stood at 3.4 MA/cm². This kind of high J_c have never reported yet.

4. Conclusion

It was found that even a film deposited on a single-crystal substrate had a possibility to have local defects and inhomogeneous J_c distribution. The information about the spatial inhomogeneity will be helpful to clarify the potential of a material and to investigate its performance limiting factors.

Acknowledgment

This work was supported by JST as a project of "SUPER-IRON".



Fig. 1. Remanent magnetic field distribution in the Fe(Se,Te) film measured by the scanning Hall-probe microscopy at 5 K.



Fig. 2. Current density distribution estimated from the magnetic field distribution shown in Fig. 1.



Fig. 3. Histogram of the intensity in current density distribution shown in Fig. 2. The corresponding value of J_c at 4 K is also estimated on the upper axis of the graph.

PIT 法による Ag/(Ba,K)Fe₂As₂テープの作製と輸送 Jc 特性の改善 Fabrication and Improved Transport Jc of PIT Processed Ag/(Ba,K)Fe₂As₂ Tape

<u>戸叶 一正</u>(NIMS), GAO Zhaoshun(NIMS), 松本 明善(NIMS), 熊倉 浩明(NIMS) <u>TOGANO Kazumasa</u>, GAO Zhaoshun, MATSUMOTO Akiyoshi, KUMAKURA Hiroaki E-mail: TOGANO.Kazumasa@nims.go.jp

1. はじめに

鉄系超伝導体は高い臨界温度(T_c)と極めて高い上部臨界 磁界(H_{c2})を有するため、液体ヘリウムのみならず液体水素、 冷凍機冷却など中温度での強磁場発生用線材としての応用 が期待されている。そのため、11 系(Fe(Se,Te))、122 系 ((Ba,K)Fe₂As₂、(Sr,K)Fe₂As₂)、1111 系(SmFeAsOF)などを対 象にして、Powder-in-tube(PIT)法による線材の作製が試みら れている。しかし、測定される輸送臨界電流密度(J_c)は低く、 その改善が線材開発の大きな課題となっている。

122 系 PIT 線材については、超高圧印可[1]、鉄シースを 用いた圧延、熱処理による配向化[2]などによって比較的高い J_cが報告されている。一方発表者たちは銀被覆線材について かねてから研究を進めてきており、前回の講演では中間圧延 と熱処理を繰り返す手法によって、J_cの向上が得られることを 報告した[3]。本発表では、前駆体の高品質化および最終行 程に一軸圧縮を加えるなどの工夫を加え、さらに大幅な J_c向 上が得られたので報告する。4.2 K、10 T で 10⁴ A/cm²を越え る記録的な値が再現性良く得られている。

2. 実験方法

(Ba_{0.6}K_{0.4})Fe₂As₂ 前駆体を各元素単体の原料をボールミル で混合後、熱処理することに作製し、その粉末を銀管につめ て溝ロール加工、熱処理することよって最初に2 mm 角の線材 を作製した。次にこの線材に圧延と中間熱処理を 2 回繰り返 してテープ状の線材とした。このテープから短試料を切り出し ー軸圧縮を加え最終的な熱処理(850℃)を施した。テープの 最終的な厚みは 0.35-0.5 mm である。得られたテープについ て、4.2 K、磁場中で臨界電流(I_c)の測定を行い、銀被覆を除 いたコア部の断面積で除して J_c を求めた。さらに光顕、走査 電顕、X 線回折などにより組織を調べ、 J_c 向上の原因につい て考察した。

3. 結果と考察

Fig, 1 は最終的に得られたテープの断面と電圧一電流特 性の一例を示す。10 T での I_c は 122 A、コア断面あたりの J_c は 2.1x10⁴ A/cm²となる。この値は鉄系の PIT 線材として今ま でに報告された中では最も高い。なお、10 T 以下では測定限 界を超えるために I_c 測定を行っていない。Fig. 2 はプロセスの 各過程における J_c -H の変化を示した。最初の線材(~2 mm 角)の J_c は磁界中で~10³ A/cm²に過ぎないが、前回報告した ように圧延と中間熱処理を施すことによって J_c は 4 倍近く向上 する。今回の研究では、さらに一軸圧縮を加えることによって J_c は一桁近く上昇し、Fig. 1 に一例として示したように、10⁴ A/cm² (at 10 T)を越える J_c 値が再現性良く得られるようにな った。

組織観察の結果、中間の圧延、熱処理による J。向上は組織の均一かつ微細化によるものと判断される。一方、最終的な一軸圧縮による微細組織には、大きな変化は無い。ただし 圧延によって生成されたテープの横断方向に発生するクラックが、一軸圧縮では消えておりこのことがテープ長手方向の 輸送 J。の大幅な向上の原因になっているものと推察される。

4. 謝辞

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

参考文献

- 1. J.D. Weiss et al, Nature Materials 11(2012) 682.
- 2. Z.S. Gao et al, Scientific Reports, 2, (2012)998.

3. K. Togano et al, Abstract of CSSJ Conference, 86,(2012)45



Fig. 1 Cross section and voltage vs. temperature cruve of the tape



Fig. 2 J_c-H curves of three tapes processed by the cycles of cold deformation and heat treatment with uniaxial pressing at the final stage. The J_c-H curve processed without uniaxial pressing and those of reported in ref. 1 and ref. 2 are shown for comparison.

SmFeAsO_{1-x}F_xの高フッ素濃度化に伴う $T_c = 58.1$ K の達成 Achievement of $T_c = 58.1$ K for SmFeAsO_{1-x}F_x with high fluorine concentration

藤岡 正弥 (NIMS), 岡崎 宏之 (NIMS), Saleem. J. Denholme (NIMS), 出村 郷志 (NIMS), 出口 啓太 (NIMS), 原 裕 (NIMS), 山口 尚秀 (NIMS), 竹屋 浩幸 (NIMS), 熊倉 浩明 (NIMS), 高野 義彦 (NIMS) <u>FUJIOKA Masaya</u> (NIMS), OKAZAKI Hiroyuki (NIMS), Saleem. J. Denholme(NIMS), DEMURA Satoshi (NIMS) DEGUCHI Keita(NIMS), HARA Hiroshi (NIMS), YAMAGUCHI Naohide(NIMS), TAKEYA Hiroyuki(NIMS), KUMAKURA Hiroaki(NIMS), TAKANO Yoshihiko(NIMS)

FUJIOKA.Masaya@nims.go.jp

1. はじめに

従来、SmFeAsO_{1-x}F_xは 1200℃~1300℃程度の高温で合成されてきた。この方法では非常に大きな結晶粒が得られるが、その結晶粒子間はアモルファスの FeAs 不純物によって満たされている。この不純物は粒子間に流れる超伝導流を妨げ、超伝導特性を著しく劣化させる原因となる。さらに、合成時に同じフッ素量を仕込んでも、不純物の形成量の違いによってフッ素置換量が異なるため、合成の再現性に大きな問題を与える。本研究では、この結晶粒間に形成されるFeAsの不純物相を取り除き、より高密度なフッ素置換方法の確立を目的とした。本研究により不純物の少ない非常に均質な試料が得られ、超伝導転移温度は鉄系超伝導体の中で最も高い58.1 K を示した。^{(1,2})

2. 実験方法

SmFeAsO_{1-x}F_xを合成する際、低温焼成と徐冷を取り入れた。まず、従来の合成方法と比較するために 980℃と 1200℃ で焼成し、それぞれの試料について炉冷と徐冷(5℃/h)を行った。得られた試料の結晶性、不純物の有無を評価し、格子定数の変化から、徐冷中に試料内のフッ素濃度がどのよう



