

# 小角散乱法による超電導線材中の 人工ピンの解析

大場 洋次郎 (JAEA)

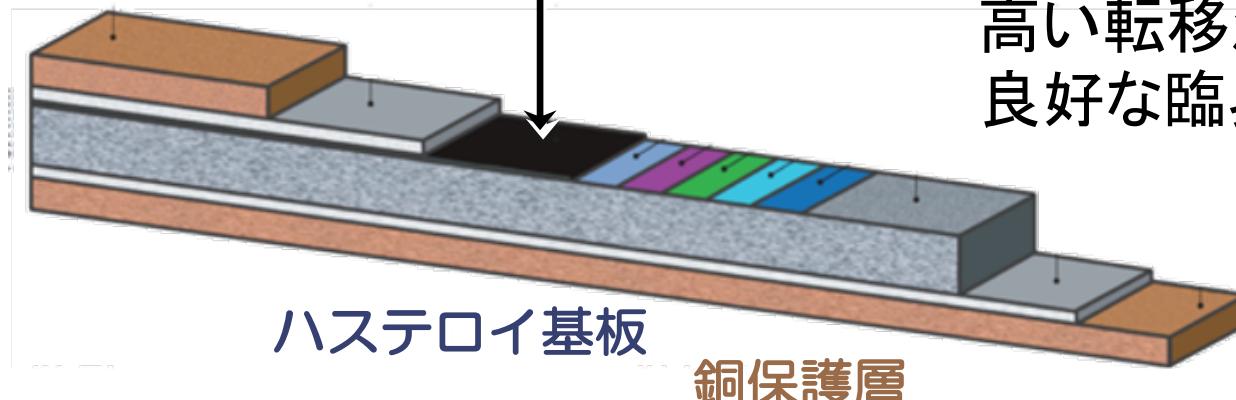
# 高温超電導線材

古河電工 佐々木宏和、山崎悟志、中崎竜介、北大 大沼正人

超電導線材：高磁場を発生させるための超電導コイル用途  
送電線、MRI、リニアモーターカー、核融合炉...  
金属系→高温酸化物超電導体

$(\text{Gd},\text{Y})_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_x(\text{GdYBCO})$ 層

高い転移温度  
良好な臨界電流特性

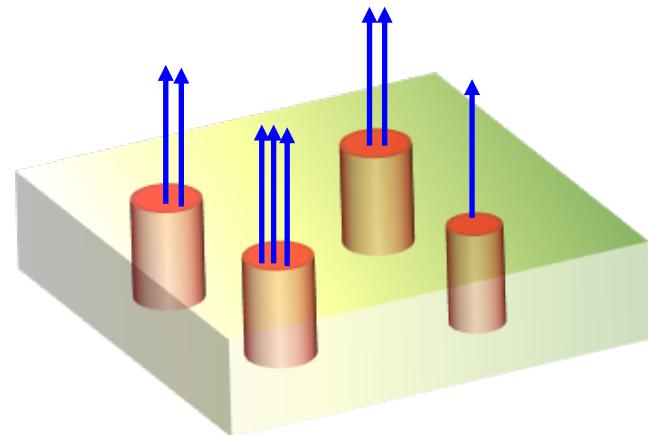


# 高温超電導線材中の人工ピン

コイル用途では、磁場により磁束量子が形成。  
超電導体中で磁束量子が移動すると、熱を発生

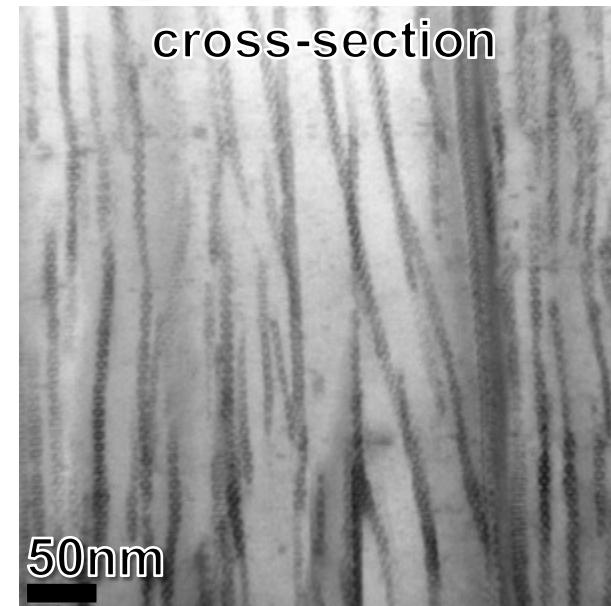
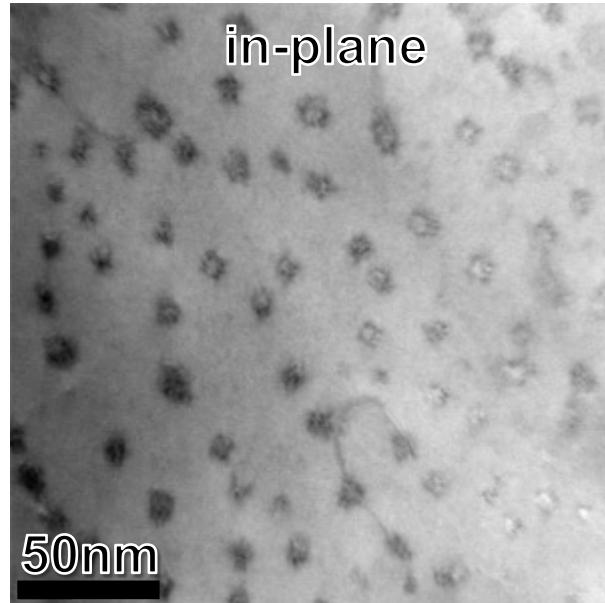


常電導体の人工ピンで磁束量子をピニング



臨界電流密度・  
臨界磁場が向上

GdYBCOではZr添加により  
ロッド状の**BaZrO<sub>3</sub>**人工ピン



# 小角散乱法による人工ピンの解析

BaZrO<sub>3</sub>人工ピンの数、形態と超電導特性が密接に関係



小角散乱法でBaZrO<sub>3</sub>人工ピンの定量評価

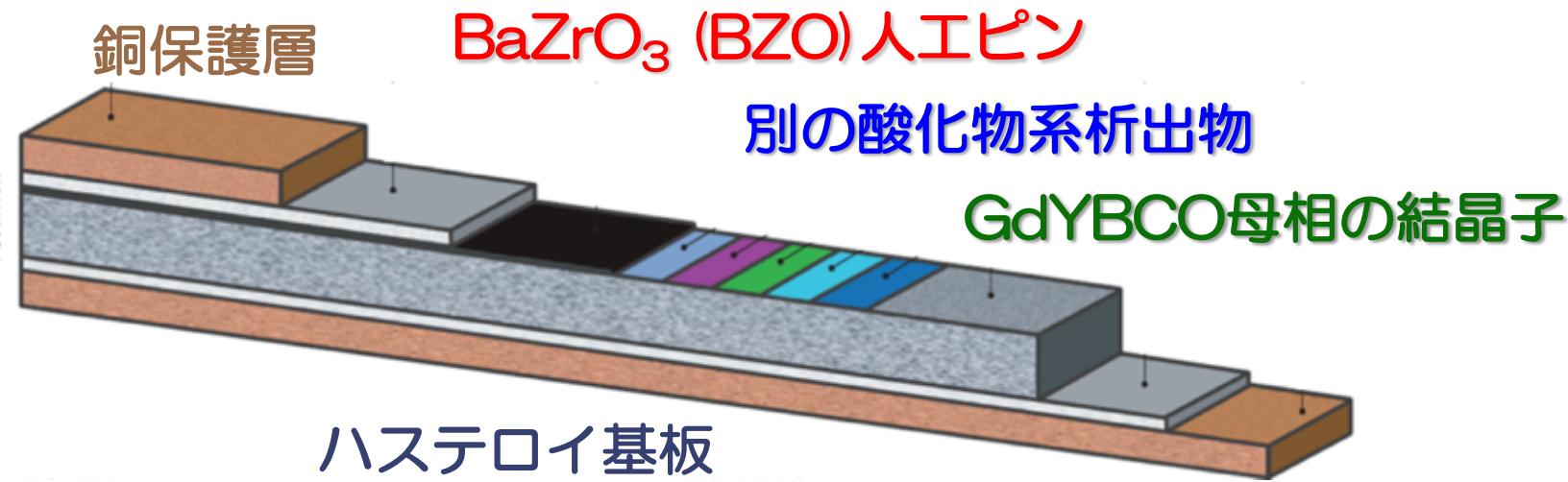
過去にYBCO, GdBCO中のAu人工ピンを評価した例  
BL40B2でSAXS測定

T. Horide, K. Matsumoto, H. Adachi, D. Takahara, K. Osamura, A. Ichinose, M. Mukaida, Y. Yoshida, S. Horii, Physica C 445-448, (2006) 652.

