DI-BSCCO Type HT-NX の低温・磁場中における臨界電流のひずみ効果 II Strain effect on critical current of DI-BSCCO Type HT-NX in magnetic fields at low temperature II

<u>酒井康平</u>, 岡田達典, 淡路智(東北大)

SAKAI Kohei, OKADA Tatsunori, AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)

E-mail: k.sakai@imr.tohoku.ac.jp

1. はじめに

超伝導マグネットにおいて線材は径方向外向きの電磁力 (hoop 力)を受ける。Bi2223 線材では液体窒素温度や液体へ リウム温度における磁場中臨界電流のひずみ依存性は測定 されている[1]が、マグネット応用で想定される冷凍機冷却温 度におけるこれらの特性は、測定の複雑さから明らかになっ ていない。よって、超伝導線材のマグネット応用には臨界電 流の磁場とひずみに対する依存性を調べることが重要となる。 本研究では高強度である DI-BSCCO Type HT-NX の 40 K 及び 66 K、磁場中(< 2 T)における臨界電流の引っ張りひず み(< 0.7%) 依存性を測定したので報告する。

2. 実験方法

磁場中における臨界電流の引っ張りひずみ、および引っ 張り応力依存性測定にはレバー式引っ張り試験装置[2]を用 いた。この装置では上端に続くロッドを引っ張ることで下部の カムとレバーが動き、レバーと装置本体に両端を固定した試 料に引っ張り方向の力が加わるようになっている。この時ロッ ドに印加する荷重をロードセルで測定し、これを試料断面積 で割ることで試料に生じる応力を計測できる。ひずみはひず みゲージを用いて測定したが、曲げ方向成分を除去するため に試料の両面にひずみゲージを取り付け、二つのひずみゲ ージの平均値を印加ひずみとした。

温度はHeガスフローによって40Kに、液体窒素を用いて 66Kおよび比較として77Kにそれぞれ冷却し測定した。低 温では臨界電流が大きくなるため、無冷媒超伝導マグネットを 用いて最大2Tの外部磁場を印加し、臨界電流を抑えて測 定を行った。電流は最大220Aを印加し、四端子法によって 電圧-電流特性を測定して電界基準を1µV/cmとし臨界電流 を算出した。

3. 実験結果

Fig.1 に 40 K, 66 K, 77 K における応力-ひずみ曲線を示 す。ヤング率はひずみを 0.4%印加した後に戻し、再びひずみ を印加した際のマイナー曲線において、0.3-0.4%のひずみ領 域から求めると、それぞれ 121 GPa, 113 GPa, 107 GPaとなり、 冷却により試料の剛性が向上したことが分かった。

Fig.2 に臨界電流の引っ張りひずみ依存性を、Fig.3 に臨 界電流の引っ張り応力依存性を示す。臨界電流が急激に低 下する引っ張りひずみ及び応力は 77 K で約 0.47%,約 480 MPa、66 K で約 0.45%,約 470 MPa、40 K で約 0.44%,約 480 MPa となり、大きな差は無かった。温度低下に伴い可逆領域 における臨界電流の低下が大きくなる振る舞いが現れた。

- Y. Miyoshi *et al.*: Supercond. Sci. Technol., 28 (2015) 075013.
- G. Nishijima *et al.*: IEEE Trans. Appl. Supercond., 20 (2010) 1391.







Fig.2 Tensile Strain Dependence of Critical Current.





高 Pb 濃度 Bi2223 厚膜に対する低温焼成効果 Effects of low temperature sintering for heavily Pb doped Bi2223 thick films

<u>田中智之</u>(青学大); 武田泰明(東大); 岩見壮徒, 元木貴則, 下山淳一 (青学大); 今康一、稲森聡(ティーイーピー) <u>TANAKA Tomoyuki</u> (Aoyama Gakuin Univ.); TAKEDA Yasuaki (The Univ. of Tokyo); IWAMI Taketo, MOTOKI Takanori, SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama Gakuin Univ.); KON Kouichi, INAMORI Satoshi (TEP) E-mail: c5618052@aoyama.jp

1. はじめに

これまで我々は Bi2xPbxSr2Ca2Cu3O₂ [Bi2223] 多結晶材料 における臨界電流特性の改善に向けた粒間結合強化手法を 提案してきた[1]。最近では理想的な高密度かつ高度 c 軸配 向組織の形成が可能な厚膜材料に注目しており、Bi2223 厚 膜において仕込 Pb 置換量の増大に伴って、実効置換量の増 大、c 軸の短縮を確認したこと、Pb 置換量 x ~ 0.39 の厚膜試 料が 4.2 K、77 K においてそれぞれ~50 kAcm⁻²、~8 kAcm⁻²と いう高い J_c を記録したことを報告した[2]。これらの事実は Pb 置換量の増大が粒間結合の強化に有効で多結晶材料の臨 界電流特性の向上を伴うことを示している。さらに前回は、簡 便な手法による Bi223 厚膜における配向組織の形成を報告 したが[3]、作製方法、焼成条件等の最適化には至らなかった。 これらの背景のもと、本研究では Bi2223 多結晶材料に対 する高濃度 Pb 置換効果の解明を目的とした。今回は、磁場

配向法により c 軸配向した高濃度 Pb 置換 Bi2223 厚膜試料(x ~ 0.43)の作製条件の最適化を試み、焼成温度が微細組織や 超伝導特性に与える影響を系統的に調べた結果を報告する。

2. 実験方法

スラリー調製に用いる Bi2223 粉末は、Bi2O3, SrCO3 CaCO₃, CuO を原料とし、Bi: Pb: Sr: Ca: Cu = 2.05-x: x: 1.9: 2.0: 3.0 (x = 0.35-0.55)の仕込組成で秤量、混合し、空気中 780°C で仮焼、ペレット成型後に Po2 = 1-3 kPa 下(1-3% O2/Ar 気流中)で焼結し、粉砕することにより作製した。得 られた粉末を EtOH とともに~24 h ボールミル混合するこ とでスラリーとした。表面磁場 0.4 T の永久磁石上で Ag 箔にスラリーを 30 µL 滴下し乾燥させることで磁場配向 体を作製した[4]。その後、Ag 箔で挟み、緻密化および c 軸配向度強化のための一軸プレス(~1 GPa)と熱処理を行 い Bi2223 厚膜(x~0.35-0.45,~100 µm') を作製した。焼成 は Po2 = 3 kPa 下で行い、一部の試料に対しては Po2 = 500 Pa 下での金属組成制御を目的とした還元ポストアニール を施した。試料の酸素量は酸素気流中300℃でのアニール によりキャリアの弱いオーバードープ状態になるように 制御した。試料の微細組織は SEM により観察し、構成相・ 格子定数・Lotgering Factor (LF) は XRD により評価した。 化学組成分析は試料研磨面に対して EPMA により行い、 超伝導特性は SQUID 磁束計を用いプレス面に垂直に印加 した磁場下での磁化測定により調べた。

3. 実験結果

Pb 置換量 x~0.45 の厚膜試料について焼成温度を 805 – 820°C の間で変えて作製した。Fig. 1 に 820°C、805°C で焼成した Bi2223 厚膜の破断面の二次電子像を示す。低温焼成試料ほど結晶が c 軸方向により薄い平板状になることがわかった。このことは、低温焼成のほうが高密度、高配向度化に有利であることを示唆している。

また、Fig.2 に示したように、10 Oe での ZFC 磁化率の 温度依存性において低温焼成試料ほど超伝導転移がシャ ープとなった。これは低温焼成が強い粒間結合の形成に有 効であることを示唆している。

当日は実効 Pb 置換量、電気抵抗率の温度依存性や粒間 J_c、I-V 特性などについても報告する予定である。



Fig.1 Secondary electron images of fractured surface of Bi2223 thick films with x=0.45 sintered at 820°C and 805°C.



Fig.2 Temperature dependence of normalized ZFC magnetization for Bi2223 thick films sintered at various temperatures.

- [1] Y. Takeda et al., Physica C 534 (2017) 9-12.
- [2] Y. Takeda *et al., Abstracts of CSSJ Conference* **95** (2017) 179.
- [3] T.Tanaka *et al*, *Abstracts of CSSJ Conference* **97** (2018) 1Bp11.
- [4] J. Shimoyama et al., Abstracts of CSSJ Conference 97 (2018) 1B-p06.

Ba-122 多結晶バルク体の結晶粒組織解析

Grain structural observation for polycrystalline Ba-122 superconductors

<u>嶋田 雄介</u>(東北大);山本 明保(東京農工大);岸尾 光二(産総研);下山 淳一(青学大); 波多 聰(九大);今野 豊彦(東北大)

<u>SHIMADA Yusuke</u> (Tohoku Univ.);YAMAMOTO Akiyasu (TUAT);KISHIO Kohji (AIST); SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama Gakuin Univ.);HATA Satoshi (Kyushu Univ.);KONNO Toyohiko (Tohoku Univ.)

E-mail: yshimada@imr.tohoku.ac.jp

1. はじめに

多結晶超伝導バルク体の輸送電流特性は、その組織、特 に結晶粒内および結晶粒界といった結晶粒組織に強く依存 する。一方で、対象とする材料によって、電流特性に支配的 に効果を及ぼす機構は磁束ピニング[1]やコネクティビティ[2]、 粒界特性[3,4]など多岐にわたり、検討すべき組織的要因が 異なるのが実際である。本研究では、固相焼結で作製し、ラ ンダム方位を有する Coドープ Ba-122 多結晶バルク体に着 目してマルチスケール結晶粒組織解析を行うことで、超伝導 輸送電流特性に及ぼす組織的要因について検討を行った。

2. 実験方法

Coドープ Ba-122 多結晶バルクは、Ba、Fe、Co および As 粉末を組成が Ba(Fe_{0.92}Co_{0.08})₂As₂ となるように秤量、さらには ボールミルにより混合したものを、600℃から 900℃の温度で 48 時間焼結を行うことで作製した[5]。

超伝導特性は四端子法による輸送電流測定のほか、 SQUIDを用いた残留磁化測定により得た。結晶粒組織解析 をマクロスケールでは走査電子顕微鏡法(SEM)、ナノスケー ルを走査/透過電子顕微鏡法(S/TEM)により行った。

3. 結果および考察

600℃で作製した Ba-122 バルクは、Fig.1 の SEM 反射電 子(BSE)像(a)で示すようにおおよそ単相であることがわかる。 このときの Ba-122 相の粒径は約 300 nm、体積分率は約 68% であった。また、結晶粒組織を拡大した高角散乱環状暗視野 (HAADF)-STEM 像(b)において、ほとんどの結晶粒界に暗い 領域がみられる。これは、結晶粒界の高分解能像(c)から非晶 質相であることがわかる。組成分析の結果、この非晶質相は Ba-O 相であることがわかった。また、一方で結晶粒内には Fig. 1(d)に示すような多数の Fe-As 層が(001)に沿って抜けた 積層欠陥もみられた。700℃で作製したバルクでは結晶粒界 および粒内における組織的特徴に 600℃で作製したバルクと 大きな違いはみられなかったが、1 µm 程度への結晶粒成長 および粒内クラックの発生がいくつか観察された。800℃の焼 結では、10 µmを超える焼結温度に対して指数関数的な結晶 粒粗大化がおこり、さらに Fe-Co-As 相などの常伝導相が多 く生成していた。700℃焼結バルクでみられた粒内クラックの 増加のほか、粒界にもサブミクロンオーダーの厚みを有する Ba-O 相が生成し粒間の結合を低下させるなど、粒内、粒界と もに電流輸送経路が分断されたような組織がみられた。

輸送臨界電流密度 J. は、600℃焼結バルクで最も高く、焼結温度の上昇と共に低下、800℃以上の焼結ではほとんどゼロとなり、とくに結晶粒径が10 µm 以下のときには粒径の逆数と正の相関をもつことがわかった。一方で、残留磁化測定から600℃からの焼結温度上昇に伴い、粒間電流ピーク磁場の減少と同時に粒内電流ピーク磁場の増加がみられた。その要因としては、結晶粒粗大化による粒内でのループ電流の増大とそれに伴う粒界を越える電流の減少による影響が大きいこと

が考えられる。つまり、これはBa-122多結晶バルクにおいて、 輸送電流にジョセフソンジャンクションモデルの効果を有する ことを示唆している[6]。ただし、結晶粒径が 10 µm を超える 800℃以上の焼結バルクでは Ba-O 相が粗大化し、粒間が完 全に分断すると粒界電流がゼロとなり、電流輸送経路が遮断 される効果が強く出ることから、粒径と L の相関からずれること が考えられた。



Fig.1 SEM-BSE image (a) and HAADF-STEM image (b) of the samples heated at 600°C. High resolution images acquired by TEM (c) and HAADF-STEM (d) were obtained from grain boundary and intra-grain, respectively.

