

# Bi-2223テープ線材の 超伝導フィラメント内の 電流密度分布の評価

松下研究室

08674004

上野 俊輔

平成22年2月16日

情報システム専攻

# 目次

|                       |    |
|-----------------------|----|
| 第1章 序章                | 1  |
| 1.1 はじめに              | 1  |
| 1.1.1 超伝導体とは          | 1  |
| 1.1.2 Bi系超伝導体         | 2  |
| 1.1.3 ピン止め            | 2  |
| 1.2 Bi-2223 テープ製造法    | 3  |
| 1.2.1 PIT法            | 3  |
| 1.2.2 多芯化             | 5  |
| 1.2.3 加圧焼結法           | 5  |
| 1.2.4 加圧焼結法の効果        | 6  |
| 1.3 本研究の目的            | 7  |
| 第2章 実験                | 8  |
| 2.1 試料                | 8  |
| 2.2 実験方法              | 9  |
| 2.2.1 微小交流磁界重畳法       | 9  |
| 第3章 結果と検討             | 12 |
| 3.1 $\lambda'-b_0$ 特性 | 12 |
| 3.2 キャンセリングによる測定誤差    | 17 |
| 3.3 臨界電流密度の評価         | 17 |
| 第4章 まとめ               | 20 |
| 4.1 まとめ               | 20 |
| 4.2 今後の課題             | 20 |

# 表 目 次

|     |                  |   |
|-----|------------------|---|
| 2.1 | 試料の諸元 . . . . .  | 8 |
| 2.2 | 試料のサイズ . . . . . | 9 |

# 目 次

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.1  | PIT法による製造過程 . . . . .                                | 4  |
| 1.2  | 焼結後のSEM像 (a) 大気圧焼結 (b) 加圧焼結 . . . . .                | 6  |
| 2.1  | 試料断面の観察 . . . . .                                    | 9  |
| 2.2  | フィラメント断面の詳細. 右は断面積が等しい等価フィラメントの断面形状を示す. . . . .      | 9  |
| 2.3  | 交流磁束の侵入の様子 . . . . .                                 | 10 |
| 2.4  | 微小交流磁界重畳法 . . . . .                                  | 11 |
| 2.5  | テープの切断 . . . . .                                     | 11 |
| 3.1  | 55 芯 (テープ端) の $\lambda'-b_0$ 特性 . . . . .            | 12 |
| 3.2  | 55 芯 (テープ中央) の $\lambda'-b_0$ 特性 . . . . .           | 13 |
| 3.3  | 121 芯 (テープ端) の $\lambda'-b_0$ 特性 0.0–0.5 T . . . . . | 14 |
| 3.4  | 121 芯 (テープ端) の $\lambda'-b_0$ 特性 0.5–1.0 T . . . . . | 14 |
| 3.5  | 121 芯 (テープ中央) の $\lambda'-b_0$ 特性 . . . . .          | 15 |
| 3.6  | 211 芯 (テープ端) の $\lambda'-b_0$ 特性 0.0–0.5 T . . . . . | 15 |
| 3.7  | 211 芯 (テープ端) の $\lambda'-b_0$ 特性 0.5–1.0 T . . . . . | 16 |
| 3.8  | 211 芯 (テープ中央) の $\lambda'-b_0$ 特性 . . . . .          | 16 |
| 3.9  | キャンセリング . . . . .                                    | 17 |
| 3.10 | 55 芯 (テープ端) の臨界電流密度の評価 . . . . .                     | 18 |
| 3.11 | 微小交流磁界重畳法と四端子法の比較 . . . . .                          | 19 |

# 第1章 序章

## 1.1 はじめに

### 1.1.1 超伝導体とは

1907年にカメリン・オネス (Kamaerlingh Onnes) によってヘリウムの液化が成功し、極低温下での実験が可能となった。さらに1911年に極低温下での水銀の抵抗測定中に電気抵抗がゼロとなる超電導現象が初めて観測された。その後、超伝導に関する研究が進められ、1933年にマイスナー (Fritz Walther Meisner) らによって超伝導体が完全反磁性 (マイスナー効果) をもつことが分かった。それ以降、様々な金属や合金、化合物で超伝導体が発見されたが、その発現機構は長期に渡って不明瞭なままであった。しかし、1957年にBCS理論が提唱され、超伝導の発現機構は徐々に明らかになっていった。1986年、ベドノルツ (Johannes G. Bednorz) とミュラー (Karl Alex Müller) によって酸化物系物質 (La-Ba-Cu-O) で30 K級超伝導体の可能性が示された。その後、液体窒素の沸点 (77.3 K) を超える臨界温度を持つ Y-Ba-Cu-O や Bi-Sr-Ca-Cu-O などの高温酸化物超伝導体が発見され、液体窒素冷却での応用の期待が一気に高まった。

超伝導体は主として線材に応用され、電気抵抗がゼロ、すなわちエネルギー損失なく大きな電流を流せるという特性を利用する。エネルギー損失なく高い電流密度で流せるため省エネルギー、省スペースに期待されている。

応用例として船舶用モータ [1]、また線材をコイルに利用すると非常に強力で安定した磁界を発生させることができることから、磁気浮上列車用 [2] などが挙げられる。また、医療用の磁気共鳴映像診断装置 (MRI) [3] や他にも、核融合発電など最先端技術分野での応用も研究されている。これらの応用には、大きな電流を流せる線材が必要であるが、超伝導体には超伝導状態で流すことのできる最大の電流が存在する。ある電流量を超えた場合、超伝導体に抵抗が発生して抵抗状態になる。この電流を臨界電流  $I_c$  と呼び、その電流密度を臨界電流密度  $J_c$  と呼ぶ。また、超伝導状態から常伝導状態に移る磁界が存在する。超伝導体は第一種超伝導体と第二種超伝導体に分けられるが、第一種超伝導体では臨界磁界  $B_c$  以下の磁界中では完全反磁性を示し、 $B_c$  より大きい磁界では常伝導状態へ移行する。第二種超伝導体に関しては、章 1.1.3 にて詳しく述べる。

### 1.1.2 Bi系超伝導体

これまで述べてきたように、超伝導体は線材としての応用に期待されている。ところで、超伝導線材の材料には臨界温度  $T_c$  が高い酸化物超伝導体がよく用いられる。しかし、酸化物超伝導体は脆いセラミックスであるため線材に加工するのは簡単ではない。また、酸化物超伝導体は超伝導電流が流れる超伝導層と絶縁的なブロック層が積み重なった層状構造のため、電流が流れる向きが決まっている。したがって、高い臨界電流の線材を作るためには結晶の向きを揃える必要があり、容易ではない。しかし、Bi系高温超伝導体は電流が流れる CuO 面に広がった面上に結晶が育ちやすいという特徴があり、銀パイプに原料となる粉末を入れテープ状に圧延加工することで結晶の向きがほぼ揃った組織が形成される。銀パイプに原料を詰め、テープ状に加工し、焼結し、超伝導線材を作る方法はパウダーインチューブ法 (Powder In Tube: PIT) と呼ばれる。この方法で Bi系線材は高臨界電流の線材を作製できることから、線材開発が主流となっている。

Bi系超伝導体には臨界温度  $T_c$  が 30 K の Bi-2201, 95 K の Bi-2212, 110 K の Bi-2223 がある。数字は、Bi-Sr-Ca-Cu の比を表し、CuO<sub>2</sub> 面間に Ca イオンが入ることによって単位格子内の CuO<sub>2</sub> 面の数が増えて、それとともに臨界温度  $T_c$  も高くなっていく。したがって、Bi系の中で  $T_c$  が最も高い Bi-2223 がの用価値が高く、研究が進められている。また、Bi-2223 は Pb を添加することで初めて単相が得られるため、(Bi-Pb)-2223 の組成が用いられる。Bi-2223 は Bi-2212 を原料として作られる為、線材として完成したときに Bi-2212 相が若干残ってしまう。これが臨界電流  $I_c$  を低下させてしまう原因になると考えられている。