T. Horide, K. Matsumoto, A. Ichinose, M. Mukaida, Y. Yoshida, S. Horii, IEEE Trans. Appl. Supercond. 17, (2007) 3729.

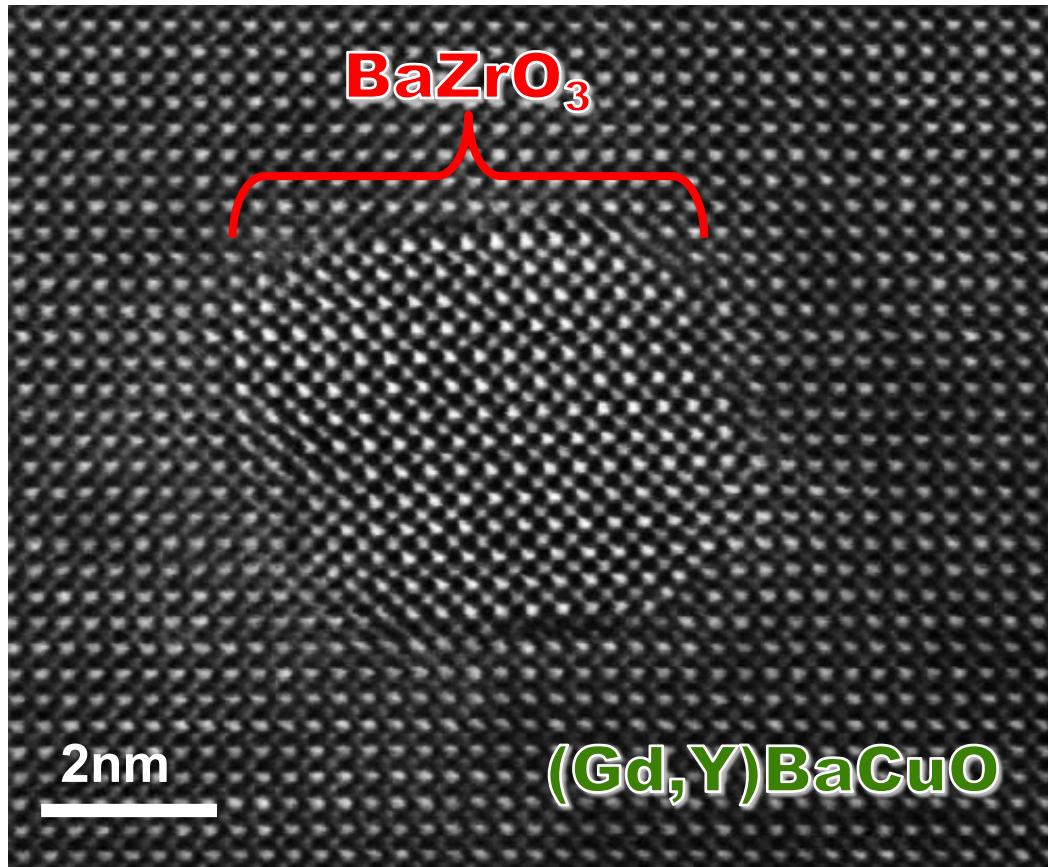
# 小角散乱法による人工ピンの解析

BaZrO<sub>3</sub>人工ピン/GdYBCO母相へ小角散乱を適用



通常の小角散乱法では複雑なナノ構造  
すべてを一度に観測してしまう

# 小角散乱法による人工ピンの解析



SANS

Gdが強い吸収

SAXS

GdYBCO母相と  
 $\text{BaZrO}_3$ 人工ピンは  
散乱コントラストが小さい



異常SAXS (ASAXS)  
 $\text{BaZrO}_3 / \text{GdYBCO}$

Zr K吸収端での異常散乱を利用して、Zrの散乱成分を測定

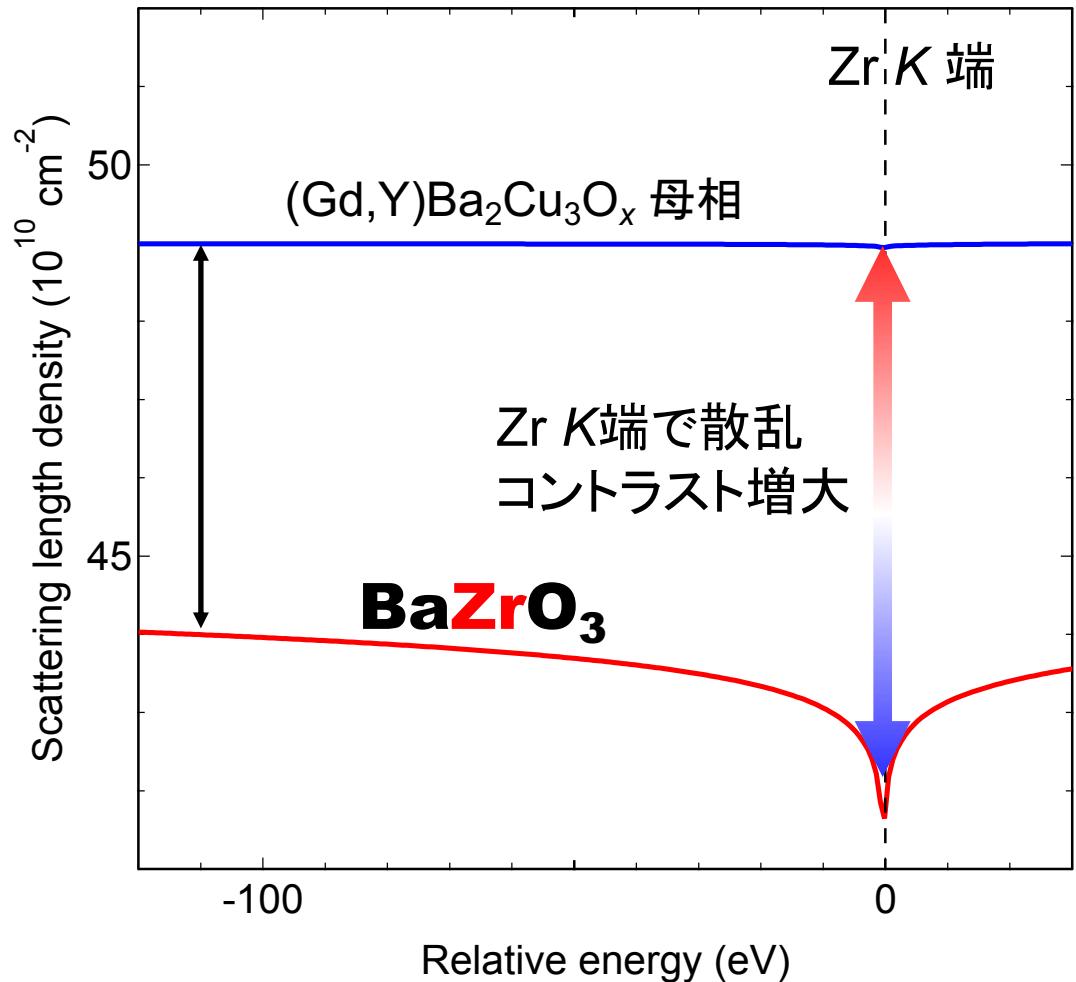
# ASAXS測定

Zr *K*吸収端~18 keV

比較的高いエネルギー  
Mo  $\text{K}\alpha$ と同程度

ハステロイ基板も透過

散乱コントラスト（計算値）



# ASAXS測定

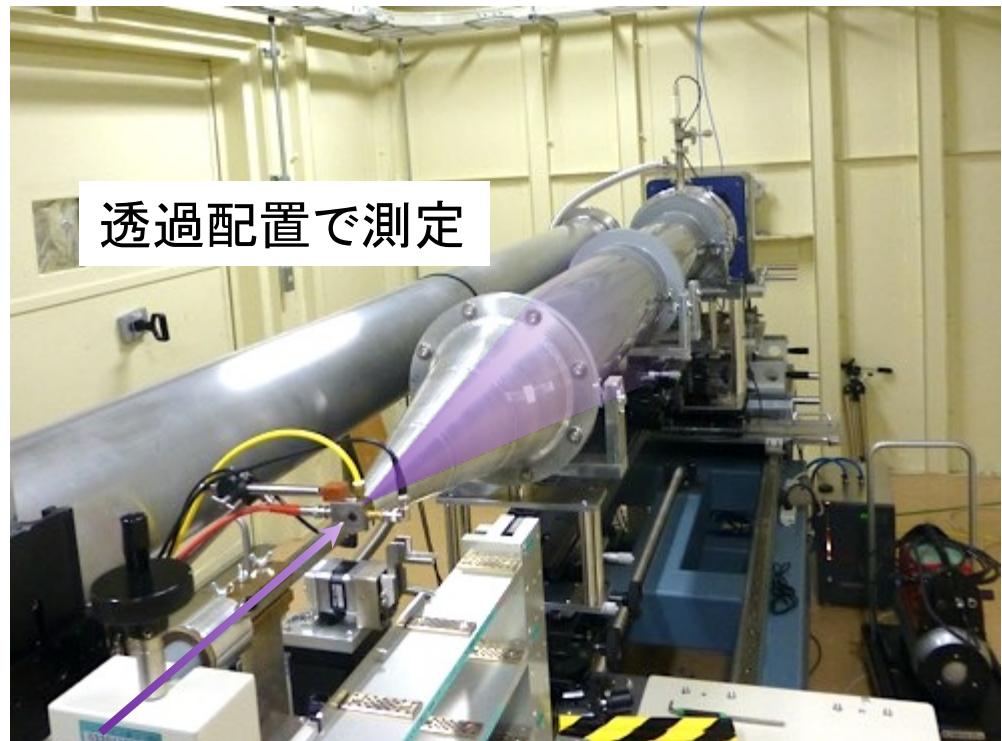
X線エネルギーを変化させてSAXS測定→放射光利用  
エネルギーを変えてもX線が安定していることが重要