Fig.1 SEM images of the polished surface of samples. (a): SmFeAsO_{0.9}F_{0.1} sintered at 980 °C with the slow cooling. (b): SmFeAsO_{0.9}F_{0.1} sintered at 980 °C with the furnace cooling. (c): SmFeAsO_{0.8}F_{0.2} sintered at 980 °C with the slow cooling. (d): SmFeAsO_{0.8}F_{0.2} sintered at 980 °C with the furnace cooling. (e): SmFeAsO_{0.9}F_{0.1} sintered at 1200 °C with the slow cooling. (f): SmFeAsO_{0.9}F_{0.1} sintered at 1200 °C with the furnace cooling. に変化していくかを調べた。低温で徐冷した試料に関しては、 フッ素の仕込み量をx=0 ~ 0.3 まで 0.02 きざみで細かく振 って、超伝導特性の変化を調べた。

3. 結果

Fig. 1 に得られた試料の研磨面を示す。1200 ℃で焼成した場合、FeAs 不純物が見られるのに対して、低温で焼成した場合は非常に均質な試料が得られた。しかし、フッ素の仕込み量を20%まで増やすと、炉冷した試料ではSmAs 不純物の析出が確認された。一方、徐冷した場合では、この不純物が減少し、均質な試料が得られている事がわかった。また、Fig. 2 に電気抵抗率の温度依存性を示す。フッ素の仕込み量が増えるにしたがって、超伝導転移温度が上昇し、電気抵抗率が減少している事がわかった。Fig. 2 の挿入図から、x = 0.26の試料では、超伝導転移温度を58.1 K で確認した。



Fig. 2 Resistivity versus temperature for the samples from x = 0.12 to x = 0.26. Insert shows the expanded view near T_c^{onset} of the sample with x = 0.26. Black lines are fitted lines for an estimation of T_c^{onset} .

4. まとめ

従来用いられてきた高温焼成と異なり、低温焼成ではFeAs の不純物相が形成されない事、また合成の降温過程でフッ素 が徐々に試料内に導入されていく事が明らかとなった。その ため、徐冷は試料内のフッ素濃度を上昇させる上で有効であ り、結果として従来の方法では到達出来なかった 58.1K まで 超伝導転移温度を引き上げる事に成功した。

5. 参考文献

- 1) M. Fujioka, et al.: arXiv:1303.1309 [condmat]
- 2) M. Fujioka, et al.: arXiv:1303.3725 [condmat]

MgB₂超電導バルク磁石の開発 Development of MgB₂ Superconducting Bulk Magnets

<u>富田優</u>, 石原 篤, 赤坂 友幸(鉄道総研);山本 明保(東大, JST さきがけ);岸尾 光二(東大) <u>TOMITA Masaru</u>, ISHIHARA Atsushi, AKASAKA Tomoyuki (Railway Technical Research Institute); YAMAMOTO Akiyasu (The Univ. of Tokyo, JST-PRESTO); KISHIO Kohji (The University of Tokyo) E-mail: tomita@rtri.or.jp

1. はじめに

 MgB_2 は金属系超電導体としては最高の転移温度 T_c を持ち[1]、異方性が低く、比較的長いコヒーレンス長を持つことから、無配向の多結晶体においても 10^5 A/cm²以上の比較的高い臨界電流密度 J_c を持つ [2]。また、弱結合がなく試料全体で均一な特性[3]を示す MgB_2 は、超電導バルク磁石としての応用に実用上有利であると考えられる。特に、高い磁場均質性が求められる MRI, NMR 等の計測機器への応用が期待できる。

これまで我々は均一性の優れた MgB₂ バルク体を作製す る技術を開発し[4]、捕捉磁場の温度依存性[5]、サイズ依存 性[6]、空間分布[7]、時間安定性[8]、熱処理温度・時間依存 性[9]などの基礎物性の解明を進めている。

本研究では MgB₂バルク体の超電導バルク磁石としての素 質を検討したので報告する。

2. 実験方法

Mg 粉末、B 粉末を混合し、プレスにより 10-100 mm¢、厚さ 10 mmの円盤状に成型し、Ar 雰囲気下で650-1000℃, 1-12 h の熱処理を行い、MgB2バルク体を得た。一部のバルク体は、 MgB2バルク体に金属(SUS)リングを用い、機械的強度の向上 を図った。得られたバルク体試料を冷凍機で15 K まで冷却し、 超電導マグネットを用いて磁場中冷却により6 T の磁場下で 着磁を行った。また、MgB2 バルク体表面について SEM によ る微細組織の観察を行い、さらにバルク体から切り出した試料 片に対して SQUID 磁束計により磁化特性を評価した。

3. 結果と考察

<u>MgB₂バルク体の作製</u>

様々な熱処理温度で作製した、直径 20 mm¢, 厚さ10 mm のバルク体試料の表面捕捉磁場を評価したところ、750℃以 上広い熱処理温度で15 K で1.5 T 以上の高い捕捉磁場を示 し、850℃, 3 h で熱処理を行った試料が全測定温度領域で最 も捕捉磁場が高く、15 K で1.82 T を示すことが分かった。また 850℃, 3 h の熱処理条件でバルク体内の位置依存性を調べ たところ、 T_c (> 38 K), J_c (~ 2.5×10⁵A/cm²)ともに典型的な MgB₂線材と同等であり、また位置による差はほとんどなく、均 ーな試料が得られていることが分かった。現在のところ、この 条件で直径 100 mm¢, 厚さ10 mm の MgB₂バルク体までが 得られている。

MgB2 超電導バルク磁石の捕捉磁場特性

直径 10-60 mmø, 厚さ 10 mm のバルク体試料の表面捕捉 磁場の温度依存性を評価したところ、最大の直径 60 mmøの バルク体試料では 20 K において 2.1 T, 30 K で 1.0 T を超え る捕捉磁場が得られ、20 K においては 40 mmøを超える試料 において捕捉磁場の増加にやや飽和がみられた(図 1)。2 個 を対向させたバルクペア試料では、中心の位置において測定



Fig.1. Trapped magnetic field as a function of temperature for MgB_2 bulk pairs with 20 or 40 mm ϕ , 20 mm^t.

4. 結論

MgB2バルク体を作製し、超電導バルク磁石としての素質を 検討したところ、広い熱処理条件、サンプル内部の高い均一 性、優れた磁場安定性など RE 系溶融凝固バルクとは異なる 特徴を有していることが明らかになり、テスラ級の強力超電導 バルク磁石候補として有望であるといえる。

5. 謝辞

本研究はJSPS科学研究費補助金(23246110)ならびにJST さきがけの助成を受けて実施したものである。

- [1] J. Nagamatsu et al., Nature 410, 63 (2001).
- [2] D. C. Larbalestier et al., Nature 410, 186 (2001).
- [3] 山本明保 ほか,応用物理 79,48 (2010).
- [4] 例えば、A. Yamamoto et al., ISS2010 BLP-26 (2010).
- [5] 例えば、富田優 ほか,第 86 回低温工学・超電導学会 p.138(2012).
- [6] 例えば、A. Yamamoto *et al.*, 2012 MRS Spring Meeting & Exhibit, 114-6 (2012).
- [7] 例えば、富田優 ほか, 第 85 回低温工学・超電導学会 p.135(2011).
- [8] 例えば、山本明保 ほか, 第 86 回低温工学・超電導学会 p.139(2012).
- [9] 例えば、富田優 ほか, 第 86 回低温工学・超電導学会 p.163(2012).

