

課題番号 : 2015B-E13
利用課題名 (日本語) : 人工ピンニングを導入した高温超伝導体薄膜の放射光低温引張りひずみ測定による臨界電流ひずみ効果の解明
Program Title (English) : Strain effect on critical current in REBCO coated conductors with artificial pinning centers by cryogenic tensile test using synchrotron radiation
利用者名 (日本語) : 菅野未知央¹⁾, 宇佐美貴史²⁾, 道木裕也²⁾, 三浦峻²⁾, 吉田隆²⁾, 町屋修太郎³⁾
Username (English) : M. Sugano¹⁾, T. Usami²⁾, Y. Doki²⁾, S. Miura²⁾, T. Yoshida²⁾, S. Machiya³⁾
所属名 (日本語) : 1) 高エネルギー加速器研究機構, 2) 名古屋大学 3) 大同大学
Affiliation (English) : 1) High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 2) Nagoya University, 3) Daido University
キーワード : REBCO, 臨界電流のひずみ効果, 人工ピンニングセンター, 格子ひずみ

1. 概要 (Summary)

CERN (欧州原子核研究機構) -LHC (大型ハドロン衝突型加速器) では、より質量の重い新粒子の探索のため高衝突エネルギー化の方向に向かっている。高エネルギーの陽子ビームの軌道制御には高磁場超伝導磁石が必要とされる。特に、磁場中で高い臨界電流を維持できる高温超伝導線材は次世代の加速器用超伝導磁石材料として期待されている。一方で、高温超伝導体は脆性的なセラミックスであるため、わずかな引張りひずみで破断が起こり、臨界電流の急激な低下が引き起こされる。また、弾性変形の範囲内でも臨界電流がひずみにより変化する可逆ひずみ効果が観察されており、超伝導特性とひずみ状態の関係を明らかにすることは応用上非常に重要である。

高温超伝導体の中で高磁場応用に特に有望であるのが、REBCO (REBa₂Cu₃O_{7-d}, RE は Y, Gd, Sm などの希土類金属) である。この材料は、高臨界電流を得るために薄膜成長させて結晶方位を二軸配向させることが必要である。また、さらに磁場中での臨界電流をさらに向上させるため、超伝導体の成膜時にナノメートルサイズの常伝導物質を「人工ピンニングセンター (APC)」として添加するという研究が盛んに行なわれている。APC の数密度や形状、寸法により量子化磁束のピンニング力が変化するため、これを最適化することで磁場中の臨界電流を飛躍的に向上させることができる。APC は母相である超伝導膜と格子整合して成長するため、超伝導膜にひずみが導入される。これにより、臨界電流のひずみ特性に影響を及ぼす可能性がある。最近、APC の導入により、臨界電流のひずみ感受性や臨界電流が最大値をとるときのひずみが増加するという興味深い結果も得られている。

本実験では、APC を導入した GdBCO 超伝導薄膜について、実使用環境である低温で引張りひずみを放射光回折により測定することを試みた。特に、外部から負荷したマクロなひずみに対して、APC 添加の有無によって GdBCO 膜のひずみ応答にどのような違いが現れるかを明らかにすることを目的とした。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

今回の実験では、以下のような積層構造を有する REBCO テープ線材を使用した。Ag (3.5 μm) /GdBCO (200 nm) /CeO₂ (600 nm) /LaMnO₃ (8 nm) /MgO (5 nm) /Gd₂Zr₂O₇ (55 nm) /Hastelloy (100 μm)。Hastelloy は幅 10 mm の金属テープであり、CeO₂, LaMnO₃, MgO, Gd₂Zr₂O₇ は超伝導膜を配向させるための中間層である。GdBCO はパルスレーザー蒸着法 (PLD 法) で成長させた。以下に述べるように本実験では試料の冷却に冷凍機を用いるため、冷却に長時間を要し、限られたビームタイムの中で複数のサンプルを交換して測定することが困難である。そこで、一枚の Hastelloy テープに長手の位置を変えて APC の添加および無添加の GdBCO を成膜し、測定位置をスキャンするという点を工夫した。APC としては、BaHfO₃ (BHO) を 1.5vol% 添加した。BHO はナノロッド状に成長し、これと平行な磁束を有効に補足する。

