

## 重点産業利用課題報告書

実施課題番号： 2007B1945

実施課題名： 真性歪および有効弾性限を最適化した ReBCO Coated Conductor の結晶成長の解明

実験責任者所属機関及び氏名： (財)応用科学研究所 長村光造 (0007969)

共同研究者： 京都大学工学研究科 足立大樹 (0008383)

日本原子力研究開発機構 町屋修太郎(0013045)

京都大学工学研究科 菅野未知央(0017773)

京都大学工学研究科 奥野良和 (0019282)

使用ビームライン： BL19B2

### 実験結果

#### 1. 利用目的および成果の概要

Re として Y、Gd あるいは Ho を含む  $\text{ReBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+d}$  の組成比を持つ超伝導体薄膜を金属基板上に酸化物バッファ層を介して結晶成長させ、さらにその上にキャップ層を堆積させた複合薄膜は次世代高温超伝導線材 ReBCO C.C.と呼ばれているが、多層複合材料であるため各層には不可避免的に残留歪が存在する。このときある大きさの圧縮残留歪が存在すると実際の使用環境中で超伝導臨界電流が最適化されることが、明かにされてきている。これまで申請者等は世界に先駆けて放射光を用いた ReBCO C.C.に対する歪測定の実験手法を確立しさらに計算等によりその最適残留歪の推定を行い、ReBCO C.C.の超伝導臨界電流の歪依存性の解釈を行い、ある程度の成功を収めてきた[1]。そこで本研究ではさらに真の高性能化のためには残留歪および超電導層自身の弾性・脆性歪応答特性を定量的に把握し、製造プロセスに反映させることを目的とした。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 試料

(1)AM 社製 YBCO C.C.は基板に厚さ 70 $\mu\text{m}$  程度の Ni-W 合金、バッファ層として約 1 $\mu\text{m}$  厚さの YSZO、約 1 $\mu\text{m}$  厚さの酸化物超伝導層、3 $\mu\text{m}$  厚さの Ag ラミネート層が付けられ、さらに厚さ 45 $\mu\text{m}$  の Cu 層が上下にハンダ付けされている。ハンダ層の厚さは片側 6 $\mu\text{m}$  であった。

(2)SP 社製の試料は図 1 に示されるように厚さ 50 $\mu\text{m}$  程度の Hastelloy 合金、バッファ層として 40nm の MgO、30nm の LMO 層、約 1 $\mu\text{m}$  厚さの酸化物超伝導層、2 $\mu\text{m}$  厚さの Ag 層が付けられ、さらに 20 $\mu\text{m}$  の Cu ラミネート層が上下に付けられている。

ここでは AM 社製の試料についての結果の一部を報告する。他の実験結果については解析中であり、まとめ次第公表の予定である。

## 2.2 引張試験

予備試験として室温と液体窒素温度で引張試験を行った。チャック間距離 60mm で、その中央に Nyilas 型伸び計(ゲージ長 25mm)を装着した。初歪速度  $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で試験を行った。単純引張ではある歪(Aa)まで引張ったあと、除荷しゼロ応力での永久歪(Ap)を測定した。これにより SPring-8 での実験条件をあらかじめ設定した。

## 2.3 精密格子定数測定

精密格子定数測定を SPring-8 の BL19B2 ビームラインで実施した。室温で引張り荷重を付加できる試験試料ホルダーに試料を取り付けた。ゼロ荷重、一定レベルの引張り荷重をかけた状態で回折実験を行った。ビームは透過の条件でテープの長手方向に回折した YBCO 相の(200)、(020)の 2 本の Bragg ピークの回折プロファイルを精密に測定した。

## 2.4 臨界電流の引張り歪依存性の測定

液体窒素温度で試料を引張り試験機に取り付け一定の荷重の下で、試料に電流を流し I-V 特性を計測した。これよりある応力 R および歪 A のもとでの臨界電流  $I_c$  を決定した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 引張試験

