

NbTi エピタキシャル薄膜の超電導接続作製と電気的特性

Preparation and characteristics of superconducting joints of epitaxial NbTi thin films

高島 浩, 外岡 和彦, 吉田 良行, 古瀬 充穂(産総研)

TAKASHIMA Hiroshi, TONOOKA Kazuhiko, YOSHIDA Yoshiyuki, FURUSE Mitsuho (AIST)

E-mail: h-takashima@aist.go.jp

1. はじめに

近年、高温超電導線材は次世代高磁場 MRI 用のコイル線材としての利用が期待され、超電導接続技術の研究開発が活発になっている [1]。我々は、線材とは異なる異種超電導体薄膜を用いた Indirect 超電導接続の開発を進めており、室温での薄膜接続により線材の超電導特性の劣化を回避する手法を提唱している [2, 3, 4]。

NbTi 合金線材は、現行の MRI 装置など幅広く利用され、NbTi 合金線材間の超電導接合技術はすでに確立されていることが知られている。本研究では、室温において Indirect 接続法により高温超電導線材を接続することを目的とし、まず典型的な高温超電導線材の格子定数に近い SrTiO₃ (001) 単結晶基板に NbTi 薄膜を成膜し、結晶性、表面形状、電気的特性について調査を行い、室温成膜により優れた超電導特性を持つ薄膜成長に成功した [4]。これを踏まえ、上下 NbTi 薄膜の超電導接続を試作し、その電気的特性と構造を調査したので報告する。

2. 実験

上下 NbTi 薄膜は NbTi ターゲット(純度 99.9 %)を用いて RF マグネトロンスパッタリング法により成長を行った。基板材料には SrTiO₃ (001) 光学研磨基板(格子定数 0.3905nm)を用いた。高温超電導線材として用いられている YBCO との格子ミスマッチは 2% である。成膜中の基板保持温度は室温である。スパッタリングガスには Ar を用いた。まず、メタルマスクを用いて、下部 NbTi 薄膜を SrTiO₃ (001) 光学研磨基板上に成膜する。その後、大気中に取り出しメタルマスクを交換し、上部 NbTi 薄膜を成膜する。本研究で用いた典型的な超電導接続用ブリッジ構造を Fig. 1 に示す。成膜した薄膜サンプルの結晶性は X 線回折装置を用いて評価した。薄膜表面の凹凸は走査型プローブ顕微鏡を用いて観察した。上下 NbTi 薄膜の接続界面は断面 TEM 観察と EDX 分析により評価した。また、上下薄膜と超電導薄膜接続の電気抵抗率は物理特性測定装置(Quantum Design, PPMS)を用いて、4 端子法により温度 2 K から 300 K の間で測定した。

3. 結果と考察

基板温度は室温、Ar ガス圧 0.5~1.0 Pa で上下 NbTi 薄膜の成膜を行った。XRD パターンと反射高速電子線回折(RHEED)の結果、NbTi 薄膜は(110)方位にエピタキシャル成長していることが分かった。また、薄膜の平坦性を原子間力顕微鏡(AFM)で観測した結果、基板の[100], [010]方向に沿った網目状構造を確認し、典型的な平均面粗さ(Ra)は 0.6nm (膜厚 200nm)であることが分かり、極めて平坦な薄膜であることが分かった。Fig. 2 に物理特性測定装置(PPMS)で測定した抵抗率の温度依存性を示す。室温から低温に向けて、金属的電気伝導性を示し、8.4 K で顕著な抵抗のドロップが確認され、8.1 K で抵抗がゼロとなり超電導を示した(PPMSの測定限界は 10⁻⁴Ω)。上部 NbTi 膜を形成する直前に大気暴露しているにも関わらず、良好な超電導接続が得られた。これは優れた結晶性を有す薄膜により超電導接続を形成した結果である。報告では、

NbTi/NbTi 界面近傍で断面 TEM 観測と EDX 面分析の結果を示し、NbTi/NbTi 薄膜超電導接続の詳細について示す。

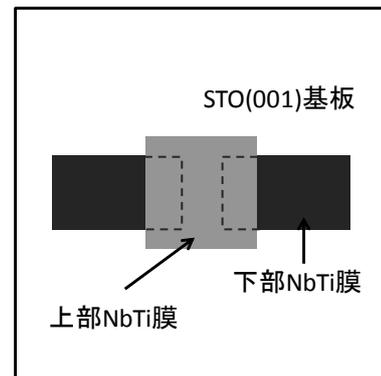


Fig. 1 Typical bridge structure for superconducting thin film joint.

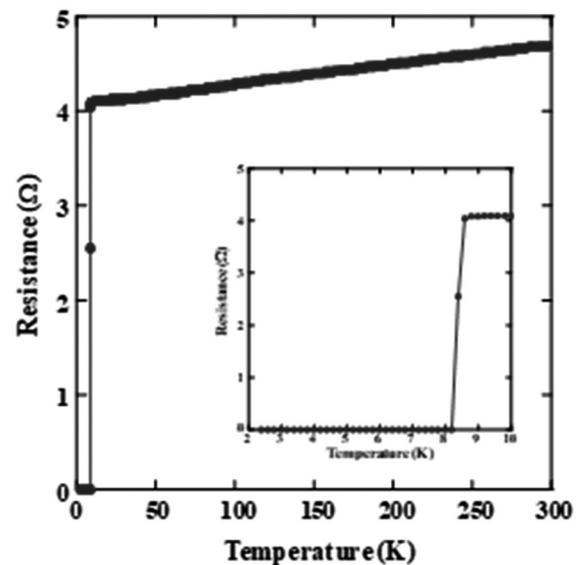


Fig. 2 Temperature dependence of resistance of Epitaxial NbTi thin films joint.

謝辞 本研究の一部は新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の援助により行われた。

参考文献

1. G.D. Brittles et al., Supercond. Sci. Technol. 28 (2015) 093001.
2. Y. Shimizu et al., Applied Surface Science, 444, (2018) 71.
3. Y. Shimizu et al., IEEE Transactions Applied Superconductivity, 28, (2018) 7500104.
4. Y. Shimizu et al., Scientific Reports, 8, (2018) 15135.

パウダー・イン・チューブ法による MgB_2 単芯線材の超電導接続

Superconducting joints of power-in-tube processed single-filamentary MgB_2 wires

熊倉浩明, 瀧川博之 (物質・材料研究機構)
 KUMAKURA Hiroaki, TAKIGAWA Hiroyuki (NIMS)
 E-mail: KUMAKURA.Hiroaki@nims.go.jp

1. はじめに

2001年に日本で発見された MgB_2 超電導体は線材化が容易で冷凍機冷却や液体水素冷却での応用が期待されている。主としてパウダー・イン・チューブ (PIT) 法や内部 Mg 拡散 (IMD) 法で線材化が進められており、いくつかの企業においては、すでに km を越える線材が試作されている。超電導線材を用いた永久電流モードでの運転のためには、線材の超電導接続が必要不可欠であり、 MgB_2 線材に対しても超電導接続の研究が進められている。前回我々は IMD 法による単芯 MgB_2 線材の超電導接続について報告した。今回は、単芯 PIT 線材に対して、前回と同様な簡便な方法で超電導接続の作製を試みたので報告する。

2. 実験方法

Fig. 1 に、今回試みた PIT 法線材の超電導接続の作製法を示す。径 1.5mm の PIT 法で作製した銅安定化材付き単芯丸線材の一端(長さ~10mm)の銅安定化材を取り除いた後、図のようにマイクログラインダーでテーパ状に削って鉄バリア材を取り除き、Mg+B 混合粉末層を露出させた。このような線材試料を二本用意し、互いに混合粉末層の面が向き合うように重ね合わせて、鉄管内に挿入し、この部分を油圧プレスで圧縮して、二本の線材の先端部分を結合させた。最後に真空中で 610°C, 1 時間の熱処理を行った。この熱処理条件は、今回用いた PIT 法 MgB_2/Cu 線材の熱処理条件と同一である。得られた超電導接続の例を Fig. 2(a) に示す。