### 1.1.3 ピン止め

Bi系超伝導体は、第二種超伝導体に属する。前に超伝導体の性質として完全反磁性を述べたが、第二種超伝導体は外部磁界が大きくなり、完全反磁性が崩れ磁束線が超伝導体内に侵入しても超伝導状態は壊れない。この状態では、超伝導体内部の磁束線が量子化されており、侵入した磁束線の中心部分が常伝導状態となり、超伝導体は部分的な反磁性を示す。この状態を混合状態と呼び、完全反磁性を示す状態と混合状態の境となる磁界を下部臨界磁界  $B_{c1}$  と呼ぶ。さらに外部磁界を大きくすると混合状態から常伝導状態に移る。このとき磁界を上部臨界磁界  $B_{c2}$  と呼ぶ。今、 $B_{c1}$  より大きく、且つ  $B_{c2}$  より小さい磁界中の超伝導体に電流密度  $J$  を流した場合を考える。このとき侵入した磁束線 (磁束密度  $B$ ) に対して Lorentz 力  $F_L (F_L = JB)$  が発生し、その力によって磁束線が動いたとき、電界が発生する。すなわち抵抗が発生してしまう。電界を発生させないためには磁束線の動きを止める必要があり、超伝導体内の不純物や欠陥などがその役目を担っている。そうした不純物や欠陥などをピンニングセンターと呼び、Lorentz 力がある臨界値を超えるまで、磁束線の動きを止める働きをする。これをピン止め効果と呼び、その力をピンニング

力 (以降ピン力) と呼ぶ。

Bi系線材の特徴として凝縮エネルギー密度が小さくピン力が小さいことがあげられる。超伝導状態は常伝導状態の基底状態よりさらにエネルギーの低い状態であり、凝縮エネルギー密度は外部磁界がない場合の超伝導状態と常伝導状態のエネルギーの差 (単位体積当り) に等しく、 $B_c^2/2\mu_0$  で与えられる。ここで第二種超伝導体では  $B_c$  は熱力学的臨界磁界と呼ばれる。ピン力は凝縮エネルギー密度に比例する。よって凝縮エネルギー密度が小さいとピン力も小さい。 $F_L = F_p$  となるような電流密度  $J$  が臨界電流密度  $J_c$  となるので、 $J_c = F_p/B$  となる。この関係から、 $F_p$  が大きければ臨界電流密度  $J_c$  も大きくなることが示される。現実には、超伝導体内の  $J$  が  $J_c$  より小さい場合でも電界  $E$  は完全にゼロとはならない。これは、磁束クリープが起こるためである。ピン力が弱いため、Bi系線材は高温高磁界において磁束クリープの影響を強く受ける。これが原因となってさらに臨界電流密度が大きく低下してしまう。

$E$ - $J$  曲線の電界の立ち上がりは金属超伝導体や Y 系の超伝導体に比べ緩やかになる。 $E$ - $J$  特性を  $E = J^n$  としたとき。この指数  $n$  を  $n$  値と呼ぶ。 $n$  値は、磁束クリープによる影響や、超伝導線材の臨界電流密度の空間的な不均一さやソーセージング (章:1.2.1) という極細フィラメントの径の不均一さなどに起因していると考えられている。 $n$  値は特に高温高磁界において低くなる。これは、高温になると磁束クリープの影響が強くなることに加えて、臨界電流密度  $J_c$  の空間的な不均一さが臨界電流密度の平均値に対して相対的に大きくなる (高温高磁界中では  $J_c$  は小さくなるが、そのばらつき幅  $\Delta J_c$  はあまり変化しない) ことが影響していると考えられている。また、超伝導体内の不均一さは結晶間の弱結合、結晶内部の特性や、前に述べたフィラメントのソーセージングなどによるものであると考えられており、PIT 法の 2 次焼結処理時に加圧焼結を用いることで臨界電流特性が向上するのはこれらの問題が改善されるからであると考えられている。

## 1.2 Bi-2223 テープ製造法

### 1.2.1 PIT 法

Bi系テープ線材の作製法として初期から PIT 法が用いられてきた。PIT 法とは、酸化物の仮焼きした粉末を銀パイプに充填し、伸線、圧延加工しテープ状にした後、焼結処理をほどこして銀シース線材を作製する方法である。銀シース法とも呼ばれ、この方法で多芯線にするにはある程度加工した丸線を多数銀パイプに詰め込み、この工程を繰り返す。図 1.1 に PIT 法によるテープ線材の製造過程を示す [4]。また、以下に作成過程の概要を示す。

1. 粉末の製造法には代表的なものとして、酸化物 ( $\text{Bi}_2\text{O}_3, \text{CuO}$ ) や炭酸塩 ( $\text{SrCO}_3, \text{CaCO}_3$ ) を混合する固相法、硝酸塩水溶液から沈殿させる湿式法、硝酸塩水溶液を高温中に

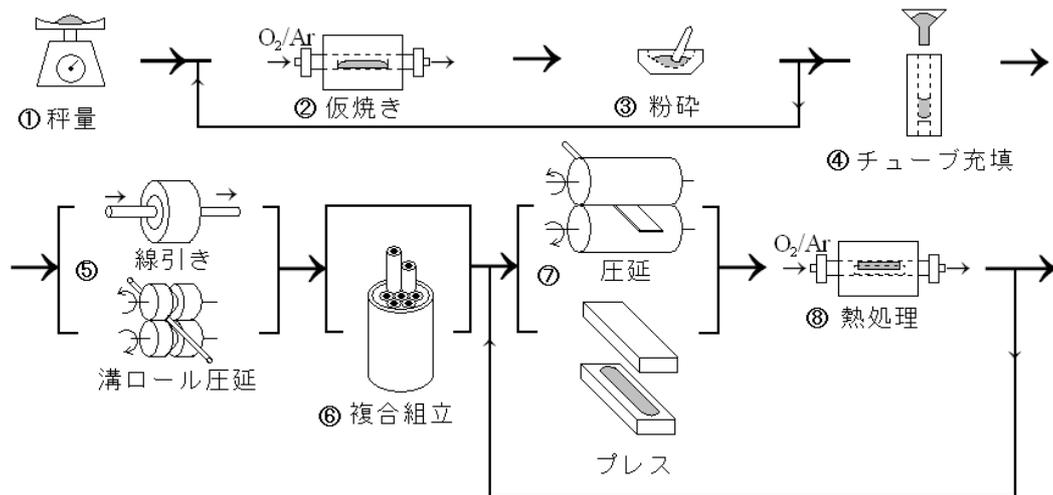


図 1.1: PIT 法による製造過程

噴霧し乾燥させるスプレー法がある。

2. 秤量した粉末を仮焼きし、それを砕いて粉末状にする。この工程で作製された Bi-2212 相を主相とする、Ca、Cu、Pb などの化合物が含まれる粉末がテープ線材の原料となる。
3. 加工工程では原料の粉末を銀パイプに充填しロール圧延やプレス圧延によってテープ状にする。
4. テープ状に加工した試料に一次焼結処理を施し Bi-2223 相を構成する。この時超伝導組織の体積密度が 80 %程度まで低下してしまうため、再び圧延加工を施し密度を向上させる。この圧延により機械的に結晶の配向を向上させる。
5. その後 2 次焼結処理を施し、Bi-2223 相の体積率を増加させる。これらの処理を何度か繰り返すことにより、高  $I_c$  のテープ線材を作製することができる。

