# **REBCO** コート線材におけるひずみ印加アニールによる J<sub>c</sub>の向上 Improvement of J<sub>c</sub> for GdBCO Coated Conductors by Annealing under Strain

鈴木 匠<sup>1</sup>, 淡路 智<sup>1</sup>, 小黒 英俊<sup>1</sup>, 渡辺 和雄<sup>1</sup>, 菅野 未知央<sup>2</sup>, 町屋 修太郎<sup>3</sup>, 佐藤 眞直<sup>4</sup>, 和泉 輝郎<sup>5</sup> <sup>1</sup>東北大・金研, <sup>2</sup>KEK, <sup>3</sup>大同大, <sup>4</sup>JASRI, <sup>5</sup>SRL.

T. Suzuki<sup>1</sup>, S. Awaji<sup>1</sup>, H. Oguro<sup>1</sup>, K. Watanabe<sup>1</sup>, M. Sugano<sup>2</sup>, S. Machiya<sup>3</sup>, M. Sato<sup>4</sup>, T. Izumi<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Institute for Materials Research, Tohoku University

<sup>2</sup>KEK, <sup>3</sup>Daido University, <sup>4</sup>JASRI, <sup>5</sup>SRL

## 1. はじめに

希土類酸化物高温超伝導体REBa2Cu3Ov (REBCO、 REは希土類元素)はコート線材と呼ばれる、テープ状の 多層膜構造の線材として利用され、高い臨界電流密度 J。を持つコート線材の長尺化が進んでいる。また、高強 度の金属基板による優れた機械特性を持つことから、 強磁場マグネット応用に向けた研究開発が行われてい る。コート線材を強磁場マグネットとして用いる場合、コ イルに加工する場合や通電時のフープ応力が印加され る場合など、様々な応力によるひずみが印加される。そ のため、コート線材のひずみ依存性の理解は応用にお いて非常に重要な要素となる。超伝導体はひずみによ り、超伝導転移温度Te、不可逆磁場Birr、Jeが変化する。 単結晶においては、これらの圧力依存性はすでに様々 な研究が行われている[1-2]。しかし、コート線材は超伝 導層が双晶界面を形成し2軸配向していることにより、複 雑なひずみ依存性を示すことが報告されている[3-4]。こ の双晶の存在により、単結晶の圧力効果との比較では 理解できず、ひずみ効果の詳細な理解が難しくなって いる。これまで、単結晶においては、圧力を印加してア ニールを行うことにより、双晶が消失することが分かって いる[5]。我々は、コート線材においてもひずみを印加し てアニールすることにより双晶と残留ひずみが同時に制 御できることを報告した[6]。しかし、そのひずみ印加ア ニールによる超伝導特性については不明である。一方 で、マグネット応用等においてひずみが印加される場合 に、線材の残留歪みを制御できれば更なる超伝導特性 の向上が期待できる。本研究ではひずみ印加アニール により双晶と残留ひずみを制御した試料における制御 法と超伝導特性について議論する。

## 2. 実験方法

試料線材はPLD(Pulse Laser Deposition)法によって 作 製 し た GdBCO コ ート線 材 で あり、基 板 は IBAD(Ion-Beam Assisted Deposition)法により作製され たMgOバッファ層を持つHastelloy基板である。また、最 表面には保護層として20 µmのAgを用いた。

この試料に対して、ひずみを印加しながら、酸素雰囲 気中で400 ℃、100時間アニールを行った。ひずみは SUSの円柱型ジグに巻きつけることで印加した。このひ ずみ量は、ジグの曲率を変化させることにより制御した。 また、コート線材を巻きつけるときに超伝導層を外側に して巻きつけることにより、引っ張りのひずみを、超伝導 層を内側にして巻きつけることにより、圧縮のひずみを 印加することができる。このひずみ印加アニールをそれ ぞれ引張りアニール、圧縮アニールとする。残留ひずみ の測定はSPring8、BL46XUの放射光を用いて透過法 により測定した。