## 試料

Zr添加GdYBCO  
(Zr=0-25 mol%)

## ASAXS装置

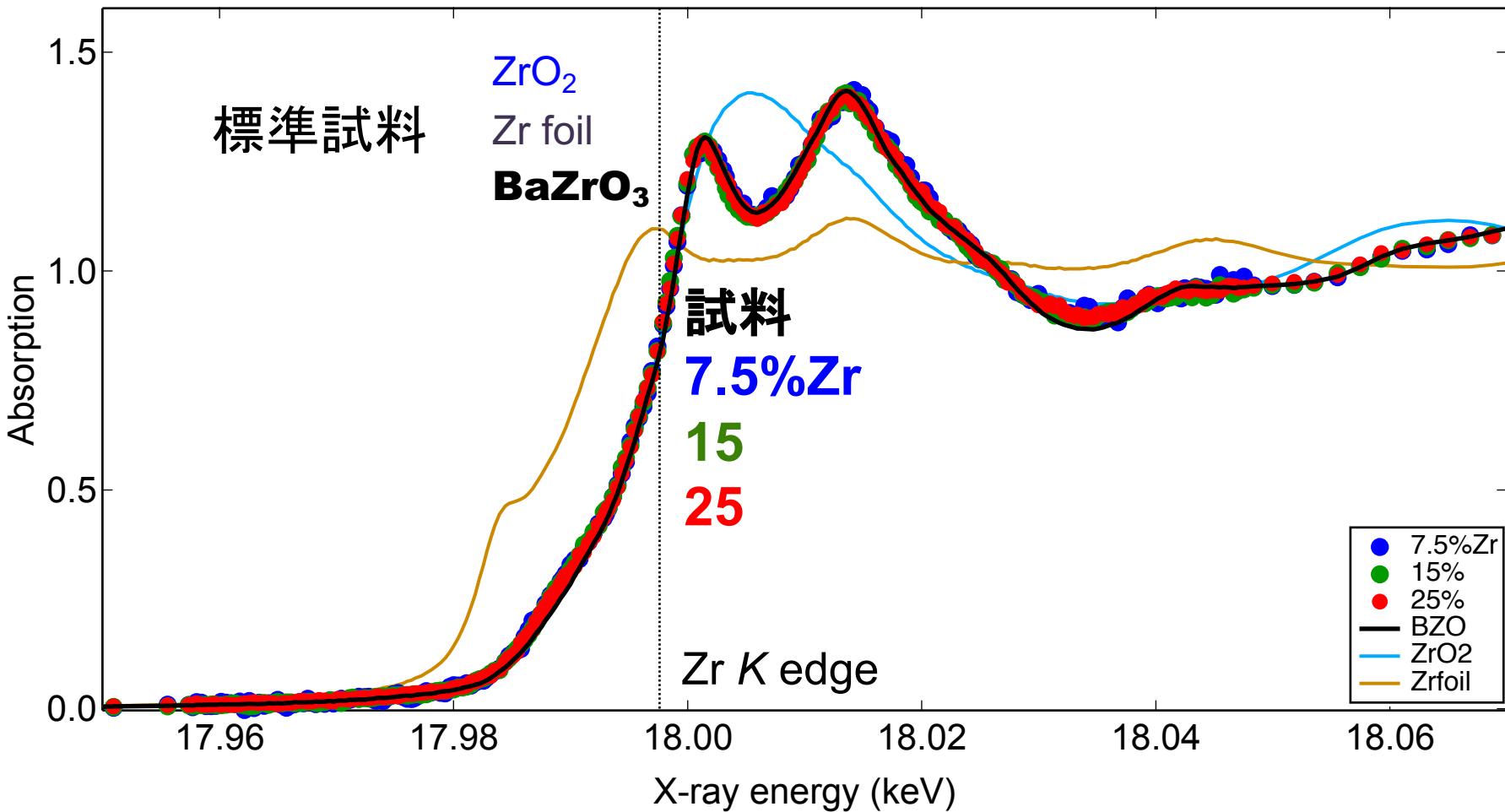
BL19B2@SPring-8



BL19B2はXAFS測定にも対応。エネルギーを変えやすい

# ASAXS測定

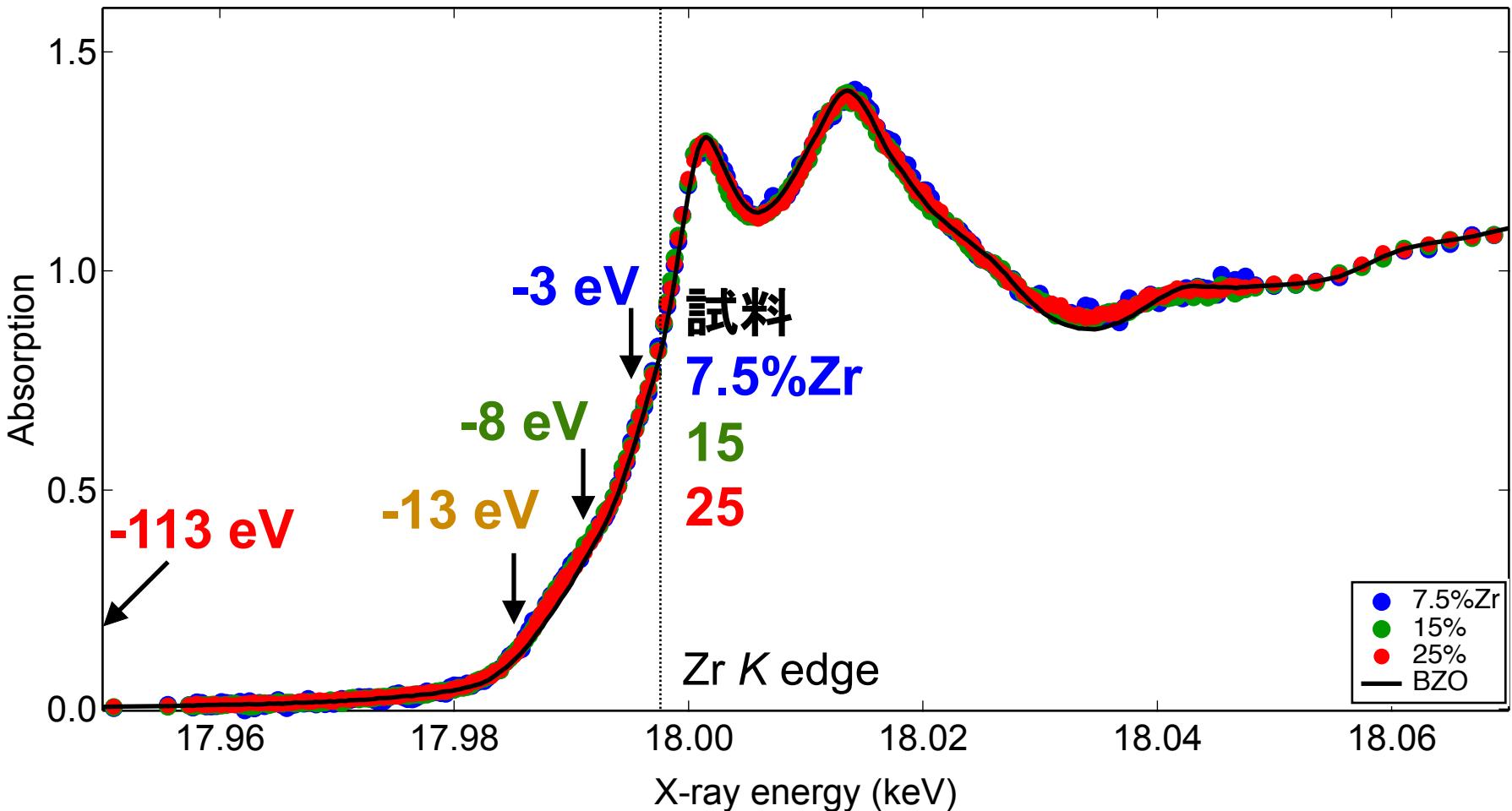
調整のため、まずエネルギーを変えながら透過率測定



ASAXS測定ではXAFS(XANES)データも同時に得られる。

Zrはほぼ完全に $\text{BaZrO}_3$ 。 $\text{ZrO}_2$ や金属Zrはない