このように Bi-2223 テープ線材は PIT 法を用いて作製されるが、高  $I_c$  の線材を作製するためには  $a$ - $b$  平面に広がった薄い板状の結晶の向きを揃える必要がある。これは、Bi 系の酸化物超伝導体は  $c$  軸方向のコヒーレンス長が短いため、 $a$ - $b$  平面方向に結晶の向きを揃えて、電流を流れやすくする必要があるためである。Bi-2212 線材では、Bi-2212 単相を銀パイプに充填して加工を施し、その後部分融解が起こる 880 ~ 900 まで温度を上昇させ、 $10 \sim 1$  /h の速度で徐々に冷却することで銀の界面に沿って結晶が配向し高い結合性の組織が得られるが、Bi-2223 では融解と同時に分解も起こるためこの方法は使えない。したがって Bi-2223 線材では前段階の Bi-2212、CaPbO<sub>4</sub>、Ca-Cu-O などが含まれる粉末を銀パイプに充填しテープ状に加工し、その後 1 次焼結と 2 次焼結の間に圧延加工を施すことで結晶がテープ面に対して配向した  $c$  軸の配向が高い線材を作製することができる。

PIT法では銀パイプに原料を詰めて作製するが、これはセラミックスのテープに可とう性を持たせるためであり、また機械的な強度の上昇などの利点も得られる。しかし、テープ内の銀の比率が上がると、超伝導組織の全体を占める割合が減るため臨界電流は減少する。したがってシース材も線材の特性を考える上で重要な部分となっている。現在では塑性加工性、耐酸性、酸素透過性、高電気伝導率などの観点から経験的に銀およびその合金が最もよく使われている。銀は電気伝導度及び熱伝導度が高く、加工もしやすい。また、試料の超伝導部分が発熱などで破損した場合には、銀が電流パスの役目をはたすとともに発生熱をすみやかに除去するので、試料の安定化につながる。銀の合金としては機械的な強度の改善のためCuやMgなどのとの合金化が試みられている<sup>3,4)</sup>。

しかし、線材はセラミックスと金属との複合構造であるため、塑性加工が難しく、塑性加工する際にフィラメントのソーセージングなどの問題がある。これによるフィラメントに不均一さが生じ臨界電流密度 $J_c$ が低下することが知られている。

上記以外にPIT法の特徴として多芯化が容易であることがあげられる。多芯化により、交流を送電する際の交流損失を抑える事ができるなど様々なメリットがある。また、PIT法では長尺化が比較的容易にできることも線材開発としては大きなメリットである。

### 1.2.2 多芯化

上述のようにPIT法では多芯化が容易にできることも線材開発としては大きなメリットである。多芯化することにより、フィラメントと銀との界面が増え臨界電流密度 $J_c$ が増加することが知られている。これは銀との界面近傍の酸化物超伝導体はフィラメント中心部分に比べて配向性が良いことが臨界電流密度 $J_c$ の増加のメカニズムとなっている。銀との界面増加にともない臨界電流密度 $J_c$ が飛躍的に増加するので、実際の線材では超伝導電流の大部分は銀との界面近傍に流れているとも考えられている。

多芯化にともないフィラメントサイズの細心化が可能となる。これにより一つのフィラメントから発生する熱量が減り熱が銀へ拡散しやくすなる。ところで、フィラメントが超伝導状態から何らかの原因で常伝導状態に遷移する場合がある。このとき銀が電流のバイパスとなり、その間に冷却されフィラメントが再び超伝導に遷移し、電流はフィラメントを流れるようになる。このような機構により磁気的不安定性が解消できる。これまでBi-2223銀シーステープ線材の芯数は121芯が主流であったが、近年最芯化技術の発達により200芯を超える線材が作成可能となった。

### 1.2.3 加圧焼結法

Bi-2223線材はPIT法で作製され、その製造プロセスの基本的な部分は確立されているが、その最適化はまだである。PIT法における作製工程は、粉末工程、加工工程、焼結工程となるが、二次圧延処理時にフィラメントにクラックが生じたり、焼結処理時に空隙

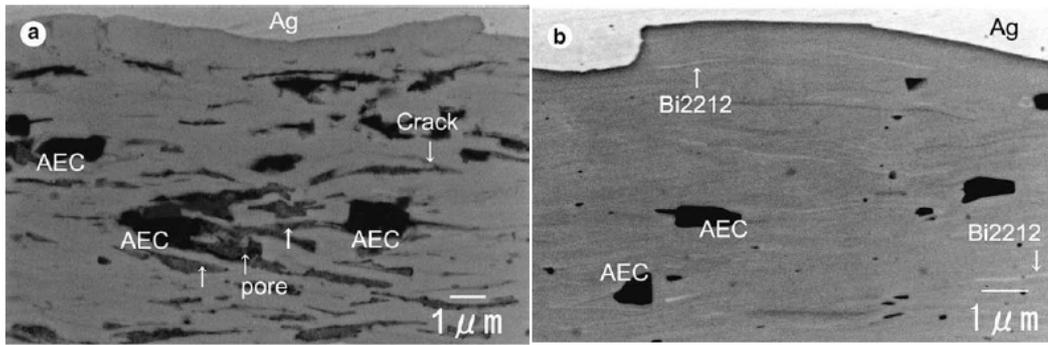


図 1.2: 焼結後の SEM 像 (a) 大気圧焼結 (b) 加圧焼結

が生じることにより超伝導層の体積密度が低下してしまうなどの問題がある。このため、超伝導電流パスが制限されてしまうため  $J_c$  が低下する。したがって二次焼結処理時に密度を低下させない工夫が必要となってくる。

そこで、2次焼結処理時に加圧焼結 (Controlled Over Pressure process: CT-OP) を用いる。従来の方法では2次焼結処理時に大気圧で焼結を行うが、加圧焼結法ではこのとき約300気圧の圧力をガスにより線材に印加した雰囲気中で焼結を行う。この処理により、圧延時に生じたフィラメントのクラックの修復や焼結時に発生する空隙による体積密度の低下などの問題を改善できる。また、加圧焼結法では大気圧焼結の線材に比べ、Bi-2223 結晶同士の結合が密になり、結晶のテープ面に対する配向も向上する。このように、加圧焼結法を用いることにより、フィラメントの組織が大幅に改善されるため臨界電流特性や機械的強度の向上などの効果が得られる。

#### 1.2.4 加圧焼結法の効果

Bi-2223 テープ線材の製造過程において加圧焼結法を用いることで様々な効果が得られるが、すでにいくつか報告されており [8, 9]、それらを簡単に列挙する。

- フィラメントの体積密度に関しては、従来の大気圧焼結では圧延により93%まで増加した相対密度が、焼結時に88%まで低下していた。しかし、加圧焼結を用いることでフィラメントの相対密度はほぼ100%まで上昇した。
- 図1.2は焼結した線材のフィラメントのSEM像である。灰色の部分がBi-2223相であり粒上の黒い部分は(Ca,Sr)-Cu-Oなどのアルカリ土類銅 (alkaline earth cuprates: AEC) である。また線上の黒い部分は空隙やクラックである。従来の大気圧焼結された線材と加圧焼結された線材を比較すると、従来焼結された線材では異相が多く、空隙やクラックも多い。しかし加圧焼結された線材ではそれらが改善されており、フィラメントの相対密度が上昇した結果と一致する。

