

実施課題番号 : 2007B1824
実施課題名 : Bi系酸化物超電導線材の焼結過程のin-situ X線回折法の検討
実施責任者 : 住友電気工業株式会社 飯原順次
使用ビームライン : BL46XU

Bi系酸化物超電導線材の焼結過程の in-situ X線回折法の検討
(住友電気工業株式会社 解析技術研究センター)
飯原順次、山口浩司

1. 背景・目的

酸化物超電導線材（以下、超電導線材）は、電力搬送・強磁場発生等への利用を想定し、超電導状態の線材に流し得る臨界電流値を現状の200Aから300Aに引き上げることを目標に開発が行われている。

超電導電流はc軸配向した超電導相のab面に沿って流れるため、臨界電流値の向上には非超電導相の低減、超電導相の配向性向上が高性能超電導線材の開発課題である。

超電導相は $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ の組成（以下、Bi2223相）であり、Bi2212相を主相とする原料粉末を銀パイプに充填し、伸線、圧延により線材形状にした後、焼結によりBi2223相を合成する。線材に残存する非超電導相は未反応原料や、焼結過程で生じるBi2201相、Ca-Sr-Cu-O、Ca-Sr-Pb-Oなどの中間生成物である。これらの化合物種やその量は原料配合比率や焼結条件などの製造条件で決定され、焼結中の反応を把握することにより、非超電導相の残存が少ない製造条件を求めることが可能である。

本材料は冷却時にも結晶相が変化するため、焼結中に抜き取った線材の評価では焼結中の反応を評価できていない可能性が高い。従って、焼結過程を模擬した in-situ 結晶相評価による反応の解析が必要となる。本課題では、このために必要な焼成炉の開発に際し、焼成炉の入射・出射窓、測定条件等の基本データを得ることを目的とした。

2. 実験方法

雰囲気制御性を向上するために、雰囲気制御する領域内に、加熱ヒーター、断熱材を有しないガラス製の管状炉を基本構造とすることとした。この場合問題となるのが、焼成炉へのX線入射、出射窓の材質および厚さである。加えて、Laue配置に試料を設置し、イメージングプレートにて回折図形を測定するため、露光時間、カメラ長に関する検討を実施した。

検討に際しては、ガラス管、厚さの異なる入出射窓、ヒーター部を模したSUSパイプにより構成されるダミーの焼成炉を用いた。(図1)

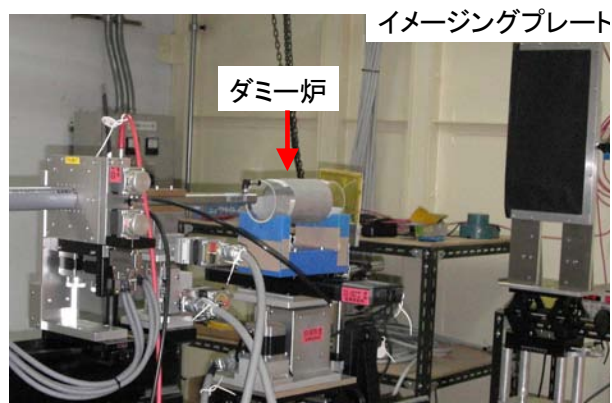


図1 実験配置図

3. 結果

4象限スリット、ダイレクトビームストップ、加ダミーの焼成炉を設置し、試料無し、加熱炉の入・出射窓無しの状態で、測定したバックグラウンドを図2に示す。空気散乱に伴うバックグラウンドのみが認められ、迷光に起因するバックグラウンドは認められなかった。

ダミー炉内に試料および試料ホルダを設置した後、入射窓に1 mm厚の合成石英板を設置し、バックグラウンドの確認を実施した結果を図3に示す。入射窓による散乱が強く認められていることがわかる。次に、入射窓を取り外し、出射窓として1 mm厚の合成石英板を設置し、バックグラウンドの確認を実施した結果を図4に示す。試料による吸収によりX線強度が低下しているため、入射窓による散乱線と比べると弱いものの、出射窓による散乱線がバックグラウンドとして現れていることがわかる。

以上の結果を受けて、入射窓および出射窓による散乱線を遮蔽する措置を施した後の結果を図5に示す。測定の際には入・出射窓には1 mm厚の合成石英板、試料を設置してある。図中には入出射窓による散乱線が現れる領域を赤線にて示してある。遮蔽措置の効果により、散乱線は認められていないことがわかる。

上記の検討により管状炉の入出射窓の条件決定を行うことができた。そのほか、イメージングプレートへの露光条件等も決定した。

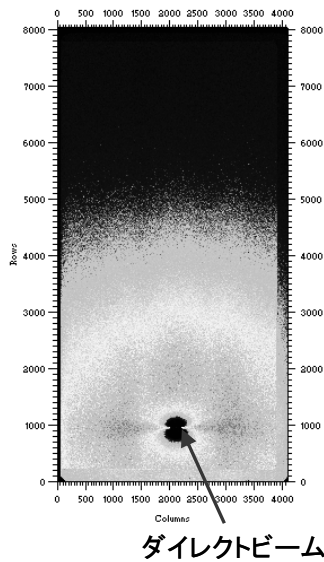


図2 バックグラウンド測定

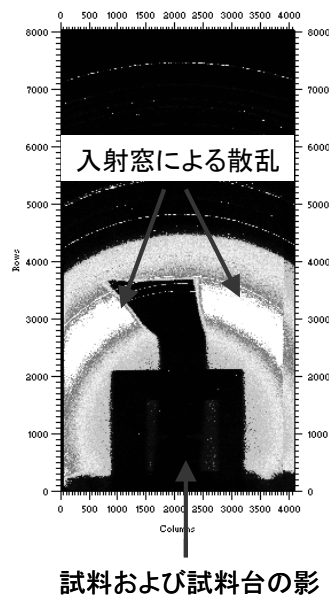


図3 入射窓による散乱線の影響

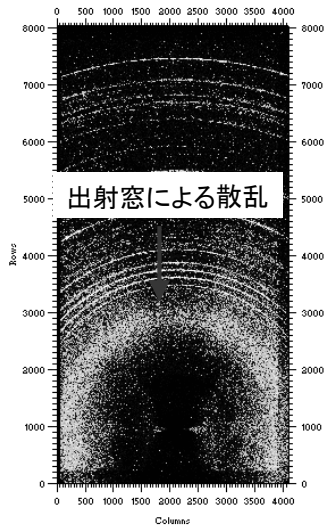


図 4 出射窓による散乱線の影響

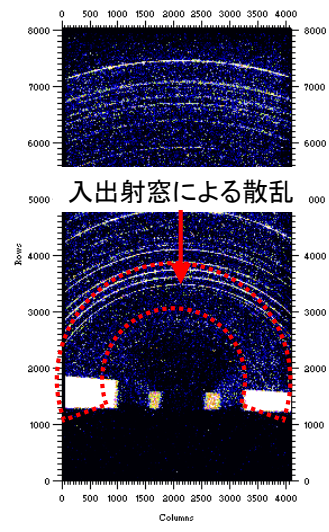


図 5 入出射窓による散乱線の
遮蔽を施した結果