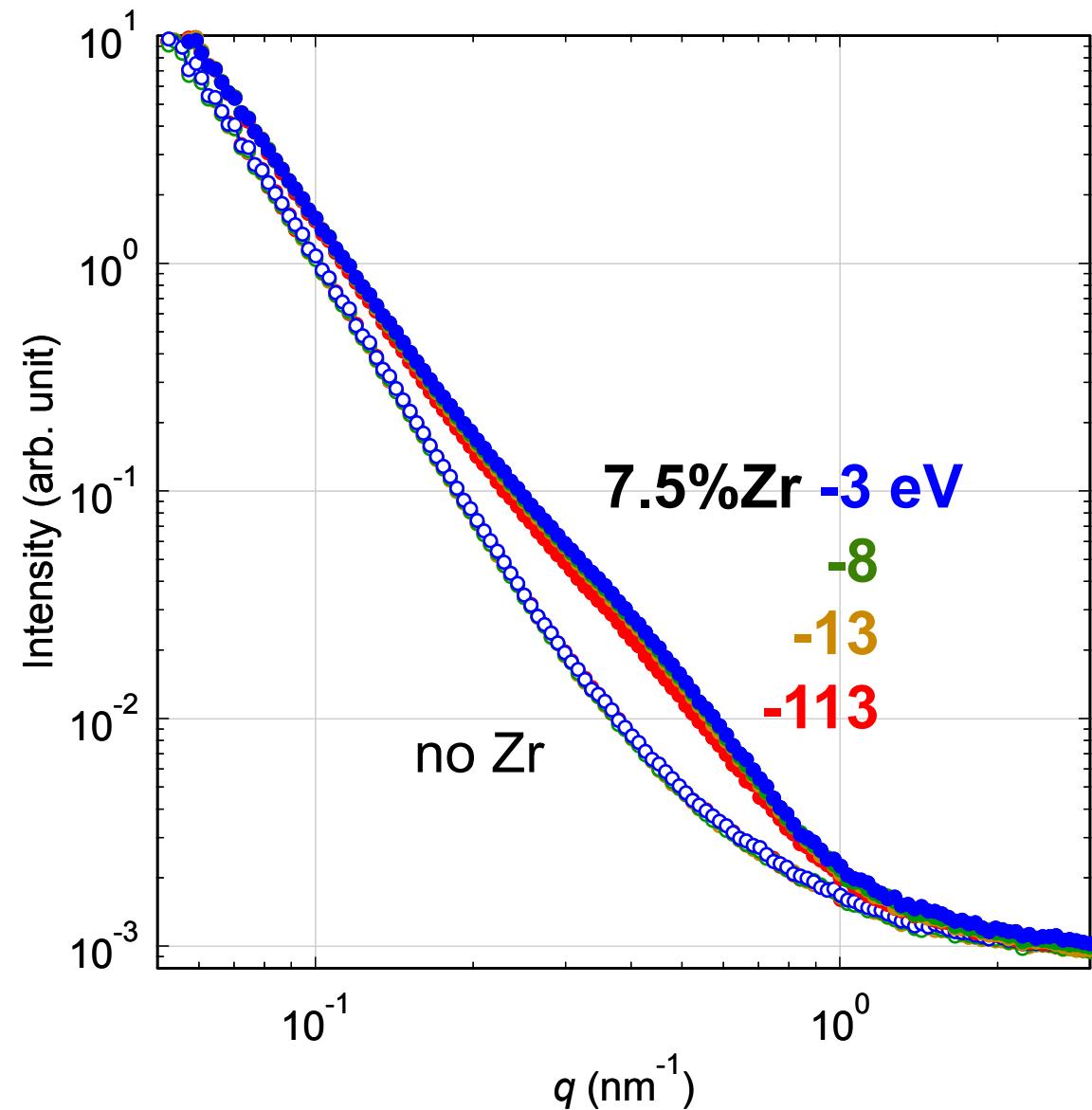
# ASAXS測定



吸収端近傍の複数のエネルギーでSAXS測定

# ASAXSプロファイル

10



Zrを含む試料  
ではショルダー



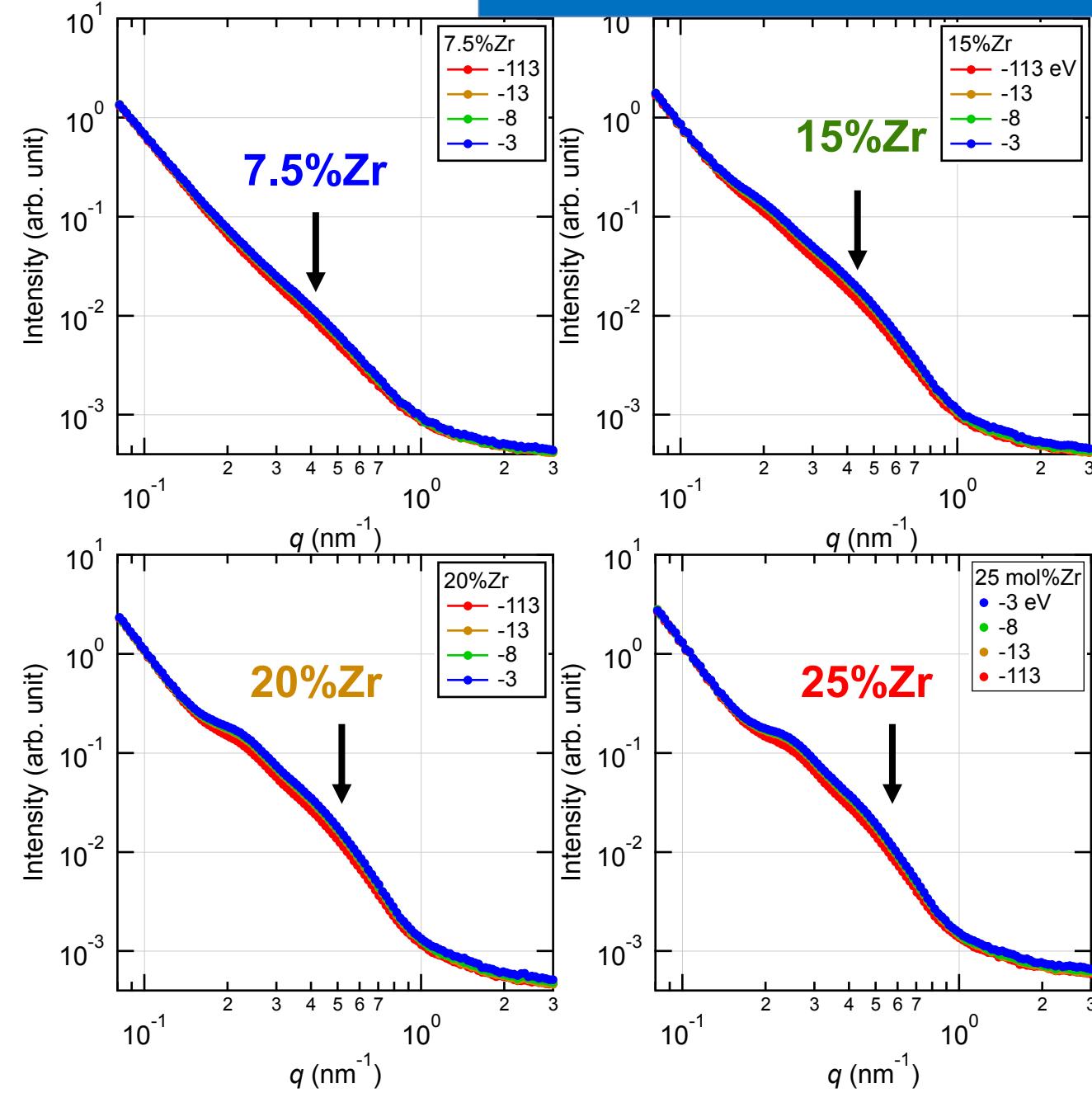
ナノ構造が形成

Zr  $K$  端に近づくと  
ショルダーの強度が増大



**BaZrO<sub>3</sub>**

# ASAXSプロファイル



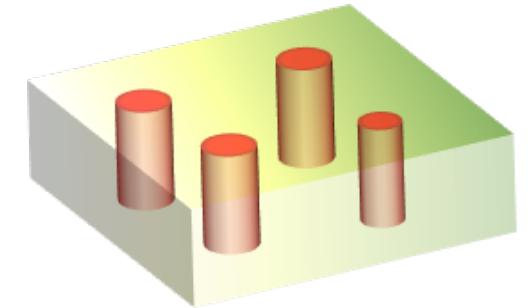
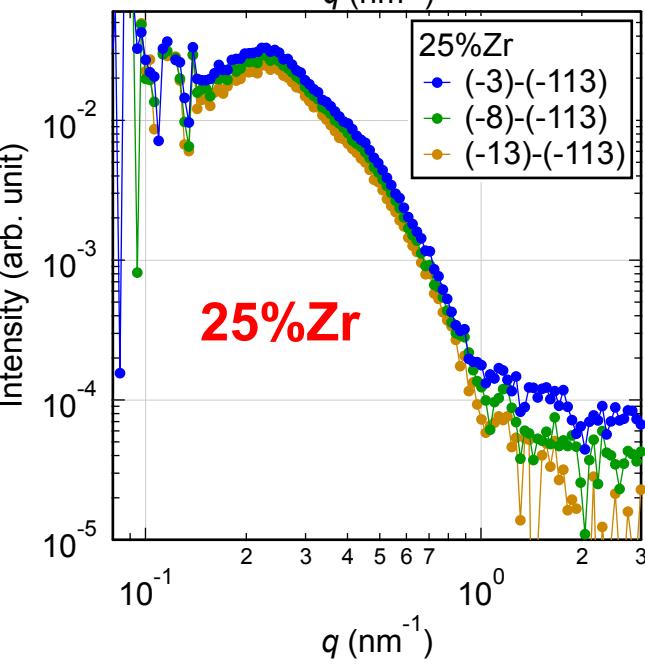