接続部に流れる臨界電流 I_c は、線材の場合と同様に 4.2K、種々の磁界中において四端子抵抗法で評価した。電圧リードは接続部に近い線材部分にハンダ付けした。磁界は Fig. 2(a) に示すように接続の長手方向に印加した。初期の測定においては $I-V$ 特性にフロー抵抗が現れたが、これは電流端子と電圧端子の間の距離が短いために一部の電流が安定化銅に流れるためであると考えられた。そこで Fig. 2(a) に示したように、電流端子と電圧端子との間の一部分の銅安定化材をマイクログラインダーで取り除いて超電導コアに電流が流れるようにした。このようにした場合、接続部の $I-V$ 特性は PIT 線材と同じようにある電流値までは電圧は認められず、電流がその値を越えると電圧が観測された。 I_c を $1\mu V$ の電圧が発生する電流で定義した。臨界電流を評価した後、接続部分の構造・組織を光学顕微鏡で観察した。

3. 結果及び考察

今回作製した接続の長手方向の断面の光学顕微鏡写真を Fig. 2(b) に示す。鉄管内において二つの線材の MgB_2 コアが繋がっているのがわかる。Fig. 3 に今回作製した 4 本の超電導接続の 4.2K における I_c-B 特性を示す。比較のために今回の接続作製に用いた PIT 線材のデータも示した。この場合磁界は線材の軸に垂直に印加している。今回の接続部の I_c は、線材よりもやや小さな磁界依存性を示し、その値は線材の I_c の 55-130% であった。今回得られた接続部の I_c には、線材自体の $I_c(I \perp B)$ よりも大きいものもある。接続部に流れる超電導電流には線材の場合と同様に磁界に垂直な成分があるが、接続部分の面積が大きいために接続部においては垂直磁界での線材の I_c 以上の大きな電流が流れると考えられる。

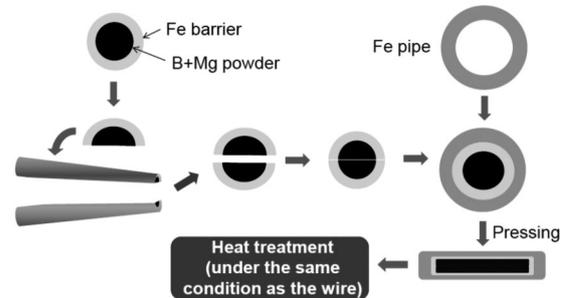


Fig.1 Fabrication method of a superconducting joint for PIT processed MgB_2/Cu wire.

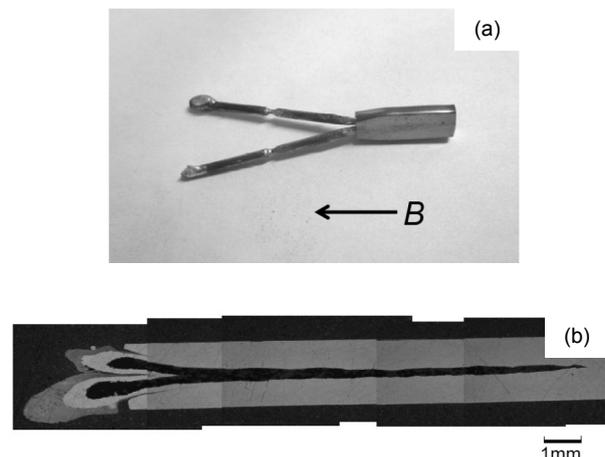


Fig.2 (a) Superconducting joint fabricated with PIT processed MgB_2/Cu wires and (b) longitudinal cross section of a joint.

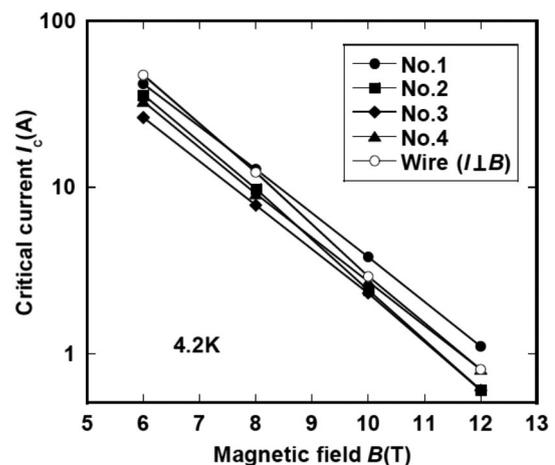


Fig.3 I_c-B curves at 4.2K of superconducting joints fabricated with PIT processed MgB_2/Cu wires. I_c-B curve ($I \perp B$) of PIT MgB_2/Cu wire are also shown in the figure.

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。

補強材付き Bi2223 と NbTi 線材のゼロ抵抗ハンダ接合 Superconducting solder joint between NbTi and DI-BSCCO-NX

高野 義彦, 松本 凌, 渋谷 直哉, 西島 元, 北口 仁 (NIMS)
Takano Yoshihiko, Matsumoto Ryo, Shibuya Masachika, Nishijima Gen, Hitoshi Kitaguchi (NIMS)
E-mail: takano.yoshihiko@nims.go.jp

1. はじめに

2014 年に開発された 1020 MHz (24 T) 核磁気共鳴装置の超伝導磁石には、最内層コイルに $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (Bi2223) が用いられた[1]。しかし、Bi2223 線材のゼロ抵抗接合技術が確立しておらず、永久電流運転ではなかった。我々は、溶融した鉛-スズ-ビスマスの超伝導ハンダに超伝導線材をシースごと挿入して接合する in-situ シース溶融法を考案し、NbTi-Bi2223 の接合に取り組んできた[2]。

一方、の手法では、Bi2223 線材の根本がハンダにより腐食し機械的強度が劣化し、特性の歩留まりが悪化する問題があった。そこで我々は、Bi2223 線材の外側に Ni 合金の補強材が備わった住友電工製 DI-BSCCO type HT-NX を用いることで、根元腐食の問題を解決したので報告する。

2. 実験方法

原材料を $(\text{Pb}_{0.7}\text{Sn}_{0.3})_{1-x}\text{Bi}_x$ の比率で計量・混合し、真空引きした石英管中で加熱することで超伝導はんだを合成した。石英坩堝の中に合成したはんだを充填し、400°C の電気炉中で溶融させた。溶融したはんだに NbTi および Bi2223 線材を挿入し、4 時間の加熱後に炉冷した。図 1(a) に示すように電流・電圧端子を付け、4 端子法を用いて臨界電流値 (I_c) を測定した。測定は液体 He 中で行った。

3. 結果と検討

図 1 に自己磁場下での接合の I-V 特性を、また挿入図に接合試料の外観と断面反射電子 (BSE) 像を示す。BSE 像から、補強材を有する Bi2223 線材において、銀シースがハンダへと完全に溶け出していることが分かる。これにより、NbTi 線材側の銅シースは若干溶け残っているものの、Bi2223 と NbTi のフィラメントが超伝導ハンダで接合された。I-V 測定の結果から、 I_c は 4.2 K、自己磁場下で 200 A 以上であった。図 2 に 4.2 K、磁場中の I_c 特性を示す。この結果から、補強材付きの Bi2223 線材を用いて、5 kOe の磁場下で $I_c \sim 50$ A 程度の良好な接合が得られることが明らかとなった。

参考文献

1. K. Hashi et al., *J. Magn. Reson.*, **256**, 30 (2015).
2. R. Matsumoto et al., *Appl. Phys. Express*, **10**, 093102 (2017).