- 帯磁率の温度依存性から得られたフィラメントにおける Bi-2212 相の生存率の結果によると、大気圧焼結の線材では 0.5 強であったものが、加圧焼結の線材では 0.4 と 2 割程度向上しており、Bi-2223 の単層化が進んでいる。
- X 線解析のロッキングカーブにより測定した Bi-2223 結晶のテープ面からの  $c$  軸配向のずれの結果によると、大気圧焼結の線材ではこのずれ角が 10.3 度程度であったのに対し、加圧焼結を用いた線材では 9.7 度程度となっており、加圧焼結により配向度が改善されている。
- 引っ張り試験による機械強度の評価によると、臨界電流が引っ張り前の値から落ち始める引っ張り応力が、銀比 1.5 の線材では大気圧焼結の線材で 85 MPa、加圧焼結法を用いた線材では 154 MPa であった。また銀比 2.2 の線材では 106 MPa に対して 220 MPa と倍以上になっている。銀比 1.5 の加圧焼結線材が銀比 2.2 の大気圧焼結線材の値を上回ったことから、加圧焼結法によるフィラメントの強度の向上が線材の機械強度に大きく影響している。
- 1500 m の加圧焼結線材において、長手方向に 4 m 毎に臨界電流と  $n$  値のばらつきを評価したところ、1500 m 全ての領域で均一な性能であることがわかっており、特に高銀比・低銀比ともに  $n$  値が 21 と高い値を示している。
- Bi-2223 線材を液体窒素で冷却する場合、液体窒素が空隙に入り込み、温度上昇時に液体窒素がガス化し、線材が膨れ上がり性能が大きく低下するバルーニングという現象が起こる。しかし、加圧焼結を用いることで空隙やクラックが消滅するため、バルーニングを防ぐことができる。

### 1.3 本研究の目的

CT-OP 法で作製された Bi-2223 テープ線材は、超伝導体内の空隙やクラックの消滅などの効果が得られ、それにより、結晶の配向性が向上し結合性も向上する。その結果臨界電流密度  $J_c$  や臨界電流  $I_c$  が向上することが分かっている。これは、超伝導相内の電流パスの増加やピン力の向上などによるものだと考えられている。また、当初 77.3 K における  $I_c$  は 150 A 程度であったが、現在では処理技術の向上により 200 A を超える  $I_c$  を実現している。

また Bi-2223 テープの芯数の増加及びフィラメント (芯) の細芯化で配向性が向上し臨界電流密度  $J_c$  の特性向上することが分かっている。昨年度の研究では芯数の異なる試料の  $J_c$  を測定し、その結果  $J_c$  や  $B_i$  が向上していることが確かめられた。その要因として銀界面が増えた事が挙げられるが、銀界面付近のどの程度の深さまで特性が向上しているのかは分かっていない。したがって、本研究ではより詳細に特性を調べるために超伝導フィラメント内の電流密度分布の評価を試みた。

## 第2章 実験

### 2.1 試料

本実験で用いた試料は住友電気工業株式会社より提供して頂いた PIT 法で作製された Bi-2223 銀シース多芯テープ線材である。これらには全て最終熱処理プロセスにおいて加圧焼結法 (CT-OP 法) が適応されている。

77.3K および自己磁界中での臨界電流  $I_c$ , 臨界温度  $T_c$  を表 2.1 に示す。ここで,  $n_f$  は多芯テープ線材のフィラメント数である。

表 2.1: 試料の諸元

| 試料   | $I_c$ [A] | $T_c$ [K] | $n_f$ |
|------|-----------|-----------|-------|
| N55  | 155       | 111.7     | 55 芯  |
| N121 | 190       | 111.7     | 121 芯 |
| N211 | 190       | 111.7     | 211 芯 |

N55 のフィラメント数をもっとも少なく N211 がもっとも多い仕様となっている。N121 は以前と同様の仕様となっておりこれを元に比較する。次に、試料の概要図を図 2.1 に、フィラメントの詳細図を図 2.2 に示す。図の黒い部分一つが一つのフィラメントを示しており、その周りの薄い灰色部分が銀を示している。実際、試料の幅に対して厚さはかなり小さく、肉眼で観測するのは難しい。各試料のサイズ (幅  $w$ , 厚さ  $t$ ) とフィラメントのサイズ (幅  $\langle w_{fm} \rangle$ , 厚さ  $t_f$ ) を表 2.2 に示す。表 2.2 においてフィラメントの厚さ  $t_f$  は図 2.2 で示すようにフィラメント断面を同面積の長方形と見なした場合の厚さの平均である。幅  $\langle w_{fm} \rangle$  はその長方形とみなしたときの幅であり、これはフィラメントの最大幅  $w_{fm}$  の平均値としている。つまり全フィラメントを同一な物としてみなしている。ここで図 2.1、2.2 の  $t_{fm}$  はフィラメントの厚さの最大値である。試料の測定は断面を光学顕微鏡を用いて観察し、フィラメントの最大幅  $w_{fm}$  の平均値  $\langle w_{fm} \rangle$  を求め、これとテープサイズと銀比からフィラメントの平均厚さ  $t_f$  を求めた。ここで銀比とは、超伝導フィラメントの断面積に対する銀の断面積の割合のことである。表 2.2 で示している銀比は観察した試料の断面から画像処理ソフトを用いて求めている。試料サイズ測定のために切り出した試料数は 5 本であり、その長さ  $l_s$  は 2~3 mm である。表 2.2 を見てみると、フィラメント数が少ない試料ほどフィラメント一つの大きさが大きく、逆にフィラメント数が多い試料ほどフィラメント

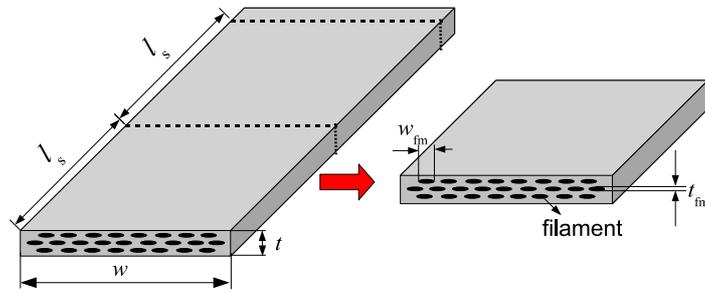


図 2.1: 試料断面の観察

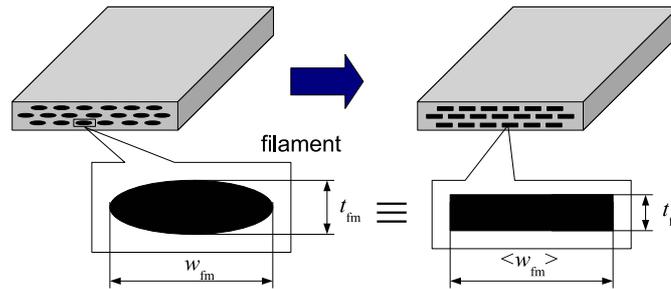


図 2.2: フィラメント断面の詳細. 右は断面積が等しい等価フィラメントの断面形状を示す.

は細い仕様となっている。またテープサイズはどの試料もほとんど等しい。この二つの特徴は銀比に差があまり見られないことと一致している。

表 2.2: 試料のサイズ

| 試料  | $t \times w [\text{mm}^2]$ | $t'_f \times \langle w_{fm} \rangle [\mu\text{m}^2]$ | 銀比  |
|-----|----------------------------|--|-----|
| # 1 | $0.240 \times 3.99$        | $14.7 \times 457$                                    | 1.6 |
| # 2 | $0.240 \times 3.95$        | $10.5 \times 298$                                    | 1.5 |
| # 3 | $0.239 \times 4.00$        | $8.22 \times 220$                                    | 1.5 |

## 2.2 実験方法

### 2.2.1 微小交流磁界重畳法

交流磁界を超伝導体に加え遮蔽電流を誘起させ、超伝導体に入入りする磁束の応答を測定することにより遮蔽電流密度を測定することが可能であり、いくつかの方法が知られている。その代表的なものが直流磁界に微小交流磁界を重畳する方法で微小交流磁界重畳法 (AC 法) やキャンベル法と呼ばれている。一般に、超伝導円柱または平板の長さ方向に直流磁界  $B$  および微小交流磁界  $b_0 \cos \omega t$  を印加し、試料に入入りする磁束量を

