

加速器磁石応用を指向した新方式低温引張装置による
薄膜高温超伝導材料の最適ひずみ状態の解明
**Optimal Strain State in Thin Film High-temperature Superconductor Using
Novel Cryogenic Tensile Testing Apparatus for Accelerator Magnet
Application**

菅野 未知央^a, 町屋 修太郎^b, 菖蒲 敬久^c, 城 鮎美^c, 梶原 聖太郎^d
Michinaka Sugano^a, Shutaro Machiya^b, Takahisa Shobu^c, Ayumi Shiro^c, Kentaro Kajiwara^d

^a高エネルギー加速器研究機構, ^b大同大学,
^c日本原子力研究開発機構, ^d(公財)高輝度光科学研究センター
^aKEK, ^bDaido University, ^cJAEA, ^dJASRI

高温酸化物超伝導線材である REBCO テープ線材は高磁場加速器磁石への応用が期待されている。この超伝導体には臨界電流のひずみ効果が観察されており、一定のひずみで臨界電流が最大となるが、最適ひずみ状態は明らかになっていない。本実験では、超伝導線材に外部から引張ひずみを負荷した状態で REBCO 薄膜の内部ひずみを放射光回折により測定することにより、内部ひずみを負荷ひずみの関数として推定する方法の確立を目指した。特に、実使用環境である低温での測定を目指し、新たな冷却方式を採用した小型低温引張試験装置を開発し、これを用いた初めての実験を行った。その結果、室温から最低温度 40 K までの間で熱残留ひずみおよび内部ひずみの測定に成功した。

キーワード： X線回折、内部ひずみ、高温超伝導線材、低温引張装置

背景と研究目的：

欧州原子核研究機構(CERN)の大型ハドロン衝突型加速器(LHC)では、陽子衝突エネルギーの高エネルギー化計画が提案されている[1]。超伝導磁石は加速器の主要なコンポーネントであり、ビームの偏向のための双極磁石、集束のための四極磁石が用いられている。高エネルギー化のためには現状の 8 T 程度から 16~20 T 級の高磁場磁石が必要であり、これを実現するための超伝導材料の候補として REBa₂Cu₃O_{7-δ}(以下、REBCO と呼ぶ)が挙げられる。この材料は磁場中で高い臨界電流密度を維持できるという優れた特性を有するが、一方でそのポテンシャルを発揮するためには結晶を高度に二軸配向させる必要があるため、金属テープ上に薄膜成長される。このように、REBCO 線材は酸化物超伝導体と金属の複合材料である。

高磁場磁石では強大な電磁力がコイルに発生するため、磁石設計のためには超伝導材料の機械的特性の把握が重要になる。全ての超伝導体には、弾性変形の範囲内で可逆的に臨界電流が変化する可逆ひずみ効果と、一定ひずみ以上で起こる材料の破壊による不可逆ひずみ効果が存在する。磁石を励磁した状態、つまり超伝導体に電磁力が作用している状態でどの程度の臨界電流を維持できるのかを予測するには前者の情報が必要であり、限界設計をするためには後者が必要になる。いずれにしても、外部から負荷されたひずみに対して複合材料内部の超伝導体自体に発生している内部ひずみを評価することが、臨界電流の変化を予測する手法を確立するためには不可欠である。

以上のような目的から超伝導複合材料の内部ひずみを測定する目的で量子ビームを用いた実験が近年盛んに行われている。超伝導材料は低温で用いられ、かつ電磁力をフープ力で代表させるとコイル中の線材には引張応力として作用するので、低温引張実験を行う必要がある。中性子回折では回折計に大型の装置を設置することが可能であるため、GM 冷凍機と引張装置を一体の真空容器に納めた低温引張装置が既に開発されている[2][3]。一方で、薄膜サンプルを測定するには放射光がより適しているが、放射光ビームライン用の低温引張装置の開発は中性子回折と比較して遅れている。これは、回折計に搭載できる装置の重量に制限があるためであり、装置の小型化

が求められるためである。本実験では、新しい冷却方式を採用することで、回折計に搭載する部分を小型化した低温引張装置を開発し、初めての測定を行った。

実験：

低温引張装置の概略を以下に説明する。冷却には2段 GM 冷凍機を用いた。冷凍機は床置の真空容器の内部に設置されている。一方、回折計に載せるのは引張装置の部分のみとした。両者を2 m 長の5 N 高純度アルミ可とう導体で接続することで、引張装置部分を軽量化した。引張装置と冷凍機真空容器は共通の真空とし、両者を繋ぐ真空フレキホース内部に可とう導体を通すことで、伝熱の役割を果たしつつ、引張装置内部の試料の位置調整のための回転や x、y 軸移動を可能とした。このように、別構造の真空容器間を可とう線で接続して伝熱する方式は初めての試みである。

