

## コーテッド多層超伝導複合材料におけるひずみの評価 Strain analysis in multilayered coated superconducting composite tapes

奥田 浩司<sup>a</sup>, 戸田 徳大<sup>a</sup>, 永野 伸次<sup>a</sup>, 今西 朗<sup>a</sup>, 落合 庄治郎<sup>a</sup>, A.Pruseit<sup>b</sup>, 小金澤 智之<sup>c</sup>  
Hiroshi Okuda<sup>a</sup>, Norihiro Toda<sup>a</sup>, Shinji Nagano<sup>a</sup>, Akira Imanishi<sup>a</sup>, Shojiro Ochiai<sup>a</sup>,  
A.Pruseit<sup>b</sup>, Tomoyuki Koganezawa<sup>c</sup>

<sup>a</sup>京都大学大学院工学研究科, <sup>b</sup>THEVA dünnschittechnik, <sup>c</sup>(財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Kyoto University <sup>b</sup>THEVA dünnschittechnik. , <sup>c</sup>JASRI

コーテッド多層超伝導複合線材の引張荷重下における歪の変化を評価する目的で、BL46XU の多軸回折計を利用した引張負荷その場回折実験をおこなうとともに、その回折プロファイルの入射エネルギーによる変化を検討した。応力歪曲線から、引っ張り変形に伴って基板と超伝導層・バッファ層がともに弾性変形を起こす初期変形から基板の Lüders 変形と超伝導層の多重破断の進む領域が確認され、X 線ではそれらの歪変化の特徴を捉えることができた。しかしビームタイムと信号強度の兼ね合いで残留歪の絶対値評価をおこなうには至らなかった。

キーワード： コーテッド超伝導多層薄膜、複合材、歪、異常分散

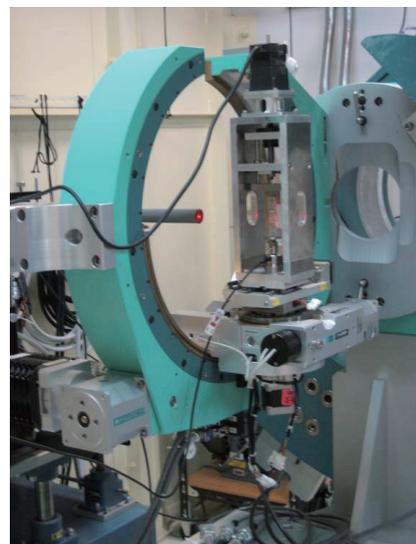
### 背景と研究目的：

本申請ではこれまで申請者が Ag/Bi2223 多芯超伝導複合線材のひずみ測定の一連の評価で明らかにしてきた、引張り負荷応力環境での超伝導酸化物の多重破断現象の評価方法[1]-[3]を、より評価が困難であるが、高性能材料として重要性を増しているコーティング形の超伝導複合薄膜に適用し、負荷応力下における超伝導層の歪を直接測定することを目的とする。われわれはこれまでは Ag シース Bi2223 超伝導複合線材(Ag/Bi2223)をターゲットとした外部負荷環境でのひずみ変化を明らかにしてきた。この材料についてはその場観察によって得られる複合材と超伝導酸化物相のひずみの外部負荷応答が力学的な複合材モデリングによる解析から推定されていたものとよくあうことを直接実証することができた。一方、臨界電流の高さから注目されているコーテッドタイプの超伝導多層テープ材の場合、機能層である超伝導膜厚は数  $\mu\text{m}$  程度以下の厚さしかなく、試料の照射体積の観点からは回折実験が Ag/Bi2223 系と比較してもさらに困難である。残留歪の制御や応力負荷環境における機能層の歪状態の定量把握に必要なその場回折実験手法と、その精密化を実現する事は実用超伝導線材の信頼性設計の観点から重要である。本申請ではコーテッド超伝導多層膜の応力負荷環境での歪その場評価手法の確立の一環として、面内回折を利用した Axial Strain の直接測定と Dy 吸収端による超伝導層ピークの同定をおこなった。

### 実験：

図1は本実験で製作・使用した In-situ 引張荷重負荷装置である。Ag/Bi2223 系での測定にも対応するため、透過配置での実験と反射配置の実験、いずれにも対応可能な設計となっており、今回は 1kN のロードセルを用いて負荷応力をモニターしながら歪測定をおこなった [1][2]。測定は BL46XU の HUBER 多軸回折計に In-situ 装置をマウントし、面内回折測定で Axial Strain に対応する回折ピークのシフトの直接測定をおこなった。

図1. 本申請で用いた In-situ 引張試験装置。供試料をそのまま引張るため、Ag/Bi 系[1][2]の実験と比較し、耐荷重の大きなものに仕様変更した。



超伝導線材における歪効果は線材長手方向に負荷されるため、その方向の歪(Axial Strain)を評価する事が必要である。 Axial Strain の直接測定が困難な場合には面垂直方向の歪を測定する事も可能であり、例えば基板が厚い場合(ten Haken ら、[3])や曲げ歪の評価のように板材の片側表面近傍の情報のみを必要とする場合[4]などには有効である。 しかし超伝導セラミックスは一般に破壊歪が小さい上、ポアソン比も金属材料の典型的なものと比較すると半分程度しかないので、Axial な応力負荷に対する垂直方向の歪に伴うピークシフトが非常に小さく、有意差検出が困難になるという困難がある。 今回は照射体積の問題から Ag/Bi2223 材料の場合に採用した Laue 配置での Axial Strain 測定は困難であると予想し、面内回折による Axial Strain 測定を試みた。 また、薄膜成長層からの回折について、Dy123 層からの回折であることを確認するため、DyL 吸収端直下で原子散乱因子の実部を大きく変化させて回折強度の変化を確認した。