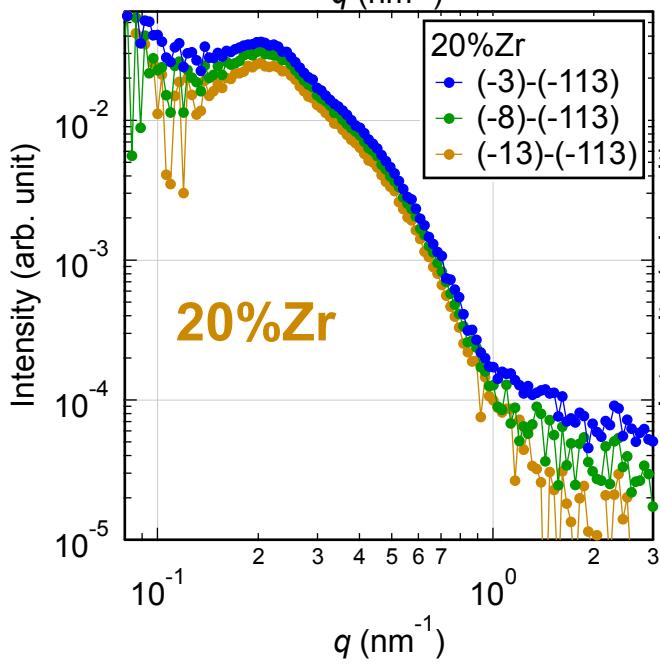
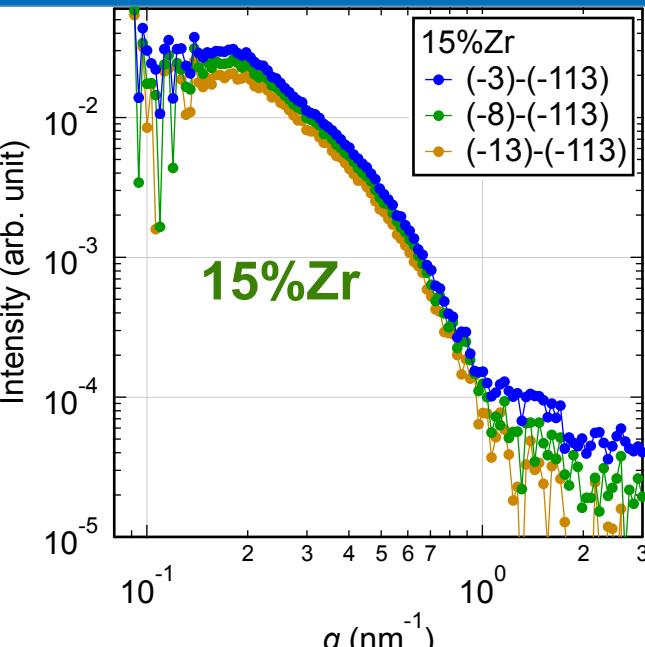
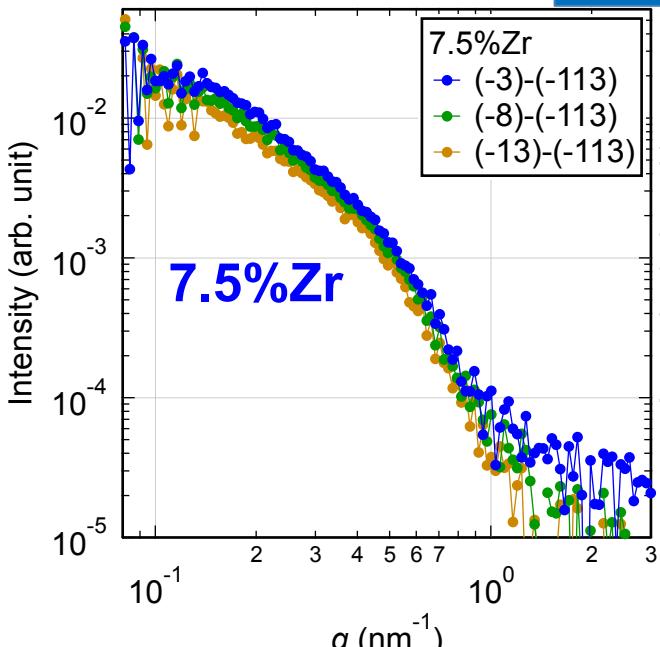
すべてのZr添加  
試料でショルダー

Zr  $K$  端に近づくと  
強度増大



**BaZrO<sub>3</sub>**

# 異常散乱成分の抽出



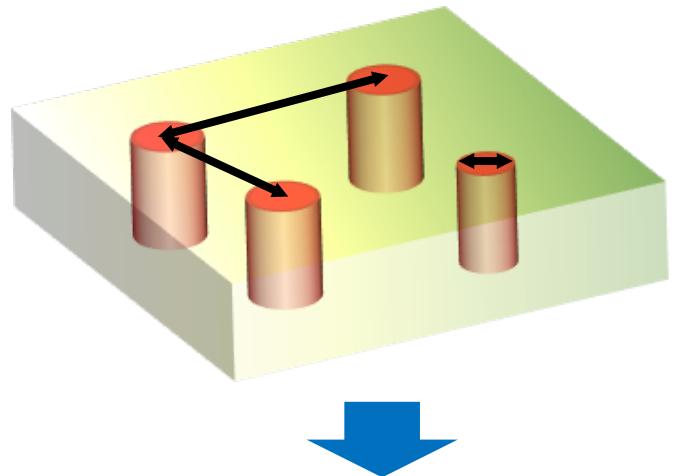
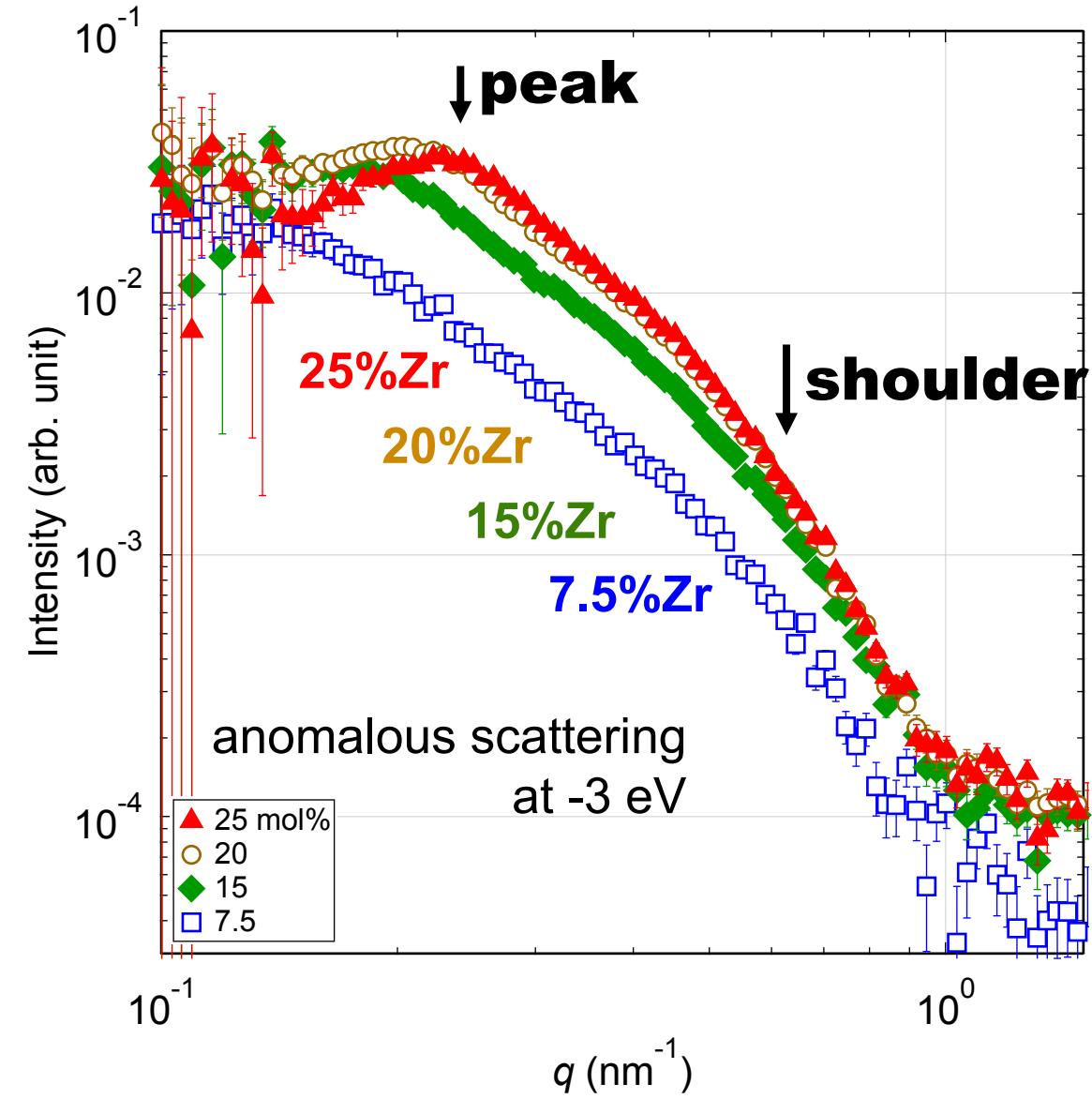
二相モデル