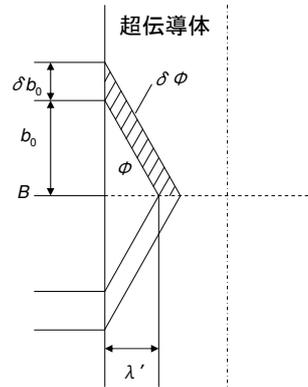


図 2.3: 交流磁束の侵入の様子

ピックアップコイルおよびキャンセルコイルを用いて測定する。交流磁界の振幅が  $b_0$  のときの侵入磁束量の振幅を  $\Phi$ 、 $b_0$  が  $\delta b_0$  だけ増えたときの  $\Phi$  の増加分を  $\delta\Phi$  とする。今回の実験では図 2.4 のように直流磁場および交流磁場を印加して測定を行う。Bi-2223 テープ線材の場合、超伝導フィラメントが個別に存在するため観測される磁束  $\Phi$  は各フィラメントに侵入する磁束の総和である。フィラメントの幅が無限に広い場合を想定すると、交流磁界の侵入深さ  $\lambda'$  はフィラメント厚さ  $t_f$  およびフィラメントの長さ  $L$  を用いて

$$\lambda' = \frac{1}{2n_f(L + t_f)} \frac{\partial\Phi}{\partial b_0} \quad (2.1)$$

で与えられる。また、ここで得られた磁束分布の勾配が  $\mu_0 J$  を与えることとなり、

$$\mu_0 J = \frac{\partial\lambda'}{\partial b_0} \quad (2.2)$$

となる。そして臨界状態ではこれは  $J_c$  に等しい。

また、テープ線材は図 2.5 のようにテープ断面に対して三等分に切断し、テープ中央部とテープ端の 2 箇所の測定を行った。これは、Bi-2223 テープ線材はテープ中央部のフィラメントの結晶配向がよいと考えられており、テープ中央と端でフィラメントの特性が変わってくると考えられるためである。

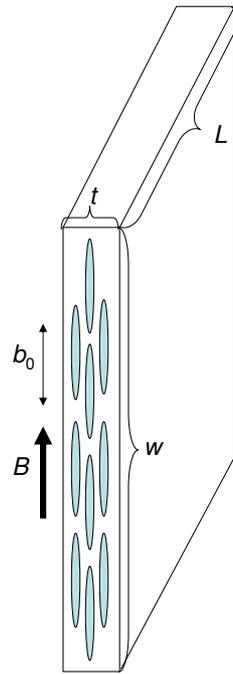


図 2.4: 微小交流磁界重畳法

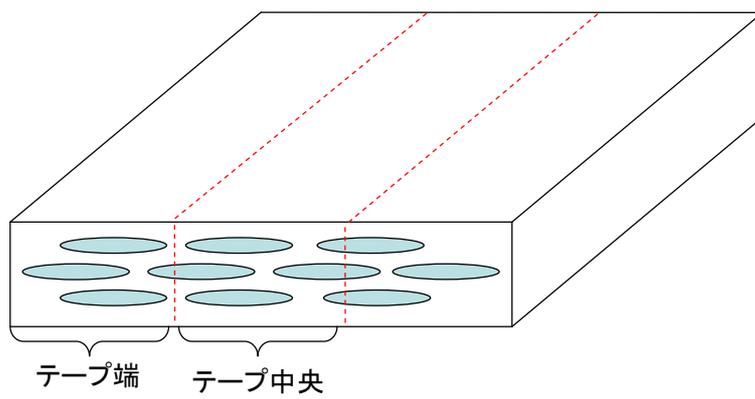


図 2.5: テープの切断

## 第3章 結果と検討

### 3.1 $\lambda'$ - $b_0$ 特性

図 3.1, 3.2 に試料 N55 のテープ端およびテープ中央の  $\lambda'$ - $b_0$  特性の測定結果を示す。その結果、どちらも直流磁界が高くなるにつれ、 $\lambda'$  が増加し、その立ち上がりが早くなっていることがわかる。これは、直流磁界が増加するにつれ  $J_c$  が低くなることを示している。テープ端と中央を比べると、テープ中央の方が曲線の立ち上がりが緩やかであり、 $J_c$  が高く、特性がよいことが確かめられた。

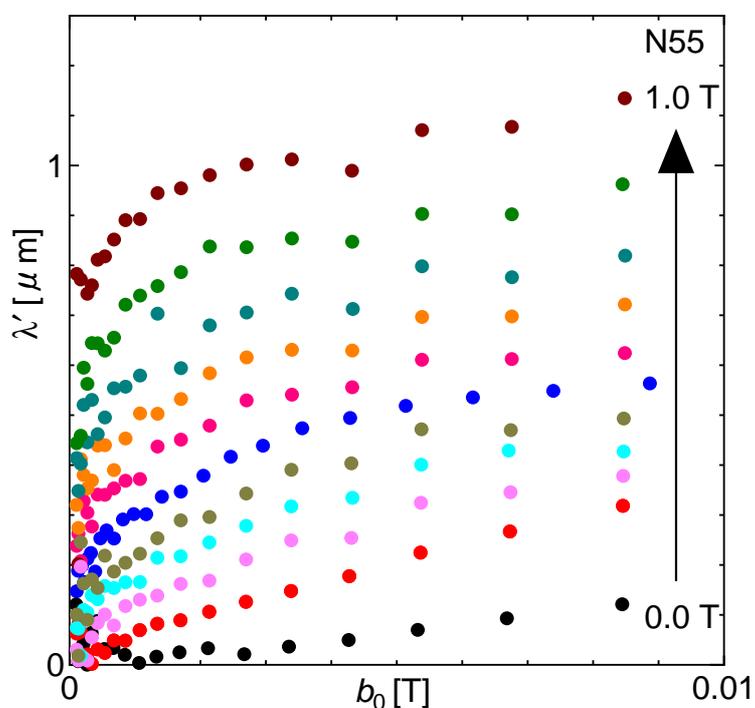


図 3.1: 55 芯 (テープ端) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性

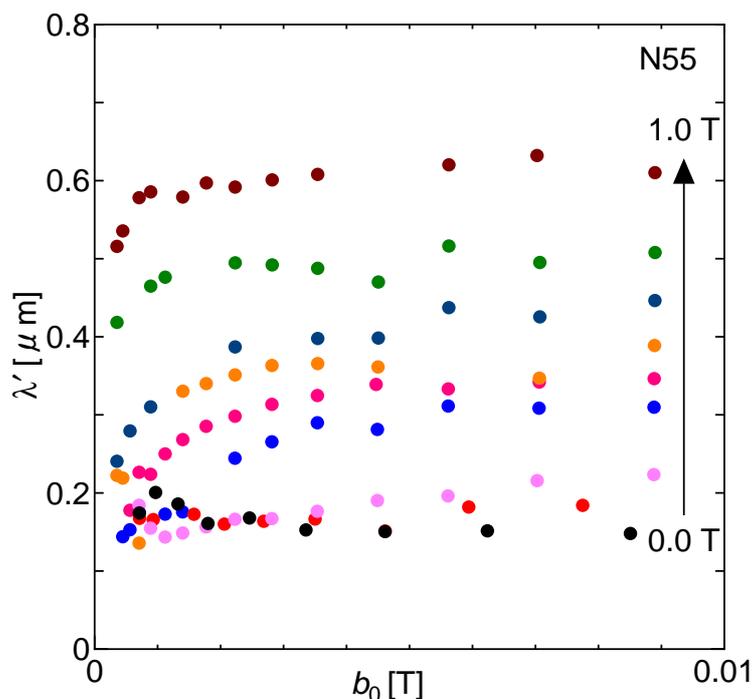


図 3.2: 55 芯 (テープ中央) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性

次に図 3.3–3.8 に試料 N121 および N211 のテープ端、テープ中央の測定結果をそれぞれ示す。テープ端の測定結果は N55 の結果との違いが顕著なため、低磁界側 (0.0–0.5 T) と高磁界側 (0.5–1.0 T) を分けて示している。N121 のテープ端の低磁界では直流磁界および交流磁界が増加するにつれ、 $\lambda'$  が減少するという不自然な結果となった。また、N211 のテープ端に関しても、0.2 T までの低磁界では同様の傾向が見られた。当初、この原因は低磁界では磁束が超伝導体内にほとんど侵入しておらず、測定結果が不自然になったのではないかと考えていた。しかし、昨年度の臨界電流密度の測定結果から 0.2 T 程度ですでに  $j_c$  が減少しはじめており、その可能性は低いと考えられる。この原因については次節で述べる。