図2は今回申請した試料にかかわる元素の異常分散効果による原子散乱因子の実数部の変化を図示したものである。 図からわかるとおり、Dy の L 吸収端直下では  $f_{Dy}$  は大きく変化し、Dy123 層による Bragg ピークの強度はそれに伴い大きく変化する。 図の赤丸で示された2点が今回のエネルギーであるが、本テープ材で用いられている成長バッファ層は比較的軽元素からなるため、Dy123 層からの回折については同定確認が容易である一方、Dy123 層とバッファ層の歪が共通であるか、界面破壊などによって異なる歪状態が生じているかについては上記2点間の  $\Delta f$  と比較してバッファ層との差が大きく、プロフィールへのバッファ層の寄与が小さい。

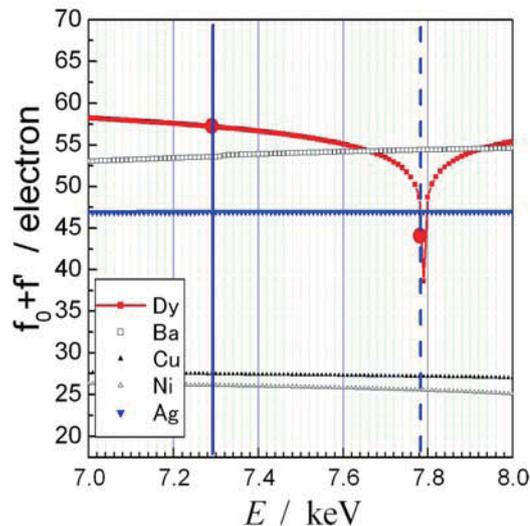


図2. 本実験にかかわる多層膜構成元素と異常分散効果(実数部)の報告値の例。本実験ではビームタイムの都合上、予定していた実験のうち Dy 吸収端での測定の一部のみおこなった。L 吸収端は変化量が大きいため、回折プロフィールが良好であればコントラスト変化の確認は可能と期待される。

#### 結果および考察：

図1に示す In-situ の小型引張試験装置を BL46XU の HUBER ゴニオ上にマウントし、試料に引張荷重をかけながら面内回折による Dy123 層のピークシフトを検討した。 図3は得られたピークシフトから求めた歪の相対変化の解析結果である[5]。 負荷応力の増加に伴い、Axial Strain が増加し、多重破断条件ではそれ以上の Dy 層の歪の増加はないことが分かる。一方、その歪の絶対値、すなわち As Deposit 状態での残留歪の評価には Strain Free 状態でのピーク位置の評価が必要となるが、剥離材についての評価については現在無ひずみ状態についての校正方法の検討を進めているところである。

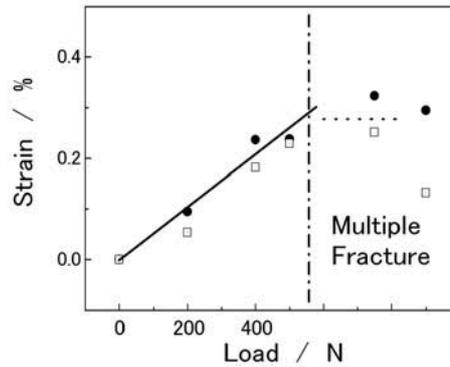


図 3. Dy123 層の引張荷重下での相対歪変化の測定結果。前課題で得られた予備的な結果と今回のデータを組み合わせて得られたものである。現状ではバッファ層の歪との分離についての結果が不十分なため、これらの分離が課題となる。

#### 今後の課題：

Ag/B2223 多芯超伝導線材と比較した場合、コーテッド超伝導多層薄膜線材は薄膜の超伝導層が存在する事により、大きな臨界電流と曲げ変形耐性が期待される。しかし機能層が圧倒的に薄いため、照射体積の問題から Axial Strain の測定が困難であるという歪評価上の課題がある。今回 Dy 吸収端コントラストの変化などを利用する事で、面内回折に関して Dy123 起源の回折ピークであるか否かという程度の判定は可能である事が示せたものの、元素分別解析の最も強力な部分であるとも考えられるバッファ層と超伝導層の歪分別に関しては予想されるピーク強度差が小さく、ビームタイムの関係で有意な差が期待できなかつたため、今回は測定対象としなかつた。今後、このような異常分散利用の特徴である解析実験を進め、歪応答とバッファ層/機能層破壊の関係を明らかにしてゆく必要がある。

#### 参考文献：

- [1] H.Okuda et al, Physica C 411(2004)114.
- [2] H.Okuda et al. Scr. Mater. 55(2006)691.
- [3] B.ten Haken and H.H.J. ten Kate Physica C20, (1996) 21.
- [4] H.Okuda et al., Scripta Mater. 58(2008)687.
- [5] H.Okuda et al., Physica C (2011) in press.