測定装置は Fig. 1 に示す構成となっている。回折計に小型の引張り試験装置により、テープ線材に引張りひずみを負荷する。冷却には GM 冷凍機を用いる。冷凍機コールドヘッドから真空フレキシホースの中に納められた高純度アルミ製の伝熱線により引張り装置との間の熱リンクをとった。冷凍機を床置きし、引張り装置と伝熱線で連結することで、回折計に搭載する部分を小型化できるというのがこの構造のメリットである。



Fig. 1 測定装置の構成

ビームエネルギーは 19.5 keV とした。ビームサイズは高さ 0.3 mm、幅 0.1 mm とした。二次元検出器 Pilatus を使用し、GdBCO 膜の長手方向と厚さ方向の 2 方向のひずみ測定を試みた。Fig. 2 に示す通り、長手方向の測定には透過配置、厚さ方向には反射配置を採用した。



Fig. 2 回折測定ジオメトリー

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

GdBCO 線材の両端を銅製のつかみ具で保持した状態で GM 冷凍機による冷却を開始した。設定温度は液体窒素温度である 77.3 K とし、つかみ具に埋め込んだカートリッジヒーターにより温度調整した。冷却には約 22 時間を要した。これは予定時間の 1.5 倍であり、伝熱線の一部が真空容器と接触している部分があったためと考えられる。目標温度到達後に、まず無負荷での回折測定を実施した。まず反射配置の測定で GdBCO の 006 面を、その後、透過配置で GdBCO の 020 面を測定した。これらに加えて、2 次元検出器の利点を生かし、Ag や CeO₂、Hastelloy などのピークも合わせて測定した。前述したように測定位置を線材長手方向に移動することで、APC 添加、無添加の GdBCO 膜について上記の回折測定を実施した。

得られた回折パターンを Fig. 3 に示す。これは、透過配置で測定した BHO 添加 GdBCO 膜について、 $2\theta = 18.7^\circ$ に固定して、 ω 軸を変化させながら測定した結果である。スポット状の 2 つの回折パターンは、GdBCO の 020 と CeO₂ の 220 である。GdBCO の 200 の回折スポットも観察されるはずだが、CeO₂ のピークと重なっており、分離は難しい。そこで、本実験では GdBCO の 020 をひずみ測定に使用した。

次に、引張試験機により段階的に引張ひずみを負荷し、各ひずみについて同様の測定を実施した。最大ひずみは薄膜の破断により臨界電流の低下が起こる範囲までをカバーするため、1.1%までとした。各ひずみで得られた Fig. 3 の回折パターンを 1 次元化し、GdBCO の 020 のブラッグピークから格子定数を決定した。

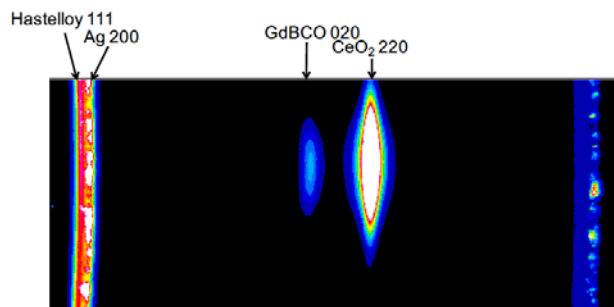


Fig. 3 透過配置で測定した BHO 添加 GdBCO 膜の回折パターン

Fig. 4 に結果の一例を示す。横軸は線材に負荷したマクロな引張ひずみであり、伸び計を用いて測定した値である。また、縦軸は無負荷の格子定数を基準にして、各負荷ひずみでのブラッグピークのシフトから得られた格子ひずみの値である。APC 無添加 (Pure-GdBCO)、APC として BHO を 1.5vol% 添加した線材 (BHO-1.5) についての GdBCO の 020 面の格子ひずみを示している。無添加でデータのばらつきが大きいものの、いずれも約 1% 程度まで負荷ひずみと格子ひずみが線形関係を保っている。一方、それ以上の負荷ひずみでは線形関係からのズレが観察される。これは、GdBCO 膜の破断によるものと考えられる。実際に、液体窒素中で同条件で作製した臨界電流の引張ひずみ依存性を測定したところ、Fig. 5 に示す通り、0.92-0.95% の引張ひずみで臨界電流の不可逆な低下が確認され、格子ひずみの測定の妥