MgB2超伝導バルク磁石における不純物ドープ効果

Effects of impurity doping on the field-trapping properties of MgB₂ superconducting bulk magnets

<u>岩瀬 和至</u>(東大); 山本 明保 (東大, JST さきがけ); 下山 淳一, 岸尾 光二 (東大);

石原 篤, 赤坂 友幸, 富田 優(鉄道総研)

IWASE Kazuyuki (The University of Tokyo); YAMAMOTO Akiyasu (The University of Tokyo, JST-PRESTO);

SHIMOYAMA Jun-ichi, KISHIO Kohji (The University of Tokyo);

ISHIHARA Atsushi, AKASAKA Tomoyuki, TOMITA Masaru (Railway Technical Research Institute)

E-mail: 5339309776@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

金属系超伝導体として最高の転移温度 T_c(40 K)[1]を持 つ MgB。は、超伝導コヒーレンス長が長く電磁的異方性が小さ い。このため無配向の多結晶体においても105 A/cm²以上の 高い臨界電流密度(」)が得られるのが特徴である。また、 MgB。バルク体はマグネシウムとホウ素の混合粉末を高温で反 応させる in-situ 法などによって比較的容易に作製可能である。 これらは MgB2 の液体ヘリウム不要の冷凍機冷却による強力 小型超伝導バルク磁石としてのポテンシャルを浮上させてお り、医療・エネルギー分野への応用が期待できる[2]。本研究 では MgB,小型超伝導磁石の実用化に向けて、発生磁場強 度の改善指針を得ることを目的とした。超伝導バルク磁石の 発生磁場は、バルク内に捕捉された量子化磁束の密度に対 応し、バルク体の大きさ(円柱形状では半径)と J。の積に比例 する。MgB2のJ_c特性向上には、B4CやSiCなどの炭素化合物 のドープが有効なことが知られている。本研究ではドーパント としてカルシウム化合物や炭素化合物を検討した。まず小片 試料を用いて in-situ法 MgB。バルクの J。向上に有効なドーパ ントやドープ量の知見を得た。その後、その知見をもとに直径 30 mm のバルク磁石を作製し、捕捉磁場特性を評価した。

2. 実験方法

小片試料の作製は Powder-in-Closed-Tube 法により行った。Mg, B と CaCO₃等のカルシウム化合物、炭素化合物のドーパントを1:2:x($x = 0 \sim 0.1$)のモル比で混合した。この 混合粉末をステンレス管に充填した後、一軸プレスを施し真 空石英封管中で850℃,3hの熱処理を行った。得られた試料 に対して、粉末 X線回折、SQUID 磁束計による磁化測定、交 流四端子法による電気抵抗率と不可逆磁場の評価と FE-SEM による微細組織観察を行った。MgB₂バルク磁石は、 小片試料で最適化した組成比の混合粉末を直径30 mm ϕ 、厚 さ10 mm の円柱状に成型後、Ar 雰囲気下 850℃,3h の熱処 理を行うことで作製した。得られた MgB₂バルクは、GM 冷凍機 を用いて超伝導マグネットによる外部磁場のもと磁場中冷却 (FC)により着磁し、外部磁場を除去した後にバルク体が捕捉 した磁場を表面中心に配置したホール素子を用いて測定し た。

3. 結果と考察

まず、*J*_c 改善に有効なドーパントやドープ量について小片 試料を用いて予察的な検討を行った。CaCO₃, CaO, CaC₂等 のカルシウム化合物や B₄C, SiC 等の炭素化合物のドープに より *J*_c の向上がみられた。Fig.1 に不純物ドープ *in-situ* 法 MgB₂ 小片試料の 20 K における *J*_c の磁場依存性を示す。 CaCO₃ドープ試料においては、1%程度の少量のドープでも磁 場下の*J*_cが大きく向上し、4%のドープではより高磁場下での*J*_c 向上が顕著であった。これはホウ素サイトへの炭素置換効果 に由来すると考えられる。

次に、小型試料で得られた知見をもとに不純物ドープ MgB₂バルク体を作製した。



Fig.1 Magnetic field dependence of J_c at 20 K for undoped and impurity doped MgB₂ bulks.



Fig.2 Temperature dependence of trapped field for $30 \text{mm}\phi \text{ MgB}_2$ bulk magnets doped with or without additives.

Fig.2に不純物ドープを行った直径30 mm¢のバルクの捕捉 磁場の温度依存性を示す。ドーパントによって捕捉磁場の温 度依存性は異なる挙動を示した。特に1%の CaCO₃ドープを 行ったバルクでは、ノンドープのバルクと比較して20 K 以下 の温度領域で高い捕捉磁場を示し、MgB₂ バルク磁石の表面 磁場として初めて3 T を上回る値を記録した。Fig.1 でみられ たドープ試料の磁場中における高い J_c が捕捉磁場向上の起 源と考えられる。

参考文献

J. Nagamatsu *et al.*, *Nature* **410** (2001) 63.
 山本ほか,応用物理 **79** (2010) 48.

MgB2 超伝導バルク磁石における捕捉磁場のバルク径依存性

Diameter dependence of the trapped field properties in MgB_2 superconducting bulk magnets

山本 明保 (東大, JST さきがけ); 岩瀬 和至, 廣田哲也, 下山 淳一, 岸尾 光二 (東大);

<u>YAMAMOTO Akiyasu</u> (The University of Tokyo, JST-PRESTO);

IWASE Kazuyuki, HIROTA Tetsuya, SHIMOYAMA Jun-ichi, KISHIO Kohji (The University of Tokyo); ISHIHARA Atsushi, AKASAKA Tomoyuki, TOMITA Masaru (Railway Technical Research Institute);

E-mail: yamamoto@appchem.t.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

冷凍機冷却による 15-30 K で応用可能な超伝導バルク磁 石として MgB₂バルク体を検討した。金属系超伝導体としては 最高の転移温度 T_c(40 K)を持つ MgB₂は、超伝導コヒーレン ス長が長く電磁的異方性が低いことから、無配向の多結晶体 においても 10⁵ A/cm²以上の比較的高い臨界電流密度 J_cを 持つ巨視的超伝導電流が得られる[1]。この結晶粒間におけ る弱結合の不在は、多結晶試料全体にわたっての均一な超 伝導電流分布を可能とする[2]。また、MgB₂バルク体はマグネ シウムとホウ素の混合粉末に熱処理を施す in-situ 法などによ り比較的容易に、かつ低コストで作製可能である。

MgB₂ は線材化研究が積極的に行われているが、弱結合 フリーに由来する特徴は RE 系溶融凝固バルクで研究が進ん でいる超伝導バルク磁石としても最適である。すなわち、40 K 以下で動作可能な強力磁石として、輸送・医療等への応用が 期待でき、とくに、高い磁場安定性と磁場均質性が求められ る MRI, NMR などへの応用に適すると考えられる。

最近我々はクラックの無い均一な組織を持つ MgB_2 バルク 体を作製する技術を開発し、比較的大型のバルク体の作製 が可能となった[3]。本研究では、 $Mg \ge B$ の混合粉末の圧粉 成型体を熱処理することにより 100 mm ϕ までの大型円盤状 MgB_2 バルク体を作製し、その捕捉磁場のバルク径依存性を 評価した。

2. 実験方法

Mg (99.6%、325mesh) とB (99%、300mesh)の混合粉末 を直径 10, 20, 30, 40, 50, 60, 100 mm ϕ 、厚さ 10 mm の円盤 状に成型し、アルゴン雰囲気下で 850°C, 3 h の熱処理を行う ことで MgB₂バルク体を得た。一部のバルク体については、機 械的強度を高めるために MgB₂バルク体/金属(SUS)複合体と した。得られた MgB₂バルク体試料をヘリウム冷凍機で冷却し、 超伝導マグネットを用いて磁場下冷却(FC)条件により6 T の 磁場下で着磁を行った。バルク体の捕捉磁場はバルク体表 面中心に配置したホール素子を用いて測定した。試料温度 は試料表面に配置したセルノックス温度センサーを用いて測 定した。また、バルク体から切り出した試料片に対して、 SQUID 磁束計により磁化測定を行った。

3. 結果と考察

作製した MgB₂ バルク体試料の表面を光学顕微鏡で観察 したところ、やや大きな 100 mm ¢ バルク体試料を含め、マクロ スケールのクラック等はみられず均一な組織を有することが分 かった。バルク体から切り出した試料の磁化特性を調べたとこ ろ、T_cは約 39 K であり、J_cは 20 K において 2×10⁵ A/cm²以 上であり、バルク径の異なる試料においても同様であった。こ の結果は、MgB₂ バルク体においては、組織的な均一性や良 好な超伝導特性を維持したままバルク体サイズのスケールア ップが図れることを示唆する。

直径 10-60 mm φ, 厚さ 10 mm のバルク体試料を 20 K に おいて着磁後、バルク体表面中心の位置において測定した



Fig. 1. Temperature dependence of trapped field at the center of bulk surface for the MgB₂ bulk samples with 10, 20, 30, 40, 50 and 60 mm ϕ in diameter and 10 mm in thickness.

