

実施課題番号 : 2003B0731- NI- np- TU
 実施課題名 : Bi 系超電導線材の内部構造観察
 実施責任者 : 住友電気工業株式会社 山口浩司
 使用ビームライン : BL19B2

Bi 系超電導線材の内部構造観察

(住友電気工業株式会社 解析技術研究センター)
 山口浩司、木村淳、飯原順次、横山勝昭、清水佳織

【背景および目的】

酸化物超電導材料は、超電導特性を発現させるための冷媒として、安価な液体窒素を利用できることから、様々な分野への応用が検討されている。電気抵抗ゼロで大電流を流し得ることから、電力ケーブルや強磁場用電磁石などに用いられる線材も大きく期待されている分野の一つである。このような線材応用については、図 1 に示したような銀シースの中に $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (以下、Bi- 2223 と略す) 超電導相から成る複数のフィラメントを配した構造を持つ線材が実用化に向けて各社で開発が行なわれている。

Bi 系超電導線材の実用化に対する最大の課題は、超電導状態を保ったまま流しうる最大の電流量(臨界電流値: I_c)をさらに向上させることである。このためには、Bi- 2223 相以外の異相を減らし、異方性の強い Bi- 2223 相を線材のフィラメント内で強く配向させ、さらに緻密に充填することが重要である。臨界電流値の低い線材の長手方向の断面組織を観察すると、図 2 に示すように、Bi- 2223 超電導フィラメント内に非超電導相の凝集した部位が見られることがある。このような非超電導相の凝集部は、フィラメント内を流れる超電導電流を妨げ、結果として線材の臨界電流値を下げると考えられる。したがって、臨界電流値を向上させるには、このような組織が生じないようにプロセスを改善する必要がある。(図 3 にプロセスの概略を示す)

今回、実施した課題では、上に述べた非超電導相の凝集部位の成因を推定するため、超電導線材の内部構造の観察を試みた。

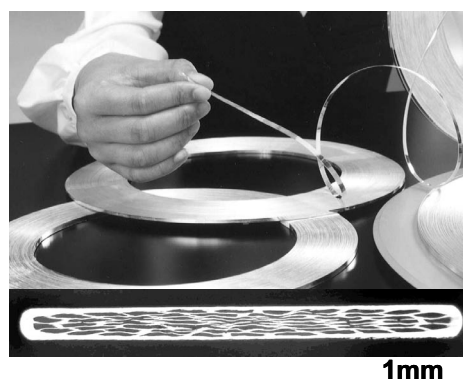


図 1 Bi 系超電導線材の外観(上)および断面構造(下): 白く見える銀の内部に黒く見える超電導フィラメントが並んでいる

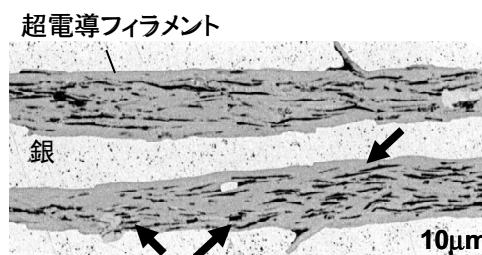


図 2 超電導線材の長手方向の断面組織: 矢印で示した位置などで、黒く見える非超電導相が凝集している

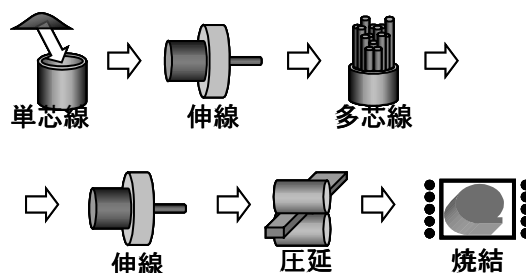


図 3 超電導線材の製造プロセス

【実験手法】

今回観察に供した試料は、表 1 に挙げた臨界電流値が低い線材(70A)および高い(110A)線材の二つのグループ、合計 4 試料である。これらの試料は、予め化学エッチングにより外側の銀被覆を剥いている。これは、全体の X 線の透過率を上げ、銀の影響を小さくすることを目的として実施したものである。

X 線のエネルギーには、銀の吸収端の直下である 25.0keV を用いた。これにより、銀の影響を小さくすることが可能であると考えた。さらに、線材全体の透過率を計算しても、25.0keV は 50keV 程度と同じ透過率であり、透過率の点でも最適と判断した。

観察には、BL19B2 の第 3 ハッチに設置されている浜松ホトニクス製 X 線ズーム管(C5333)を用いた。ズーム管の倍率としては、10倍および 30倍を使用した。露光時間は、画像を確認しながら、検出器が飽和しない範囲で長くとした結果、視野により 10 秒から 300 秒の間となった。

試料名	臨界電流 I_c (77K)
低 I_c -1	70 A
低 I_c -2	
高 I_c -1	110 A
高 I_c -2	

【実験結果および考察】

図 4 に低 I_c -1 をズーム管の倍率を 30 倍、露光 120 秒で観察した結果を示す。ここで、線材の圧延方向は写真の上下方向であり、写真の左端が線材の端面である。圧延方向に沿って帯状に明暗のコントラストが観察されているが、これは線材内部のフィラメントを示している。フィラメントの観察方向への重畳は、場所によりその度合いが異なるため、圧延方向に見える帯は種々のコントラストで観察されている。

フィラメントには、図中に白い矢印で示したように、斜めに横切る白い筋状のコントラストが認められる。これは、この部分でクラックが生じている、あるいは線材の正常部とは密度の異なる領域が線状に凝集しているものと考えられる。