謝辞

本研究は JST-CREST(JPMJCR18J4)の支援、並びに JSPS 科研費(JP18K14012)の助成を受けて実施されたものである。

- 1. G. Zerweck: J. Low. Temp. Phys., Vol. 42(1981) p.1-9
- T. Matsushita, et al.: Supercond. Sci. Technol., Vol. 21(2008) 015008
- 3. T. Katase, et al.: Nat. Commun., Vol. 2(2011) p. 409
- D. Dimos, et al.: Phys. Rev. B, Vol. 41(1990) p. 4038– 4049
- 5. Y. Hayashi, et al.: Physica C, Vol. 504(2014) 28-32
- J. Hecher, et al.; Supercond. Sci. Technol., Vol. 29(2016) 025004

気相拡散法による鉄系高温超伝導 122 相の合成

Synthesis of 122 phase iron-based superconductors by diffusion method

植村 俊己,山本 明保 (東京農工大学) UEMURA Toshiki, YAMAMOTO Akiyasu (TUAT) E-mail: s186930v@st.go.tuat.ac.jp

1. 研究目的

2008年に東工大の神原、細野らにより発見された鉄系高 温超伝導体[1]は、銅酸化物系に次ぐ高い臨界温度($T_c = 58$ K)と上部臨界磁場($H_{c2} > 100$ T)を持つため、強磁場磁石など への応用が期待されている。鉄系高温超伝導体の一種であ る BaFe2As2 (Ba122)は電磁的異方性が小さく[2]、単相試料の 合成が比較的容易であることから、薄膜、線材、バルク磁石な どの材料化研究[3]が盛んに行われている。一方で、実用化 に向けた課題の一つとして、Ba122の相生成機構や熱力学 的特性が明らかでなく、組織制御の普遍的な指針が確立され ていないことが挙げられる。そこで我々は、Ba122が生成する 過程を観察することで、生成機構に関する基礎的知見を得る ことを試みている[4]。具体的には気相の Ba, As を用いた拡散 法により Ba122を純 Fe 板表面に生成させ、サンプルの生成 層・界面を評価した。また、純 Fe 板に加え、純 Fe ワイヤー表 面に Ba122を生成させることも試みた。

2. 実験方法

レーザー加工機を用いて 10 mm の長さ、5 mm の幅、及び、 0.5 mm の厚さを有する板状形状に純 Fe 板を加工したものを Fe 基材として用いた。Ar 雰囲気下で Ba:As = 1:2 (mol 比)で 単体金属を秤量し、ボールミル混合した組成 BaAs2の固体原 料を成型したものを、蒸気源として用いた。Fe 基材とBaAs2蒸 気源ペレットとを分離して反応容器内に配置し、石英管中に 真空封入をした後、熱処理を行った。また、Fe 基材として直径 1.45 mm の純 Fe ワイヤーを用いたものに対しても、Fe 基材と BaAs2蒸気源ペレットとを分離して Ar 雰囲気下で熱処理を行 った。Fe 基材表面に得られた反応生成層に対して、XRD に より相分析、SEM・EDX による生成層、微細組織、化学組成 の評価を行った。

3. 結果·考察

900℃、24h 及び 800℃、24h の熱処理を行った試料につい て、純 Fe 板表面の生成層に対する XRD パターンを Fig.1 に 示す。900℃で熱処理した試料では Ba122 に起因するピーク のみが観測され、ほぼ単相の Ba122 が得られたことが分かっ た。Rietveld 法による格子定数は a = 0.39604 nm, c = 1.30033 nm であり、ノンドープ Ba122 の文献値(a = 0.39621 nm, c = 1.30178 nm [5])とほぼ同等であった。一方、800℃で熱処理し た試料では、Ba122 ピークのほかに Fe2As に起因するピーク が確認された。これらの試料の断面研磨面の反射電子(BSE) 像を Fig. 2(a), (b)に示す。900℃で熱処理したサンプルの表 面には白色の相のみが確認された一方で、800℃で熱処理し たサンプルの表面には斑状の複数コントラストの組織が確認 された。白色の領域は EDX 元素分析から、Ba122 であること が確認された。一方、斑状領域の薄灰色領域は、As 及び Ba の濃度が低い領域に対応しており (Fig.2(c))、XRD の結果か ら Fe2As と予想された。純 Fe ワイヤーを用いて熱処理を行っ た結果、Fig. 3 に示すように表面が Ba122 層で覆われたワイ ヤー状の試料を作製することができた。

謝辞 有益な御助言を賜った太刀川恭治博士(NIMS、東海 大)に御礼申し上げます。本研究は、文部科学省「元素戦略 プロジェクト」、JSPS 科研費 JP18H01699の助成、JST-CREST(JPMJCR18J4)の支援を得て行われたものである。



Fig. 1 XRD patterns for the surface of samples with different heating temperatures. For reference, Ba122 simulation pattern is shown.



Fig. 2 (a), (b) Cross-sectional back scattered electron image of the samples heated at 900°C (a) and 800°C (b). (c) EDX line scan analysis on a cross section of the sample heated at 800°C. The top panel shows BSE image of the corresponding position.



Fig. 3 The photograph of the sample produced using pure iron wire as the iron source material.

- 1. Y. Kamihara et al., J. Am. Chem. Soc. 130, 3296 (2008).
- 2. A. Yamamoto et al., Appl. Phys. Lett. 94, 062511 (2009).
- 3. H. Hosono *et al.*, *Materials Today* **21**, 278 (2018).
- 植村俊己ら、第97回秋季低温工学・超電導学会、講 演概要集 p.29 (2018).
- 5. N. Ni et al., Phys. Rev. B 78, 214515 (2008).

MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発(Ⅲ-1)

~プロジェクト概要~

Development of HTS high stable magnetic field magnet system for MRI (III-1) -Outline of the project -

横山彰一,松田哲也,野村航大,三浦英明,江口諒,森田友輔,大竹俊輔,井上達也,田邊肇,佐藤伸治(三菱電機);東川甲平,木須隆暢(九大);宮城大輔(千葉大);津田理(東北大);中村武恒,白井康之(京大)YOKOYAMA Shoichi,MATSUDA Tetsuya,NOMURA Kota,MIURA Hideaki,EGUCHI Ryo,MORITA Yusuke,OTAKE Syunsuke,INOUE Tatsuya,TANABE Hajime,SATO Shinji (Mitsubishi Electric Corp.);HIGASHIKAWA Kohei,KISS Takanobu (Kyushu Univ.);MIYAGI Daisuke (Chiba Univ.);TSUDA Makoto (Tohoku Univ.);NAKAMURA Taketsune,SHIRAI Yasuyuki (Kyoto Univ.)E-mail:Yokoyama.Shoichi@dx.MitsubishiElectric.co.jp

1. はじめに

液体ヘリウムレスの医療用 MRI 超電導マグネットを実用化 するための研究開発を平成 28 年度より NEDO プロジェクトと して実施中である[1、2]。本プロジェクトでは、MRI システムへ の実用化に向け超電導マグネットシステムを開発し、課題など を検討しており、1/2 サイズアクティブシールド型 3T マグネット を試作し、MRI への適用を実証する。最終目標は、全身用 3T-MRI マグネットの設計完了である。

2. 研究開発ターゲット

本研究開発のターゲットは、大きく2 つあり、1 つは地球資源であるヘリウムガスの枯渇、供給不安への対策として大量に使用している液体ヘリウムを用いない MRI マグネットを開発すること。もう1 つは現在多くの病院で使用されている 1.5T-MRI マグネットが将来 3T-MRI マグネットに置き換わる時に 1.5T 機と同等の形状、重量、漏れ磁場領域の 3T 機を提供することで容易に置き換えることができるマグネットの開発である。このために、従来の金属系超電導より高温かつ高磁場で使用できる高温超電導のマグネットを開発し、MRI に適用するための技術開発を実施している。

3. 高温超電導コイルの実用化技術開発

1/2 サイズアクティブシールド型 3T マグネットの設計、製作 が完了した[3,4]。本コイルの外観写真を Fig.1 に示す。図のよ うに主磁場を発生する 3 対のメインコイルと 1 対のシールドコ イルから成り、フランジ外径は 1260mm、フランジ面軸長 1060mm である。使用した超電導線材は、4mm 幅の銅メッキ REBCO線で、総線材長は 70km である。コイルインダクタンス は 145H であり、定格中心磁場 2.9T での蓄積エネルギーは 1.6MJ と高温超電導コイルとして世界最大級のものである。な お、磁場均一度を出すためにパンケーキコイルの巻線精度は 径方向 0.1mm 以下、コイル組立精度 0.5mm 以下で製作して いる。

また、全身 3T 実用機を実現するために高電流密度化する 必要があり、磁場中での超電導特性を改善するために、人工 ピン入り REBCO線材を入手し、内径 560mm のパンケーキコ イルを試作した。次年度から人工ピン入り REBCO線材を用い 最大磁場 7T 発生する検証コイルを試作、評価する。

NMR プローブを用いた高精度の磁場変動測定や磁場安 定化手法[5]、等価回路による磁場制御手法[6]を提案した。さ らに、コイル製作時の劣化について大口径コイルの局所劣化 部位を特定、評価するための非接触測定を実施[7]した。

4. 高温超電導マグネットのシステム最適化技術開発

MRI 超電導マグネットの小型、軽量化を検討するために 1/2 サイズアクティブシールド型 5T コイル設計を実施し、電磁力 軽減構造を提案した [8]。また、全身 3T 実用機のコイル設計 を開始し、設計手法に免疫遺伝アルゴリズムを取り入れてコイ ルの最適化を検討している。また、初期冷却を時間短縮する 冷却システムを検討し前述の 1/2 サイズアクティブシールド型 3T マグネットに適用した。

5. まとめ

液体ヘリウムを用いない小型・軽量の高温超電導 3T-MRI マグネットを実現するためにコイル試作、最適設計、計測手法 検討などを行った。1/2 サイズアクティブシールド型 3T が製作 完了し、冷却・励磁試験、磁場安定性、磁場均一度など評価 し、イメージング試験にて MRI 超電導マグネットとしての実証 を行う。



Fig.1 Photograph of half-size REBCO superconducting coil for MRI with active shield coils.

謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総 合開発機構(NEDO)の「高温超電導実用化促進技術開発」 のうち「高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発」により 委託・支援を受け実施したものである。

参考文献

- S. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 94 (2017) p.76
- S. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 96 (2018) p.1
- S. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 97 (2018) p.90
- H. Miura, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 98 (2019) 3A-a06
- M.Kanamaru, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 97 (2018) P.92
- S. Kitada, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 98 (2019) 3A-a07
- T. Kiss, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 98 (2019) 3A-a09
- L. Wei, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 98 (2019) 3A-a08

— 131 —

MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発(III-2) ~1/2 サイズアクティブシールド型 3T マグネットの開発~

Development of HTS high stable magnetic field magnet system for MRI (III-2)

-Development status of a half-size 3T magnet-

<u>三浦 英明</u>,松田 哲也,野村 航大,江口 諒,森田 友輔,大竹 俊輔, 井上 達也,田邉 肇,横山 彰一,佐藤 伸治(三菱電機)

<u>MIURA Hideaki</u>, MATSUDA Tetsuya, NOMURA Kota, EGUCHI Ryo, MORITA Yusuke, OTAKE Shunsuke, INOUE Tatsuya, TANABE Hajime, YOKOYAMA Shoichi, SATO Shinji (Mitsubishi Electric Corp.)

E-mail: Miura.Hideaki@dx.MitsubishiElectric.co.jp

1. はじめに

我々は NEDO プロジェクトにて,液体ヘリウムを必要としな い MRI マグネットを実用化するための研究開発を実施してい る。このプロジェクトの目標は,高温超電導マグネットによる 3T イメージングの実証である。三菱電機では,3T イメージング実 証用の1/2サイズアクティブシールド型3T高温超電導マグネ ットを製作している[1]。本報では,高温超電導コイルの開発状 況および高温超電導マグネットの製作状況について報告する。

2. 高温超電導コイル試作

高温超電導コイルには銅メッキが施された REBCO 線材を 使用し、コイル形状は製作性の観点からシングルパンケーキ 形状とした。1/2 サイズ 3T マグネットには、 φ560mm の主コイ ルおよび φ1200mm のシールドコイルが合計 200 枚以上必要 である。コイル製作段階での臨界電流特性を確認するため、 液体窒素浸漬冷却下の *I-V* 特性を取得した。コイルの良品・ 不良品の判定は、臨界電流通電時のコイル電圧が 0.5mV 以 下であることとした。その結果、良品率は約80%であった。現在、 劣化要因を調査するため、劣化部位を特定し、微細構造分析 を実施している。

3. 高温超電導コイルの劣化長評価

臨界電流値が設計値以下であるコイルの *I-V*特性から, 超 電導層の劣化状態について考察した。コイルの臨界電流特 性評価には,四端子で*I-V*特性を取得する通電法や,外部磁 場印加による捕捉磁界から臨界電流特性を算出する磁化法 などが挙げられる。我々は,通電法によりコイルの臨界電流特 性を取得した。Fig.1 に 2 種類の代表的な劣化したコイルの *I-V*特性を示す(ただし,誘導電圧を除く)。コイル A は,通電開 始とともに抵抗が出ている。これは,常に常電導層(銅メッキ 層)に電流が流れており,線材幅方向に超電導層が破壊され ていることを示唆している。コイル B は,約 25A まで抵抗がゼ ロ,25A~60A 間は線型に抵抗が増加,60A 以上は非線形に 抵抗が増加した。これは,線材幅方向の超電導層が一部破壊 されていることで,臨界電流が 25A 程度となり,それ以上の電 流通電時は常電導層へ分流していると考えられる。

次に試験結果から超電導層の劣化長を検討した。使用した REBCO 線材は,線材厚 0.13 mm,線材幅 4 mm,銅メッキ厚 20 μ m である。77K における一般的な銅の比抵抗は 2x10⁻⁹ Ω m であることから,超電導層の劣化長を計算した。Fig.1 のコイル A およびコイル B の常電導部の抵抗は 10~20 μ であること から,超電導層の劣化長は約 1mm であることがわかった。一 方,磁化法による検討では m オーダーの劣化が見られること がわかった[2]。以上の結果から、線材幅端面に部分劣化が 多く存在し、一部の超電導層が線材幅方向に破壊されている のではないかと考えられる。

4. 高温超電導マグネット製作

高温超電導マグネット製作では、高磁場均一度(2 ppm@250mmDSV)を達成するため、コイル積層時の製作誤差

を 0.5mm 以下とした。径方向の製作誤差を抑制するために, Fig.2 に示す位置決め冶具を使用し、軸方向の製作誤差を抑 制するために、コイル間に層間スペーサを挿入した。コイル積 層作業完了後、コイル間の接続作業を実施した。今後、主コ イル群およびシールドコイル群の一体化作業を完了させ、クラ イオスタットへの組み込み作業、真空引き、冷却を実施する。 謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合 開発機構(NED0)の「高温超電導実用化促進技術開発」の うち「高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発」に より委託・支援を受け実施したものである。



Fig.1 *I-V* curves of the REBCO coils including degradation of superconducting characteristics.



Fig. 2 Stacking operation of single-pancake coils.

- S. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, vol. 97 (2018), p.90
- T. Kiss, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, vol. 98 (2019), 3A-a09

MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発(Ⅲ-3)

~磁場補正用微小電流電源を用いた磁場安定性向上フィードフォワード制御の検討~

Development of HTS high stable magnetic field magnet system for MRI (III-3) -Feed forward control of small trimming current superimposed on exciting current for stable magnetic field-

北田 悟史, 坂本 龍平, 白井 康之(京都大学); 横山 彰一(三菱電機)

KITADA Satoshi, SAKAMOTO Ryuhei, SHIRAI Yasuyuki (Kyoto University); YOKOYAMA Shoichi (Mitsubishi Electric Co.) E-mail: kitada.satoshi.34z@st.kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

現在普及している低温超電導(LTS) MRI は、冷却の際に大 量の液体へリウムを使用しているが、液体へリウムは希少、か つ高価であり、近年供給リスクが高まっている。そのため、ヘリ ウムフリーで運転可能な高温超電導(HTS) MRI マグネットの開 発が望まれている。ここで、MRI で鮮明な画像を得るためには 高安定な磁場が必要だが、HTS-MRIマグネットには遮蔽電流 によって、長い時定数を持つ磁場変動が生じてしまうという課 題が存在する。遮蔽電流とは、励消磁でのマグネットの磁束が テープ線材面を横切ることで誘導される電流であり、これが励 磁終了後も時間とともに減衰するために、磁場も時間とともに 変化してしまう。

本稿では、主励磁電源に小容量の磁場補正微小電流電源 を並列に接続し、主電流にµA オーダーの微小磁場補正電流 を重畳させることで、磁場安定性を向上させることを提案し、 実際に HTS-MRI マグネットで実験する前段階として、LTS-MRI マグネットを用いた磁場安定度の評価実験を行った。

2. 実験概要

まず、LTS-MRI マグネット(114H) のフリーラン実験をもとに、 電力系統瞬時値解析プログラムXTAPを用いて実験回路を模 擬し、予め微小電流電源による制御補正電流量を求めた。

実験は、LTSマグネットを、1Aのオーバーシュート励磁法を 用いて、0.07A/secの掃引速度で224.3Aに励磁した。主励磁 電源による電流が一定になった後、予め求めた電流制御量を 用いたフィードフォワード制御で微小電流を重畳させ、コイル 中心の磁場を約3時間測定した。実験回路をFig.1に示す。



Fig.1 Circuit diagram of LTS-MRI magnet test

3. 実験結果と考察

Fig.2 に、1.5T 励磁終了後のコイル中心の磁場変動を、フリ ーラン(微小電流制御無し)と微小電流制御有りの場合を比較 して示す。さらにこれを拡大して、励磁終了後およそ1時間の 磁場変動について、Fig.3にフリーランの場合、Fig.4に電流制 御時の場合をそれぞれ示す。制御を行った結果、フリーラン に比べ、磁場変動を約0.08倍にまで抑制することができ、イメ ージングに必要とされる1ppm/hour以下の変動を達成できた。

4. まとめ

励磁パターンが固定されれば、遮蔽電流の磁場変動への 影響もほぼ予測できるので、補正電流値を予め決定し、小容 量の電源を追加することで磁場安定化が図れることを示した。 今後 HTS-MRI マグネットに適用して実証する予定である。



Fig.4 Magnetic field with current control

謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総 合開発機構(NEDO)の「高温超電導実用化促進技術開発」 のうち「高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発」により 委託・支援を受け実施したものである。

参考文献

 M. Yoshikawa, et al.: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, Vol. 26, No. 3 (2016) 4401105

MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発(Ⅲ-4) ~線電流近似と有限要素法を連携した3Tホールボディマグネット の最適化設計~

Development of HTS high stable magnetic field magnet system for MRI (III-5) -Optimal design of a 3 T whole body magnet by using line current approximation and finite element method -

魏 亮亮,山田 祥子,趙 珈卉,<u>中村 武恒</u>,西野 竜平 (京大);松田 哲也,横山 彰一 (三菱電機) WEI Liangliang, YAMADA Shoko, ZHAO Jiahui, <u>NAKAMURA Taketsune</u>, NISHINO Ryohei (Kyoto Univ.); MATSUDA Tetsuya, YOKOYAMA Shoichi (Mitsubishi Electric Corp.) E-mail: nakamura.taketsune.2a@kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

我々は、MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム の研究開発[1]の一環として、全身 3T-MRI 用高温超電導コイ ルの最適化設計に関する研究開発を実施している。本研究 では、コイルの運転温度も変数とした最適化設計コードの開 発を行っている[2]。一方で、上記設計では線電流近似を用 いているが、同近似では線材断面内電流分布が考慮されて おらず、その空間磁場均一度に与える影響が明らかでない。

本講演では、まず3Tホールボディマグネットを対象として、 上記線電流近似を用いた最適化設計を実施した。そして、設 計したコイルの3次元有限要素法モデルを作成し、空間磁場 分布の相違を検討したので報告する。

2. 解析方法

前報[2]で作成した3 Tホールボディマグネットの諸元を対象として,まず線電流近似を用いた最適化設計を実施した。 その際,新たに免疫遺伝アルゴリズムを導入し,収束性の改善ならびに設計時間の短縮を図った。

線電流近似による設計後,同コイルを3次元有限要素法モ デルとして線材断面構造を含めて忠実に再現して,正確な空 間磁場分布を評価した。

3. 解析結果と考察

Fig. 1には,前回設計したコイル[2]を対象として,線材の断 面中心1点に線電流())を印加した場合(同図(a))と幅方向に19 分割して各々 I/19を印加した場合(同図(b))のエラー磁場分布 を示す。同図に示すように、両者のエラー磁場に相違は殆ど 無く、本研究では簡単のため線材断面1点のみに通電する線 電流近似を採用した。Fig. 2には、線電流近似による最適化 設計結果の一例を示す。同図では, 主コイルの形状は固定し, 補正コイルのみを変数としている。同図の500 mm球における 磁場均一度は2.03 ppmであった。またFig. 3には, Fig. 2のコ イルを有限要素法で再現した磁場分布の解析結果を示す。 同図の中心磁場は2.89602 Tであり,また磁場均一度は15.34 ppmであった。一般に、線電流近似に比較して有限要素法の 磁場解析精度が高いと考えられる。上記から、線電流近似に 比較して有限要素法の磁場均一度が低下していることから、 コイル設計に際してはこのことも考慮する必要があると考えら れる。その他,有限要素法における線材断面のメッシュ数がコ イルボア内空間磁場分布に与える影響の検討結果など,詳 細は講演当日に報告する。

謝辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総 合開発機構(NEDO)の「高温超電導実用化促進技術開発」 のうち「高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発」により 委託・支援を受け実施したものである。

- S. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, vol. 98, 3A-a05 (2019)
- S. Yamada, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, vol. 96, 1A-a04 (2018)



(b) 19 line currents distributed in each wire Fig. 1 Error magneic field contours of already reported 3 T whole body magnet [2].