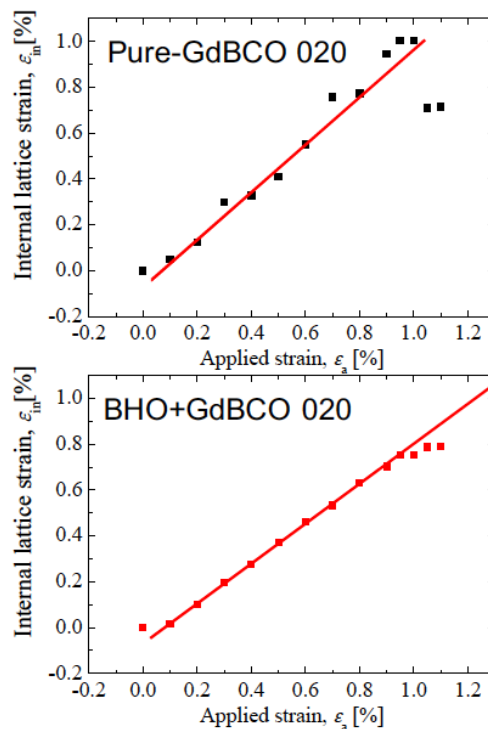


Fig. 4 無添加および BHO 添加 GdBCO 膜のマクロな負荷ひずみに対する引張軸に垂直な格子面の格子ひずみ

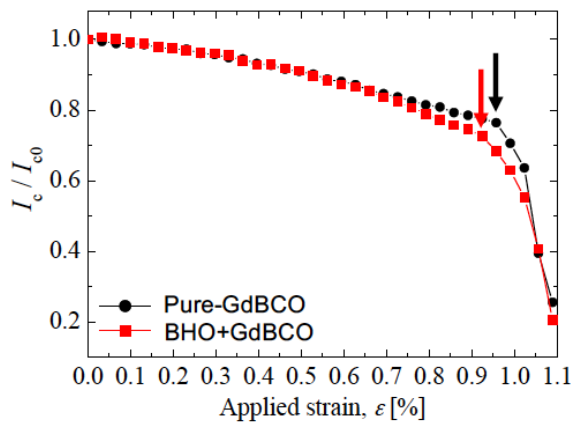


Fig. 5 臨界電流の引張ひずみ依存性。矢印のひずみ以下では臨界電流の変化が可逆である。

当性が確認できた。また、本研究の範囲内では APC 導入による劣化開始ひずみについて顕著な差は見られなかった。

一方で、APC の添加有無の GdBCO 膜の臨界電流のひずみ依存性については、臨界電流が最大になるひずみが -0.35% (無添加)、 -0.64% (添加あり) と異なること、また、ひずみ感受性 (臨界電流のひずみ依存性を 2 次関数でフィットしたときの曲率に相当するパラメーター) が 1.04 (無添加)、 0.87 (添加あり) と異なることも明らかになっている。これが APC 添加による GdBCO 膜のひずみ状態変化によるものであるかどうかを明らかにするためには、今回のような格子定数の相対変化だけではなく、残留ひずみの絶対値を測定する必要がある。今回の実験では GdBCO の無負荷の格子定数を求めるために線材からのはく離膜を用いようとしたが、回折ピークを捉えることはできなかった。無ひずみの格子定数をいかに求めるかが、今後の課題である。

4. その他・特記事項 (Others)

本実験の実施においては、日本原子力研究開発機構の 菖蒲敬久様、城鮎美様、安田良様にご協力いただきました。ここに改めて感謝申し上げます。