$\text{BaZrO}_3$   
/  $\text{GdYBCO}$



Near edgeから  
Far edgeを引き、  
異常散乱成分（  
Zrの散乱）を抽出

# ナノ構造の解析



二相モデル

ショルダー

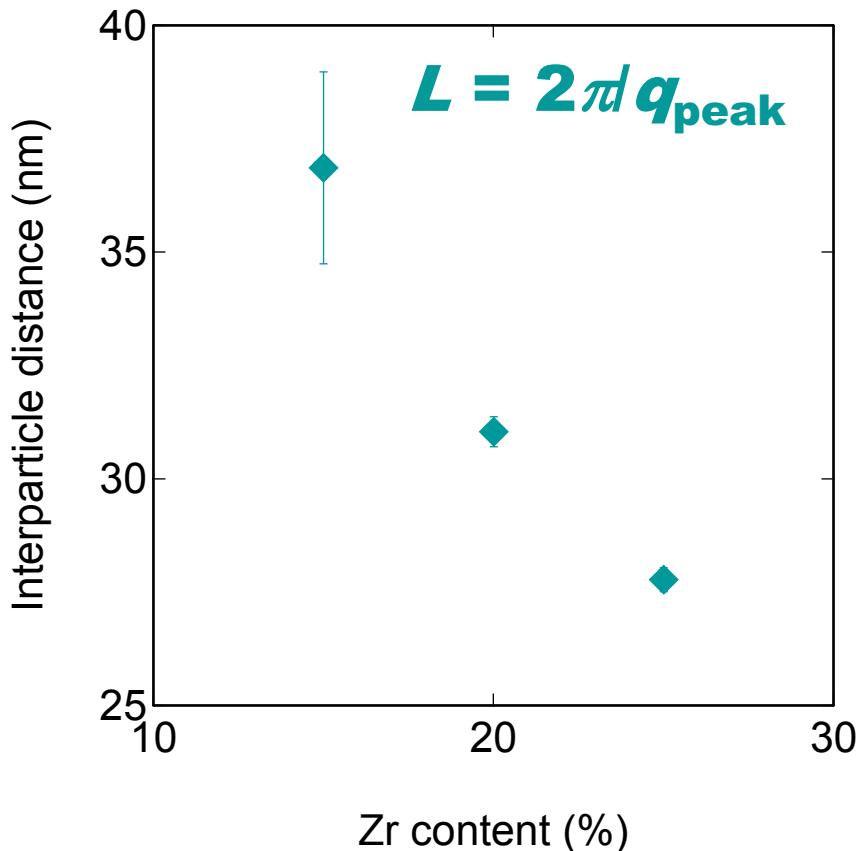
人工ピンのサイズ

ピーク

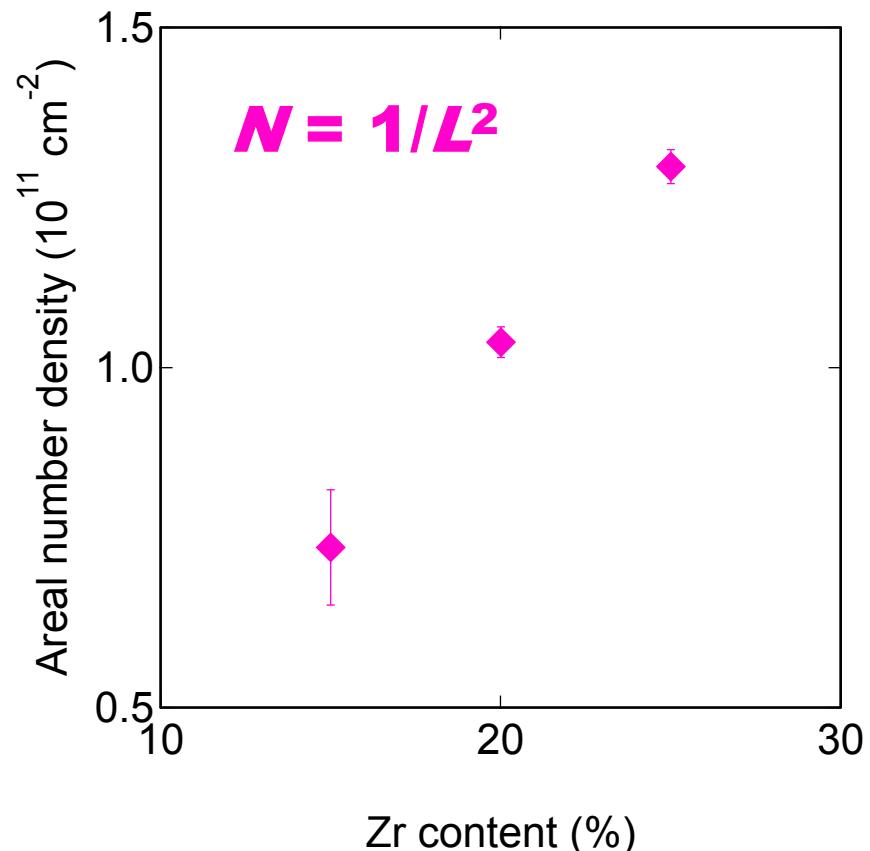
人工ピンの間隔

# 人工ピンの間隔

ピーク位置 → 人工ピンの間隔  $L = 2\pi/d q_{peak}$   
 = 人工ピンの面数密度  $N = 1/L^2$

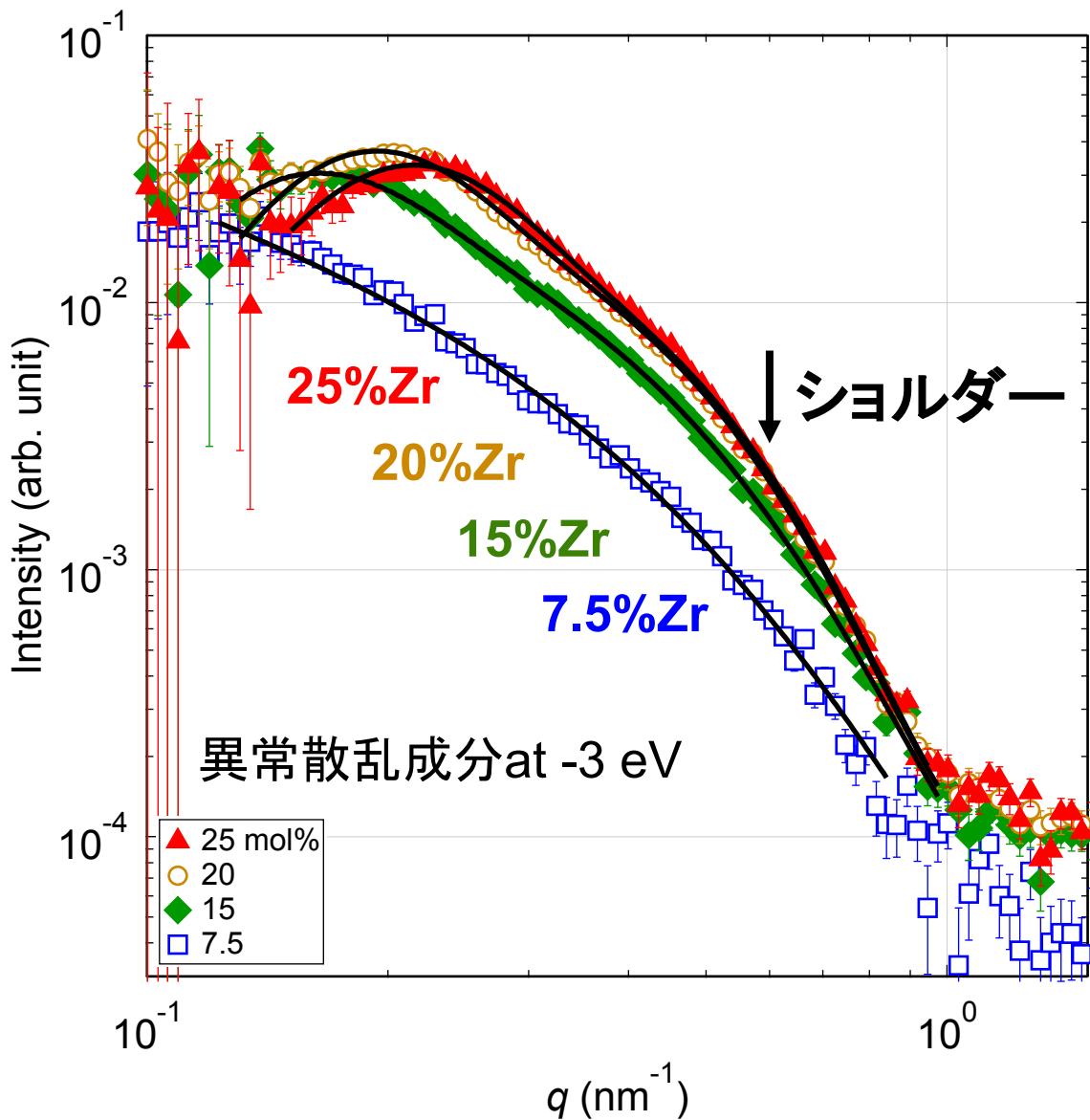


人工ピン間隔の減少



面密度の増加