捕捉磁場の温度依存性を Fig. 1 に示す。直径 10 mm ϕ 試料 の 20 K における捕捉磁場は約 1 T であったが、直径 20 mm ϕ 試料で約 1.5 T、直径 30 mm ϕ 試料で約 1.8 T、最大の直 径 60 mm ϕ 試料では約 2.2 T が得られ、バルク径の増大ととも に捕捉磁場は向上する傾向を示した。これはバルク径が大き くなることにより、電流周回体積が増大し、捕捉磁場が上昇し たことを示す。一方で、直径 30 mm ϕ 以下の試料と比較すると、 直径 40 mm ϕ 以上のバルク径がより大きな試料において、捕 捉磁場の増加率は緩和する傾向がみられた。試料内の J_c 特 性にバルク径依存性、及び位置依存性はみられなかったこと から、バルク径の大きな試料においては J_c の磁場依存性など が影響していると考えられる。

4. 結論

バルク径の異なるMgB₂超伝導バルク体を作製し、その超伝 導特性と捕捉磁場特性を調べた。バルク径の増大とともに捕 捉磁場は向上する傾向を示し、最大の直径60 mm φ 試料で は約2.2 Tの捕捉磁場が得られた。

5. 謝辞

本研究はJSPS科学研究費補助金(23246110)ならびにJSTさきがけの助成を受けて実施したものである。

- [1] D. C. Larbalestier et al., Nature 410, 186 (2001).
- [2] 山本明保 ほか,応用物理 79,48 (2010).
- [3] 例えば、A. Yamamoto, H. Yumoto, J. Shimoyama, K. Kishio, A. Ishihara and M. Tomita, ISS2010 BLP-26.

石原 篤, 赤坂 友幸, 富田 優(鉄道総研)

HIP 法で作製した MgB₂バルクにおける捕捉磁場の径依存性 Diameter dependence of the trapped field in the MgB₂ bulk fabricated by HIP method

<u>吉田 卓史</u>, 佐々木 智久, 内藤 智之, 藤代 博之(岩手大) <u>YOSHIDA Takafumi</u>, SASAKI Tomohisa, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); E-mail: t2213027@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

 MgB_2 は、金属間化合物の中で最も高い超電導転移温度 T_c =39Kを持つ。RE-Ba-Cu-O系(RE:希土類元素)と比べる とコヒーレンス長が長いため弱結合の問題がなく、多結晶体 でバルク磁石が作製可能でテスラ級の捕捉磁場が実現され ている[1]。

*in-situ*法で作製したMgB₂は、焼結過程で原理的に空隙が 生じるため常圧で焼結すると充填率は約 50%である。従って、 充填率を向上させることでピンニングセンターである粒界や臨 界電流密度 J_c、コネクテビティ K が増大し、捕捉磁場の向上 が期待できる。また、ビーンモデルによると J_c が一定の場合、 バルクの径と捕捉磁場には比例関係がある。本研究では、径 の異なるいくつかの高密度 MgB₂バルクを HIP (Hot Isostatic Pressing)法を用いて作製し、その捕捉磁場の径依存性を明ら かにすることを目的とする。

2. 実験方法

試料はMg(純度 99.5%, 80 mesh)とB(純度 99%, 300 mesh) の混合粉(モル比 Mg:B = 1.05:2)を一軸加圧成型したもの を前駆体とした。前駆体を真空中でステンレス容器に電 子ビーム溶接で密封した後、900 ℃で3時間 HIP 処理を 行った[2]。印加圧力は98 MPa であった。Table 1 に作製 試料を示す。試料名の#の後の数字は、バルクの直径を示 す。充填率はどの試料も約90%であった。

伝導冷却型超電導マグネットを用いて5Tの磁場中でMgB₂ バルクを冷却して磁場を捕捉させ、バルク表面の中心にセット した極低温用ホール素子で捕捉磁場の温度依存性を測定し た。電気抵抗率は直流四端子法で測定した。臨界電流密度 J_cは SQUID 磁束計で測定した磁気ヒステリシス曲線から拡張 型ビーンモデルを用いて算出した。

3. 結果と考察

Fig.1にMgB₂バルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。 HIP#26は13.1 Kで2.51 T、HIP#38は16.0 Kで2.53 T、HIP#65 は15.4 Kで2.93 Tの磁場を捕捉した。挿入図に20 Kにおける 捕捉磁場の径依存性を示す。各試料の捕捉磁場を比較する と、それぞれ1.93 T、2.18 T、2.47 Tであり、バルクの径が大き くなるとともに捕捉磁場が向上した。しかし、 J_c 一定のビーン モデルで考えられるような比例関係にはならなかった。Fig.2 に20 Kにおける J_c の磁場依存性を示す。ゼロ磁場中におい て、 J_c はどの試料も約3.5-4.0×10⁵ A/cm²と同程度の値であ るため、Fig.1の挿入図の関係はできない。実験結果の径依 存性を説明するには、 J_c の磁場依存性を取り入れて、検討す

Table 1 Specification of samples

	1	1
Sample	Diameter(mm)	Thickness(mm)
HIP#26	26	6.5
HIP#38	38	6.8
HIP#65	65	18.8



Fig.1 Temperarture dependence of the trapped field for the MgB_2 bulks. The inset shows diameter dependence of the trapped field for the MgB_2 bulks at 20K.



Fig.2 Temperature dependence of the critical current density for the MgB_2 bulks.

る必要がある。講演では、これらをふまえてバルクの直径と捕 捉磁場特性との相関について議論する予定である。

- [1] T. Naito *et al*.: Supercond. Sci. Technol. 25 (2012) 095012
- [2] 佐々木,他:低温工学・超電導学会講演概要集 86 (2012) 2C-a10

2 枚重ねにした MgB₂ バルクにおけるパルス着磁特性 Trapped magnetic field between double stacked MgB₂ bulks magnetized by pulsed field

<u>氏家 徹</u>, 内藤 智之, 藤代 博之 (岩手大); GIOVANNI Giunchi (EDISON) <u>UJIIE Toru</u>, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); GIOVANNI Giunchi (EDISON)

1. はじめに

パルス着磁法(PFM)は、瞬間的に磁場を印加するため着磁 時の発熱量が大きく、磁場中冷却着磁法(FCM)よりも捕捉磁 場の値は低くなる。しかし、超伝導マグネットを必要としないた め比較的安価、短時間で着磁が可能であるといった利点があ り、産業応用への期待が高まっている。PFM の研究は、 RE-Ba-Cu-O 系(RE:希土類元素)超電導バルク体に対いて 盛んに行われてきたが、MgB₂ 超電導バルク体に関する報告 例は多くない[1]。本研究では、EDISON 社で Mg-RLI 法により 作製した高密度なMgB₂バルクを2枚重ねにした状態で、PFM により着磁し、捕捉磁場特性の評価を行った。また、有限要素 法を用いた PFM のシミュレーションを行い[2]、磁東運動や温 度変化を解析した。

2. 実験方法

測定に用いた MgB₂バルク体は Mg-RLI 法により作製された。 上部バルク(φ55 mm×10 mm^t)と下部バルク(φ54 mm×15 mm^t)の間に1 mm 厚の真鍮板ではさみ、PFM により着磁した。 PFM は各設定温度で、ソレノイド型パルスコイルを用いて、パ ルス磁場(立ち上がり時間 12 ms)を印加した。バルク温度は、 下部バルクの金属リング部に cernox 温度計をつけて測定した。 捕捉磁場は、バルク間および上部バルク表面に設置したホー ルセンサーにより測定した。また着磁後、上部のホールセンサ ーを用いて表面1 mm 上方の捕捉磁場分布を測定した。