表 1 に示すように室温での引張り試験の結果、YBCO coated conductor の弾性限は  $R_{e.l.} = 200 \text{ MPa}$  に対応する歪みは  $A_{e.l.} = 0.16\%$ 、0.2%耐力は  $R_{0.2p} = 369 \text{ MPa}$  に対応する引張り歪は  $A_{0.2p} = 0.49\%$ であった。初期勾配からの弾性係数は  $E_c = 122 \text{ GPa}$  であった。複合則によれば弾性係数は次式で与えられる。

$$E_c = \sum V_i E_i \approx V_{Ni-W} E_{Ni-W} + V_{Cu} E_{Cu} \quad (1)$$

ここで  $V_i$  は各成分の体積分率である。体積の大半を占める Ni-W 基板と Cu ラミネート層の弾性係数は  $E_{Ni-W} = 117$ 、 $E_{Cu} = 130 \text{ GPa}$  であったので、(1)式から求められる弾性係数は  $120 \text{ GPa}$  となり、ほぼ実測値に近いことから、この coated conductor の機械的性質は 2 つの金属的成分によって説明できることがわかる。さらに液体窒素温度ではヤング率は大きな変化はないが、0.2%耐力は上昇した。

表1 YBCO C.C.の機械的性質

Temp.	Eo (GPa)	Rel (MPa)	Ael (%)	R0.2 (MPa)	A0.2 (%)
RT	122	200	0.16	369	0.49
77K	125	270	0.22	535	0.632

### 3.2 精密格子定数測定

室温で種々のレベルの引張荷重を与えたときの、歪に対する(020)格子面間隔の変化を図1に示す。面間隔は歪の増加とともにほぼ直線的に増加するが、 $A=0.4\%$ の付近で増加割合が少なくなる。この時点でYBCO超電導層にかかる応力が部分的に緩和したと考えられる。同様の変化を(200)面についても整理し、全体をまとめたものを表2に示す。いくつかの興味あることが明かとなった。緩和の起こる歪は格子面に関わらず同じである。緩和の起こる前を可逆領域とするとその勾配は僅かであるが異なり、(200)面のほうが大きい。

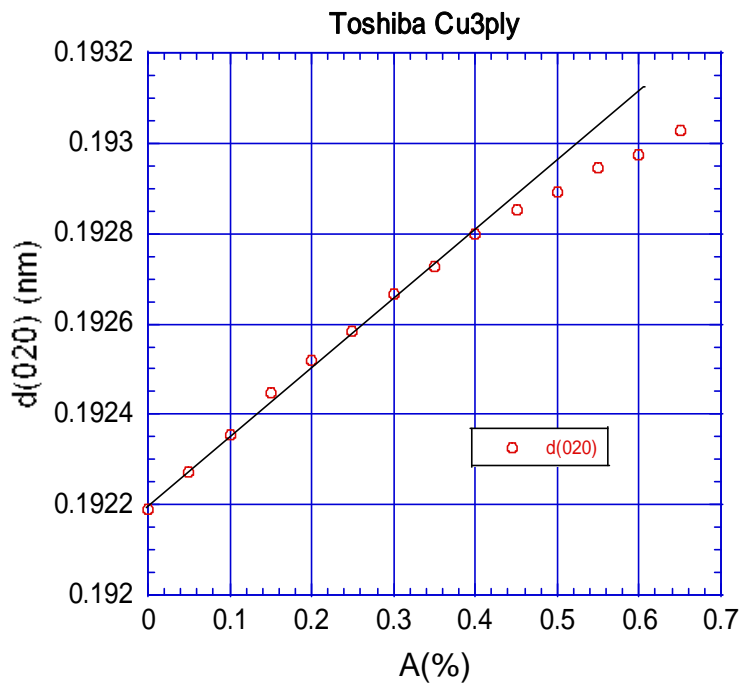


図1 YBCO層(020)面間隔の歪依存性

表2 引張歪による格子面間隔の変化

格子面	$d_0$ (nm)	$d_{relax}$ (nm)	$A_{relax}$ (%)	$\Delta d/\Delta A$ (nm/%)
(020)	0.19220	0.19280	0.4	0.0015
(200)	0.18905	0.18972	0.4	0.0017