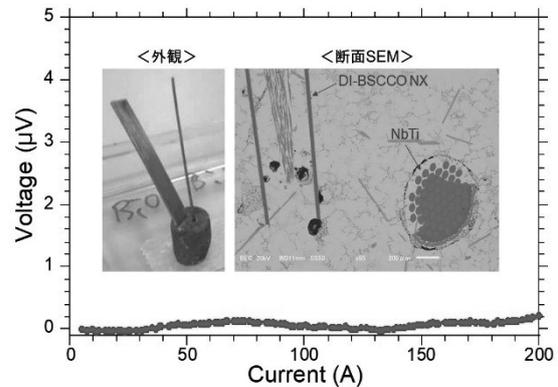


図 1 接合の I - V 特性、挿入図は接合の外観と断面 BSE 像

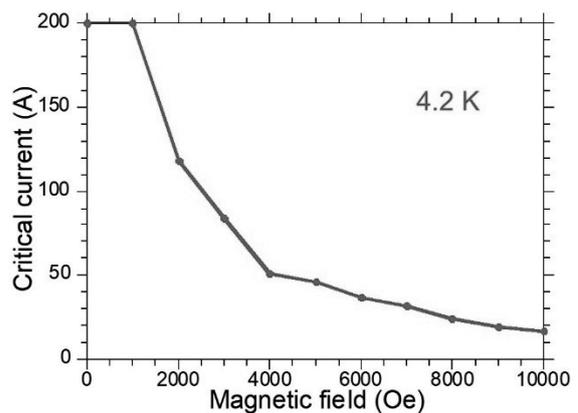


図 2 I_c 特性の磁場特性

Bi2223 多結晶中間層を用いた DI-BSCCO 線材間の超伝導接合の高機能化 Improvement in the performance of superconducting joints between DI-BSCCO tapes with Bi2223 polycrystalline intermediate layers

武田 泰明(東大院工); 田中 智之, 小池 遼, 元木 貴則, 下山 淳一(青学大);
北口 仁(NIMS); 中島 隆芳, 小林 慎一, 加藤 武志(住友電工)

TAKEDA Yasuaki (The Univ. of Tokyo); TANAKA Tomoyuki, KOIKE Ryo, MOTOKI Takanori,
SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama gakuin Univ.); KITAGUCHI Hitoshi (NIMS);
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) は、高い臨界電流特性や優れた量産性[1]から、超伝導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[2, 3]。しかし、線材間の高 I_c 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、我々はこれまで Bi2223 多結晶材料における J_c 特性改善手法を探索してきた[4]。最近では前駆体粉末を分散させたスラリーから作製する Bi2223 厚膜に注目しており、微細組織や化学組成の制御により高い粒間 $J_c \sim 8 \text{ kA cm}^{-2}$ (77 K, s.f.) を達成している[5]。

前回の本学会[6]では、上記のような Bi2223 多結晶厚膜を接合中間層として用いた DI-BSCCO 線材間の超伝導接合の試みについて報告した。DI-BSCCO 線材の超伝導フィラメント間に Bi2223 多結晶厚膜中間層を介在させることで超伝導接合を達成し、また多数のフィラメントを接合することで $1 \mu\text{V cm}^{-1}$ 基準で $I_c \sim 100 \text{ A}$ (77 K, s.f.) を記録した。以上の背景を踏まえ、今回は高 I_c 接合試料の $I_c - B - T$ 特性や、本接合手法の応用可能領域について調べたので、報告する。

2. 実験方法

Fig. 1 に示す外観・構成の接合試料を作製した。まず DI-BSCCO 線材 [Type H, 121 芯, I_c (77 K, s.f.) > 170 A, $\sim 4.5 \text{ mm} \times 0.25 \text{ mm}$] の Ag シースを除去し、 1° 未満の傾斜角度で線材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 ($\sim 50 \mu\text{m}^2$) 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[5]で露出したフィラメント間に形成し、接合試料とした。

試料の微細組織は SEM および TEM により観察し、臨界電流特性は様々な温度・磁場条件のもとで直流四端子法により調べた。磁場は線材表面に平行に印加した。

3. 結果と考察

Table 1 に示した作製条件の接合試料(#1, #2)について I_c 特性を調べた。Fig. 2 には、これらの接合試料の I_c の温度依存性を示す。超伝導磁石内の接合への応用を目指し、 I_c は $10^{-9} \Omega$ の抵抗発生によって定義した。接合 I_c は Bi2223 厚膜の J_c と同様、温度の低下とともに上昇し、ほとんど全てのフィラメントを接合した #1 試料の 4.2 K での I_c は 400 A を超えることがわかった。当日は、これら接合試料の I_c の磁場依存性や、さらなる高 I_c 化にむけた取り組み、また超伝導磁石内への実装を目指した「拌み合わせ」形状の接合形成への最近の試みなどについて報告する予定である。

Table 1 Fabrication conditions of joint samples.

| Joint sample | #1 | #2 |
|--------------------------------------------------------|-------------|-------------------|
| Joint area (mm ²) | ~ 100 | ~ 60 |
| The number of joined filaments | >100 | ~ 50 |
| Heat-treatment condition ($P_{O_2} = 3 \text{ kPa}$) | 810°C, 24 h | 810°C, 12 h + 6 h |

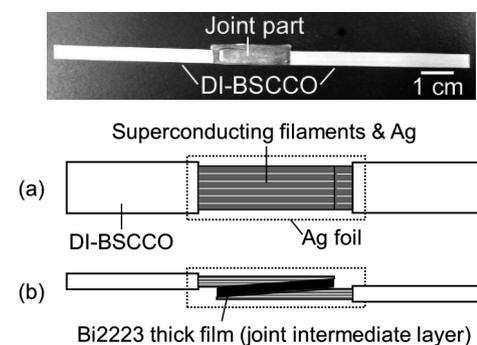


Fig. 1 Photograph of a joint sample and schematic illustrations of joint structure between DI-BSCCO tapes via Bi2223 thick films (a): top view, (b): side view).

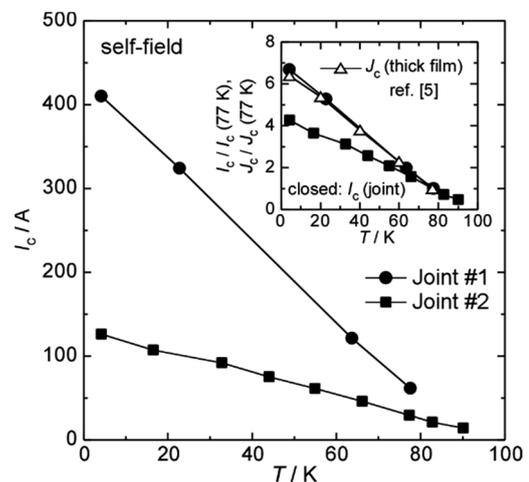


Fig. 2 $I_c - T$ curves measured in self-field for joint samples.

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。

参考文献

- [1] T. Nakashima *et al.*, *Cryogenics* **52** (2012) 713 – 718.
- [2] K. Sato *et al.*, *JJAP* **51** (2012) 010006.
- [3] G. Nishijima *et al.*, *IEEE TAS* **26** (2016) 4303007.
- [4] Y. Takeda *et al.*, *Physica C* **534** (2017) 9 – 12.
- [5] Y. Takeda *et al.*, *SuST* **31** (2018) 074002.
- [6] Y. Takeda *et al.*, *Abstracts of CSSJ Conf.* **96** (2018) 84.