Fig. 3 FEM analysis result of 3 T whole body magnet designed from line current approximation (Fig. 2).

MRI 用高温超電導高安定磁場マグネットシステム開発(Ⅲ-5) ~大口径 REBCO パンケーキコイルの欠陥可視化に関する検討~ Development of HTS high stable magnetic field magnet system for MRI (III-5) – Visualization of local defects in large bore REBCO pancake coils –

<u>木須 隆暢</u>,東川 甲平,太田 省吾,財部 祐輔,今村 和孝,鈴木 匠(九大); 三浦 英明,横山 彰一(三菱電機) <u>KISS Takanobu</u>, HIGASHIKAWA Kohei, OOTA Shogo, TAKARABE Yusuke, IMAMURA Kazutaka, SUZUKI Takumi (Kyushu Univ.); MIURA Hideaki, YOKOYAMA Shoichi (Mitsubishi Electric)

E-mail: kiss@sc.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

高温超電導テープ線材を用いた MRI マグネットシステムの構築において、基本構成要素となるパンケーキコイルの信頼性の高い巻線技術の確立と歩留まり率の向上は喫緊の課題となっている。しかしながら、コイル化の際に時折観測される n 値の低下など、特性劣化のメカニズムは未だ充分に解明されていない。本研究では、昨年度報告した積層導体内の局所欠陥可視化技術[1]を更に高度化し、大型コイルへの適用について検討すると共に、1/2 サイズ 3T-MRI 用の大口径 REBCO シールドコイルの特性評価を行った。

2. 実験

今回の測定対象のコイルは大口径であるため、コイルを分割してコイル片ごとに測定の後、コイルの全体像を再構成した。 本測定では、着磁したコイル表面の磁場分布を磁気顕微鏡により計測し、空間分布の乱れより欠陥位置を可視化している [1]。

3. 実験結果及び考察

コイル全体像を構成した結果を Fig.1 に示す。スペース の都合上4つのセクションに分けて表示する。コイル巻線 内の層に沿って円弧状の軌跡として Ic 低下(欠陥)部位が 確認できる。また、前述の通り、本測定ではコイルを分割 し、複数回に分けて独立に計測した結果をまとめたもので あるが、コイル片の結合部位において、筋状の欠陥は連続 的に繋がっていることから、欠陥位置の検出結果の再現性 を確認出来る。すなわち、独立した計測において検出した 欠陥位置は再現している。なお、コイルの継ぎ目に観察さ れるノッチ状の切れ込みは、観測の際の走査領域の制限に よって、計測データが得られていないことに起因しており、 コイルの特性に起因するものではない。

今回得られた観測結果は、欠陥生成の原因について次の ような重要な知見を与えるものである。

- 1) 素線の局所 *L* 低下(欠陥)位置は周方向にある程度の距離を有している。
- 2) 複数の巻き線の層において欠陥が観測される。

以上の結果は、通電法によって検知される通電 Lの顕著 な低下に至る以前に、素線端部における劣化が生じている 事を示唆している。今後、局所的な組織構造と L 低下部位 とのより詳細な対応の調査によって、劣化メカニズムに対 する知見とその対策に対する方策が得られるものと期待 できる。本手法は、通常の計測技術では困難な欠陥位置の 特定を高空間分解能で可能とするものであり、パンケーキ コイル製造における電流制限因子の解明ならびに歩留ま り向上の鍵となる計測評価手法として期待できる。

謝辞 本研究の一部は、NEDO「高温超電導実用化促進技術 開発」(16100554-0)による支援を得て実施したものである。

参考文献

 [1] 木須ほか、2018 年度春季低温工学・超電導学会、1Aa06、2018 年 5 月



Fig. 1 Magnetic microscopy visualizing local defects in a large bore shield coil in a 1/2 size.MRI magnet system.

MRI 磁石を用いた超高均一度シミングの可能性検討

Discussions on possibility of high accuracy shimming operation for ultra-homogeneity on MRI magnet

<u>阿部充志</u>,佐々木憲一,山口博史,荻津透,下村浩一郎,三部勉,齊藤直人(高エネ研);田中陶冶(東大); 大金千織,齋藤真慶,杉田萌,柳井京輔,飯沼裕美(茨城大学)

M. Abe, K. Sasaki, H. Yamaguchi, T. Ogitsu, K. Shimomura, T. Mibe, N. Saito (KEK); T. Tanaka (Univ. Tokyo);

C. Oogane, M. Saito, M. Sugita, K. Yanai, H. Iinuma, (Ibrakai Univ.)

E-mail: abemk@post.kek.jp

1. はじめに

高エネ研では、ミューオンの磁気・電気モーメントを正確に 計測するg-2/EDM 計測実験、ミューオニウムの超微細構造を 精密にマイクロ波分光する MuSEUM 実験が、計画されてい る[1]。後者ではすでにゼロ磁場中の実験が進行中で、今後、 1.70T の高磁場中実験を行う。共に、極めて精度の良い磁場 が要求される。前者では、半径 33.3cm で幅 3.0cm 高さ 10.0cm の円筒領域で 3.0T±0.1ppm 以内の磁場振幅(均一 度 0.2ppm)、後者では実験領域(30cm 長・20cm 幅の回転体) で 0.5ppm(1.7T)以下で、通常の全身診断用 MRI 磁石より一 桁良好な均一度である。超高均一度を目指すには、磁石中 の起磁力(コイル)配置、および、設置時に周囲環境からの誤 差磁場などを補正する磁場シミングを検討する。今回、後者 について、MuSEUM 実験用に用意している磁石(全身 MRI 用 NbTi 超伝導磁石)で超高均一度を試みた結果を述べる。

2. シミング計算と作業手順

良好な均一度の能力を持つ起磁力配置設計の磁石でも、 設置直後では数ガウス以上の誤差磁場を持ち、シミング作業 を必要とする。今回は粗いシミング済みで、直径 30cm 球面 (30cmDSS: 30cm Diameter Spherical Surface)で 5.31ppm (peak-to-peak 値,以下同じ)から超高均一度を目指した。受動 的シミング(磁化鉄片の磁気モーメント(MM)利用)である。精 度よい MM 配置の算出(シミング計算)が重要で、打ち切り特 異値分解(TSVD)正則化を利用した手法[2, 3]を使って、下記 の作業を行った。

(i)フィールドカメラで 50cmDSS の磁場分布 BMS 計測。

(ii) 磁場評価点(MFEP: Magnetic Field Evaluation Point)へ計 測磁場から内挿。ここでは 30cmDSS に MFEP を配置。

(iii)目標磁場強度 B^{TG} を決め、誤差磁場 B^{ER} を算出。 $B_i^{ER} = B^{TG} - B_i^{MS}$, (1)

ここで、下添え字iはi番目磁場評価点を示す。

(iv) 誤差磁場を補正する磁気モーメント配置 M の関係式からTSVD 利用で逆問題解(SVD 固有分布 k について加算),

 $B^{\text{er}} = AM$, →逆問題解 $M = \Sigma (v_k u_k^{t} / \lambda_i) B^{\text{er}}$, (2) を算出。ここで行列 A の要素 A_{ij} は j 番目 MM が、i 番目磁場 計測点に作る単位 MM(Am²)当たりの軸方向磁場(B_2)強度で

ある。各 *M*_jには配置容量制限を考慮する。 (v) 各 *M*_jを飽和磁化(1cc 鉄=1.711Am²)鉄片に換算。最小鉄 片(3cm×4cm×0.005cm = 0.06cc)単位の離散化を行う。 (vi)計測磁場からの内挿磁場に鉄片磁場を加算し、シミング 後の磁場分布・到達可能均一度を推定し、目標と比較する。

計算結果が仕様の均一度より悪い場合、固有モード数 M_D 、 目標磁場 B^{TG} を変更して、シミング計算をやり直す。問題なけ れば、鉄片配置と磁場計測を行い、磁場計測を行い、均一度 を確認する。個々の鉄片にも量的な誤差があり、一回の作業 では計算通りの均一度は難しく、繰り返し作業を行う。

3. 検討内容と結果

以上の計算・作業で超高均一度を実現する場合、問題点として、(a)内挿計算の妥当性、(b)鉄量離散化の影響、(c)起磁力配置の実力、が想定され、これらを検討した。

内挿計算の妥当性確認のため、鉄片 3cc を配置し、その MM による磁場を、計算値と計測・内挿した値で比較した。そ の結果、28ppm(50cmDSS)の磁場分布が有っても、30cmDSS では 0.13ppm(±0.1µT)以内の誤差で再現された。良くシミン グされた磁場では、さらに精度良く内挿・再現されると言える。

鉄量離散化の影響把握のために、到達可能均一度の B^{TG} 依存性を計算した。その結果を Fig.1 に示す。数値は、鉄量 最小単位であり、今回は 0.06cc である。同図に最小単位を小 さくした場合も示した。0.06cc 単位では鉄量離散化の影響は 大きく、到達可能均一度は劣化する。しかし、0.02cc以下の最 小単位であれば、超高均一度が余裕を持って達成できる。極 小さな単位とした場合の到達均一度も示した。0.27ppm が可 能である。この均一度は磁石中で離散配置の起磁力による均 一度の限界と考えている。今回(最小単位 0.06cc)は最良 (0.39ppm)となる B^{TG}= 1.69996893T でシミング作業を行った。 その結果、得られた磁場分布(強度等高線)を Fig.2 に示す。 0.45ppm(30cmDSS)の超高均一度が計測された。しかし、計 測誤差、長時間磁場変動などの可能性を考えた場合、余裕 を持って超高均一度を実現するために、シム片単位の小量 化が有効であると考えている。



Fig. 1. Predicted homogeneities on 30cm diameter spherical surface. Target magnetic field is scanned for four minimum iron piece units.



Fig. 2. Predicted residual magnetic field distribution on a X-Z plane. Only inside of 50cmDSS is available. Contours are at ± 0.25 , ± 1.0 , ± 5.0 , ± 25.0 ppm residuals.

- [1] http://g-2.kek.jp/portal/index.html など
- [2] M. Abe, Magn. Reason. Med. Sci. Vol. 16, (2017) p. 284.
- [3] M. Abe, et al., IEEE Trans. Appl. Supercond. Vol. 27, (2017) p.4400812.