# カーブフィッティングによる平均粒径の解析



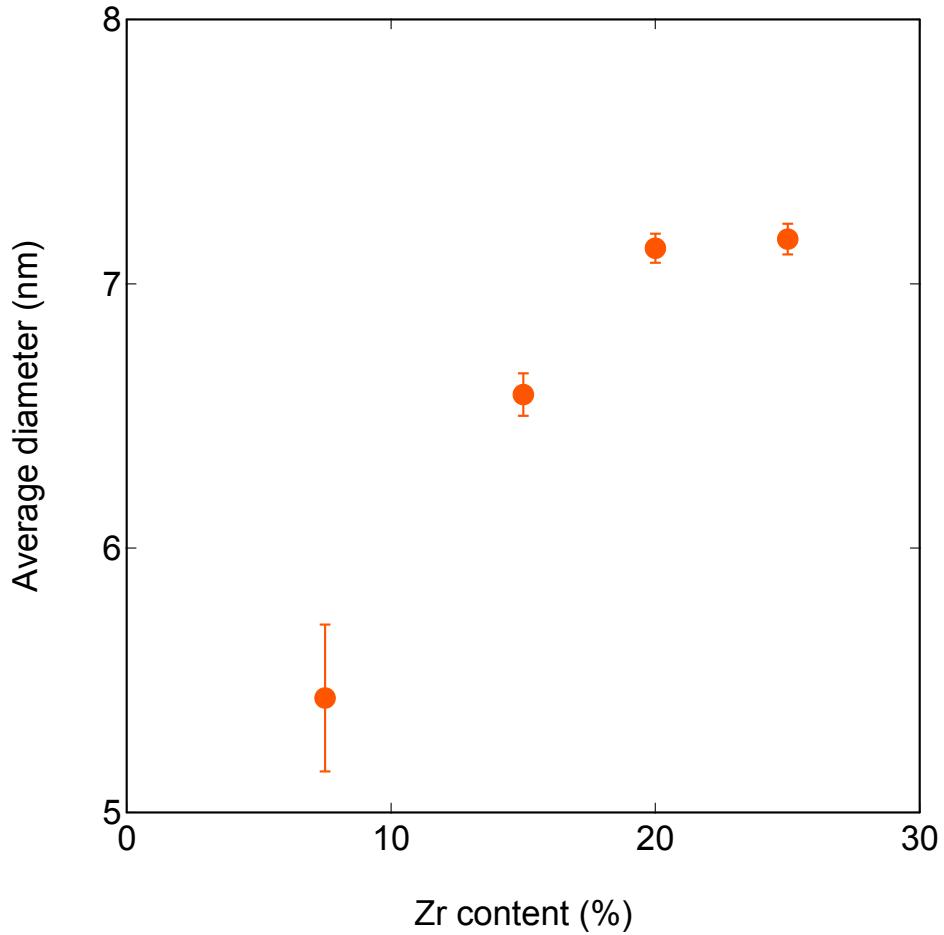
二相モデル

**shoulder**  
curve fitting

$$I(q) \propto \int_0^{\infty} F^2 N V^2 S dr$$

$F$ : form factor  
配向したロッド  
 $N$ : size distribution  
対数正規分布  
 $V$ : volume  
 $S$ : interference

# カーブフィッティングによる平均粒径の解析



平均粒径は20%まで増大  
20%以上ではあまり変わ  
らない

# まとめ

17

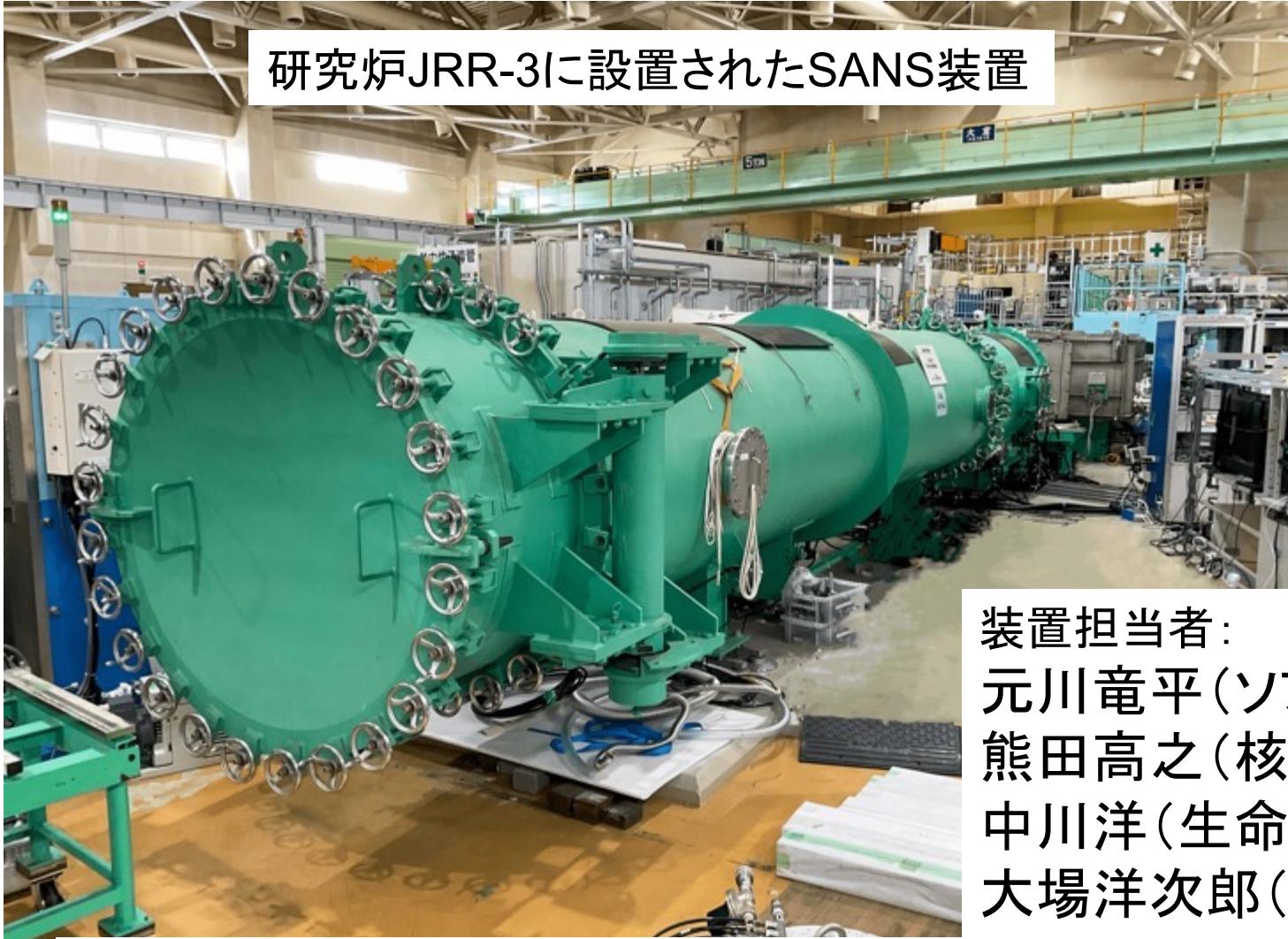
GdYBCO線材中のBaZrO<sub>3</sub>人工ピンをASAXSで解析