引張装置は、上部のサーボモーターにより駆動され、モーター制御により荷重、ひずみ制御が可能になっている。最大荷重は2 kN である。試料は上下の銅製つかみ具により固定され、上部つかみ具を引き上げることで、引張荷重を負荷する。このつかみ具は伝熱線を介して冷却されるとともに、ヒーターと温度センサーが内蔵されており、最低温度以上の任意の温度に調節できる仕組みになっている。装置の全体写真を図1に示した。

今回の実験では、SuperPower 社製の(Y,Gd)BCO 線材を用いた。この線材は、厚さ50 μm のHastelloy テープを基板として、まず超伝導層を配向成長させるための中間層(MgO など複数層)を成膜し、その上に(Y,Gd)BCO 超伝導膜を厚さ約1 μm で配向成長させている。さらに、Ag 保護膜をのせ、最後に全周を厚さ20 μm のCu でメッキされた構造となっている。線材の厚さは約0.1 mm、幅は4 mm、長さは120 mmに切り出した。

回折測定は白色 X 線回折ビームライン BL28B2 で実施した。線材の回折測定は透過配置で実施した。受光側スリットの開口は高さ0.1 mm×幅0.4 mmとした。検出器には、Ge 半導体検出器を用いた。本実験では、(Y,Gd)BCO 膜は二軸配向しており、かつ双晶構造を有するため、線材の長さ方向に a 軸または b 軸が配向している。引張荷重は線材長さ方向に負荷したので、引張軸方向の(Y,Gd)BCO 膜の内部ひずみを200、020 ブラッグピークのシフトから測定した。ひずみを求めるために必要な無ひずみ状態の(Y,Gd)BCO 膜の格子定数測定には、線材からはく離した膜を用いた。はく離膜をポリイミドテープに転写し、これを下側つかみ具に固定した銅製治具に貼付けて、線材とともに冷却した。

後で示す様に、外部から線材に負荷した引張ひずみ ϵ_a と超伝導膜の内部ひずみ ϵ_i の間には、膜の破断ひずみ以下では線形関係が成り立つことが知られている。また、無負荷の状態でも超伝導膜には残留ひずみ(ϵ_r)が発生している。したがって、内部ひずみは以下の式で表される。

$$\epsilon_i = \epsilon_r + \alpha \epsilon_a \quad (1)$$

ここで、 α は実験的に決定される比例係数であり、以下ではひずみ変化率と呼ぶ。本実験では、 ϵ_r と α を室温および低温で求めることを目指した。

結果および考察：

事前にオフラインで試料を取り付けた状態での冷却試験を実施したところ、上下のつかみ具温度が25 K まで冷却可能であることが確認された。これは、本実験で用いた高温超伝導体を測定するためには充分低温である。この結果から、今回初めて試みた、2 m の伝熱線を介した冷却が可能であることが実証された。

