

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 4 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560379

研究課題名(和文)核融合炉用次世代高耐ひずみ超伝導線材に向けた設計指針

研究課題名(英文)Towards the development of high strain tolerance superconductors for fusion magnet applications

研究代表者

伴野 信哉 (BANNO, Nobuya)

独立行政法人物質・材料研究機構・その他部局等・その他

研究者番号：30354301

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,100,000円、(間接経費) 630,000円

研究成果の概要(和文)：種々条件試料のEBSD分析を通じ、Nb3Al結晶粒が相変態前加工ひずみにより大きく変化することがわかった。一方で粒径とJcとの明確な相関は見られなかった。その他の可能性のあるピンニングセンターとして、結晶欠陥についてTEMにより観察したところ、ピンニング力が結晶欠陥密度と深い関わりがあると思われる結果が得られた。アトムプローブトモグラフィーにより観察したところ、結晶欠陥部にはAlの偏析が見られ、観測した範囲では粒界にAlの偏析は確認できなかった。こうした構造がNb3Alの強い粒間結合に関係している可能性がある。その結果ひずみを印加した状態でも比較的高いJcを維持できるのかもしれない。

研究成果の概要(英文)：Through EBSD measurements for various kinds of Nb3Al samples, it was found that the grain size considerably changes with deformation degree prior to the phase transformation to Nb3Al phase. However correlation between the grain size and Jc was not clearly recognized. When TEM observation was performed to the Nb3Al phase, we could see high density crystal planer defects in the phase that could be the possible pinning centers. The crystal defects seem to be correlated to pinning mechanism. Atom probe tomography revealed clear Al segregation on the planer defects. Such Al segregations could not be observed in our measurements performed so far. Such a grain structure might be related to strong grain connectivity in the Nb3Al superconductors. As a result, the Nb3Al conductors might retain the high Jc performance under the strain.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・電子・電気材料工学

キーワード：超伝導体

1. 研究開始当初の背景

(1) Nb₃Sn 線材は ITER 実験炉用マグネット導体として調達が始まろうとしているが、線材に加わる外部ひずみによる臨界電流特性の劣化が問題となっている。さらに大きな電磁力が想定される次期実証炉には Nb₃Sn 線材ではもはや対応できないと考えられている。

(2) 一方で、同じ A15 型結晶構造でありながら Nb₃Al 線材は非常に優れた耐ひずみ特性を示すことが知られており、学術上の興味の一つとなっている。その結晶組織や化学量論性、元素の偏析等を明らかにすることは、ひずみ下での高臨界電流密度化を実現する上で重要な知見になり得る。

(3) 拡散法 Nb₃Sn 超伝導線材では、バルクピンニング力すなわち J_c が粒径の逆数に比例することから、粒界が主なピンニングセンターとして働いていると考えられている。一方、Nb(Al)ss 過飽和固溶体から相変態を經由して生成された同じ A15 型化合物超伝導体である Nb₃Al では、 J_c と粒径の明確な関係が見られず、粒界とは別のピンニングセンターの可能性が示唆されている。

(4) また Nb₃Sn 線材が破断の際に主に粒界へき開するのに対し、Nb₃Al 線材は粒内へき開する。これは Nb₃Al の粒間結合が強固であることを示唆している。こうした組織構造も粒界のピンニング力に影響があるのかもしれない。

2. 研究の目的

(1) 耐ひずみ特性の優れた Nb₃Al 超伝導線材の結晶組織の観察を通じ、結晶粒径、結晶欠陥密度、元素偏析、化学量論性、粒間結合性、組成揺らぎなどを、走査電子顕微鏡、透過電子顕微鏡、EBSD、アトムプローブトモグラフィ等を用いて詳細に調査する。これによりひずみ下での高臨界電流密度特性を生む結晶構造について考察する。

(2) 粒径や結晶欠陥密度などを統計的に分析し、Nb₃Sn 線材との違い、ピンニング特性との相関を明らかにする。加えて化学量論性、元素偏析を調べ、ピンニング機構の解明に取り組む。特に元素偏析は、相変態 Nb₃Al 超伝導線材に付加的なピンニング力を与える要素となりうる。こうした検討を基に Nb₃Sn 線材を含む A15 型強磁場用超伝導線材に対し、ひずみ下での高電流密度化に向けた知見を得る。