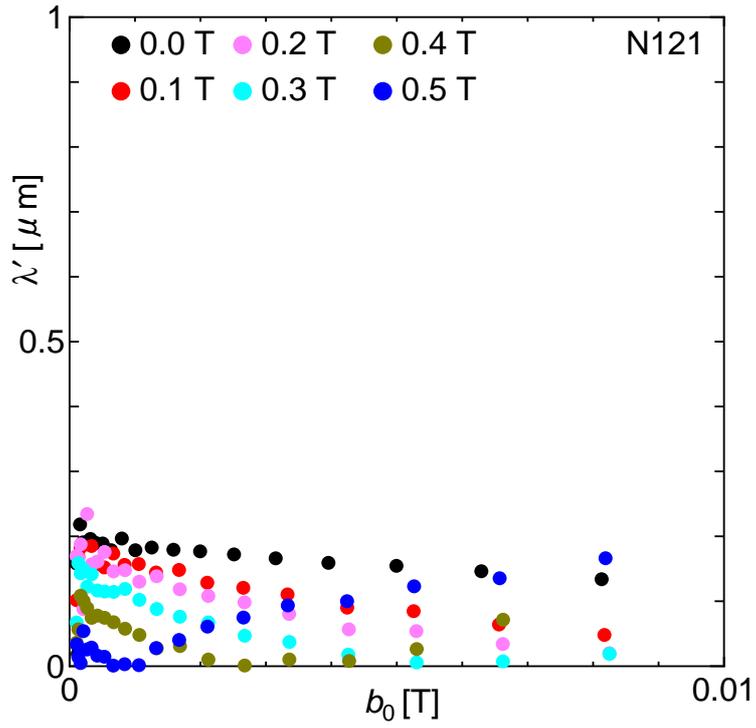


図 3.3: 121 芯 (テープ端) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性 0.0–0.5 T

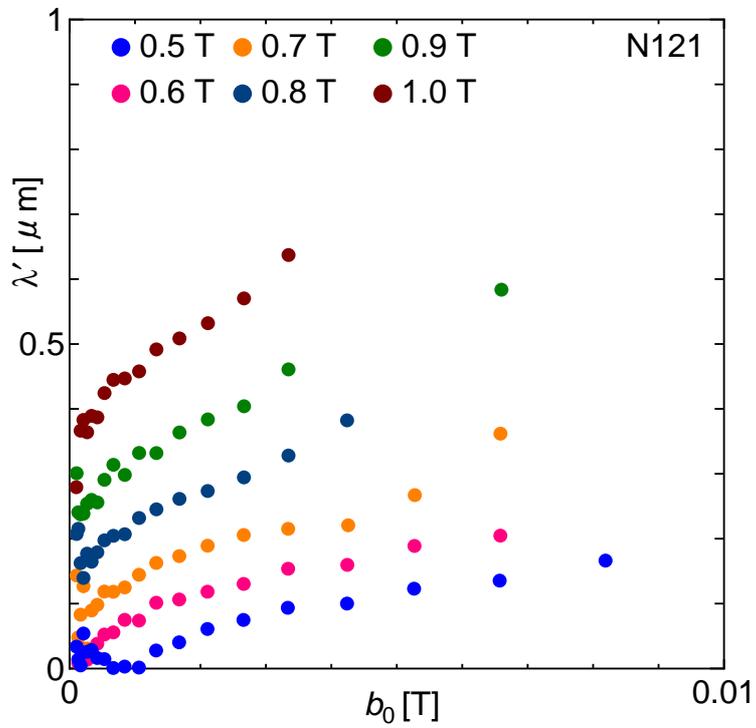


図 3.4: 121 芯 (テープ端) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性 0.5–1.0 T

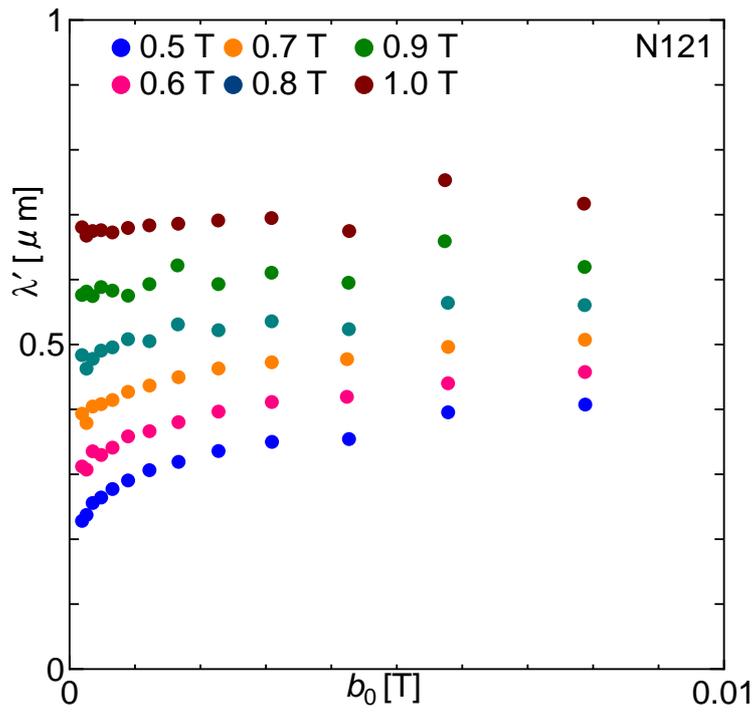


図 3.5: 121 芯 (テープ中央) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性

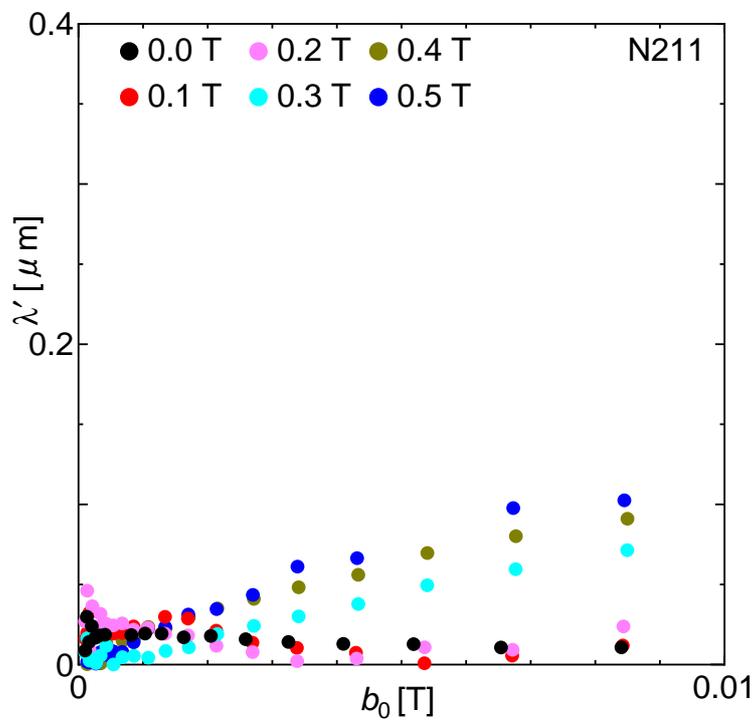


図 3.6: 211 芯 (テープ端) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性 0.0-0.5 T