JIM 法による Bi2223 多芯線材間の超電導接合

Superconducting joint between multi-filamentary Bi2223 tapes with JIM method

金 新哲(室工大);松竹 優一, 持田 寛希, 谷貝 剛(上智大);末富 佑, 朴 任中, 柳澤 吉紀(理研)
Xinzhe Jin (Muroran Institute of Technology); Yuichi Matsutake, Hiroki Mochida, Tsuyoshi Yagai (Sophia Univ.);
 Yu Suetomi, Renzhong Piao, Yoshinori Yanagisawa (RIKEN)
 E-mail: shin_kin@mmm.muroran-it.ac.jp

1. はじめに

これまで我々は Bi2223 相の分解溶解を利用した超電導接合 (Join by Incongruent Melting, JIM) を行ってきた[1]。前回の発表では 77 K での永久電流コイルの測定を行い、今回は 4.2 K で永久電流測定を実施した。

Bi2223 テープ線材は多芯化になって実用性能が向上された一方、接合においては従来の単芯線に比べ、難しくなっている。どのように芯すべてをつなげるかが臨界電流向上のための重要な課題となっている。一つの対策として、テープ断面を斜めに切断し、バット接合によりフィラメント間の接触面積を確保することなどが提案されている。しかし、フィラメント同士の断面を完全に接合することは依然として課題となっている。このような背景のもと、本研究では、新たな接合形状を提案し、これについては学会当日に発表する予定である。

2. 実験方法

線材は住友電工製の Ni 合金補強 Bi2223 多芯テープ線で、線材とコイルの仕様を Table 1 に示す。

Table 1 Specifications of multi-filamentary Bi2223 tape and coil sample

| Tape type | DI-BSCCO Type HT-NX |
|--------------------------------------|------------------------|
| Critical current of tape at 77 K (A) | >140 |
| Filament number of tape | 121 |
| Length of tape for coil (m) | 8 |
| Inner/outer diameter of coil (mm) | 50/58 |
| Self-inductance (mH) | 0.10 |
| Insulating material between turns | Kapton tape |

コイルの接合部の作製方法はこれまでと同様である。永久電流の測定方法は Fig. 1 に示した。今回は PCS を搭載し、ヒータの ON/OFF により永久電流を流した。

3. 実験結果

Fig. 2 に測定した磁場と電源電流を示した。電源電流のオーバーシュートにより遮蔽電流を制御した後、永久電流を流した。しかし、測定中でヘリウムが蒸発し過ぎたため、8時間前後から測定コイルの温度が上昇しはじめた。磁場中の永久電流の減衰は Fig. 3 に示した。永久電流開始から 14 時間間をフィッティングした結果、特性抵抗は $10^{-12} \Omega$ であった。

4. まとめ

JIM 法により作製した接合について、永久電流での磁場減衰を測定し、77 K で測定した結果と同じ特性抵抗 $10^{-12} \Omega$ が得られた。

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。

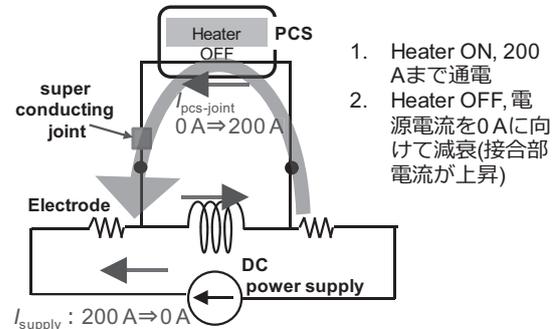


Fig. 1 The measurement method of persistent current.

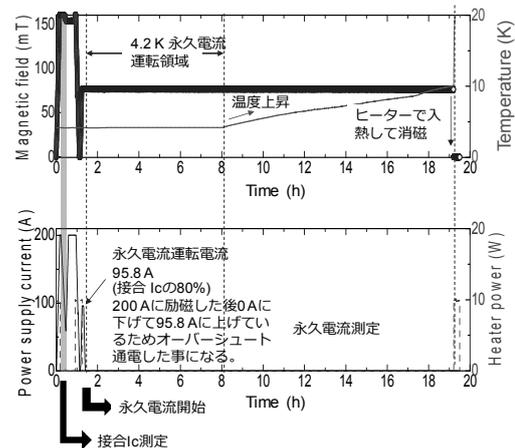


Fig. 2 Power supply and magnetic field in persistent current test.

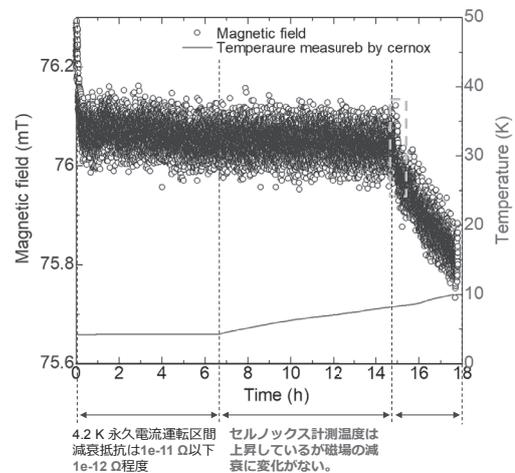


Fig. 3 Persistent current mode operation

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合体および接続方法」, 特願 2018-184184, 2018.09.28

高温超伝導線材のインジウム低温熱処理機械的接合

Mechanical joint of high-temperature superconducting tapes using an indium foil and low-temperature heat treatment

伊藤 悟, 早坂 遼一路, 橋爪 秀利(東北大学); 加藤 丈晴, 横江 大作(JFCC)

ITO Satoshi, HAYASKA Ryoichiro, HASHIZUME Hidetoshi (Tohoku Univ.); KATO Takeharu, YOKOE Daisaku (JFCC)

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、100°C 程度の熱処理でプレスして接合する機械的接合法(低温熱処理機械的接合)[1,2]の開発に取り組んできた。既報[2]において、接合圧力 100 MPa で製作した REBCO 線材の接合サンプルでは、臨界電流を低下させずにはんだ付けと同等の抵抗が実現できることが示された一方で、同圧力で製作した BSCCO 線材(Bi-2223 線材)の接合サンプルでは、臨界電流が低下する可能性があることが示唆された。本発表では BSCCO 線材の臨界電流低下原因について、横圧縮応力-臨界電流特性および接合サンプルの電流電圧特性から考察した結果について報告する。併せて、接合界面の SEM 観察を行った結果についても報告する。

2. 接合性能・臨界電流特性評価

高温超伝導線材として、4 mm 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 BSCCO 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。Fig. 1 に複数の線材に常温で横圧縮応力を付加したサンプルで得られた横圧縮応力と臨界電流の関係を示す。過去の研究[2]で製作したサンプルでは、100 MPa の接合圧力を加えていたが、BSCCO 線材では、臨界電流が低下するリスクがあることがわかる。Fig. 2 (a)に接合圧力をそれぞれ 20 MPa, 50 MPa, 100 MPa, 接合長さ 5 mm とした BSCCO 線材の接合サンプルの電流電圧特性を示すが、接合圧力の違いによる大きな違いは見られなかった。低電流領域が線形変化しているとして抵抗を算出し、抵抗分で考えられる電圧寄与分を引いて 1 μ V/cm 基準で臨界電流を評価すると、いずれも臨界電流 180 A には至らない。これは Fig. 1 で示される特性とは矛盾する結果である。Fig. 2 (b)に各サンプルの電流抵抗特性を示す(抵抗は電圧を電流で除することで求めた)。これより電流上昇にともない接合抵抗が上昇していることが確認できる。この特性は、BSCCO 線材の接合面に何も挿入せずに機械的に接合したサンプル[3]でも見られた特徴である。接合部での電流分布が影響している可能性があり、今後、詳細な分析が必要である。

3. 接合界面観察

本接手法で作られた REBCO 線材, BSCCO 線材それぞれの接合サンプル(接合面を#240 の研磨紙で磨いたもの)を接合部で切断し、接合界面の状態を SEM-EDX で分析した(なお、本接手法によって作られた接合サンプルの断面観察は本報告におけるものが初めての試みである)。Fig. 2 に BSCCO 線材の断面観察の例を示す。接合部に挿入しているインジウム箔が柔らかいことを考慮し、サンプルを-90°C に冷却したうえで、アルゴンミリングによってサンプルの切断を行った(8.0 kV \times 3 hr \times 5 回)。また、SEM 観察を行うための断面加工のためにもアルゴンビームの照射を行った(5.0 kV \times 4 hr + 2.0 kV \times 20 min)。Fig. 2 に示すように、BSCCO 線材の接合界面にはインジウムと銀の合金層が形成されており、また隙間があることがわかる。REBCO 線材の接合サンプルでも同様の観察結果を得た。今後は、熱処理温度、熱処理時間、接合面

のラフネスを変化させた場合の接合界面の状態を観察し、接合法の最適化を図る予定である。

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す。

参考文献

1. T. Nishio, et al.: IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 27 (2017) Art ID 4603305.
2. S. Ito, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 96 (2018) p.163.
3. S. Ito, H. Hashizume: IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 22 (2012) Art ID 6400104.