3. 実験結果

Fig.1 に 14 K におけるバルク内部と表面の中心捕捉磁場 B_T^{C} の印加磁場依存性を示す。内部および表面における最大 中心捕捉磁場は、それぞれ 0.46 T (B_{ex} =1.8 T)、0.31 T (B_{ex} =1.37 T)であった。バルク表面の方が、内部よりも低い印 加磁場で磁束が侵入した。また、捕捉磁場のピークを示す印 加磁場は表面と内部で異なった。

Fig.2 に PFM のシミュレーションによる、1 枚の MgB₂バルク の中心捕捉磁場の温度依存性を示す[1]。バルク表面、内部 ともに同じ印加磁場で磁束が入り始め、ピークを示した後に低 下することで定性的には実験値を再現している。しかしシミュ レーションでは、立ち上がり部で表面の捕捉磁場が中心より高 い結果であるが、最大捕捉磁場を示す印加磁場は等しく、実 験結果と一致しなかった。この原因として、バルクの冷却が不 十分であるため上部バルクの温度が下部バルクより高くなって いるか、または上下バルクの超電導特性の違いなどが考えら れる。







Fig.2 Applied field dependence of the trapped field by PFM simulation for the MgB_2 bulk

講演では、1枚バルクの PFM の結果も報告する。また、2枚 重ねバルクにおける PFM のシミュレーション結果についても併 せて報告する。

- M. Oyama et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.164
- [2] H. Fujishiro et al.: Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 105021

ITER 中心ソレノイド用超伝導導体の導体性能評価 Performance of Superconductors for ITER Central Solenoids

 名原 啓博, 辺見 努, 梶谷 秀樹, 尾関 秀将, 井口 将秀, 布谷 嘉彦, 礒野 高明, 松井 邦浩, 小泉 徳潔,

 堤 史明, 宇野 康弘, 川崎 勉, 押切 雅幸, 渋谷 和幸, 高橋 良和, 奥野 清(原子力機構)

 NABARA Yoshihiro, HEMMI Tsutomu, KAJITANI Hideki, OZEKI Hidemasa, IGUCHI Masahide, NUNOYA Yoshihiko,

 ISONO Takaaki, MATSUI Kunihiro, KOIZUMI Norikiyo, TSUTSUMI Fumiaki, UNO Yasuhiro, KAWASAKI Tsutomu,

 OSHIKIRI Masayuki, SHIBUTANI Kazuyuki, TAKAHASHI Yoshikazu, OKUNO Kiyoshi (JAEA)

 E-mail: nabara.yoshihiro@jaea.go.jp

1. はじめに

ITERの中心ソレノイド(CS)用 Nb₃Sn 導体(定格電流 40kA, 最高磁場 13T)として、長さ613mの導体を7本、918mの導体 を42本、全て日本が調達する。CS はパルス運転するため、 導体への繰り返し荷重により分流開始温度*T_{cs}*が低下する可 能性があったが、撚りピッチを短くすることで*T_{cs}*の低下を防ぎ 得ることが示された[1]。そこで、日本の素線メーカ3社が製作 した4種類の素線を用い、短い撚りピッチの短尺導体を4本 製作して、昨年11月からスイスのCRPPにあるサルタン装置を 用いて導体性能を評価した。その結果を本稿で報告する。

2. 分流開始温度について

従来の撚りピッチの導体 Aと、短い撚りピッチの導体 B~E の、サイクル数に対する T_{cs}(通電電流 40kA、印加磁場 10.85T)をFig.1に示す。導体 A はサイクル数に対してほぼ直 線的に T_{cs}が低下したのに対し、導体 B~E は T_{cs}がサイクル 初期に上昇した後、ほぼ一定化した。また、室温への昇温・再 冷却に関しても、導体 A の T_{cs}は僅かに低下したのに対し、導 体 B~E の T_{cs}は上昇傾向を示した。導体 B~E の T_{cs}が低下 しなかったのは、1 次から4 次の撚りピッチを約半分に短くした ことで、各素線が個々に動くことを抑制し、素線の変形を小さ く抑えられたためと推測される。また、T_{cs}が上昇したのは、撚り ピッチを短くしたことによって撚線の剛性が高まったため、厚 肉のジャケット材から受けていた大きな熱収縮を導体両端に 設置した拘束治具では抑え切れなくなって、試験中に撚線の 収縮歪みが解放されて行ったことが原因と思われる。

また、サルタン装置では 13T に到達できないため、通電電流 40kA で印加磁場 9.95T, 10.25T, 10.55T, 10.85T における 導体 D とE の T_{cs}をサイクル運転後に測定し、13T での T_{cs}を 直線外挿で推測した(Fig.2)。その結果、仕様値の 5.2K に対 し、導体 D は 1.43K、導体 E は 1.09K の裕度があることがわか った。Fig.1 で導体 B と C の T_{cs} は導体 D と E の中間にあるの で、導体 B と C の 13T での裕度は約 1.25K と予想される。

3. 交流損失について

サイクル運転後の導体 A~E の交流損失 $Q_h \epsilon$ Fig.3 に示 す。通常、撚りピッチを短くすると Q_h は低くなることが 知られている。しかし、本試験結果は逆に、導体 B~E の Q_h は導体 A の Q_h より約 5 倍も高い。これは、撚線時に生じ た素線の安定化銅部の潰れや Cr メッキの剥げによって[1]、 素線間の電気抵抗が低下したことが原因と考えられる。素線 の潰れや Cr メッキ剥げは撚線技術の最適化によって軽減し 得るが、現状の非常に短い撚りピッチでは、これらを劇的に減 らすことは難しいと思われる。

4. まとめ

日本製の4種類の素線を用いて短い撚りピッチの導体を4 本製作し、サルタン装置で導体性能を評価した。その結果、 *T*_{cs}はサイクル負荷や昇温・再冷却に対して低下せず、定格運 転条件で 1.0K 以上の裕度があることを確認した。一方、撚り ピッチを短くすることで、交流損失は約5倍に増加した。*T*_{cs}の 低下を防ぐのと同時に、Q_hの上昇も防ぐことができる適度な短 さの撚りピッチを選定する研究が今後は重要になると考える。



Fig.1 Current sharing temperature against number of cycles.







参考文献

 Y. Nunoya, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.221

ITER 中心ソレノイド(SC)コイル用 Nb₃Sn 撚線の開発 Development of Nb₃Sn Cable for ITER Central Solenoid

高橋 良和、名原 啓博、尾関秀将、辺見 努、布谷 嘉彦、礒野 高明、押切 雅幸、堤 史明、宇野 康弘、渋谷 和幸(原子力機構);村上幸伸(JASTEC);谷正則(三菱電線);都竹星志、佐藤豪(日立電線);杉本昌弘(古河電工)TAKAHASHI Yoshikazu, NABARA Yoshihiro, OZEKI Hidemasa, HEMMI Tsutomu, NUNOYA Yoshihiko, ISONO Takaaki,OSHIKIRI Masayuki, TSUTSUMI Fumiaki, UNO Yasuhiro, SHIBUTANI Kazuyuki (JAEA); MURAKAMI Yukinobu (JASTEC);TANI Masanori (Mitsubishi Cable); TSUZUKU Seiji, SATO Go (Hitachi Cable); SUGIMOTO Masahiro (Furukawa)E-mail: takahashi.yoshikazu@jaea.go.jp

1. はじめに

ITER計画において、原子力機構は中心ソレノイド(CS)コ イル用導体の調達[1]を担当し、製作したCS導体をコイル製作 担当の米国に送付することになっている。導体はケーブル・ イン・コンジット型と呼ばれるもので、576本のNb3Sn 素 線と288 本の銅素線で構成される撚線を、矩形の中に円形 の穴がある高マンガン鋼(JK2LB)製ジャケットに挿入し、 ジャケットを圧縮成型したものである。撚線は5段階の撚 線で構成され、6本の4次撚線を中心チャンネルの周りに撚 り合せたものである。最近、従来の設計より短い撚りピッ チの撚線の導体が短尺導体試験(サルタン試験)[1]にお いて、Fig. 1に示すように、繰り返し通電による超伝導性 能劣化がない非常に良好な特性を示した。しかし、撚りピ ッチが短いため、同じ外径の撚線を製作するには、より大 きなコンパクションを撚線製作時に加える必要があるの で、コンパクション・ローラを工夫し、超伝導素線へのダ メージを小さくする必要がある。本講演では、この短い撚 りピッチの撚線の製作技術及び素線へのダメージの検査 方法などについて報告する。

2. 撚線の撚りピッチとボイド率

従来の撚りピッチ(NTP)と短い撚りピッチ(STP)の 各段階の撚りピッチは、1次から5次までの順序でそれぞ



Fig. 1 Measured Tcs of SULTAN samples. STP: Short twist pitch, NTP: Normal twist pitch.