永久電流 HTS 磁石を目指した DI-BSCCO 線材間の超伝導接合 Superconducting joints between DI-BSCCO tapes towards persistent current HTS magnets

<u>武田 泰明</u>(東大院工);田中 智之, 元木 貴則, 下山 淳一(青学大);北口 仁(NIMS);

松竹 優一, 谷貝 剛(上智大);末富 佑(千葉大);柳澤 吉紀(理研);中島 隆芳, 小林 慎一, 加藤 武志(住友電工)

TAKEDA Yasuaki (The Univ. of Tokyo) ; TANAKA Tomoyuki, MOTOKI Takanori,

SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama gakuin Univ.); KITAGUCHI Hitoshi (NIMS);

MATSUTAKE Yuichi, YAGAI Tsuyoshi (Sophia Univ.); SUETOMI Yu (Chiba Univ.); YANAGISAWA Yoshinori (RIKEN);

NAKASHIMA Takayoshi, KOBAYASHI Shin-ichi, KATO Takeshi (Sumitomo Electric Industries)

E-mail: ytakeda@g.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

Ag シース(Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_y [Bi2223] 多芯線材 (DI-BSCCO)[1] は、高い臨界電流特性や優れた量産性[2]から、 送電ケーブルや超伝導磁石など様々な用途に応用されてい る[3,4]。しかし、線材間の高 L 超伝導接合技術は未開発であ り、永久電流回路を備えた Bi2223 線材による超伝導磁石の 設計・製作は困難と考えられてきた。

一方、我々は最近、高 J_a 特性 Bi2223 多結晶厚膜の作製 指針[5]を活用した、DI-BSCCO線材間の超伝導接合技術の 開発を報告している[6,7]。この技術は、DI-BSCCO線材の超 伝導フィラメント間に、 J_a 特性に優れる Bi2223 多結晶接合中 間層を形成させることで超伝導接合を達成するものである。接 合 I_a の向上には傾斜した面での研磨により多数のフィラメント を大きな面積で露出させることが有効で、これまでに短尺、直 線状の接合試料で、 10^{-9} Ω基準で $I_a > 400 \text{ A}$ (4.2 K, s.f.)を記 録している。この技術を応用した永久電流 HTS 超伝導磁石を 開発するためには、コイル端部の線材の接合に適した形状の 「拝み合わせ」形状の接合手法の確立や、 10^{-12} Ω 級の低い 接合抵抗の実現が必要である。以上を踏まえ本研究では、短 尺線材間拝み合わせ接合の作製方法の確立および、小型コ イルでの永久電流試験による低接合抵抗の実証を目指して いる。

2. 実験方法

拝み合わせ接合試料は、~15 cm 長の 2 本の DI-BSCCO 線 材 [Type H, 121 芯, I_c (77 K, s.f.) >170 A, ~4.5 mm^w × 0.25 mm'] から作製した。線材の幅広面に対し 0.3–0.4°の傾斜角 度で端部を研磨することで多数のフィラメントを露出させた。 接合中間層である Bi2223 厚膜 (~50 µm') を、スラリーからデ ィップコート法によるグリーンテープ作製を経て、一軸プレス・ 熱処理を行う手順[7]で露出したフィラメント間に形成し、接合 試料とした。得られた試料に対して、微細組織を SEM により 観察し、 I_c 特性を様々な温度・磁場条件のもとで直流四端子 法により調べた。また、磁場は線材表面に平行に印加した。

小型シングルパンケーキコイルは DI-BSCCO Type HT-NX から作製した。その諸元を Table 1 に、外観を Fig. 1 に示す。

3. 結果と考察

Fig. 2 に、拝み合わせ接合試料の 77 K 自己磁場下での通 電特性の一例を示した。拝み合わせ形状でも *L*_(joint) > 50 A が 達成できることがわかった。両試料の接合面積は同程度でで あったが傾斜研磨角度が大きい方が *L* が高く、これは露出フ ィラメント数の増加に起因するものと考えている。当日は、 様々な接合試料の *L* の温度・磁場依存性を報告する。

小型コイルでは、接合を可能とするための補強材の除去技術を確立した。今後、拝み合わせ接合をコイル端末線材に対して行い、77Kでの永久電流試験を実施する予定である。

Table 1 Specification of a small Bi2223 coil.

	Parameters	
Conductor	DI-BSCCO Type HT-NX	
Conductor <i>I</i> c (77 K, s.f.) before joining [A]	~193	
Inner diameter [mm]	39.6	
Outer diameter [mm]	46.4	
Total turns	10	
Packing factor	0.882	
Total conductor length [m]	1.35	
Self-inductance [µH]	6.89	
Coil constant [mT/A]	0.292	



Fig. 1 Photograph of a Bi2223 single pancake coil.



Fig. 2 V - I curves for Bi2223 joint samples.

謝辞

本研究は、JST、未来社会創造事業、JPMJMI17A2の支援 を受けたものである。

- 1. N. Ayai et al., J. Phys. Conf. Ser. 97 (2008) 012112.
- 2. T. Nakashima et al., Cryogenics 52 (2012) 713 718.
- 3. K. Sato et al., JJAP 51 (2012) 010006.
- 4. G. Nishijima et al., IEEE TAS 26 (2016) 4303007.
- 5. Y. Takeda et al., SuST 31 (2018) 074002.
- 6. Y. Takeda et al., Abstracts of CSSJ Conf. 97 (2018) 4.
- 7. Y. Takeda et al., APEX 12 (2019) 023003.

JIM 法による Bi2223 多芯線材間の超電導接合の微細組織

Microstructure of superconducting joint between multi-filamentary Bi2223 tapes fabricated by JIM method

金 新哲(室工大);加藤 丈晴,横江 大作(JFCC);柳澤 吉紀(理研)

Xinzhe Jin (Muroran Institute of Technology); Kato Takeharu, Yokoe Daisaku (JFCC); Yoshinori Yanagisawa (RIKEN) E-mail: shin_kin@mmm.muroran-it.ac.jp

1. はじめに

Bi2223線材間の超伝導接合について、Bi2223相の分解溶 融を利用した接合(JIM)により4.2Kで170A以上の臨界電流 が得られている[1,2]。接合処理は890℃でわずか1分程度 でありながらもこのような性能が得られたことに対し、そのメカ ニズムを解明すべく、まず生成された物質と結晶配向につい て調べる必要がある。

2. 実験方法

線材は住友電工製の Ni 合金補強 Bi2223 多芯テープ線を 使用した。77 K での臨界電流は 210 A 程度である。接合部の 製作方法はこれまでと同様な方法 (890 ℃で 1 min) である。 装置は X 線回折装置とSEMを利用した。

3. 実験結果

Fig. 1 に SEM 測定結果を示す。Fig. 1(a)は部分的に接合 されているサンプルであり、一部の Bi2223 が溶融して接合さ れていることが観察された。接合部の周りは Ag 層に囲まれて いて空気に触れないような構造となっている。Fig. 1(b)は 4.2 K で臨界電流 177 A を測定されたサンプルの断面であり、接 合界面が識別できず、十分な接合面積を有している。なお、 EDX 測定結果は当日発表する予定である。

Fig. 2 は接合前後の XRD 測定結果であり、Bi2223 相はほ ぼ分解されて Bi2212 相に転移する。結晶配向については、 00L 面のみ現れ、本来の配向をほぼ維持していると考えてい る。これは高い臨界電流を維持するに有効であり、実験評価 において重要である。接合部から接合されていない部分まで の物質の組成は加熱温度によって異なり、基本的に溶融しな い Bi2223 が増加するが、線材長手方向で十分な接合長さを 得るには Bi2212 の占有面積を増やす必要がある。

4. まとめ

JIM 法では界面が隙間なく十分に接合できることがわかった。接合部には Bi2212 相が現れ、かつ配向していることが観察された。

謝辞

本研究は JST 未来社会創造事業大規模プロジェクト型 「高温超電導線材接合技術の超高磁場 NMRと鉄道き電線へ の社会実装」(JPMJMI17A2)、MEXT 卓越研究員事業(課題 ID:16810210)、および JSPS 科研費(JP18965778)の助成を受 けた。

参考文献

- [1] 金 新哲、柳澤吉紀、朴任中、末富,「高温超伝導線材の接続体および接続方法」,特願 2018-184184, 2018.09.30
- [2] Xinzhe Jin, Yu Suetomi, Renzhong Piao, Yuichi Matsutake, Tsuyoshi Yagai, Hiroki Mochida, Yoshinori Yanagisawa, Hideaki Maeda, "Superconducting joint between multi-filamentary Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} tapes based on incongruent melting for NMR and MRI applications", Supercond. Sci. Technol. 32 (2019) 035011





(b)

Fig. 1 SEM images of interfaces for (a) joining process and (b) after completion of joint.



Fig. 2 XRD patterns (a) before and (b) after joint.

3A-p03

REBCO 線材間のヘテロ接合の微細構造

Microstructure of hetero junction between REBCO coated conductors

金 新哲(室工大);加藤 丈晴,横江 大作(JFCC);柳澤 吉紀(理研)

<u>Xinzhe Jin</u> (Muroran Institute of Technology); Kato Takeharu, Yokoe Daisaku (JFCC); Yoshinori Yanagisawa (RIKEN) E-mail: shin_kin@mmm.muroran-it.ac.jp

1. はじめに

REBCO 線材間に Yb123 シートなどの媒体を入れて、分解 溶融により接合する CJMB 法[1, 2, 3]では、再現性良く超電 導接合が可能である。しかし、接合原理はまだ十分解明され ていなく、今回は接合界面の構造と特性について調べた。

2. サンプルの作製方法

接合サンプル1はフジクラ製の Gd123 線材を使用した。媒体は Yb123 粉末を利用し、作製条件は温度 930℃で 1min である。接合サンプル 2 は住友電工製の Gd123 線と Yb123 多結晶バルクを用いて、上記と同じ焼成方法で作製した。

3. 実験結果

Fig. 1 はサンプル1の接合界面の断面写真である。Yb123 粉末は接合過程で粒間が接合され、Gd123 との界面にも接 合される。下図は Gd123 との界面を示し、接合過程で液体と なった CuO-BaCuO 化合物が界面に残っていることから、この 化合物が Yb123-Gd123 間の接合に働くと考えている。また、 黒色の部分は粒間の空洞を示し、接合後の酸素ドープの加 熱過程で酸素の通路になるので、短時間で酸素ドープができ ると考えられる。臨界電流測定では、77 K で 7 A であった。

Fig. 2 はサンプル2の接合界面の写真である。多結晶バル クを使用した接合は粉末媒体の場合と異なって粒間がより多 くつながっているが、多孔質の特徴は溶融分解してもある程 度保持されている。このように、バルク内の接合面積が粉末媒 体の場合と比べて大きくなっているが、臨界電流測定ではほ ぼ同じ8Aを示していた。このようなことは、粉末媒体ですで に十分な界面面積が取れていることを示し、単位面積当たり の接合面を増加させることより、全体の接合界面を増加させる ことが重要であることを説明している。

4. まとめ

Gd123線材間の接合において、Yb123媒体は粉末よりバル クで大きな接合面積が得られる。しかし、臨界電流では同程 度を示すことから、単位面積当たりの接合面を増加させること で臨界電流が改善されない可能性が高い。臨界電流を増加 させるためには全体の接合面積を増加させることが望ましいと 考えている。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 (JP18965778)と MEXT 卓越研究員 事業(課題 ID:16810210)の助成を受けたものである。

- 金 新哲、前田 秀明、柳澤 吉紀、"高温超伝導線材の 低抵抗接続体および接続方法", PCT/JP2014/77966, 2014.10.22;特願 2014-19034, 2014.02.04
- [2] 金 新哲、前田 秀明、柳澤 吉紀, "高温超伝導線材の 接続体", 特願 2017-165142, 2017.08.30
- [3] Xinzhe Jin, et al., "Microstructural Analysis of Superconducting Joint Fabricated Using CJMB Between Gd123-coated Conductors", IEEE Trans. Appl. Supercond. (in press)





Fig. 1 SEM images for cross-section of sample 1.



Fig. 2 SEM images for joint boundary of sample 2.