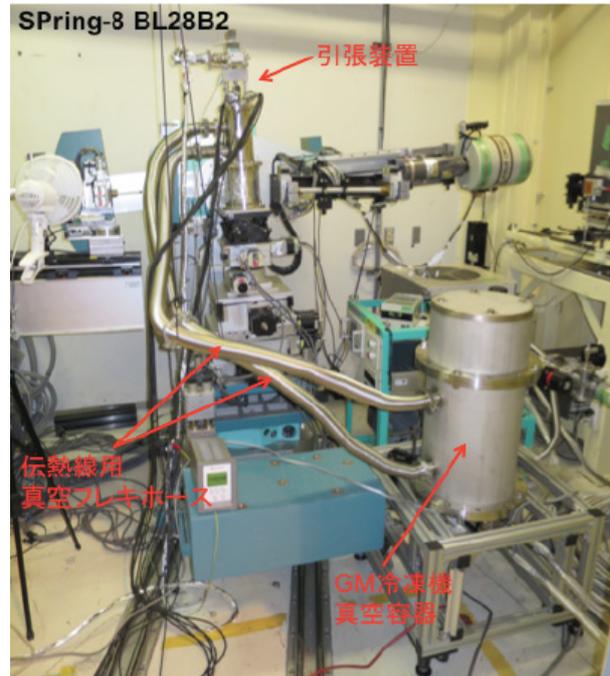


図1. 低温引張装置の全体写真

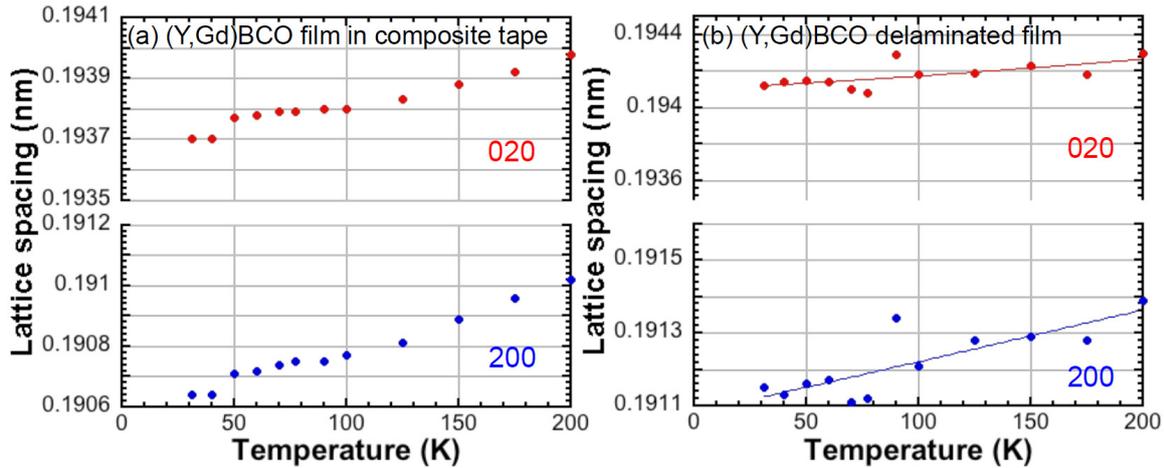


図2. 線材中(a)およびはく離膜の(Y,Gd)BCO 薄膜の格子定数の温度依存性

まず、無負荷の状態ですべて試料を最低到達温度まで冷却した。その後、前述したつかみ具のヒーターを用いて試料を昇温させながら、線材とはく離膜の格子定数(d_{tape} , d_{film})を測定した。温度 T の内部ひずみ(ε_i)は、

$$\varepsilon_i = \frac{d_{tape} - d_{film}}{d_{film}} \quad (2)$$

で定義した。40 K から 200 K の間で測定した、線材中およびはく離膜の(Y,Gd)BCO の 200、020 面の面間隔を図 2 に示す。線材と比較すると、はく離膜の格子定数のばらつきが大きいことが分かる。今回の実験では、ポリイミドテープにはく離膜を固定しており、少し離れた下側つかみ具の温度センサーで測定中の温度をモニターした。しかし、ポリイミドは熱伝導率が低いため、ビームを当てることで局所的に温度が上昇している可能性が考えられる。無ひずみの格子定数の測定方法には改善の余地があり、今後の課題である。YBCO 単結晶の過去の測定結果では 40 K から 200 K の格子定数を 2 次関数で良くフィッティングできるため[4]、今回は関数近似して求めた各温度の d_{film} を以降の解析で用いた。式 2 から無負荷で測定した内部ひずみ(残留ひずみ)の温度依存性を計算した結果を図 3 に示す。測定した温度の範囲内で残留ひずみの変化は-0.08%程度と小さいことがわかる。REBCO 線材については、中性子回折で低温引張試験の報告があるが、中性子回折では微量なはく離膜から十分な回折強度が得られないため、無ひずみの格子定数には物性値を仮定した計算値が用いられている。線材と実験的に求めた無ひずみの格子定数から直接内部ひずみを評価したのは今回が初めてであり、はく離膜からも回折強度が得られる放射光のメリットを活かした実験であると言える。

次に、300 K、77 K、40 K の各温度で引張試験を実施し、負荷ひずみに対する(Y,Gd)BCO 膜の内部ひずみ変化を測定した。020 面についての結果を図 4 に示す。

ビームタイムの関係上、今回の実験中に冷却、昇温、サンプル交換を行う時間が取れなかったため、40 K と 77 K は同一サンプルでの測定結果である。まず、40 K で(Y,Gd)BCO 膜が破断しない範囲内で引張試験を行い、一旦除荷した後、77 K まで昇温して再度引張試験を行った。いずれの温度でも、内部ひずみと負荷ひずみに線形関係が成り立つことがわかる。このグラフの勾配から、ひずみ変化率を