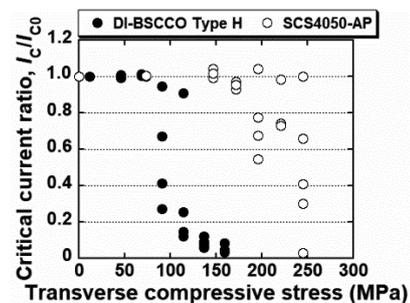


Fig. 1 Critical current ratio depending on transverse compressive stress applied at room temperature.

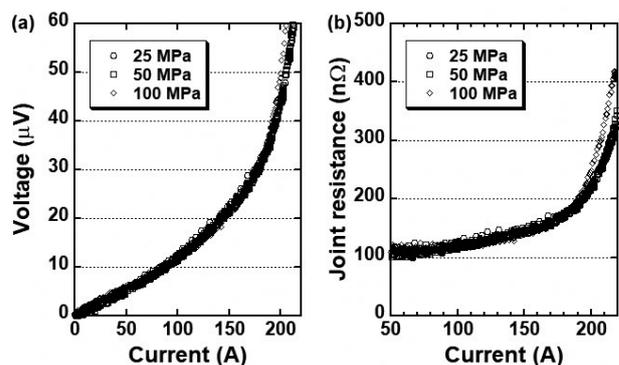


Fig. 2 (a) Current-voltage and (b) Current-resistance characteristics of joint samples of the BSCCO tapes.

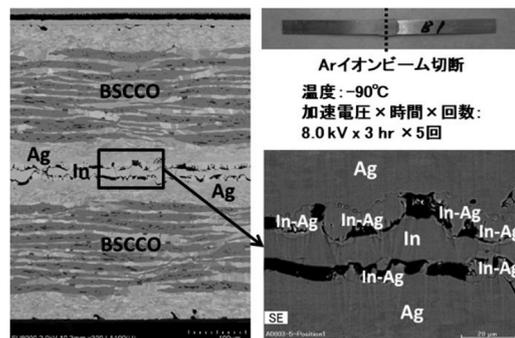


Fig. 3 SEM image of a joint sample of the BSCCO tape.

REBCO 線材間のヘテロ接合に関する研究

Study on hetero junction between REBCO coated conductor

金 新哲(室工大)

Xinzhe Jin (Muroran Institute of Technology)

E-mail: shin_kin@mmm.muroran-it.ac.jp

1. はじめに

NMR 装置などの永久電流モード運転には、超伝導接合が必要であるが、セラミック超伝導である REBCO は、線材になっても接合が課題となっている。近年いくつかの超伝導接合方法が提案されていることは大きな進展であり、基礎研究により接合原理を十分に解明し、メカニズムについてさらなる知見を得ることが重要であると考えている。具体的には、REBCO 線材は接合時に臨界電流が元の線材に比べ小さくなり、半分以下または 1/10 程度に降下してしまう場合もある。その原因と関連要素および影響する程度を調べるのが、本研究も目標である。特に、我々が提案した CJMB 法[1]において、REBCO 層と基板材料の金属拡散などに着目した基礎研究を進めている。

2. CJMB 法と臨界電流について

CJMB 法は、線材の REBCO 材料とは異なる中間媒体の分解溶解により、界面を結晶的な接合する方法であり、ヘテロ接合の一種である。線材の REBCO が GdBCO または YBCO の場合は、媒体をより融点が高い YbBCO を使用することができる。接合過程で、YbBCO は 211 相と液体に分解溶解し、液体が接合界面に大量生じるが、接合時間が長くなると GdBCO 薄膜を通り抜けて基板層まで拡散する。そのため、短時間で高温まで昇温させて接合することが必要であり、媒体などのひび割れの有無と臨界電流への影響を調べる必要がある。

これまでは多結晶の中間媒体を使用しているので、多結晶の臨界電流により接合体の最大臨界電流が決まる。多結晶の臨界電流は、断面が $4 \times 4 \text{ mm}^2$ の場合約 10 A (77 K) であり、接合体の臨界電流も最大 10 A 程度ということになり、すでに達成した。さらなる向上に向けてマルチジャンクション法[2]があり、複数パルクを使用することであるが、有効性を示すには線材自体が 10 A 以上の臨界電流を保つことが必要である。すなわち、線材劣化を防ぐことが重要であり、線材が高い臨界電流を維持できれば接合の臨界電流も同程度に達成可能である。

3. 実験方法

線材は住友電工製の GdBCO 線を用いてこれまでと同様な方法で接合体を作製した。媒体は多結晶 YbBCO シートで、厚さ $100 \mu\text{m}$ 、断面が $3 \times 3 \text{ mm}^2$ である。接合体の仕様は Table 1 に示した。接合界面を観察するため、接合部を線材長手方向で 3.5 mm 程度に切断し、Fig. 1 の矢印で示したように斜めに剥離させた。

Table 1 Specifications of joint sample

| | |
|------------------------------------------|----------|
| Width/Thickness of coated conductor (mm) | 4.1/0.24 |
| Entire length of joint (mm) | 100 |
| Junction length (mm) | 3 |
| Critical current 77 K (A) | 4 |

4. 実験結果

Fig. 1 と Fig. 2 は剥離させた接合界面の SEM 写真である。丸で示した位置がカットした反対側に対応する。剥離される位置は GdBCO と YbBCO の界面ではなく、ほぼ YbBCO 層が

分裂することがわかる。YbBCO シートにいくつかの割れ目があるが確認できるが、線材の GdBCO 表面には割れ目が現れない。YbBCO シートに形成された割れ目は、両側の界面での形状が異なるので、接合時に形成されるとは考えにくく、接合前の急熱過程または接合後の剥離過程で生じた可能性が高いと考えている。もしそうであれば、割れ目が線材の GdBCO 層まで伸びないはずである。また、媒体中での電流方向はテープ面に垂直であるため、同じ方向の割れ目は接合全体の臨界電流にはほぼ影響がないと考えている。

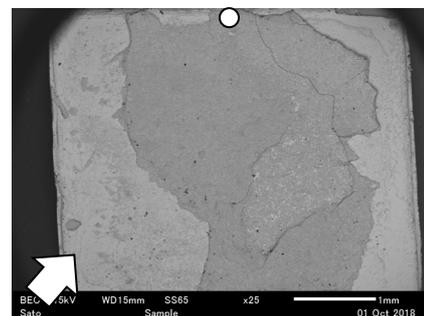


Fig. 1 SEM image for a side of joint junction.

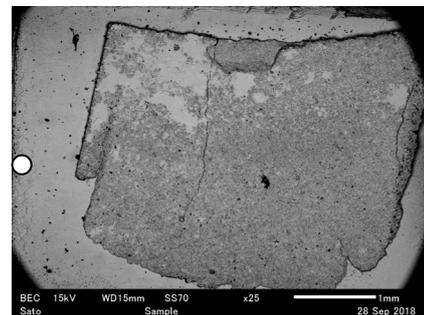


Fig. 2 SEM image for the other side of joint junction.