追加堆積膜を利用した GdBa₂Cu₃O_y線材接合体の微細組織観察 Microstructure observation of joint interface of GdBa₂Cu₃O_y coated conductors prepared by additionally deposited precursor layers

<u>寺西 亮</u>, 宮島友博, 佐藤幸生, 金子賢治(九州大学);Valery Petrykin, Sergey Lee(SuperOx Japan); 松本明善(物質・材料研究機構); 岡田達典, 淡路智(東北大学)

TERANISHI Ryo, MIYAJIMA Tomohiro, SATO Yukio, KANEKO Kenji (Kyushu Univ.); PETRYKIN Valery, LEE Sergey (SuperOx Japan);

MATSUMOTO Akiyoshi (NIMS); OKADA Tatsunori, AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)

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

1. はじめに

REBa₂Cu₃O_{7-δ} (REBCO)薄膜線材のマグネット機器への応 用には、長尺化のための線材接合技術が求められている。接 合部での電気抵抗を限りなく小さくするには超伝導層同士の 接合が有望視されており、技術開発が進められている[1,2]。 我々は、GdBCO線材の超伝導層上に前駆体を追加堆積し、 それら2つを対向させて機械的圧力を印加して熱処理を施し、 前駆体を結晶化しながら接合する手法を検討している[3,4]。 接合プロセスを広く展開していくには、接合条件、接合体の 通電性能、微細組織などの相関を調査し、メカニズムを考察 していくことが重要である。そこで、本研究では接合体の微細 組織を観察し、作製条件との相関を考察すること目的とした。

2. 実験方法

線材の GdBCO 層上に、パルスレーザー蒸着法にて GdBCOの前駆体を573 K で追加堆積した。その後、これら試 料2つを線材幅6 mm、長さ5 mmの領域で対向させて、約8 MPaの機械的圧力を印加しながら1093 K で1.5 h 熱処理を 施し、接合体を得た。熱処理後、得られた接合体の接合部を 剥がし、光学顕微鏡にて試料表面を観察して接合部を選定し、 その接合部の断面組織を透過型電子顕微鏡(TEM)にて観 察し、微細組織の情報を得た。

3. 結果と考察

Fig.1(a)に、前駆体膜の断面明視野 TEM 像を示す。下地 の GdBCO 線材 (Base-GdBCO と表記)と追加堆積した前駆 体との界面は不明瞭であり、観察した範囲内では空隙は観察 されなかった。これらより、前駆体は GdBCO 層上に密着性良 く堆積していることが分かった。前駆体の表面は凹凸を有して おり、凹んだ部分は幅が 60 から 800 nm で深さが 90 から 420 nm、Base-GdBCO と前駆体の膜厚合計は平均で 2.3 μ m であ った。Fig.1(a)中の①から③の各箇所から取得した制限視野 回折 (SAEDP)像を Fig.1(b)に示す。Fig.1(b)①では③の Base-GdBCO に類似した像が得られ、c 軸配向した GdBCO の存在が示された。また、②からはハローパターンが示され、 GdBCO 以外に非晶質も存在していることが示された。

接合後の断面明視野 TEM 像を Fig. 2(a)に示す。接合界 面には空隙が幅 300 から 500 nm、厚み 100 から 140 nm でい くつか観察されたが、それ以外は密着性良く接合していた。 Base-GdBCO と前駆体由来の GdBCO の膜厚合計は平均で 2.1 µm で、接合前に比べて約 9%減少していた。また、接合界 面には Fig.1(a)で観察されたオーダーの凹凸は確認されなか った。Fig.2(a)の①から③の各箇所から取得した SAEDP 像を Fig.2(b)に示す。Fig.2(b)①から③にてハローパターンは観察 されなかったことから、接合熱処理によって前駆体の非晶質 が結晶化したことが示された。また、Fig.2(a)①および③の領 域では、c軸方向以外に配向した GdBCO の存在も示された。

以上より、本条件にて使用した前駆体の追加堆積膜には GdBCOの他に非晶質が含まれていること、接合熱処理によっ て非晶質が結晶化して約 9%ほど体積収縮すること、また熱処 理時の圧力印加によって前駆体表面に見られる凹凸が変形 して熱処後には平坦化して密着性良く接合すること、などの 知見が得られた。



Fig. 1 Cross-sectional bright-field TEM image of precursor layer (a) and SAEDPs from three circular regions ① to ③ in figure1(a).



Fig. 2 Cross-sectional bright-field TEM image of the joint interface (a) and SAEDPs from three circular regions 1 to 3 in figure 2(a).

参考文献

[1]Y.J. Park etal., Supercond. Sci. Technol., 27 (2014) 85008.
[2]K.Ohki etal., Supercond. Sci. Technol., 30 (2017) 11501.
[3]T.Miyajima etal., J. J. Appl. Phys., 58 (2019) 050907.
[4]T.Miyajima etal., J. J. Appl. Phys., 58 (2019) 050913.

— 140 —

Ex situ PIT 法による Ba-122 単芯線材の超伝導接続 Superconducting joints of ex situ PIT processed single-filamentary Ba-122 wires

<u>戸叶 一正</u>(NIMS);菊池 章弘(NIMS);松本 明善(NIMS);熊倉浩明(NIMS);北口 仁(NIMS) <u>TOGANO Kazumasa</u>(NIMS); KIKUCHI Akihiro(NIMS); MATSUMOTO Akiyoshi(NIMS); KUMAKURA Hiroaki(NIMS); KITAGUCHI Hitoshi(NIMS) E-mail: ktokano@khe.biglobe.ne.jp

1. はじめに

鉄系超伝導体は、臨界温度(T_c)、臨界磁界(H_{c2})が高く、 また異方性(γ)も小さいために、基礎研究のみならず実用面 でも期待されている。中でも(Ba,K)Fe₂As₂、(Sr,As)Fe₂As₂ で代 表される122系については、Powder-in tube (PIT)法による線 材化の研究が多く行われており、臨界電流密度(J_c)は既に 10^5 A/cm²(4.2K、10 T)の実用レベルを越えた値が報告された。 しかし、超伝導マグネットに応用するためには線材同志の接 続技術の開発が今後必要となってくる。122系については、既 にホットプレス[1]やコールドプレス[2]を用いた結果が報告さ れており、これらの研究では接続部の補強材として純銀が使 われた。本研究では、Ag-Sn 合金を補強材として用いることに よって、良好な結果が得られたので報告する。

2. 実験方法

まず通常の ex-situ PIT 法で外径 2 mm の銀被覆単芯線材 を作製した。この Ag/Ba-122 線材の一端を斜めに切断した 2 本の短尺線を、予め準備した Ag-Sn 合金管(外径 3 mm、内径 2 mm)内で切断面が互いに接触するように挿入した後、圧延、 プレスを施して接触面を機械的に密着させた(Fig. 1)。この接 合を含む Ag-Sn/Ag/Ba-122 複合テープを 800-850°C の範 囲で熱処理して試料とした。臨界電流(*I*_c)の測定は超伝導 マグネット中で四端子抵抗法によって行い、さらに断面組 織を光学顕微鏡で観察した。



Fig.1 Fabrication process of the joint.

3. 結果および考察

純銀管の替わりにAg-Sn合金管を使うことにより、接合特性 とその再現性が著しく改善されることが分かった。Fig. 2 は Ag-5 at%Sn合金を使った場合の電圧一電流(V-1)特性を示 す(熱処理温度;825°C、850°C)。いずれも比較的鋭い遷移を 示す。この曲線から 1μ V/cmの基準で求めた臨界電流一磁 場(k-H)特性も Fig. 2 に示した。825°C 試料の 4.2K、10 T の k は 21 A で J_c に換算すると 1.7x10⁴ A/cm² に相当する。

Fig. 3 には長手方向の断面組織を示した。接触面の焼結 反応が進行している部分と、クラックが残っている部分が混在 している。今後は接触面の反応をさらに改善していくことが課 題である。

謝 辞

本研究は、JST、未来社会創造事業、JPMJMI17A2の支援 を受けたものである。



Fig.2 V-I curves and I_c-H curves of the superconducting joint made by using Ag-5 at%Sn alloy outer sheath



Fig.3 Microstructures of the longitudinal cross section (a) lower magnification; (b) and (c) higher magnification of the well and poorly connected parts, respectively

- Y. Zu et al.: Supercond. Sci. Technol. Vol. 32(2019) 024002
- S. Imai et al.: Abstract of CSSJ Conference, Vol. 97 (2018) p.144

超伝導線材接続抵抗評価装置の開発(3)

Development of a joint resistance evaluation system (3)

<u>小林 賢介</u>, 内田 公, 天谷 宗徳, 北口 仁(NIMS) <u>KOBAYASHI Kensuke</u>, UCHIDA Akira, AMAYA Munenori, KITAGUCHI Hitoshi (NIMS) E-mail: kobayashi.kensuke@nims.go.jp

1. はじめに

超伝導線材の応用展開において、線材同士の超伝導接 続技術を確立することは非常に重要である。近年、高温超伝 導線材同士の接合手法も提案され、世界中で盛んに研究開 発が行われている。しかし、接続抵抗は通常 10⁻⁹ Ω以下であ ることが多いため、電気抵抗測定に一般的に用いられる 4 端 子法では精確な評価が困難である。接続抵抗の測定には、 接続部を含む閉回路を作製し、回路に流れる電流の減衰に よって評価する減衰法がよく用いられているが、温度・磁場な どの様々なパラメーターに対する評価手法は確立されていな い。我々は、超伝導接続試料に特化した減衰法を用いた評 価装置の開発を行っており、各種パラメーターに対して迅速 かつ高精度に評価可能であることを前回の学会で報告した[1, 2]。今回は、装置の性能限界確認のために行った NbTi 超伝 導接続試料の評価試験結果について主に報告する。

2. 実験方法

実験は、産業技術総合研究所(AIST)の古瀬氏、物質・材料研究機構(NIMS)の伴野氏から提供を受けた両端をはんだで接合した NbTi 超伝導接合一回巻き試料を用いて行った。 線材直近に配置したホールセンサーで電流減衰を計測し、フィッティングによって回路抵抗を評価した。NbTi の超伝導臨 界温度 T。以下で線材の抵抗は無視できるため、回路抵抗は 接続抵抗と等しいとみなせる。試料接合部の到達最低温度は 3 K 程度であるが、既報の結果と比較するため、4.2 K で実験 を行った。また、接合部の臨界電流 Ic を評価するため、誘導 電流依存性測定も行った。

3. 結果と考察

Fig.1 に 4.2 K での各誘導電流における NIMS NbTi 試料 減衰測定結果を示す。テープ線材で校正した値であるため、 試料に誘導された電流は参考値だが、最大300AでもLを超 えたと思われる挙動は見られなかった。130 A 以上で初期減 衰が見られるが、1 時間後ぐらいにはほぼ横ばいになった。1 時間程度の測定データに対してフィッティングを行った結果、 10-14 Ωのオーダーの抵抗が得られた。測定完了後、試料温 度を昇温すると、~8.9 K で試料電流は消失した。接続に用 いたはんだの Tcとも概ね一致するため、この温度が接続部の T。に相当すると考えられる。次に、誘導電流が接続部 I。を超 えた場合の挙動を確認するため、T。に近い7.5Kで測定を行 った。Fig.2 に測定結果を示す。誘導電流 33 A の振舞いは 4.2 K と同様だったが、130 A 以上では電流が急激に減衰し、 およそ 50 A 程度で横ばいになった。この挙動は、7.5 K で永 久電流として通電可能な電流値が 50 A 程度であり、この値を 超過した誘導電流が常伝導状態の抵抗によって急激に減衰 したと考えられる。通常の I-V 測定で得られる I。は電界基準1 μV/cm などで定義しているため一概には比較できないが、線 材もしくは接続部の I。に相当すると考えられる。これらの結果 から、本装置を用いて10-14 Ω以下の接続抵抗を1時間程度の 測定で評価可能であり、また、接続部のTcおよび任意の温度 における試料の Le に相当する物理量も評価可能であることが 分かった。今後、様々な線材における試料誘導電流の定量 性を高めるとともに、通常の I-V 測定から得られる Icとの整合 性についても検討を行う予定である。



Time (sec.)