Fig. 2 Appearance of STP (top) and NTP (bottom) cables without wrapping tapes.

れ 45/85/125/250/450、20/45/80/150/450mm である。計算さ れた素線エリア内のボイド率はそれぞれ 34.3%と 31.9%で ある。また、両方の撚線の外観写真を Fig. 2 に示す。写真 より、STP は 1 次撚りから素線同士がよく撚り合されてい ることがわかる。これにより、電磁力による素線の動きが 少なく、特性劣化がないことが推察される。

3. 素線へのダメージ検査

ボイド率が小さいことから、撚線作業における素線への ダメージが懸念されるので、撚線後分解検査により、素線 のダメージを観察した。素線外径は0.83mmで、0.1mm厚 さの安定化銅が外周にあるので、ダメージを受けた部分の 凹みの深さが0.1mm以下の場合、超伝導性能に影響ないと 考えられる。そこで、凹み深さ0.1mm以上と0.2mm以上の 凹みの数をFig. 3にまとめた。凹みの数及び深さはNb₃Sn 素線の方が明らかに少ない。これは銅素線が柔らかいので、 クッションの役目をしていると考えられる。

4. 今後の予定

人工的に素線に凹みをつくり、その臨界電量値を評価し、 ダメージの許容限界を確認する。この結果を、特性劣化の 小さい実機最長910mの撚線を製作する技術の確立に反映 させる。

*The views and opinions expressed herein do not necessarily reflect those of the ITER Organization.

参考文献

1. Y. Nunoya, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.221.



Fig.3 Typical results of destructive examination on SULTAN sample. Top: Nb₃Sn strands, Bottom: Cu strands

ITER 中心ソレノイド用ジャケット調達の進捗 Progress of Procurement of ITER Central Solenoid Jacket

<u>尾関 秀将</u>,濱田 一弥,高橋 良和,布谷 嘉彦,河野 勝己,押切 雅幸,齊藤 徹,礒野 高明(原子力機構); 手島 修,松並 正寛(神鋼特殊鋼管)

OZEKI Hidemasa, HAMADA Kazuya, TAKAHASHI Yoshikazu, NUNOYA Yoshihiko, KAWANO Katsumi, OSHIKIRI Masayuki, SAITO Toru, ISONO Takaaki (JAEA); TESHIMA Osamu, MATSUNAMI Masahiro (Kobe Special Tube Co,. Ltd.)

E-mail: ozeki.hidemasa@jaea.go.jp

1. はじめに

国際熱核融合実験炉(ITER)計画において、原子力機構 は中心ソレノイド(CS)用導体の調達を分担している。CIC 導体 である CS 導体は、ジャケット管に高マンガンステンレス鋼であ る JK2LB を採用している。ジャケットの形状は、製品製作時に おいて外形が 51.3mm 角の角型、内径は 35.3mm の円である 矩形型であり、1本当たりの長さは7m、重さは約100kgである。 ITER 調達分の製作総長さは、予備分も含めると約 43km(約 6100 本)に及ぶ。これまでの CS ジャケットの R&D において、 ITER に要求される寸法及び機械特性を満たす製造工程を確 立した[1]。現在は製品の非破壊検査手法の確立を進めてい る。検出すべき欠陥サイズは、ジャケットの疲労き裂進展速度 の結果から、ITER 運転の6万回荷重に耐える許容初期欠陥 サイズ 10mm²より十分小さいものが選定された。具体的には、 Fig. 1 の左に示す長さ2mm、幅 1mm、深さ0.5mm の半円形ノ ッチ(基準人工欠陥)で、1mm²より小さい。これをフェーズドア レイ超音波探傷(PAUT)によって検出できるよう、メーカーと 協力して R&D を進めてきた。本発表ではその成果について 報告する。

2. 人工欠陥サンプルと PAUT の原理

R&D に用いる上記の検出目標欠陥を加工したサンプルに は、Fig. 1 の右のように欠陥を配置した。基準欠陥はジャケッ ト内周及び外周の全周位置での検出を目標とするため、0° 22.5°及び 45°位置に配置し(薄肉部のジャケット位置を相 対的に 0°と定める)、さらに欠陥の向きによる検出感度の違 いも考慮して、軸方向と周方向のものを用意した。

PAUT の原理は、複数の探触子を有するプローブから超 音波ビームを発生させ、合成波面を形成して被検査体に進 入させる。各素子の音波発生のタイミングを調整することで、 音波ビームのステアリング・スキャンニングが可能となる。欠陥 部では超音波が反射し、その反響音を検出することで欠陥位 置を特定するものである。

3. PAUT の R&D の結果

CS管は外表面が矩形で平面を有するのに対して内面は円形であることから、平面から入射した音波が内部で散乱されやすく欠陥シグナルとノイズを分離するのがこれまでは困難であり、従来の斜角探傷法では、外表面と内表面が局所的にほぼ平行となる0°位置においてのみ探傷が可能であった[1]。

今回の R&D では、人工欠陥サンプルに対して内表面と外表面に異なる手法を適用した。内表面には、垂直探傷法という合成波面を入射面と平行にして音波を進入させる手法を適用した。その概念図を Fig. 2 の左図に示す。垂直探傷法の実施には、Dual - 32 素子、5MHz のプローブを使用した。この手法により、内表面の 22.5°及び 45°の全ての人工欠陥シグナルを捉えることが可能となった。

一方、外表面には Creeping Wave (表面波)という、入射面 で音波を屈折させ、外表面付近を沿うように進ませることで表 面近傍の欠陥を検出する手法を適用した。その概念図を Fig. 2の右図に示す。この実施には、64素子、5MHzのプローブに、 24°の入射角を生成するウェッジを使用した。この手法による 探傷結果の1例として、Creeping Wave により外表面 22.5° 位置の軸方向欠陥を検出した様子を Fig. 3 に示す。この図 Longitudinal defect 0.5mm 2mm Circumferential defect Circumferential defect Longitudinal defect

Fig .1 (Left:) The size of standard artificial defect. (Right:) The arrangement of the defects on the sample.



Fig .2 (Left:) Schematic view of Linear Scan. (Right:) Schematic view of Creeping Wave Scan.



Fig .3 Typical signal of longitudinal standard artificial defect at 22.5 degree position of outer surface of the sample, detected by Creeping Wave Scan.