ズーム管の倍率を 10 倍に下げ、より広い視野を観察した結果を図 5 に示す。露光時間は 30 秒である。ここでも超電導フィラメントを示す圧延方向の明暗の帯が見られ、これを横切るように多数の白い筋が視野のほぼ全面に観察されている。低 I_c -2 でも同じ様な白い筋がほぼ全面で観察されている。したがって、このような超電導フィラメントを横切る白い筋は臨界電流値の低い材料に特有のものであると考える。

一方、高 I_c の 2 試料では、このよう

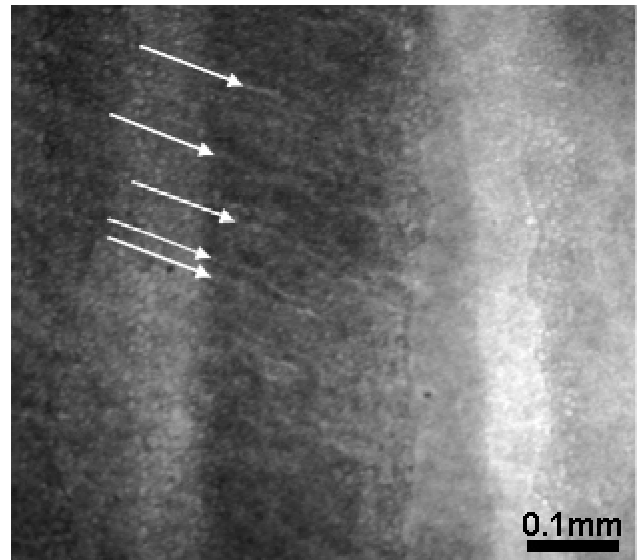


図 4 低 I_c -1 の観察結果

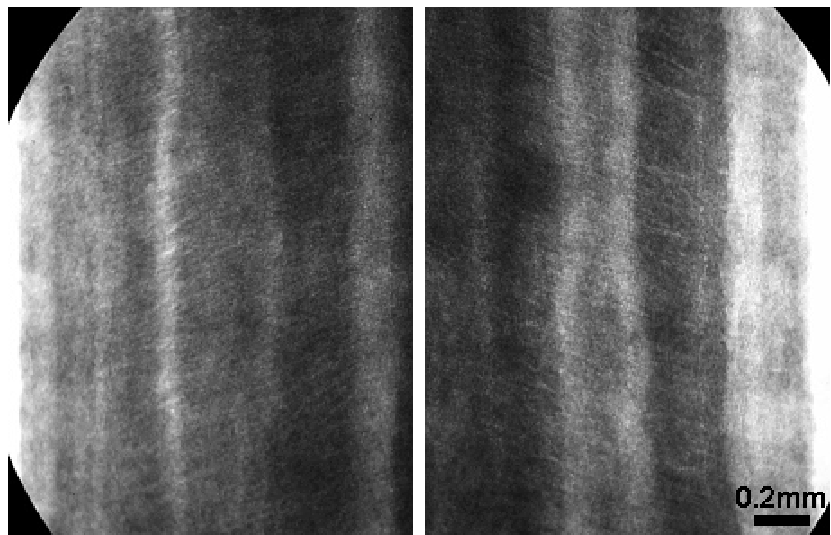


図 5 低 I_c -1 の低倍での観察結果

なコントラストはまったく認められなかった。例として、高 I_c -1 をズーム管の倍率を 30 倍、露光時間を 120 秒で観察した結果を図 6 に示す。超電導フィラメントを示す圧延方向の明暗の帯は見えているが、これを横切るような白い筋は認められていない。

図 4 と図 5 で見られた白い筋の原因は、現時点では未確認であるが、圧延工程でフィラメント内部に原料粉末の粗密などの不均一性が生じ、これが焼結に伴う収縮によりフィラメント内部にクラックが生じた、あるいは異相がこのように凝集したものと考えている。

今回の実験により、超電導線材の内部構造評価が透過 X 線像観察で実施できることが明らかとなった。

今後は、低 I_c 試料で観察された白い筋の実態を断面観察により確認してゆきたい。さらに、高エネルギー化など、線材の X 線透過率を向上させる手法を検討し、前処理なしでの内部評価手法の検討、さらには **In-situ** での内部構造変化の観察などを検討してゆきたい。

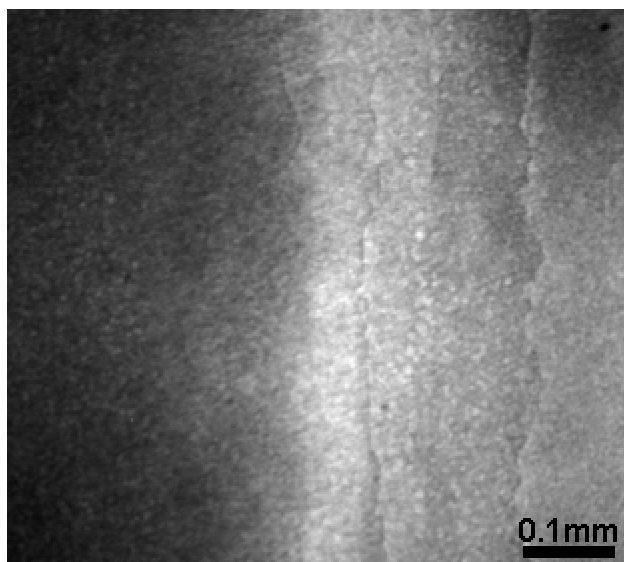


図 6 高 I_c -1 の観察結果

【謝辞】

今回の課題実施にあたっては、JASRI の古宮氏、梶原氏には計画の立案から、実験時の技術的指導まで、様々な協力を頂きました。この場をお借りしてお礼申し上げます。