5. まとめ

GdBCO 線材間の接合において、界面の割れ目を観察し、臨界電流への影響について議論した。媒体にいくつかの割れ目が見えたが、線材の割れ目は検出せず、割れ目と線材の臨界電流の相関は大きくないと考えている。

謝辞

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

参考文献

- [1] 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

追加堆積膜を利用した $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ 線材の接合体における 接合条件と接合面積の関係

Dependence of joint condition on joint area of $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ coated conductors
by using additionally deposited precursor layers

寺西 亮, 安山正太郎, 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, YASUYAMA Shotaro, 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

$\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (REBCO) 薄膜線材の電力機器応用には、線材長尺化のための接合技術が開発課題のひとつとなっている。接合部での電気抵抗を限りなくゼロに近づけるための超伝導接合が有望視されており、これまで、韓国や日本の研究グループにおいてプロセス開発が進められている[1,2]。近年、我々のグループでも、REBCO 薄膜線材上に追加堆積膜を作製して対向させ、機械的圧力を印加して結晶化熱処理を施すことによる接合手法を検討し、接合体を得ている[3]。線材の通電性能を接合部にて低減させないためには接合面積を制御することが重要であり、そのためには接合面積へ及ぼすプロセス因子を把握することが必要である。そこで、本研究では、接合時の熱処理条件と接合面積の相関を調査し、接合面積に及ぼす制御因子を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

GdBCO 線材の薄膜上に、 GdBCO ターゲットを用いてパルスレーザー蒸着法にて 573 K で追加堆積膜を作製した。その後、追加堆積膜試料2つを対向させて、線材幅 6 mm、長さ 5 mm の領域でこれらを重ね合わせ、1.1 MPa から 40.7 MPa の範囲で機械的圧力を印加しながら 1093 K で 1.5 h 結晶化熱処理を施し、接合体を得た。

得られた試料の接合部を剥がしたのち、光学顕微鏡にて観察して接合面積を計測して面積率を算出した。また、接合部の断面組織を透過型電子顕微鏡 (TEM) にて観察し、圧力の違いが組織に及ぼす影響を調査した。

3. 結果と考察

接合時の印加圧力と接合面積の関係を Fig.1 に示す。接合面積は圧力の増加に従って増加し、1.1 MPa、18.4 MPa、40.7 MPa ではそれぞれ 3.3%、15.3%、44.3%となり、特に、高圧条件下では接合面積の著しい増加が見られた。そこで、接合界面の微細組織を TEM にて観察し、印加圧力と組織の関係を調べた。

Fig. 2(a)および(b)は、それぞれ 18.4 MPa および 40.7 MPa の圧力下にて作製した試料の接合界面部分の断面 TEM 像である。Fig.2(a)では、下地線材の GdBCO 層と追加堆積した GdBCO 層との層間は均質で一様であることが観察され、空隙や異相は見られなかった。また、2 つの試料の接合界面では一部で非常に小さな空隙が観察された以外は、観察視野全体にわたって異相の生成は見られず、密着性が良いことが示された。これに対して、Fig.2(b)では追加堆積した層のみならず下地線材の GdBCO 層も観察されず、2つの試料の接合界面は明瞭でなく、観察視野全体にわたって大きさや形状が不均質な結晶粒が多数観察された。このことは、接合熱処理時に対向部では全体的に溶解して液相が生成し、その後、降温時に GdBCO 相ではない異相が析出したことを示唆している。

以上より、接合時の機械的圧力は接合面積に大きく影響を及ぼすことが分かった。また圧力が低い場合と高い場合とで接合の機構が異なり、高圧下では液相を経て異相が生成することが示され、超伝導接合を得るには適切な接合圧力範囲が存在することが示された。

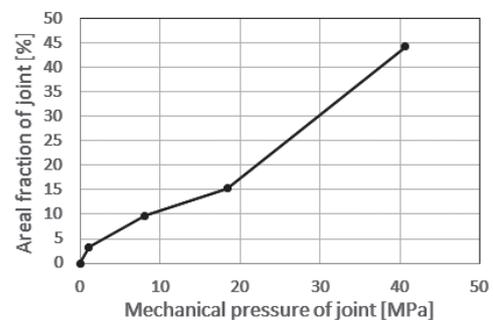
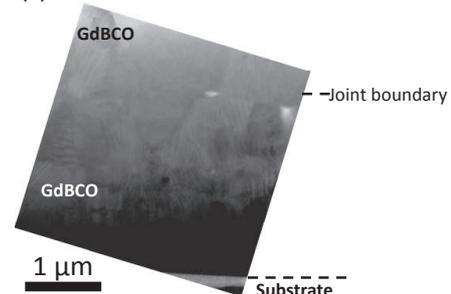


Fig. 1 Dependence of areal fraction of the joint on mechanical pressure at heat-treatment.

(a) 18.4 MPa



(b) 40.7 MPa

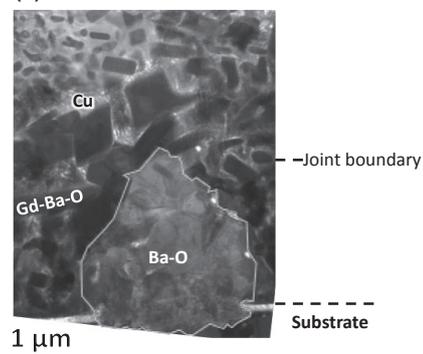


Fig. 2 Cross-sectional TEM images of joint interface for samples prepared at (a)18.4 MPa and (b)40.1 MPa.

参考文献

- [1]Y.J. Park et al., Supercond. Sci. Technol., 27 (2014) 85008.
- [2]K.Ohki et al., Supercond. Sci. Technol., 30 (2017) 11501.
- [3]K.Hiramatsu et al., Physics Procedia, 81 (2016) 109.

超伝導線材接続抵抗評価装置の開発(1)－装置設計と冷却試験－

Development of a joint resistance evaluation system (1) –design and cooling test –

内田 公, 小林 賢介, 北口 仁(NIMS)
 UCHIDA Akira, KOBAYASHI Kensuke, KITAGUCHI Hitoshi (NIMS)
 E-mail: UCHIDA.Akira@nims.go.jp

1. はじめに

超伝導線材同士の接続技術は、超伝導線材を用いた応用展開にとって必要不可欠な技術であり、精力的な研究開発が現在世界中で行われている。これまでに様々な接続方法が提案されているが、温度・磁場など種々のパラメーターに対する定量的な評価手法はまだ確立されていない。接続抵抗は $n\Omega$ 以下であるため、抵抗測定に一般的に用いられる 4 端子法では測定が困難である。したがって、接続部を含む閉回路を製作し、回路の電流の減衰を測定することで接続抵抗を評価する手法が用いられることが多い。我々は、冷却と電流減衰測定を効率よく行うことが可能な接続抵抗評価装置の開発を進めている。

本講演では、装置の構成や基本性能を紹介し、冷却試験結果を報告する。

2. 装置概要

装置構成を Fig.1. に示す。本装置は、2 段階極低温冷凍機を用い、冷凍機 1st ステージで誘導電流印加コイル及び放射シールドを、2nd ステージで測定試料を冷却している。

誘導電流印加コイルは、伝導冷却式の銅コイルで、中心磁場 0.1T を発生し、測定試料に最大 1000A 以上の誘導電流を印加できる。

測定試料冷却部は、試料全体の温度を制御する温調用ヒーターにより、試料温度を 4K-90K の温度に保つことができ、加えて、超伝導線材の一部のみを昇温して常伝導転移させることのできるヒーター(PCS ヒーター)を備え、試料全体を昇温すること無しに試料の一部のみを常伝導転移させ、誘導電流を減衰させることで、短時間で、繰返し、測定条件を変えた測定を行うことができる。

誘導電流の測定は、超伝導線材の直近にホールセンサを配置することで、試料のインダクタンスに依らず高感度の電流測定を可能としている。

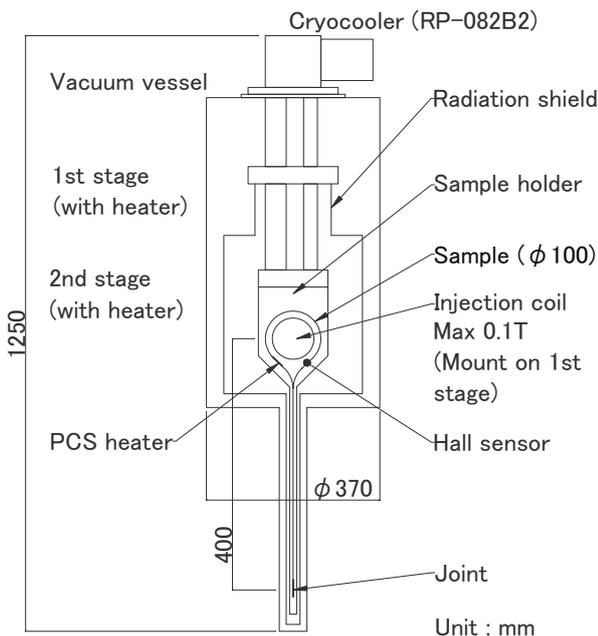


Fig.1. Configuration of a joint resistance evaluation system.