に示すように、外表面の全ての軸方向疵の探傷が可能である ことがわかった。外表面の周方向疵については、ノイズとの分 離が難しく、また外観検査による方が検査に要する時間の効 率がよいため、外観検査を適用することとした。

4. 実機製作適用の探傷方法について

本 R&D により、垂直探傷法及び Creeping Wave を利用した探傷の有用性が示された。これらの手法を用いて、CS 実機 用ジャケットの検査を開始する。

参考文献

 H. Ozeki, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 86 (2012) p.223

Status of ITER TF coil procurement

<u>小泉 徳潔</u>, 松井 邦浩, 辺見 努, 梶谷 秀樹, 高野 克敏, 山根 実, 井口 将秀 (原子力機構); 澤 直樹, 山本 暁男 (三菱重工); 久野和雄(三菱電機)

KOIZUMI Norikiyo, MATSUI Kunihiro, HEMMI Tsutomu, KAJITANI Hideki, TAKANO Katsutoshi, YAMANE Minoru, IGUCHI Masahide (JAEA); SAWA Naoki, YAMAMOTO Akio (MHI), KUNO Kazuo (MELCO) E-mail: koizumi.norikiyo@jaea.go.jp

1. はじめに

原子力機構は、ITER 計画において、9 個の TF コイル(図 1)と19 個(予備 1 機を含む)の TF コイル構造物の調達を担 当している. なお、TF コイル構造物は、主要部であるコイル容 器と ITER サイトでの組立時に使用するコイル間支持構造物 である付属品で構成される(図 2). TF コイル及び構造物の調 達は、3 段回に分けて段階的に行われており、2012 年より、第 2 段階である、TF コイル及び構造物の第一号機の製作準備 に着手した[1]. また、第 1 段階の一部の試作、及び製作技術 の最終確認のために実施される実規模ダブル・パンケーキ (DP)の製作も第 2 段階に先立て実施する. 加えて、2、3 号機 用ラジアル・プレート(RP)及び構造物材料の製作にも着手し た. さらに、当初計画に加えて、TF コイル及び TF コイル構 造物の調達活動の進捗を報告する.

2. TF コイル調達の進捗

TFコイルの調達のうち, RPの製作では, 2012年7月から, ダミーDP 用及び TF コイルー号機用の7枚(計8枚)の RP 材料の製作を実施しており, 2013年4月にこれらの製作を完 了する.本材料の製作では,溶接性と4Kにおける機械強度 を確保することを目的に,材料成分を最適化し,実際に製作 した材料は4Kにおける機械強度を満足した.さらに,2,3号 機用のRP材料も同様の要求仕様において,製作準備を進め ている.これと並行して,実規模の試作も実施し,主な技術課 題を解決することができた[2].

巻線部の製作においては、巻線機(図 3)、熱処理炉等の 製作治具の製作を進めている. 2013 年夏より、これらの製作 治具の検証も兼ねたダミーDP の試作に着手する計画である. ダミーDP の試作において、主要製作技術を検証した後に、 実機コイルの巻線に着手する計画である.また、冷媒入口部 及びジョイント部の実規模検証試験体の製作も進めている.

3. TF コイル構造物調達の進捗

構造物の調達では、溶接変形の低減等の合理化を目的として、実規模試作を実施しており、これまでの評価に比べて、 溶接変形を低減すること等に成功している.より詳細について は、[3]で報告する.

構造物の製作では,構造材料の製作に長時間を要するため,2013年2月より実機構造材料の製作に着手している.2013年の秋までに1号機の材料調達を完了させ,実機コイル 容器の製作に着手する計画である.

4. まとめ

原子力機構は、国内及び海外メーカの協力のもと、TFコ イル及び構造物の第1号機の製作、巻線部2機の製作、及び 第2号機以降の材料の調達に着手した。

- 松井邦浩,他::秋季低温工学予稿集 (2012) p.220
 高野克敏,他::春季低温工学予稿集 (2013) 3C-p07
- 3. 井口将秀, 他.: 春季低温工学予稿集 (2013) 3C-p05







Fig. 2 TF coil case and its components.





TFコイル構造物調達の進捗 Progress of Procurement of TF Coil Structures

 井口 将秀, 辺見 努, 千田 豊, 森本 将明, Hong Yun-Seok, 西 宏, 小泉 徳潔(原子力機構) 渡海 大輔, 新見 健一郎, 山田 弘一(川崎重工業)
 <u>IGUCHI Masahide</u>, HEMMI Tsutomu, CHIDA Yutaka, MORIMOTO Masaaki, Hong Yun-Seok, NISHI Hiroshi, KOIZUMI Norikiyo (JAEA) TOKAI Daisuke, NIIMI Kenichiro, YAMADA Hirokazu (KHI) E-mail: jguchi.masahide@jaea.go.jp

1. はじめに

TF コイル構造物は高さ16.5m,幅9mのD型形状の超伝 導巻線部を格納する高窒素添加型オーステナイトステンレス 鋼製のサブアッセンブリと、TF コイル及び他の機器とを接続 する付属品で構成され、両者の総称として用いられる(Fig.1). サブアッセンブリは Fig.1 に示すようにベーシックセグメントを 溶接で接合することで製作される. TF コイル構造物は最終寸 法公差 2mm(約 1/8000)以下という厳しい公差が要求されて おり、公差達成のためには、溶接後の機械加工が必要である. そのため、合理的な製造のためには、詳細な溶接変形を把 握し,機械加工量を低減することが重要である.フェーズⅡと 呼ばれるTFコイル構造物製作前段階の試作試験では,実機 断面形状を有する小規模試験体を用いたベーシックセグメン ト間溶接変形(セグメント間溶接変形)検証試作を行うとともに, この溶接変形結果を用いた有限要素法解析により,セグメント 間溶接変形量を推定した. 原子力機構ではセグメント間溶接 変形量の予測値のさらなる高精度化を目的に,実機大 A3 セ グメント試験体及び実機 A2 セグメントの半分の長さである 4m 長さのA2セグメント試験体を用いた,セグメント間溶接変形検 証試作を行っており、本講演では、この試作結果について報 告する.

2. 実機大セグメント間溶接変形検証試作条件

フェーズ II で実施したセグメント間溶接変形検証試作結 果を Fig.2 に示す.フェーズ II では、1m長さの A2 セグメント 試験体を半分に分割し、セグメント間溶接の変形測定を行うと ともに、この溶接変形結果を用いた有限要素法によりセグメン ト間溶接変形量を推定した.その結果、A3 セグメントと A2 セ グメントとのセグメント間溶接により、Fig.2 に示すような角変形 が 0.26°生じると予想された.

Fig.3 に本試作試験で使用した試験体の概略を示す. A3 セグメント試験体はフェーズ II で試作されたもので,全て高窒 素添加型オーステナイト系ステンレス製である. 4mA2 セグメ ント試験体は, Fig.2 左にある高窒素添加型オーステナイト系 ステンレス鋼製の 1mA2 セグメント試験体と剛性を模擬するた めの炭素鋼製の 3mA2 セグメント試験体を溶接により繋ぎ合 わせて製作した. A3 セグメント試験体と 4mA2 セグメント試験 体のセグメント間溶接は, 1mA2 セグメント試験体側と A3 セグ メント試験体とを溶接することで実施した.

溶接方法は片側狭開先 TIG 溶接であり, 溶接ワイヤとして オーステナイト系ステンレスワイヤである FMYJJ1 を使用した. 両試験体組み立て時に溶接変形を見越した逆歪及び伸ばし は考慮しておらず, また, 溶接時に変形を抑える拘束治具は 側板内面にのみ溶接により設置している. 溶接手順として, 側 板の溶接実施後, 外板部分を溶接した. 溶接変形は, 溶接 前後において光学式3次元デジタイザを用いて計測した.

3. 実機大セグメント間溶接変形検証試作結果

Fig.4 にセグメント間溶接後の試作体を示す.セグメント間 溶接施工は問題なく実施された.3 次元寸法計測結果から, A3 セグメント試験体と4mA2 セグメント試験体とのセグメント間 溶接により,両試験体の間に約0.18°の角変形が計測された. この結果は有限要素法による予測結果よりも 0.08°小さいことを確認した.

4. まとめ

原子力機構は、より合理的な TF コイル構造物製作を実現 するために、実機大セグメント間溶接変形検証試作を実施し、 機械加工に対する設計予肉量を当初想定量よりも低減でき、 合理的に高精度の製作を行う見通しを得た.