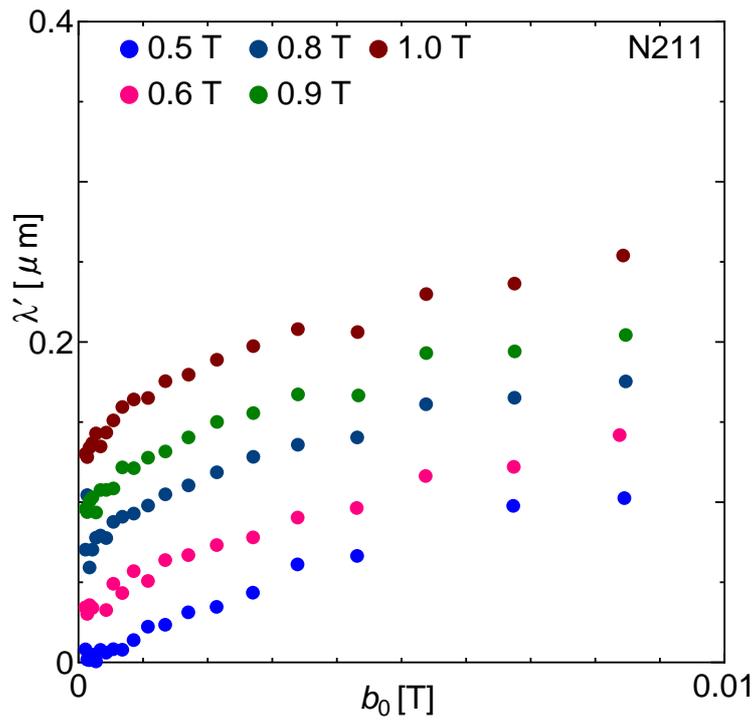


図 3.7: 211 芯 (テープ端) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性 0.5–1.0 T

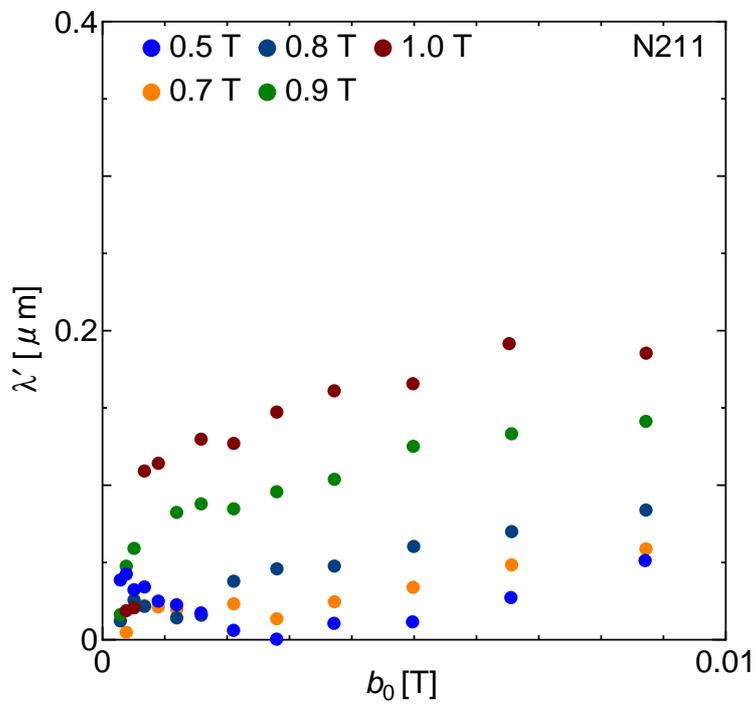


図 3.8: 211 芯 (テープ中央) の  $\lambda'$ - $b_0$  特性

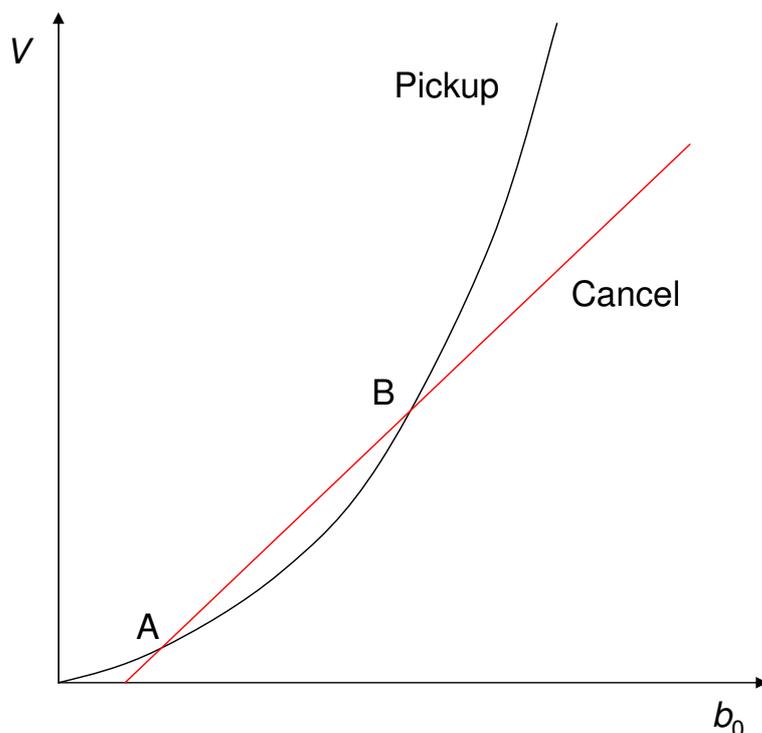


図 3.9: キャンセリング

## 3.2 キャンセリングによる測定誤差

N121 と N211 の低磁界領域における不自然な測定値の原因としてピックアップコイルとキャンセルコイルを用いたキャンセリングが正しくなかったことが考えられる。微小交流磁界重畳法では超伝導試料内の磁束密度の分布を Bean モデルを用いて仮定している。超伝導体内の磁束は外部磁界に対して、二次関数的に増えていく。ピックアップコイルで測定される電圧とキャンセルコイルで測定される電圧は図 3.9 のようになる。ここで、キャンセリングは超伝導体がマイスナー状態であるような低磁界で行う必要があり、点 A でキャンセリングを行うと点 B までの区間ではキャンセルのしすぎとなる。この区間を測定してしまうと、あたかも磁束の侵入深さが減少しているような値となってしまふ。これが N121 および N211 の低磁界で不自然な値をとってしまった原因と考えられる。

## 3.3 臨界電流密度の評価

3.2 節で述べたようにキャンセリングによる誤差により良い  $\lambda'-b_0$  特性が得られたとは言い難い。しかしながら図 3.1 は比較的キャンセリングによる影響が少ないと思われるので、これに関して臨界電流密度の評価を行った。図 3.10 のように  $\lambda'$  が立ち上がる部分でフィッティングを行い、式 (2.2) を用いて  $J_c$  を求めた。その結果を昨年度の四端子法の測定結果と比較したものを図 3.11 に示す。この結果から分かるように微小交流磁界重畳法と四端子法では 10 倍以上のずれが生じていることがわかる。このずれの原因として式 (2.1) に