3. 冷却試験

本装置の常温からの冷却試験結果を Fig.2. に示す。本装置では、2 段階パルスチューブ冷凍機(SHI 製 RP-082B2)により、測定試料を約 4 時間で 4K 以下まで冷却し、試料全体を 1K 以内の温度分布に保っている。

また、この状態で、PCS ヒーターを用いて線材の一部を昇温した場合、接続部温度をほとんど上昇させることなく、線材の一部のみを、短時間に 100K 程度まで上昇させ、再び冷却できることを確認した。(Fig.3.)

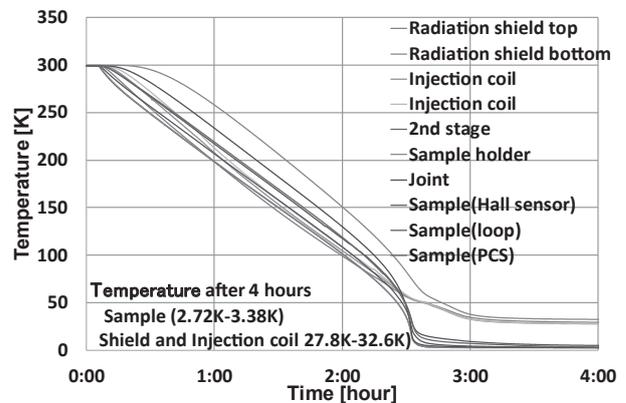


Fig.2. Cooling test result.

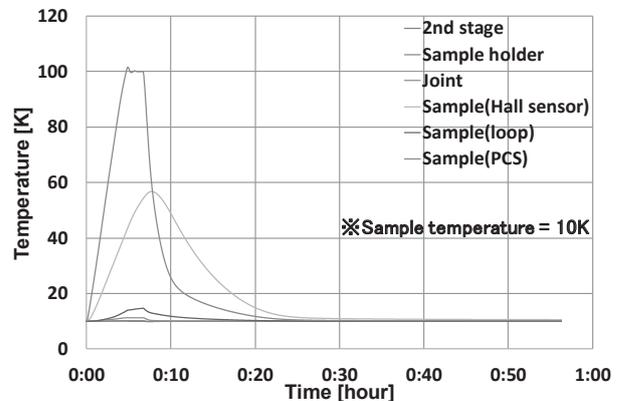


Fig.3. PCS heater test result.

4. まとめ

本装置は、試料温度 4K 以下を達成し、高温超伝導線材のみならず、低温超伝導線材の接続抵抗評価にも対応できる装置となった。また、詳しくは続報(2)で紹介するが、インダクタンスの小さな試料に対応することで、 $10^{-9}\Omega \sim 10^{-12}\Omega$ 以下の抵抗を比較的短時間で測定できるため、温度依存性や通電電流依存性といった評価を現実的な時間内で行える装置となっている。今後は、評価装置としての完成度を上げるとともに、超伝導マグネットを組み合わせ、外部磁場依存性の測定が可能な装置とする予定である。

謝辞

本成果の一部は、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]によって得られたものです。

超伝導線材接続抵抗評価装置の開発(2)

— 抵抗測定試験 —

Development of a joint resistance evaluation system (2)

— test measurement results —

小林 賢介, 内田 公, 北口 仁(NIMS)

KOBAYASHI Kensuke, UCHIDA Akira, KITAGUCHI Hitoshi(NIMS)

E-mail: kobayashi.kensuke@nims.go.jp

1. はじめに

超伝導線材同士の接続技術は、超伝導線材を用いた応用展開にとって必要不可欠な技術であり、精力的な研究開発が現在世界中で行われている。これまでに様々な接続方法が提案されているが、温度・磁場など種々のパラメーターに対する定量的な評価手法はまだ確立されていない。接続抵抗は $n\Omega$ 以下であるため、抵抗測定に一般的に用いられる 4 端子法では測定が困難である。したがって、接続部を含む閉回路を作製し、回路の電流の減衰を測定することで接続抵抗を評価する手法が用いられることが多い。我々は、冷却と電流減衰測定を効率よく行うことが可能な接続抵抗評価装置の開発を現在行っており、本講演では、開発中の装置を用いた接続抵抗評価試験の結果について報告する。

2. 実験方法

試料として、市販の REBCO 系 HTS 線材両端を 63Sn37Pb はんだを用いて接続した 1 回巻きから 10 回巻きの数種の試料を作製した。回路抵抗 R は、HTS 線材直近のホールセンサー出力電圧の時間変化を測定し、減衰曲線に対して $V_{Hall}(t) = A + B \exp\{-t/(L/R)\}$ でフィッティングすることで評価した。HTS コイルの自己インダクタンス L は LCR メーターで実測した値を用いた。はんだ接続の抵抗値は通常数十 $n\Omega$ が期待されるので、誘導コイルによって導入された電流の減衰に要する時間は数分程度と見積もられる。永久電流運転を実現するためには、接続抵抗は $10^{-12} \Omega$ 程度以下である必要があるが、この場合、減衰時間は 12 時間以上となる。 $10^{-12} \Omega$ 以下の測定が可能かどうか評価するため、リボン状の SnPb はんだ線両端を溶接して 1 回巻き試料を作製し、7 K 以下で回路抵抗の評価も試みた。

3. 結果と考察

最も電流減衰が早い 1 回巻き試料の各温度での減衰測定結果を図 1 に示す。 $t=0$ で試料へ電流を導入し、減衰に要した時間は 77 K で 60 秒程度だった。減衰曲線から見積もった抵抗は $32.3 n\Omega$ であり、この値ははんだ接続の抵抗値として妥当である。温度低下に伴って電流減衰時間は長くなっており、抵抗値が小さくなっていることを示している。最低温 3 K での減衰時間は 3 分程度になり、抵抗値は $14.3 n\Omega$ だった。得られた抵抗の温度依存性を図 2 に示す。温度に対して概ね線形に変化している。 $T < 10 K$ で高温側からの外挿線より低下しているのは、はんだの超伝導転移によるものと考えられ、4.3 K 以下の接続抵抗は、HTS 線材内部 (REBCO 層/銀/銅保護層) 及び銅保護層とはんだ間の接触抵抗に相当すると考えられる。誘導コイル電流 0.2 A の場合、試料に導入された電流はおおむね 100 A 程度と見積もられた。試料へ導入される電流は、77 K では線材の $I_c \sim 140 A$ で飽和したが、3 K では誘導コイル電流に比例した電流が試料に導入され、誘導コイル電流 0.8 A で 400 A 程度の電流が導入されたと判断できる。

当日は、他の巻き数の試料の抵抗評価結果と、SnPb はんだ線を用いた評価結果についても報告する予定である。

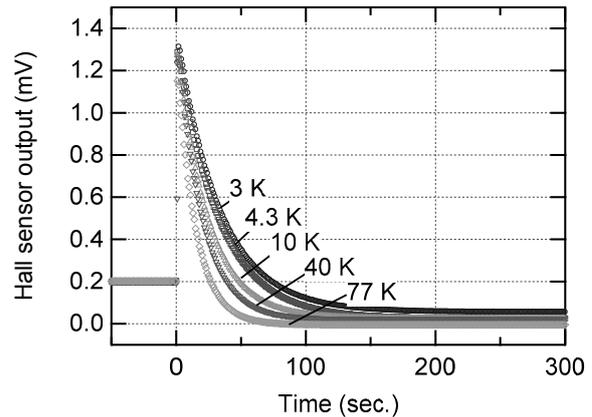


Fig. 1 Decay curves of induction current at various temperatures.