3. 研究の方法

(1) Nb₃Al 試料は、急熱急冷処理による準安定相の生成、および準安定相からの相変態を利用した非平衡組織制御により作製する。熱処理条件、相変態前の加工ひずみ等を変化させることにより、化学量論性や結晶欠陥密度、

粒径を変化させた種々の特性試料を準備する。

(2) 粒径解析は、走査電子顕微鏡観察、EBSD 分析を通じて行う。結晶欠陥等、よりミクロな結晶構造の観察には透過電子顕微鏡を利用する。元素の偏析状態を調べるために、原子レベルの高い空間分解能と感度を有し、微小領域における不純物の分布やばらつき、濃度プロファイルを得ることができる 3 次元アトムプローブ装置を用いる。

(3) 結晶欠陥密度は、複数の結晶粒について観察された組織写真から、統計的に導出する。

(4) 強磁場施設にて極低温・強磁場下で臨界電流 (ピンニング特性) を測定する。得られたピンニング特性と結晶組織観察の結果を合わせ、Nb₃Al 線材のピンニング機構、Nb₃Sn 線材との違いを考察する。

4. 研究成果

(1) 図 1 に EBSD 分析により得られた Nb₃Al 超伝導相の結晶粒分布を示す。Nb₃Al の結晶粒は相変態前の加工ひずみによって大きく変化することがわかった。

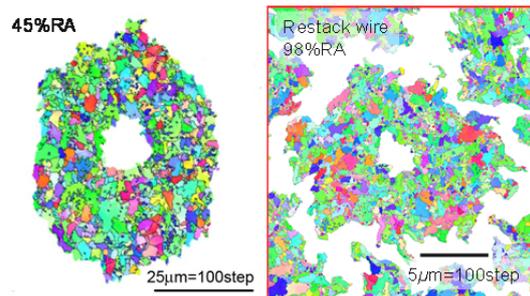


図 1 EBSD により得られた Nb₃Al 結晶粒分布 (左:相変態前加工度 45%、右:加工度 98%)

(2) 各試料の J_c を粒径に対しプロットしても、明確な粒径との相関が見られなかった (図 2 上)。これは過去の文献で知られる Nb₃Sn 線材の J_c の粒界依存性とは大きく異なる特性であった (図 2 下)。

(3) 異なる生成条件のもとで作製された Nb₃Al 超伝導線材のピンニング特性を図 3 に示す。試料#1 は標準試料であり、急熱急冷処理後、加工歪み無しで Nb₃Al へと相変態させたものである。試料#2、4 の優れた特性は、相変態前にそれぞれ 40%、95%の減面加工を施すことで得られた。試料#5 は高温短時間の変態熱処理を施したものである。これにより化学量論性が向上し臨界磁場が改善されているが、低磁界側でのピンニング力は低い。

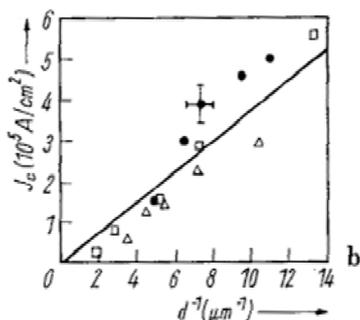
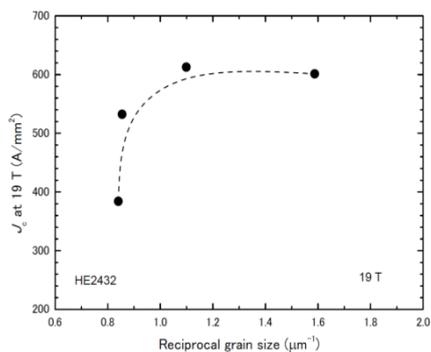


図 2 J_c の粒径依存性 (上: Nb_3Al 、下: Nb_3Sn (J. D. Livingston, Phys. Stat. Sol. (a) 44, 295 (1977)))