臨界電流密度は試料をフォトリングラフィー及びウェットエッチング技術を用いて、幅約100 µm、長さ、約1 mm のブリッジ形状に加工し、直流四端子法を用いて通電 法にて測定した。試料温度は、ヘリウムガスフローと試 料ホルダー上のヒーターにより、精密にコントロールし、 臨界電流決定の電界基準は1 µV/cm とした。

### 3. 実験結果と考察

Fig.1 に線材長手方向における、(200)、(020)ピークの X線回折パターンを示す。as-received の線材のそれぞ れのピーク強度はほぼ等しくなった。しかし、ひずみ印 加アニールによりピーク強度とピーク位置がそれぞれ変 化した。まず、ピーク強度は、圧縮アニールにより、 (200)のピーク強度が増加した、これは、線材長手方向 に a 軸を持つドメインが増加したことを示唆している。こ のドメインをAドメインとする。逆に、引っ張りアニールで は(200)のピーク強度が減少した。よって Bドメインが増 加している。また、ピーク位置は、圧縮アニールによって 低角度側へ、引っ張りアニールでは高角度側へ変化し



Fig.1. (200) and (020) reflections along the longitudinal direction after the annealing under the strains in the GdBCO coated conductors. Intensity was normalized by that of the (020) refraction for comparison.



Fig.2. Effective internal strains of GdBCO coated conductor after the annealing under the strains. Zero strain data is for the as-received sample.

た。これは残留ひずみの変化に起因して、格子定数が 変化していると考えられる。また、この格子定数の変化 を有効残留ひずみとして、以下の式を用いて決定した。

 $\varepsilon_{(hkl)} = (d_{(hkl)} - d_{0(hkl)})/d_{0(hkl)},$ 

ここで、 $\varepsilon^*_{(hkl)}$ は有効残留ひずみ、 $d_{(hkl)}$ は格子定数、 d<sub>00kb</sub>は as-received の格子定数とした。Fig. 2 に有効残 留ひずみ $\varepsilon_{(200)}^*$ 、 $\varepsilon_{(020)}^*$ の熱処理時ひずみ依存性を示す。 図から、 $\varepsilon^*_{(200)}$ と $\varepsilon^*_{(020)}$ はどちらも-0.2から0.2まで変化した ことが分かる。しかし、その変化は 0.5%以上のひずみを 印加した場合に飽和傾向を示した。次に、Fig. 3に(200)、 (020) ピークの強度比 Int(200)/Int(020) を示す。 As-received の試料はこの強度比が 0.93 となり、線材長 手方向にほぼ等しくAドメインとBドメインが存在してい た。図に示した用に、この強度比は、ひずみ量の増加 に伴い減少する。しかし、有効残留ひずみと同様に 0.5%以上では飽和した。このひずみの飽和はクラックが 入る等、超伝導層に実際に印加されるひずみが減少し ているためだと考えられる。これらの結果から、ひずみ 印加アニールにより残留ひずみと双晶の制御が可能で あることが示唆された。

Fig. 4、5 に 0.5% 引張りアニールと as-received の試料 における B//c 方向の 3 T の  $J_c$  の温度依存性と $J_c$  の磁場 依存性を示す。磁場依存性は、77.3 K では B//c 方向で  $J_c$ が低下しているが、B//ab方向では高磁場領域以外で は $J_c$ が向上した。また、60 Kにおいては磁場方向によら ず、すべての磁場範囲で  $J_c$ が向上することが分かった。 一方、 $J_c$  の異方性も上昇した。温度依存性は、引張りア ニールの試料は温度依存性が as-received の試料に比 べて大きく、高温においてはアニールにより  $J_c$  が低下し ているが、低温で大幅に  $J_c$ が向上した。また、0.5% 引張 りアニールと as-received の試料における  $T_c$  がそれぞれ、 92.1 K と 88.2 K である。これらの変化はアニールにより キャリア量が変化したと考えられる。

Fig. 6 に 0.5% 引張りアニールと as-received の試料に



Fig.3. Intensity ratio of (200) to (020) reflections of GdBCO coated conductor after the annealing under the strains. Zero strain data is for the as-received sample.