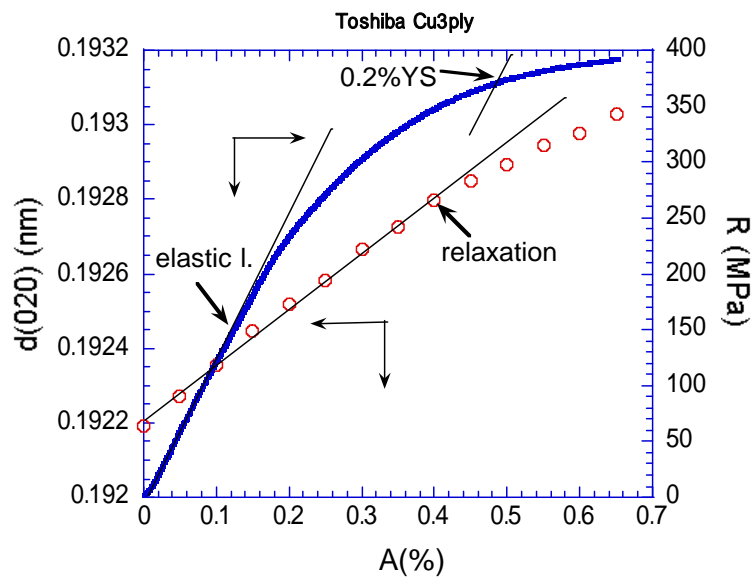


図2 格子定数の変化量の永久歪量依存性

ここで図2に面間隔の歪依存性と、応力・歪曲線の関係を示す。複合体全体の弾性領域を示す弾性限は $A=0.16\%$ 付近にあるが、YBCO超電導層が緩和し始めるのは $A=0.4\%$ にある。このことは複合体が塑性変形し始めても、超電導層は弾性的に伸び続け、ある歪(実験的に緩和と定義した歪)で巨視的に破断し始める。破断することにより構成する上下のbuffer層、cap層との間で部分的にせん断破壊を起こし、応力が緩和されることによると考えられる。

### 3.3 臨界電流の歪依存性

図3は液体窒素温度での臨界電流の測定結果である。Loadingは引張り歪に対する依存性であり、unloadingは永久歪に対する依存性である。荷重下で測定した臨界電流値が、除荷したとき元の値に戻るか、いわゆる可逆性の定義として99%の値まで戻れば可逆的であ

ると判定することにすれば、図3中でP点まで変形させても、除荷によりQ点に戻り、永久変形はあるものの、臨界電流は99%までに戻ること示している。これ以上変形をくわえると図3中に矢印で示したように臨界電流はもとに戻らない。