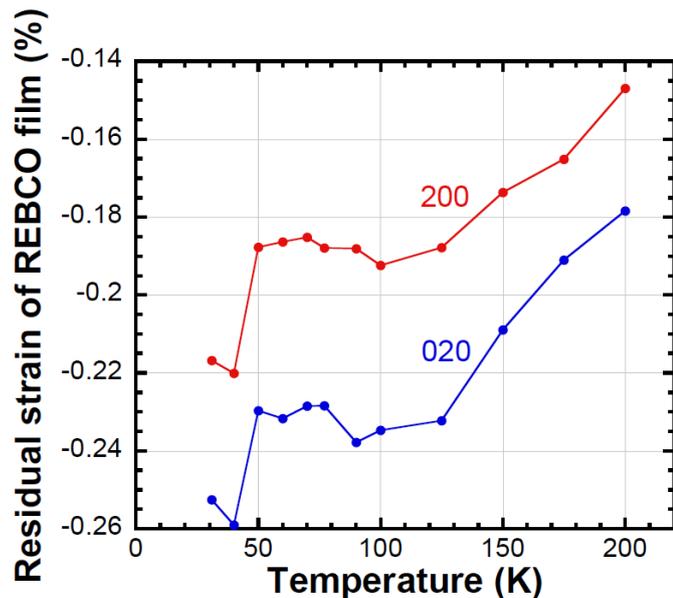


図3. 残留ひずみの温度依存性

評価した。200、020 面について各温度での値を表 1 に示す。

格子面ごとの温度依存性を比較すると数%の範囲内で一致しており、ひずみ変化率は温度によらず一定であることがわかった。一方、同じ温度の 200 面、020 面の値を比較すると、200 面の方が 6～7%大きい値になっている。これは、a 軸方向の弾性定数が b 軸方向に比較して 10%程度小さい、すなわち変形し易いため、引張方向に a 軸が配向したドメインがより大きく変形しているためであると考えられる。同一の実験結果は過去にも室温の測定で測定されている[5]。

以上のような実験から、室温および低温で残留ひずみとひずみ変化率を評価することに成功した。REBCO 線材は、超伝導体の成膜プロセスによって臨界電流の最大値や劣化が開始するひずみ値(許容ひずみ値)が異なることが知られているが、これまでその原因は明らかになっていない。今回開発した低温引張ひずみ測定技術を様々な REBCO 線材に適用し、臨界電流の負荷ひずみ依存性と比較することで、臨界電流を最大化するための内部ひずみ状態や、許容ひずみを決める要因(残留ひずみの違いか、膜の破断ひずみそのものの違いかなど)を具体的に議論できる様になると期待される。

参考文献：

- [1] <https://espace2013.cern.ch/fcc/Pages/Hadron-Collider.aspx>
- [2] Y. Tsuchiya et al, *Meas. Sci. Technol.* **21**, 025904 (2010).
- [3] X. Jin et al, *Rev. Sci. Instr.* **84**, 063106 (2013).
- [4] C. Meingast et al, *Phys. Rev. Lett.* **67**, 1634 (1991).
- [5] K. Osamura et al, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **22**, 8400809 (2012).

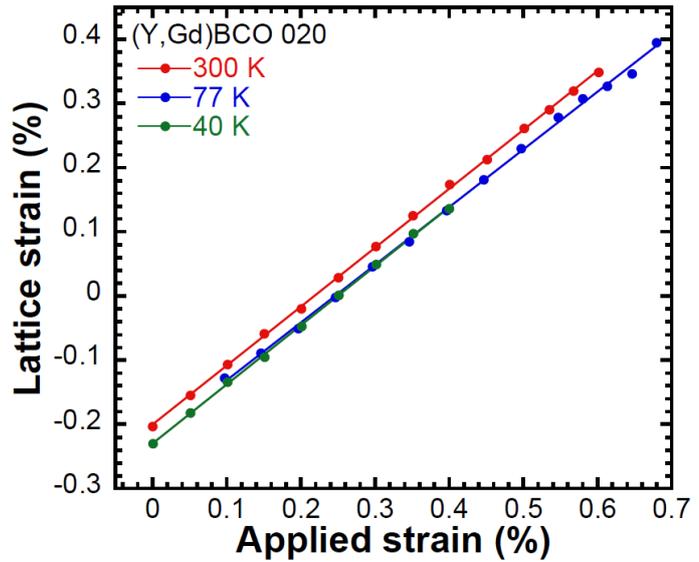


図 4. 線材の低温引張試験により測定した引張負荷ひずみに対する(Y,Gd)BCO 膜の内部ひずみ変化

表 1. (Y,Gd)BCO 膜の a 軸(200 面)、b 軸(020 面)のひずみ変化率

	200	020
300 K	0.986	0.919
77 K	0.954	0.899
40 K	0.989	0.922