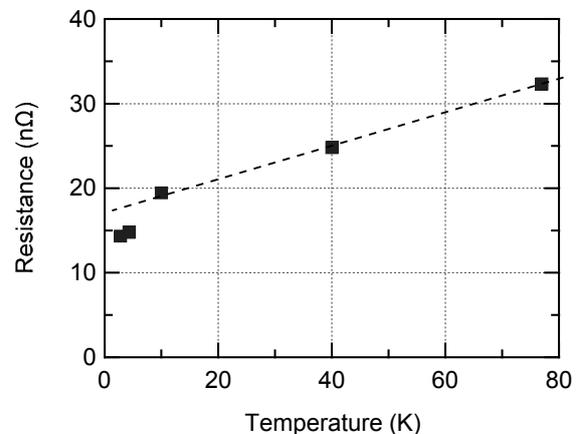


Fig. 2 Temperature dependences of circuit resistance.

謝辞

本成果の一部は、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]によって得られたものです。

超電導接合を用いた永久電流 1.3 GHz (30.5 T) NMR に向けて ～永久電流 400 MHz (9.39 T) LTS/REBCO NMR の運転特性～

Towards a persistent current 1.3 GHz NMR using superconducting joints

– Operation of a persistent 400 MHz (9.39 T) LTS/REBCO NMR –

柳澤 吉紀, 朴 任中, 高橋 雅人, 山崎 俊夫(理研); 末富 佑(千葉大); 山岸 風摩, 高尾 智明(上智大);
大木 康太郎, 山口 高史, 永石 竜起 (住友電工); 三好 康之, 濱田 衛, 齊藤 一功(JASTEC);
北口 仁(NIMS); 蜂谷 健一(JEOL RESONANCE); 石井 佳誉(東工大); 前田 秀明 (JST)

YANAGISAWA Yoshinori, PIAO Renzhong, TAKAHASHI Masato, YAMAZAKI Toshio (RIKEN); SUTOMI Yu (Chiba Univ.);
YAMAGISHI Kazama, TAKAO Tomoaki (Sophia Univ.); OHKI Kotaro, YAMAGUCHI Takashi, NAGAISHI Tatsuoki (SEI);
MIYOSHI Yasuyuki, HAMADA Mamoru, SAITO Kazuyoshi (JASTEC); KITAGUCHI Hiotoshi (NIMS);
HCHITANI Kenichi (JEOL RESONANCE); ISHII Yoshitaka (Tokyo Tech.); MAEDA Hideaki (JST)

E-mail: yoshinori.yanagisawa@riken.jp

1. はじめに

我々は、永久電流 1.3 GHz (30.5 T) LTS/HTS NMR の開発を目指している。最大の挑戦は、永久電流運転を実現するための超電導接合技術の開発とコイル実装であり、これには HTS 線材同士の接合と、HTS 線材と LTS 線材の接合を含めた数種類の接合が必要となる。

要素技術開発として、REBCO 線材同士の超電導接合[1]を用いた永久電流 400 MHz (9.39 T) LTS/REBCO NMR の開発を進めている[2]。これは、高分解能 NMR 計測を通して接合特性を精密に評価するとともに、HTS 線材同士の超電導接合を用いた初の永久電流 NMR 磁石を実証するための開発である。開発は、簡易的な構造のコイルによる第一段階と、Bi-2223 内層コイルを含め 1.3 GHz NMR に拡張可能な最適設計コイルによる第二段階に分けて進めている。

本報では、上記の第一段階の開発における 400 MHz LTS/REBCO NMR の永久電流運転特性を報告する。

2. 400 MHz LTS/REBCO NMR

1.3 GHz NMR では、LTS-HTS コイルの直列運転が理想であるが、现阶段では REBCO 線材と NbTi 線材の接合が実現していないため、今回の 400 MHz NMR では、REBCO 内層コイルと LTS 外層コイルをそれぞれ個別に永久電流運転した。Table 1 に REBCO 内層コイルと LTS 外層コイルの諸元を示す。REBCO 内層コイルは一本の線材でレイヤー巻線し、同コイルと REBCO PCS との接合は 2 箇所である。400 MHz LTS/REBCO マグネットを含む NMR システムを理研の中央 NMR 棟に設置し、励磁試験を行った。

3. 励磁試験

始めに REBCO 内層コイルのみの励磁を行い、100 A において 3 日間にわたって永久電流運転を行った。Fig. 1 に示すように、ホール素子の計測精度の中では有意な磁場ドリフトは見られず、コイルの健全性を確認できたので消磁した。

次にコイル全体の励磁として、まず LTS 外層コイルを定格電流である 134.8 A に励磁し、永久電流運転状況を確認した。さらに、REBCO 内層コイルを 50 A に励磁して永久電流運転状況を確認し、最後に定格電流である 92.7 A にまで励磁して永久電流運転した。最終的に、内層・外層コイルとも永久電流状態での 400 MHz (9.4 T) 運転の開始に成功した (Fig. 2 参照)。

当日は、400 MHz 永久電流運転における遮蔽電流の影響・磁場ドリフト率・磁場均一度・高分解能 NMR 測定結果を報告する。

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。

参考文献

- [1] Ohki et al. SuST 30 (2017) 115017
- [2] 上野他, 2017 年度秋季低温工学・超電導学会 2A-a04
- [3] 柳澤他, 2018 年度春季低温工学・超電導学会 2A-a02

Table.1 Specifications of the REBCO inner coil and LTS outer coils for a 400 MHz LTS/REBCO NMR magnet.

| | REBCO inner coil | LTS outer coils |
|--------------------------------------|------------------|--------------------------|
| Conductor | REBCO (SEI) | Nb ₃ Sn, NbTi |
| Conductor width/thickness (mm) | 4.05/0.14 | - |
| Conductor I _c at 77 K (A) | ~200 | - |
| Conductor length (m) | 37.2±1.2 | 29761 |
| ID/OD/Height (mm) | 81.5 / 83/148.5 | 132.6 / 289.3/- |
| Total turns | 144 | 34878 |
| Number of layers | 4 | 174 |
| Operating current (A) | 92.7 | 134.8 |
| Field (T/MHz) | 0.0988/4.2 | 9.30/396 |

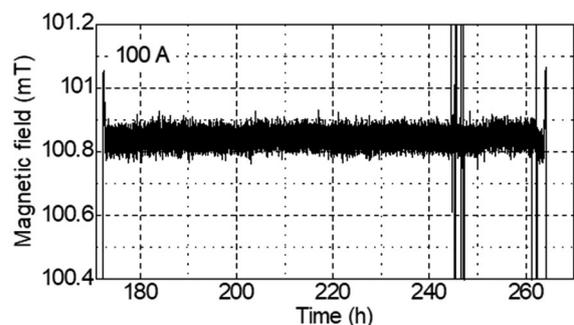


Fig.1 Measured magnetic field in a single persistent operation of the REBCO inner coil at 4.2 K at 100 A.

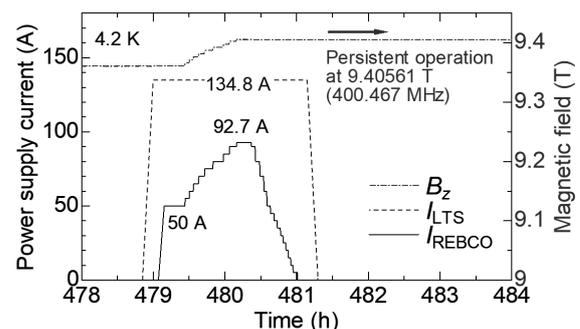


Fig.2 Persistent operation at 400 MHz.