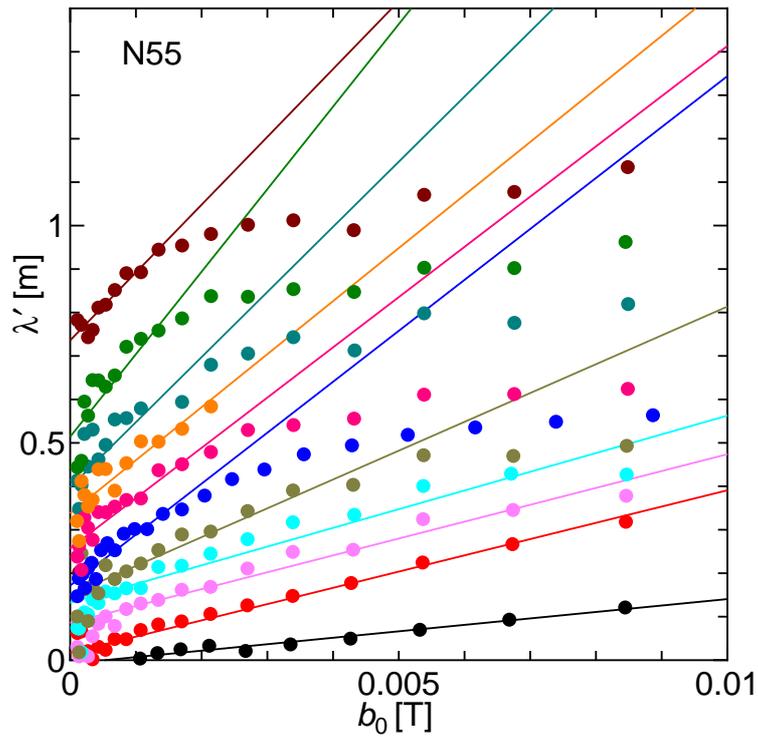


図 3.10: 55 芯 (テープ端) の臨界電流密度の評価

よる  $\lambda$  の過小評価が考えられる。式 (2.1) ではフィラメントの幅を無限長と仮定し、フィラメントの形状効果の考慮をしていない、そのため、侵入する磁束を過少評価してしまい、 $\lambda$  が小さくなってしまったことが考えられる。したがって、実験的に  $\lambda$  の校正を行う必要がある。 $\lambda$  の校正とは磁束が完全に侵入した状態で測定を行い、その値を試料の厚さの半分として測定結果を校正することである。校正の方法にはキャンセルングを行った状態で試料を取り除いて測定する方法と  $B_i$  以上の高磁界を掛ける方法がある。今回は前者で校正を試みたが測定値がばらばらで校正できる値が取れなかった。これは上述のキャンセルしすぎによるものである。後者に関しては、今回の実験ではコイルの性能上、最大で 1.2 T まで掛けることしかできなかった。したがって、今後の実験では更に高磁界をかけることのできるコイルで行う必要がある。

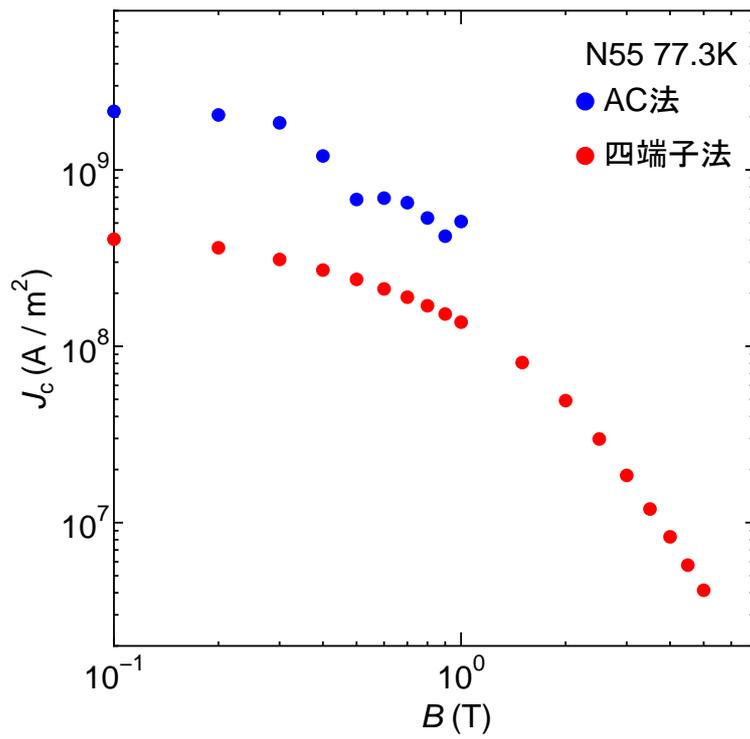


図 3.11: 微小交流磁界重畳法と四端子法の比較

## 第4章 まとめ

### 4.1 まとめ

本研究では微小交流磁界重畳法を用いて芯数の異なる Bi-2223 多芯テープ線材のフィラメント内の電流密度分布の評価を試みた。しかし、結果として満足のいく測定結果は得られなかった。しかしながら評価方法における様々な問題点を明らかにすることができ、今後の研究に生かすことができると考えられる。

以下、本研究で明らかになった事を述べる。

- 試料 N55 に関してテープ端よりもテープ中央の方が特性が良いことが確かめられた。
- 低磁界領域で  $\lambda'$  が正確に測定できないものが多かった。これはキャンセルのしすぎにより、信号の弱い部分では正しい値からずれている可能性が考えられる。
- 試料 N55 に関して臨界電流密度の評価を行ったが、四端子法の測定結果とのずれが大きく、 $\lambda'$  を校正する必要がある。

### 4.2 今後の課題

- 低磁界領域での測定を見直す必要がある。
- 今後の実験ではさらに高磁界領域で試料に完全に磁束が侵入した状態を作り測定する必要がある。

# 謝辞

本研究を行うにあたり、多大な御指導、助言を頂いた松下照男教授に深く感謝致します。また、非常に有益な講義、また研究のほかにも人としてのあり方まで説いていただいた小田部荘司教授、実験や論文作成などにあたっていろいろな助言をしていただいた木内勝准教授、その他の松下、小田部研究室の皆様にも深く感謝いたします。

最後に本研究で使用しました試料を提供していただいた住友電気株式会社、藤上氏、綾井氏をはじめ電気・エネルギー研究所のかたがたに深く感謝いたします。

## 関連図書

- [1] 岡崎 徹, 林 和彦, 佐藤 謙一, SEI テクニカルレビュー **167** (2005) 37.
- [2] M. Igarashi, H. Nakao, M. Terai, T. Kuriyama, S. Hanai, T. Yamashita, M. Yamaji, IEEE Trans. Appl. Supercond. **15** (2005) 1469.
- [3] Y.Lvovsky, P. Jarvis IEEE Trans. Appl. Supercond. **15** (2005)
- [4] 長村光造, 超伝導材料 (米田出版)
- [5] M. Ueyama, K. Ohkura, K. Hayashi, S. Kobayashi, K. Muranaka, T. Hikata, N. Saga, S. Hahakura and K. Sato, Physica C **263** (1996) 172
- [6] M. Ishizaka, Y. Tanaka and H. Maeda, Physica C **252** (1995) 339
- [7] 山崎浩平, 小林慎一, 加藤武志, 大倉健吾, 上山宗譜, 藤上純, 綾井直樹, 上野栄作, 菊地昌志, 林和彦, 佐藤謙一, SEI テクニカルレビュー **164** (2004) 37
- [8] T. Kato, S. Kobayashi, K. Yamazaki, K. Ohkura, M. Ueyama, N. Ayai, J. Fujikami, E. Ueno, M. Kikuchi, K. Hayashi, K. Sato, Physica C **412-414** (2004) 1066.
- [9] S. Kobayashi, K. Yamazaki, T. Kato, K. Ohkura, E.Ueno, K.Fujino, J. Fujikami, N. Ayai, M. Kikuchi, K. Hayashi, K. Sato, R. Hata, Physica C **426-431** (2005) 1132.
- [10] 松下照男, 磁束ピンニングと電磁現象 (産業図書)
- [11] 高山 伸一 修士論文 (2008)
- [12] 山下 翔平 卒業論文 (2009)