Fig. 1 Decay curves of various induction currents at 4.2 K. Induction currents are reference values.



Fig. 2 Decay curves of various induction currents at 7.5 K. Induction currents are reference values.

謝辞

本成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総 合開発機構(NEDO)事業の委託業務[16100555-0]とJST未来 社会創造事業[JPMJMI17A2]によって得られたものです。

- [1] 内田他, 2018 年度秋季低温工学・超電導学会 1A-p09.
- [2] 小林他, 2018 年度秋季低温工学·超電導学会 1A-p10.

高温超伝導線材のインジウム挿入超音波接合: 接合性能のホーン・接合時間依存性評価 Indium-inserted ultrasonic welding of high-temperature superconducting tapes: horn and joining time dependence on joining performance

<u>伊藤</u>悟, 早坂 遼一路, 佐藤 裕, 橋爪 秀利(東北大学) <u>ITO Satoshi</u>, HAYASAKA Ryoichiro, SATO Yutaka S., HASHIZUME Hidetoshi (Tohoku Univ.) E-mail: satoshi.ito@qse.tohoku.ac.jp

1. はじめに

著者らは高温超伝導線材の簡易接合法として、インジウム 箔を接合部に挿入し、超音波接合する方法[1,2]を提案して いる。既報[1]においては、限られた接合条件で作られたサン プルの評価にとどまっており、また Bi-2223 線材を接合した際 に臨界電流の大幅な低下がみられた。そこで本発表では、超 音波接合体系および条件を変更することで、臨界電流の低 下防止、接合抵抗の低減を図った結果[2]を報告する。

2. 実験方法

高温超伝導線材としては,4mm 幅の銅安定化層付 REBCO 線材(Superpower, SCS4050-AP, 臨界電流 100 A at 77 K, self-field) および 4.3 mm 幅の Bi-2223 線材(住友電工, DI-BSCCO Type-H, 臨界電流 180 A at 77 K, self-field)を用 いた。各線材の接合面を#240の研磨紙で研磨し、エタノール で洗浄した後に,厚さ100μmのIn箔を接合面に挟み,Fig.1 に示す超音波接合機(精電舎電子工業, SNOPET ΣGM-1200) で接合した。接合条件は接合圧力 0.3 MPa, 超音波振動周波 数 19.15 kHz, 超音波振動振幅 51 µm とし, 接合時間をサン プルごとに変更した。ホーンは、0.2 mm ピッチのピラミッド型の 凹凸形状を持つ Horn A と, 平滑面の Horn B の 2 パターンと し、アンビルとサンプルの間には A1050 板あるいは SUS316 板を設置した。接合サンプル製作後に電流電圧特性を液体 窒素浸漬冷却体系にて評価し,接合抵抗率(=接合抵抗× 接合面積)を計算した。また接合サンプル厚さを測定して,接 合抵抗率のうちのインジウム箔の抵抗の寄与分を評価した。 なお次節での説明において,各サンプル名は線材(REBCO: RE or Bi-2223: Bi) -ホーン(A or B) -金属板(A1050: Al or SUS316:SS) - 接合時間(秒) で名付ける。

3. 結果と考察

Fig.2にBi-2223線材の接合サンプルで得られた電流電圧 特性を示す。本結果より、平滑面の Horn B, SUS316 板,接 合時間 0.09 秒以下で、臨界電流の低下を大幅に抑制できて いることがわかる。Table 1 に各サンプルの接合性能評価結果 を示す。なお REBCO線材の接合サンプルでは、臨界電流以 下での電流電圧特性の傾きから接合抵抗を評価した。一方、 Bi-2223線材の接合サンプルでは、臨界電流以下での電流 電圧特性の線形性が厳密には得られていなかったため、100 A 通電時の電圧から接合抵抗を評価している。高温超伝導 線材のはんだ接合では、接合抵抗率は 30~50 nΩcm²であり、 In 箔を用いた超音波接合では、これと同等あるいは低い接合 抵抗率が得られている。また、より薄いインジウム箔を用いるこ とで、接合抵抗率を REBCO線材では 25 nΩcm² 程度に、Bi-2223線材では 20 nΩcm² 程度に低減できる可能性もある。

4. まとめ

ホーン,金属板,接合時間を適切な組合せとすることで,高 温超伝導線材のインジウム挿入超音波接合で臨界電流の低 下を抑制し,かつはんだ付けと同等の接合抵抗率が得られる ことを示した。今後は,さらなる接合条件の最適化,長尺接合 サンプルの製作,機械強度の評価に取り組む予定である。



Fig. 1 Ultrasonic welding machine and its joint sample.



Fig. 2 Current-Voltage curves for Bi-2223 joint samples as functions of (a) horn and metal plate, and (b) joining time.

Table 1 Summary of joint performance (R_J : joint resistance, S_J : joint area, <u>tin</u>: thickness of indium foil after joining process, R_{In} : resistance of indium,).

Sample name	$R_{\rm J}S_{\rm J}$ (n Ω cm ²)	t_{In} (µm)	$\frac{R_{\rm In}S_{\rm J}}{(\rm n\Omega cm^2)}$	$R_{\rm J}S_{\rm J}$ - $R_{\rm In}S_{\rm J}$ (n Ω cm ²)
RE-A-Al-0.10	31.6	41	7.7	23.9
	33.7	50	9.4	24.3
	32.5	48	9.0	23.5
Bi-A-Al-0.10	87.0	43	8.1	78.9
	149.6	39	7.3	142.3
	33.5	50	9.4	24.1
Bi-A-Al-0.08	40.5	91	17.0	23.5
	38.0	81	15.2	22.8
Bi-A-SS-0.08	39.8	82	15.3	24.5
	38.0	81	15.2	22.8
D' D 410.00	46.5	82	15.3	31.2
B1-B-A1-0.08	40.3	89	16.7	23.6
Bi-B-SS-0.08	35.5	70	13.1	22.4
	34.7	72	13.4	21.3
Bi-B-SS-0.09	25.8	62	11.7	14.1
	26.2	40	7.4	18.8
Bi-B-SS-0.10	22.7	26	4.9	17.8
	163.3	47	8.8	154.5

- S. Ito, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 96 (2018) p.163.
- 2. S. Ito, et al.: IEEE Tras, Appl. Supercond., Vol. 29 (2019) Art ID 6600405.

IMD 法による7芯 MgB2線材の局所均一性の向上

Improvement of Local Homogeneity in IMD-processed 7-filament MgB₂ Round Wire

加藤 大季, 國政 昭洋, 坊地 修平, 呉 澤宇, 東川 甲平(九大);

井上 昌睦(福工大); 熊倉 浩明(NIMS); 木須 隆暢(九大)

KATO Daiki, KUNIMASA Akihiro, BOCHI Shuhei, WU Zeyu, HIGASHIKAWA Kohei (Kyushu Univ.);

INOUE Masayoshi (Fukuoka Institute of Technology); KUMAKURA Hiroaki (NIMS); KISS Takanobu (Kyushu Univ.)

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

1. はじめに

IMD(Internal Mg Diffusion)法は同心に配置した金属管と Mg ロッドの間に B 粉末を充填し、線材加工と熱処理を行うも ので、拡散反応によって高密度な MgB₂を得ることができる線 材の作製方法である。これによって高い臨界電流密度(*l*)を有 する MgB₂線材の作製が可能であり、その多芯化にも成功して いる。一方で、IMD 法によって作製された 7 芯 MgB₂線材につ いて、X 線 CT と走査型ホール素子磁気顕微鏡(SHPM)による 評価を行った結果、その構造にはバリア材の破れが見られ、 臨界電流分布の均一性にも課題を抱えていた。本研究では、 作製プロセスを見直した 7 芯 MgB₂線材において、これらの評 価手法によりフィラメント構造と局所臨界電流分布の評価と比 較を行い、作製プロセスの妥当性の検討を試みた。

2. 方法

評価対象とした試料は、IMD 法によって作製された 7 芯 MgB₂線材である。その断面写真を Fig. 1(a)に示す。この線材 はバリア材として鉄が、安定化のために銅が使用されている。この線材 10 mm 長を Fig. 1(b)に示すように SHPM の冷却ステージに設置し、外部から磁界を印加した際の磁界分布を測定 する。鉄の磁化の影響を取り除くために、鉄の飽和磁界以上の外部磁界印加時の減磁時と増磁時の差分を取ることで、超 伝導フィラメント由来の磁界分布の取得を試みた。また、各長 手方向位置において、上記磁界分布をフィラメント毎の *L* とり フトオフ距離をパラメータとしてフィッティングすることにより、線 材の *L* の長手方向分布を評価した。さらに、X 線 CT によるフィラメント構造観察と合わせ、バリア材に破れのあった 7 芯 MgB₂線材との比較を行った。

3. 結果·考察

Fig. 2(a)に X 線 CT で得られた長手方向の断面写真を示 す。Fig. 2(b)で観測されたようなバリア材の局所的な破れは観 測されず、作製プロセスの見直しによって均一性のあるフィラ メントが形成されたことが確認できる。また、試料温度 10 K に おいて外部磁界 2 T を印加した際の超伝導フィラメント由来の 磁界分布を Fig. 3 に示す。今回の線材の方が磁気信号の強 度と均一性の双方の観点から優れていることがわかる。また、 この磁界分布から線材 L の長手方向分布を評価したものを Fig. 4 に示す。作製プロセスを見直す前後で、線材両端を除 いた長手方向の臨界電流の平均値は 152 A から 344 A と大 きく向上し、また均一性の向上も確認できるといえる。IMD 法 による 7 芯 MgB₂線材において、作製プロセスの見直しによっ てフィラメント構造の大幅な改善と、局所臨界電流の向上を確 認することができ、見直した作製プロセスの妥当性を判断する ことができた。

謝辞

本研究は、JST ALCA Grant Number JPMJAL1001 の支援 を得て行ったものである。







Fig. 2. X-ray CT images of lateral and longitudinal crosssections of the sample: (a) the sample by an improved manufacturing process, and (b) the sample by the previous process.







Fig. 4. Longitudinal distributions of local critical current in the samples at 10 K, 2 T.