Fig. 1 Configuration of ITER TF Coil Structure



Fig. 2 Results of angular distortion of segment welding in PhaseII



Fig. 3 Configuration of test mock-ups



Fig. 4 Test mock-up after welding

Manufacturing Strategy for ITER Toroidal Field Coil Structure

Hong Yun-Seok, 井口 将秀, 森本 将明, 中平 昌隆, 辺見 努, 千田 豊, 西 宏, 小泉 徳潔 (原子力機構)

Hong Yun-Seok, IGUCHI Masahide, MORIMOTO Masaaki, NAKAHIRA Masataka,

HEMMI Tsutomu, CHIDA Yutaka, NISHI Hiroshi, KOIZUMI Norikiyo (JAEA)

E-mail : zerusha@naver.com

1. INTRODUCTION

ITER TF coil structure (TFCS), which is the main structural component in the magnet system, plays an essential part for supporting of the out-of-plane magnetic force as well as restraint centering force of 400MN. The deliverables for this structure consist of 19 sets including 1 spare and the supply is split between EU (10 sets) and Japan (9 sets). JADA (Japanese Domestic Agency) who has the responsibility of this structure had a contract for EU TFCS with HHI (Hyundai Heavy Industry). This paper will focus on the brief report regarding the status and future plan with schedule of HHI's procurement.

2. MANUFACTURING STRATEGY

TFCS consists of TF coil case and attachments. To be exact, TF coil case is the manufacturing portion of HHI and it is mainly composed of AU, AP, BU and BP as shown in Fig. 1.

TFCS manufacturing is divided into 4 serial phases from preparation of call-for-tendering, basic design and development to procurement for real product based on final design. HHI has a responsibility of Phases 2 and 3. Phase 4 is before making a contract and HHI is expecting to obtain this order. These fabrication schedules are presented in Fig. 2.

Phase 2 is for completion of detail manufacturing plan and design, and qualification through 1-m mock-up and a full scale basic segment trial. The objective of 1-m mock up is to check the weldability and the tendency of deformation caused by welding. In addition, the jig availability can be investigated. This preceding work was already carried out as Fig. 3.

The full scale trial reflecting the performance experiences of 1-m mock-up is conducted to simulate the expecting behavior of final product during welding as realistic as possible. The widening and shrinkage of width direction, shrinkage of longitudinal direction and angular distortion due to welding deformation are items to be confirmed in this stage. The applicability for jig concept shown in Fig. 4 is one of the key factors to be demonstrated.

In the step of Phase 3, the manufacturing plan and drawings for TFCS are finalized from the results of Phase 2. For the closure welding test of a TF coil, mock-up structure is also fabricated and shipped to EU with welding wire. In parallel, first module of TFCS and 5 sets of TFCS material for EU are procured. The basic module of the TFCS has two subassembly weldments, a case and a cover plate. Each of these subassemblies contains the parts fabricated by bending and machining of rolled plates and forged blocks. A number of welding and jigs are required in all stages of fabrication to ensure that the TF coil modules fit together properly and to match them with other components at the time of final assembly.

3. CONCLUSIONS

The manufacturing design for ITER TFCS is on the final stage. The structural design of major components has been almost completed and will be finalized by JAEA soon. Through the manufacture of some trials, higher manufacturing techniques are being developed to satisfy the severe criteria on TFCS and to reduce the cost. These preliminary studies between JAEA and HHI will bring successful result of real manufacturing and it will set an example for international collaboration in other projects.



Fig. 1 Detail geometry of ITER TF coil case and its segments



Fig.2 Detail schedule for manufacturing of HHI portion



Fig. 3 Weldment of 1m mock-up



Fig. 4 Full scale mock-up shape with jigs before welding

ITER

TFコイル・ラジアル・プレートの実規模試作結果

Result of the TF coil radial plate manufacturing trials

髙野 克敏, 松井 邦浩, 小泉 徳潔(原子力機構) ; 澤 直樹, 大川 智宏, 坪田 秀峰, 岡本 健(三菱重工業) TAKANO Katsutoshi, MATSUI Kunihiro, KOIZUMI Norikiyo (JAEA); SAWA Naoki, OKAWA Tomohiro, TSUBOTA Syuho, OKAMOTO Takeru (MHI) E-mail: takano.katsutoshi@jaea.go.jp

1. はじめに

TF コイルの巻線部に使用されるラジアル・プレート(RP)は、 Fig.1 に示すように、高さ13m、幅 9m、厚さ10cmの大型構造 物であるが、数mmの平面度で製作することが要求されている。 また、実機 RP の製作は 10 分割した RP セグメントをレーザ溶 接して組み立てる計画であり、各 RP セグメントはステンレス鋼 製の厚肉板から機械加工で製作され、1枚のRPは数週間ピッ チで製作する必要がある。このため、原子力機構では、高精 度で合理的な製作方法を検討し、実規模 RP セグメントの試作 試験及び溶接性試験を実施して製作技術開発を進めてきた。 また、実機 RP の材料製作では、溶接部の品質及び機械強度 を満足するために化学成分を最適化した材料の製作が進め られている。本講演では、これらの試作試験結果と実機 RP 材 料の調達進捗について報告する[1]。

2. 実規模 RP セグメント試作

10 個の RP セグメント製作における機械加工は、TF コイル 製作工程上の律速段階となるため、更なる機械加工時間の短 縮と高精度な機械加工技術の確立が求められている。一方、 RPには、断面が対称な標準 RP(rRP)と非対称な側面 RP(sRP) があり(Fig.1)、これらは機械加工による変形の挙動が異なると 考えられる。このため、これら2種類の実規模 RP セグメントの 試作試験を実施することとした(Fig.2)。試作試験の結果、機 械加工条件を最適化することにより、大幅な加工時間の短縮 が図られ、TF コイルの製作工程を十分に満足する加工技術 の確立に成功した。また、加工変形においても、要求値 1 mm 以下を十分に満足する 1)rRP:0.3 mm以下、2)sRP:0.6 mm以 下の高精度な製作精度を達成した。

3. 溶接性試験

RPの組立ては、10個の各RPセグメントを溶接して組立てる 計画である。組立後の RP に対しても数 mm の厳しい公差が要 求されており、組立時の溶接変形を十分に小さく抑える必要 がある。そこで、1)溶接変形が小さく、2)溶接時間の短縮も図 れるレーザ溶接を採用することとした。ただし、レーザ溶接の 溶け込み深さの制限から、始めの約 50mm の厚さをレーザ溶 接し、残りの部分は TIG 溶接することとした。

RP 材料は、高窒素が含有された完全フルオーステナイト材 料であるため、割れ感受性が高く、高度なレーザ溶接技術の 開発が求められる。そこで、割れの無い健全な溶接部を達成 するために溶接条件の最適化試験を実施した。試験後の溶 接部における横断面、縦断面のマクロ観察の結果(Fig.3)、割 れの無い、健全な溶接品質を確認した。

4. 実機 RP 材料調達

RPの材料製作では、上述のとおり、割れ感受性の高い材 料をレーザ溶接するため、溶接部に欠陥が生じるリスクの軽減 を図る必要があるとともに、機械特性の要求値(900MPaの耐 力、180 MPa m^{1/2}の破壊靭性値(K_{IC}))を満足する必要がある。 このため、RP 材料製作における化学成分値を最適化し、製作 メーカが制御可能な範囲で目標値を定め、材料を製作するこ ととした。

また、RP の材料製作は、実機 TF コイルの製作に先駆けて、 2012年7月からダミーDP用(1枚)及びTFコイル第1号機用

(7枚)の計8枚の材料製作を進めており、2013年4月末に製 作を完了する計画である。これまで製作した計8枚の内、7枚 の材料は、機械特性を全て満足している結果が得られおり、 残り1 枚の機械特性試験を4 月末に完了する。

5 まとめ

実規模RPセグメント試作、溶接性試験の結果、RP製作に おける主要な技術課題を解決することができた。また、TF コイ ル第1号機用のRP材料の調達を進めており、これまで製作し た材料は全て機械特性を満足している。

参考文献

[1] 小泉徳潔, 他, 2013 春季低温工学会予稿集, 3C-p04.







Regular RP Segment

Side RP Segment

Fig.2 Full-scale trial RP Segment manufacture.

20



Cross section Groove shape Fig.3 RP Welding Test.