人工ピンの間隔とサイズを定量的に評価できることを示した

提案: 金属材料を放射光SAXS測定する時は、基本的にASAXSを検討してみてはいかがでしょうか？

# SANS-Jの紹介

研究炉JRR-3に設置されたSANS装置



## SANS-J

JRR-3

熱出力20 MW

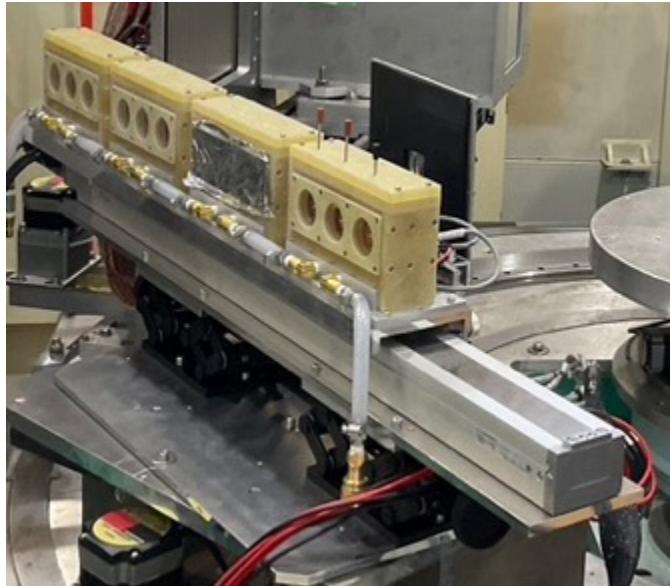
波長 0.6 nm

$q$ 領域: 0.003 –  
4 nm<sup>-1</sup>程度

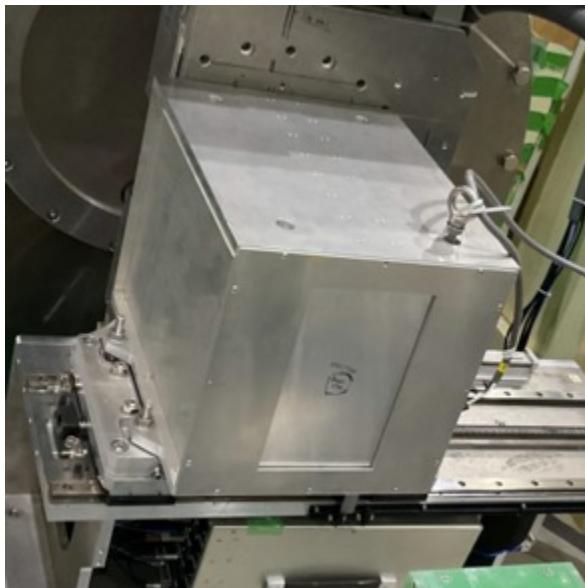
装置担当者:  
元川竜平(ソフトマター)  
熊田高之(核スピン偏極)  
中川洋(生命科学)  
大場洋次郎(ハードマター)

10年ぶりのJRR-3運転再開、ユーザー実験開始  
SANSも利用し易い状況に

# SANS-Jの紹介:試料環境



12連サンプルチェンジャー  
& ペルチェ温度調節器  
(5-100°C)



スピン偏極  
アナライザー



# SANSの特徴

ダメージが小さい(特に有機物、中性子)

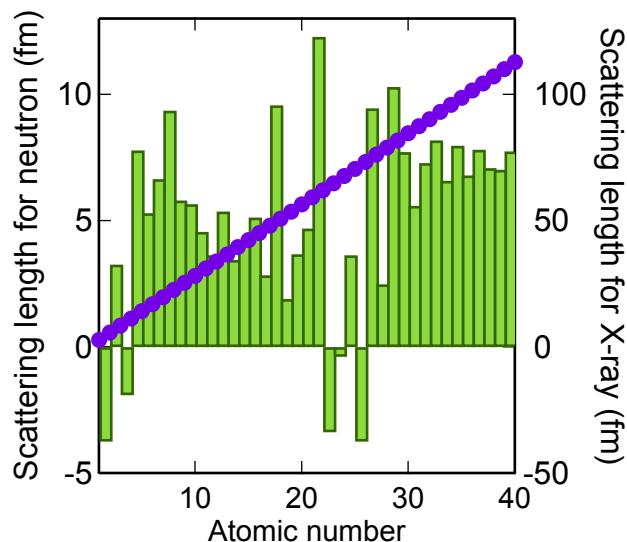
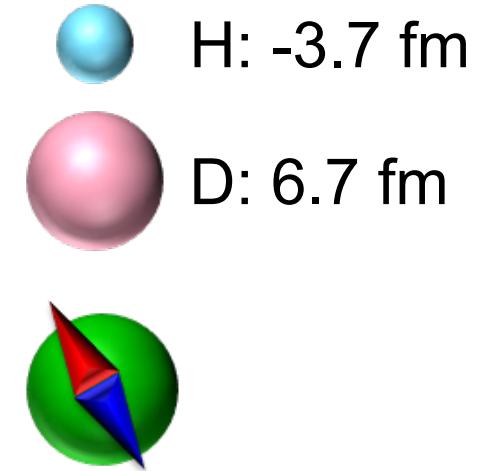
SANSでは水素等の軽元素を検出し易い

同位体を見分けられる  
重水素の利用

磁気散乱を観測できる(磁気構造解析)

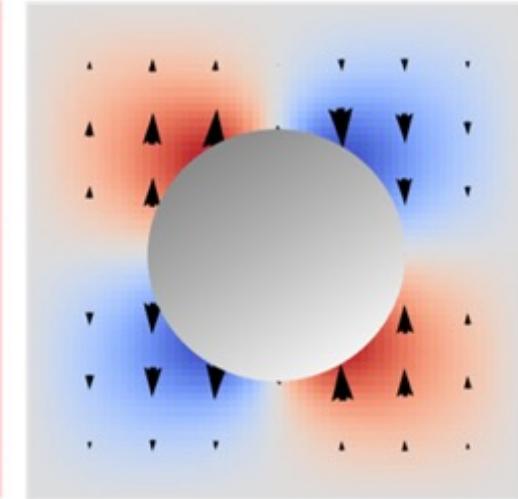
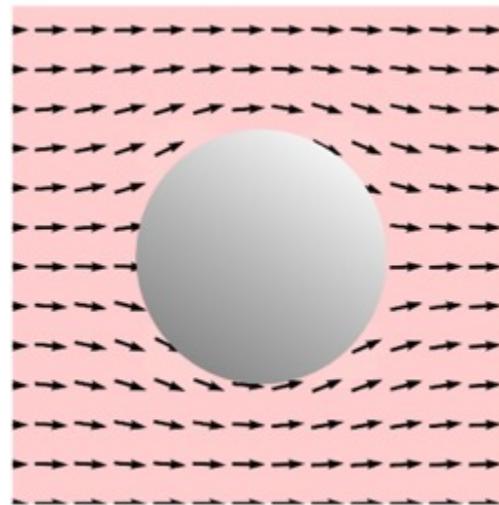
散乱コントラストの違い

SAXS/SANSコントラスト比の解析  
(合金コントラスト変調法)



# SANS-Jで得られたデータ

磁場依存性のある散乱  
→スピンミスマライメント



1 T以上でもスピンミスマライメント→磁気異方性の増大  
磁性材料にとって重要な磁気ナノ構造の情報

M. Bersweiler, E. P. Sinaga, I. Peral, N. Adachi, P. Bender, N.-J. Steinke, E. P. Gilbert, I. Peral, Y. Todaka, A. Michels, and Y. Oba, Phys. Rev. Mater. 5 (2021) 044409.

Y. Oba, M. Bersweiler, I. Titov, N. Adachi, Y. Todaka, E. P. Gilbert, N.-J. Steinke, K. L. Metlov, and A. Michels, Phys. Rev. Mater. 5 (2021) 084410.

SANS-Jのご利用をお考えでしたらお気軽にご相談ください

JRR-3 ユーザーズオフィス <https://jrr3uo.jaea.go.jp>

大場 洋次郎 [ohba.yojiro@jaea.go.jp](mailto:ohba.yojiro@jaea.go.jp)