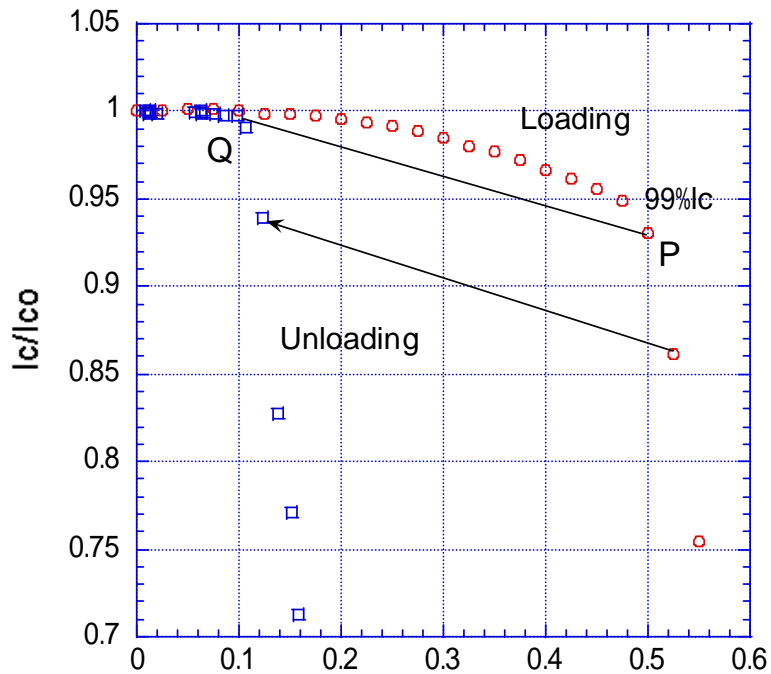


図3 規格化した臨界電流の歪依存性

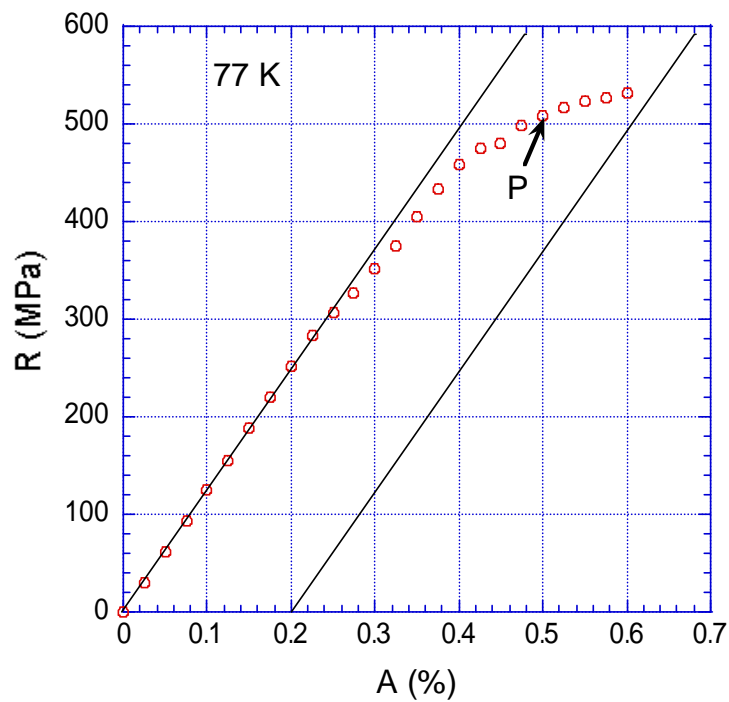


図4 77Kにおける応力 歪曲線

図4に77 Kでの応力 歪曲線を示す。図中のP点は、丁度図3のP点に対応する。図3中のP点は、臨界電流の可逆限界を意味した。図4からこの点はすでに塑性領域にあることがわかる。さらに表1の機械的性質の温度依存性の対応から、このP点は超電導層内の応力が破断により緩和し始める状態に対応すると推定することが出来る。

このことは、すでに報告した結果[1]である、事前に系統的に予歪を与えた YBCO C.C. について、超伝導層の精密格子定数測定から歪を決定し、その予歪依存性の考察から得た結論を支持するものである。

#### 4 . まとめ

今回の SPring-8 の実験の重要性は 1  $\mu\text{m}$  程度の非常に薄い酸化物層の変形挙動、とくに弾性的・脆性的挙動を、引張歪印加のもとで直接明かにできたことである。とくに超電導層の応力の緩和は、超電導層の破断によって起こるとすると、その時点が臨界電流の可逆限界に対応することにより、すべての実験結果を self-consistent に解釈できる点である。

#### 文献

[1] K.Osamura, M.Sugano, S.Machiya, H.Adachi, M.Sato, S.Ochiai and A.Otto, “Reversibility of micro- yielding and critical current in YBCO coated conductor caused by uniaxial tensile load”, Super. Sci. and Technol., 20 (2007), S1-S6