MgB4 を原料に用いた高密度 MgB2 バルクの作製と微細組織 Synthesis of highly dense MgB2 bulks using MgB4 as a starting material

<u>須藤 将太朗</u>, 元木 貴則, 下山 淳一 (青学大) <u>SUDO Shotaro</u>, MOTOKI Takanori, SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama Gakuin Univ.) E-mail: c5619049@aoyama.jp

1. 緒言

MgB2は金属系超伝導体の中で最高の Tc~39 K を示し、 かつ化学的に安定、合成が比較的容易、さらに粒間の結合 に本質的に優れていることから、その線材は高価・希少な 液体ヘリウムを用いない、冷凍機冷却による15~20K での 医療用 MRI の電磁石や送電ケーブルなどへの応用が期待 されている。一方で MgB2線材のさらなる広範な応用に向 けては、磁場中の臨界電流特性の改善が最も大きな課題で あり、これには MgB2 における主要なピンニングセンター である結晶粒界の高密度化、および有効な電流パスの割合 (connectivity: K)を決定する高純度化と多結晶組織の緻密 化が有効な指針となる。多結晶 MgB2 材料では MgO が共 存しやすくこれが K の低下を伴うことから組織の緻密化 と同時に MgO の低減が K の向上に不可欠で、これには B と MgB2の混合粉末の圧粉体に Mg を拡散させる Premix-PICT 拡散法[1]が適している。以上の背景のもと、本研究 では MgB2 結晶の成長抑制を目的とし、MgB4 を B 原料に 混合した Premix-PICT 拡散法による高密度 MgB2 バルクの 作製、さらに Mg と MgB4のみを出発原料とした拡散法に よる MgB2 バルクの作製に取り組んでいる。

2. 実験方法

 MgB_2 の熱分解および Mg(粒径 1 mm): B = 1:4 の比の もとでの PICT 拡散法[2]によって高純度 MgB_4 粉末の作製 を試みた。さらに、これらの方法によって合成した MgB_4 原料を用い、 $MgB_4: B = 1:3$ の混合圧粉体に Mg を拡散 させることにより高密度 MgB_2 バルクを作製した。また、 MgB_4 の圧粉体に Mg を拡散させる方法では仕込 Mg 組成 を系統的に変えて試料を合成した。得られた試料の超伝導 特性評価、微細組織観察はそれぞれ SQUID 磁束計、SEM により行い、 J_c は磁化ヒステリシスの幅より拡張 Bean モ デルによって計算した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に作製した MgB4 の粉末 XRD パターンを示す。 MgB2 の熱分解により合成した MgB4 粉末には、不純物 MgO が多量に含まれていた。一方、Mg と B を出発原料 とした PICT 拡散法による MgB4の合成では、未反応 B の 低減のために中間粉砕過程をはさんで 3 回の焼成を繰り 返した結果、MgO が少ない高純度の MgB4 が得られた。

この MgB₄ と Mg のみを出発原料とした拡散法による MgB₂ バルクの合成を試みたところ、ほぼ単相の高純度 MgB₂ バルクが得られた。しかし、Fig. 2 に 20 K における $J_c - H$ 特性を示したように、 J_c 、不可逆磁場とも通常の Premix PICT 拡散法で作製した試料よりも低いことがわかった。定比組成(Mg:B=1:2)から出発した試料よりも Mgpoor の試料において、 J_c -H 特性が向上する傾向が認められた。y = 1の試料では相対密度が約 95%で MgB₂結晶が

いたことから、熱処理やプレスの条件を最適化することに よるさらなる改善が期待できる。

当日はBとMgB4の混合圧粉体にMgを拡散させて作製 したバルクを含めて、様々な焼成条件で合成したMgB2バ ルクの研磨面の微細組織、超伝導特性についても報告する。



Fig. 1 XRD patterns of MgB₄ powder synthesized by MgB₂ decomposition method and PICT-Diffusion method.



Fig. 2 $J_c - H$ curves at 20 K of dense MgB₂ bulks synthesized from Mg and MgB₄.

- [1] I. Iwayama, et al., Physica C 460-462 (2007) 581-582.
- [2] S. Ueda et al., Appl. Phys. Lett. 86 (2005) 222502

高温熱処理による MgB₂線材の室温での曲げ歪耐性向上 Enhancement of bending-strain tolerance at room temperature on MgB₂ wire sintered by higher temperature

田中 秀樹, 鈴木 孝明, 児玉 一宗(日立); 松本 明善, 西島 元(NIMS)

<u>TANAKA Hideki</u>, SUZUKI Takaaki, KODAMA Motomune (Hitachi); MATSUMOTO Akiyoshi, NISHIJIMA Gen (NIMS) E-mail: hideki.tanaka.cj@hitachi.com

1. はじめに

MgB₂線材は液体へリウムを必要としない中温(20 K 前後) で使用可能な超電導線材として期待されている。熱処理後の MgB₂線材を磁石形状に巻き回す React & Wind 法を用いる 場合,線材の超電導特性が劣化しない限界歪みを把握して おく必要がある。特に限界曲げ歪みは磁石形状に与える影 響が大きく、曲げ歪み耐性の把握と向上が重要である。先行 研究[1,2,3]において、MgB₂線材の限界歪みが熱処理時の圧 縮歪みの影響を受けることが示唆された。そこで本研究では、 In situ PIT 法で作製した MgB₂線材を対象として、室温での曲 げ歪み耐性の熱処理条件依存性を検討した。また、最適熱 処理条件と比べ高温・長時間で熱処理された MgB₂線材は、 $I_c - B$ 特性が低下することが知られているため、20 K における I_c の熱処理条件依存性も合わせて検討した。

2. 実験方法

様々な温度・時間条件を用いて熱処理した直線状長さ約 100 mmの MgB2線材を複数本用意した。この MgB2線材は最 外層にモネル,中心に銅,バリア材に鉄を用いた線径 0.67 mmの10芯線であり、ツイストピッチは約200 mmである。線 材の一端を曲げ用のボビンに固定し、固定端から他端に向か って線材をボビンに沿わせることで所望の曲げ負荷を与えた。 曲げ回数は3回である。*L*、測定は電圧タップ間距離を5 mmと して、液体へリウム浸漬冷却による四端子法を用いて実施し た。

曲げによる臨界電流特性の劣化の有無は、L に加えn値 (0.2~2 µV/cm)を用いて判断した。多芯 MgB2線材において 曲げによる特性劣化が起こる場合、L の電界基準(1µV/cm)以 下の比較的低い電界が通電電流値の増加に伴いゆっくりと 上昇するため、L のみでは劣化の有無が判断できず、n値を 確認する必要がある[4]。

3. 結果

Fig. 1 に 800℃, 0.5 時間で熱処理した MgB₂線材に対して 曲げ半径(r)100 mm~58 mm の曲げ負荷を与えたサンプルに おける IV カーブを示す。r = 65 mm では明らかに l_c が低下し ているため劣化したことが分かる。そのひとつ緩い曲げである r = 80 mm の I-Vカーブは健全に見えるが n値を確認する必 要がある。Fig.2 に曲げ無しサンプルの値で規格化した l_c 2n値の曲げ半径依存性を示す。r = 80 mm でのn値は曲げ無し サンプルよりも高い値であり超伝導特性が劣化していないこと が確認できる。つまり 800℃, 0.5 時間で熱処理した MgB₂線 材の曲げ半径限界は 80 mm 265 mm の間であることが分か る。他の熱処理条件で作製したサンプルに対しても同様に l_c 2n値を用いて超伝導特性の劣化を判断した。

Fig.3 に,600°C,6 時間または800°C,0.5 時間で熱処理したMgB₂線材のL - B特性を示す。サンプル温度は20 K である。熱処理条件600°C,6 時間は本線材に対し20 K でのLが最大となるよう選択した熱処理条件である。Fig.3 に示したように、800°C,0.5 時間で熱処理した線材は600°C,6 時間と比較しておよそ一桁程度低いLの値しか有しておらず、800°C維持時間の調整が必要と考えられる。

他の熱処理条件における *I*。-*B* 特性や,限界曲げ半径の 熱処理条件依存性などは当日合わせて報告する。



Fig. 1 I V curves of bent MgB₂ wires sintered by 800°C



Fig. 2 Normarized I_c values and n values obtained from I_c measurement of which FV curves were shown in Fig.1



Fig. 3 I_c −B comparison between MgB₂ wires sintered by 600°C, 6h and 800°C, 0.5h

参考文献

- 1. P. Kovác, et al.: SUST, Vol. 16 (2003) p.600
- 2. K. Yamamoto, et al.:SUST, Vol. 16, no.9 (2003) p.1052
- 3. P. Alknes, et al.: IEEE TAS, Vol. 26, no.3 (2016) 8401205
- 4. H. Tanaka, et al.: IEEE TAS, Vol. 28, no.4 (2018) 8400605

— 146 —

複合 MgB₂ 超電導線の機械的性質 Mechanical Property of Composite MgB₂ Superconducting Wires

<u>長村光造</u>(応用科研);町屋修太郎(大同大学);菱沼良光(核融合研);谷口博康(大阪合金) <u>OSAMURA Kozo</u> (RIAS); MACHIYA Shutaro (Daido Univ); HISHINUMA Yoshimitsu (NIFS); and TANIGUCHI Hiroyasu (Osaka Gokin) E-mail: kozo_osamura@rias.or.jp

1. はじめに

機械的特性は複合超電導線の製造時、磁場発生中のコイルに発生するフープ力等に対する安定性を検討するうえで重要なパラーメータである。ヤング率、熱膨張係数を考慮した複合超電導線を設計することにより機械的性質に優れた超電導線を製造することができる。このような観点から現状の複数のMgB2超電導線の機械特性を比較検討した。

現状では Columbus, Hyper Tech および Sam Dong の 3 社から複合 MgB2 超電導線が市販されている。本研究ではこ れら市販されている3社の線材の引張試験を行い引張特性の 比較検討を行った。さらに複合構造をもとに計算で予測した ヤング率は実測した値によく一致することが明らかとなった。

2. 試験方法

供試料とした上記の市販されている3種類の線材の一般 的な断面構造は図1示すようなものであった。Columbus 社で は MgB₂ フィラメント・Ni マトリックス・Cu-Ni 外層シース、Sam Dong 社では MgB₂ フィラメント・Nb 内層シース・Cu マトリック ス・Cu-Ni 外層シース、Hyper Tech 社では MgB₂/Cu フィラメ ント・Nb マトリックス・Cu-Ni 外層シースとそれぞれ異なり、さら に各成分の体積分率が異なることが機械的性質の差になっ て現れているようであった。



Fig. 1 Cross section of three kinds of MgB_2 wires investigated in present study.

島津製作所製引張試験機を用いチャック間距離 10 cm で 国際標準 IEC-61788-XX [1, 2] に準じて室温で引張試験を 行った。さらに試料部分を液体窒素に浸漬し、同様の引張試 験を行った。

3. 実験結果および考察

室温で測定した引張試験結果の一例を Fig.2 に示す。ヤ ング率として初期勾配から E₀を、除荷曲線から E₄を決定した。 また 0.2%耐力と歪 R_{0.2}, A_{0.2}を求めた。それらの結果を Table 1 にまとめて示す。3 種類の線材の断面構造はかなり相違し、 それに伴いヤング率、0.2%耐力はかなり異なることがわかった。 弾塑性挙動については SamDong 線材が他の線材と異なる振 る舞いを示したがこれは Cu マトリックスに原因すると考察され た。一般的な傾向として 77 K でのヤング率は5%程度大きく なること、降伏後の耐力は低温になると大幅に上昇することが 明らかとなった。



Fig. 2 Stress - strain curve for MgB₂ Hyper Tech wire

さらに線材の構造上次の Voigt 則によりヤング率を計 算で評価した。

$$E_{\rm cal} = \Sigma f_{\rm i} E_{\rm i} \tag{1}$$

ここで f_i , E_i は各成分の体積分率、ヤング率である。 計算結果を Table 1に示すが実測の E_i とほぼよい対応が あることが明らかとなった。とくに Columbus の線材では Ni マトリックスが使われているためヤング率が高くなる 傾向があった。

工学的に機械的性質の評価方法の確立は重要であり、 MgB₂線材についてもどのように引張試験方法の標準化を 進めるか今後の検討課題と考えられる。

Table 1 Summary of experimental results

Manufacture	Columbus	Sam Dong	Hyper Tech
Filaments	MgB ₂	MgB ₂	MgB ₂ +Cu
Inner Sheath	-	Nb	-
Matrix	Ni	Cu	Nb
Outer Sheath	Cu-Ni	Cu-Ni	Cu-Ni
<i>E</i> _u (GPa)	160	125	124
<i>R</i> _{0.2} (MPa)	220	734	233
$E_{\rm cal}({\rm GPa})$	152	119	116

- 1. K Osamura et al, International RRT for mechanical properties of REBCO SC tapes at room temperature, SuST 27 (2014) 085009
- IEC 61788-XX: 2015 Ed. 1.0 FDIS Mechanical properties measurement – Room temperature tensile test on REBCO wires