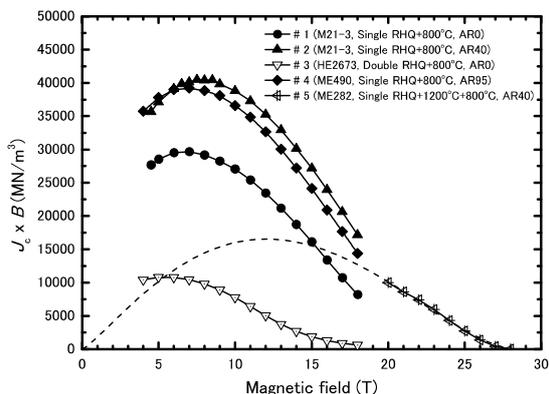


図 3 各試料のピンニング力の磁場依存性

表 1 各試料の結晶欠陥占積率及び粒径

Sample No.	1	2	3	4	5
Maximum pinning force (GN/m ³)	30.0	40.4	10.4	39.2	16.5
高密度欠陥領域	87.6%	74.1%	61.3%	78.2%	46.9%
低密度欠陥領域	—	—	21.5%	—	—
欠陥フリー領域	12.4%	25.9%	17.2%	21.8%	53.1%
Average grain size d_{AF} (μm)	5.75	3.36	10.51	0.58	1.39
CV of high-density areal fraction	93.1%	78.1%	36.1%	41.7%	43.7%

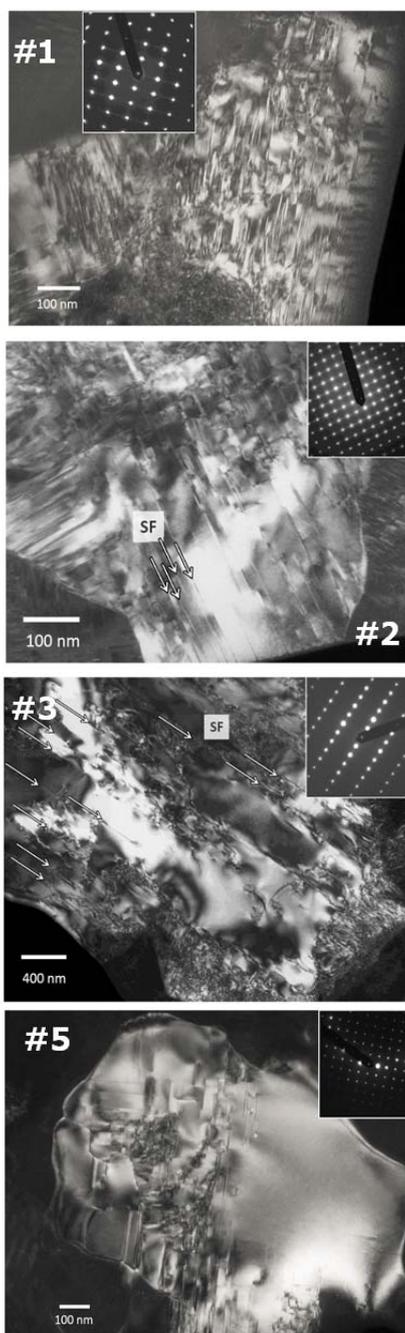


図 4 各試料の Nb_3Al 結晶粒における透過電子顕微鏡像

(4) これらの試料における Nb_3Al 相の透過電子顕微鏡像を図 4 に示す。これを見ると、ピンニング特性の優れた試料では、高密度の板状欠陥領域が広範囲で存在していることがわかる。逆に低磁界でのピンニング特性の低い試料では、板状欠陥の間隔が広くなるかあるいは結晶欠陥のない領域が比較的大きく存在することがわかった。表 1 に、結晶欠陥領域の占有率と粒径をまとめた。

(5) 3D アトムプローブトモグラフィーによる Nb_3Al 相内の元素の偏析状態を調べた結果を図 5 に示す。Al が板状に偏析している様子が明瞭である。Al 高密度部分を横断する線上