Fig.4. Temperature dependence of  $J_c$  after the annealing under the strains and the as-received in the GdBCO coated conductors at 3 T for B//c.

おける 77.3 – 40 K の  $J_c$ の磁場印加角度依存性を示す。  $\theta = 90°$ 方向にイントリンジックピンや積層欠陥などの ab相関ピンによるシャープなピークが存在した。さらに $\theta =$  0°方向にブロードなピークが存在した。このブロードな ピークは双晶や刃状転位などの c 軸相関ピンによるもの である。ひずみ印加アニールの試料においては as-received の試料に比べ、ブロードなピークが小さくな り、77.3 K では消失している。また、 $\theta = 90°$ 方向のピー クが大きくなっていることから結晶性が向上した可能性 も示唆された。

これらの結果から、ひずみ印加アニールによる超伝導 特性の変化は、T。が減少していることを考慮すると、 キャリア量が変化していることが要因の一つとして考えら れる。また、低温でJ。が向上していることから、オーバー ドープ状態となり不可逆磁場が向上したためと考えられ る。また、磁場印加角度依存性の結果からも双晶の割



Fig. 5. Magnetic field dependence of J<sub>c</sub> after the annealing under the strains and as-received in the GdBCO coated conductors. (a) 77. 3 K and (b) 60.0 K.



Fig.6. Magnetic field angle dependence of *J*<sub>c</sub> after the annealing under the strains and as-received in the GdBCO coated conductor at 40-77.3 K. (a)As-received sample and (b) Tension-annealing sample.

合が減少していることが分かった。 4. まとめ

GdBCO コート線材にひずみ印加アニールを行い、双 晶と残留ひずみを制御した。放射光による(020)、(200) 回折ピークはピーク位置とピーク強度がひずみ印加ア ニールにより変化し、ピーク位置の変化により残留ひず みを、ピーク強度の変化により A、Bドメインの割合を制 御できることが分かった。また、0.5%引張りアニールによ り77.3 Kでは as-received の試料に比べて J。が低下した が、低温領域では J。が大幅に向上することが分かった。 また、双晶が減少したことにより、磁場印加角度依存性 における θ = 0°方向のピークが減少することが分かった。 これらの変化は、キャリア量が変化し、オーバードープ 状態になったことにより B<sub>irr</sub>が向上し、双晶の減少により 結晶性が向上したなどに起因すると考えられる。

#### 5. 謝辞

本研究の一部は、超電導応用基盤技術研究開発業務

の一環として、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO)の委託により実施したものである。また、JST 戦略的創造研究推進事業ALCAの一環として行われた ものである。

参考文献

- Walter H Fietz, Klaus-PeterWeiss and Sonja I Schlachter, Supercond. Sci. Technol. 18 (2005) 332
- [2] D. Babic, J. R. Cooper, J. W. Hodby, C Changkang, PHYSICAL REVIEW B 60 (1999) 698
- [3] D C van der Laan, J W Ekin, J F Douglas, C C Clickner, T C Stauffer, L F Goodrich, Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 072001
- [4] M. Sugano, K. Shikimachi, N. Hirano. S. Nagaya, Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 085013
- [5] J. Z. Liu, M. D. Lan, P. Klavins, R. N. Shelton, PHYSICS LETTERS A 144 (1990) 265
- [6] T. Suzuki, S. Awaji, H. Oguro, K. Watanabe, M. Sugano, S. Machiya, M. Sato, T. Izumi, IEEE Trans. Appl. Supercond., 23 8000104 (2013)