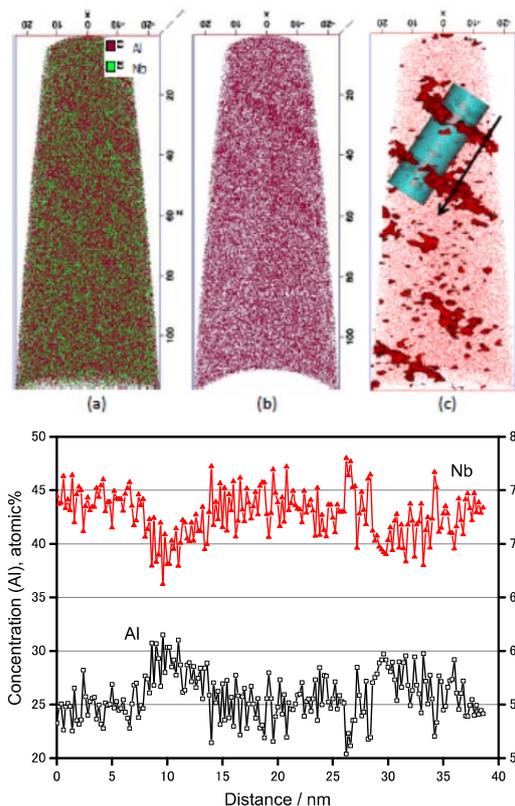


図5 試料#2に対するアトムプローブトモグラフィ分析の結果（上左：全原子マップ、上中：Al 原子マップ、上右：28at%Al 等濃度面、下：上右図ライン上の Proxigram）

で組成分析した結果からも、板状欠陥部分で高い Al 濃度が観測されている。これまで分析した限りでは、粒界における Al の偏析は観測されなかった。こうした構造が Nb₃Al における強い粒間結合にも影響を与えているかもしれない。

(6) 以上まとめると、Nb₃Al 線材のピンニング特性は、板状の結晶欠陥とかかわりが深いことが明らかとなった。観測した範囲では粒界に Al の偏析は確認できなかった。相変態を経由しているために組成の揺らぎは小さく粒界の幅も非常に薄い。こうした構造が Nb₃Al の強い粒間結合に関係している可能性がある。

その結果、ひずみを印加した状態でも、粒界に応力が集中することなく、また高密度に存在する結晶欠陥によって、高い J_c 特性を示すことが可能となるのかもしれない。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計3件）

- ① 伴野信哉、竹内孝夫、中川和彦、櫻井義博、土屋清澄、Design of transformation-processed Nb₃Al conductors to balance drawability and inter-filament decoupling、IEEE Trans.

Appl. Supercond.、査読有、23 巻、2013、6001004 (4pp)

DOI: 10.1109/TASC.2012.2235519

- ② 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、中川和彦、櫻井義博、久留島康輔、佐枝昌彦、Possible pinning centers in transformation-processed Nb₃Al superconductors、IEEE Trans. Appl. Supercond.、査読有、22 巻、2012、6001504 (4pp)

DOI: 10.1109/TASC.2011.2177951

- ③ 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、中川和彦、Fabrication of long-length Nb₃Al wire by the metastable solid-solution-strand restacking method、IEEE Transaction on Applied Superconductivity、査読有、21 巻、2011、2541-2544

DOI: 10.1109/TASC.2010.2098833

〔学会発表〕（計6件）

- ① 伴野信哉、竹内孝夫、中川和彦、中間急冷焼鈍を利用した Nb₃Al 超伝導線材の開発、第 88 回秋季低温工学・超電導学会、2013. 12. 4、名古屋
- ② 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、アトムプローブによる相変態 Nb₃Al 相内の Al 偏析の分析、第 87 回春季低温工学・超電導学会、2013. 5. 13、船堀
- ③ 伴野信哉、竹内孝夫、中川和彦、櫻井義博、土屋清澄、分散バリア型 Nb₃Al 線材の開発、2012. 11. 7、盛岡
- ④ 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、久留島康輔、佐枝昌彦、Study on pinning characteristics of transformed Nb₃Al superconductors、ICEC24-ICMC2012、2012 年 05 月 14 日～2012 年 05 月 18 日、福岡
- ⑤ 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、中川和彦、櫻井義博、久留島康輔、佐枝昌彦、変態法 Nb₃Al 超伝導線材の結晶組織とピンニングセンターの考察、第 85 回秋季低温工学・超電導学会、2011. 11. 09、金沢
- ⑥ 伴野信哉、竹内孝夫、土屋清澄、中川和彦、櫻井義博、急熱急冷変態法 Nb₃Al 線材におけるピンニングセンター、第 84 回春季低温工学・超電導学会、2011. 5. 18、つくば

6. 研究組織

(1) 研究代表者

伴野 信哉 (BANNO、Nobuya)

独立行政法人 物質・材料研究機構・主幹研究員

研究者番号：30354301