九州大学学術情報リポジトリ Kyushu University Institutional Repository

長尺高温超伝導(Bi,Pb)2Sr2Ca2Cu3010+x 多芯線材に おける電流輸送特性のモデリングと 特性評価手法に 関する研究

呂,琳

https://hdl.handle.net/2324/4110417

出版情報:九州大学, 2020, 博士(工学), 課程博士 バージョン: 権利関係:

長尺高温超伝導(Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+x} 多芯線材における電流輸送特性のモデリングと 特性評価手法に関する研究

2020年2月

呂 琳

目次

第1章 序論	1
1.1 はじめに	1
1.2 酸化物高温超伝導(Bi,Pb) ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _{10+x} (Bi-2223) 線材	2
1.2.1 Bi-2223 の結晶構造と異方性	2
1.2.2 Bi-2223 線材の製造プロセス	3
1.2.3 加圧焼成法(Controlled Over Pressure: CT-OP)	4
1.2.4 半田集合補強技術	4
1.2 高温超伝導体の電流輸送特性と物理モデル	5
1.2.1 磁束ピンニング	5
1.2.2 パーコレーション転移モデル	7
1.2.3 磁束クリープ	11
 1.3 従来の電流輸送特性の評価手法 	13
1.3.1 直流四端子法	13
1.3.2 配列 Hall 素子法(Tapestar TM)	15
1.4 本論文の構成	16
第2章 測定システム	17
21 けいみに	17
2.1 はしのに	1/
2.2 ヘノリット・/ マノイットを用いた磁場公布の計測システム	1/
2.5 足重生か ルネ 」 顕微鏡を用いた磁場力印の可例 ンイノム	
2.4 9 ルス定直主が ルネゴ頭(成現シス) ム	
2.5 磁場分布による電流電及の専山方伝	
2.0 電流電気分析によるまで155時の電流分析の専由方法	25
2.7 藤陽方和の村間変化による電灯の専由方は	25
第3章 Bi-2223 短尺線材の電流輸送特性計測	
3.1 はじめに	
3.2 パーコレーション転移モデルを用いて四端子法測定による電流輸送特性の解析	26
3.2.1 試料諸元	26
3.2.2 四端子法による電界—電流密度(E-J)特性の計測	27
3.2.3 パーコレーション転移モデルを用いて電流-電圧特性の記述	27
3.3 磁化法による面内分布計測と緩和特性計測	
3.3.1 試料諸元	
3.3.2 磁化法による面内分布計測	
3.3.3 磁化緩和特性を用いた E-J 特性の導出	
3.4 小括	41
第4章 長尺 Bi-2223 線材における I。場所依存性計測および任意区間 E-J 特性の導出	42
4.1 はじめに	42

4.2 130 m 級の Bi-2223 長尺線材計測	42
4.2.1 試料諸元	42
4.2.2 長尺 Bi-2223 線材における任意空間 E-J 特性の導出	43
4.3 RTR-SHPM 測定の高速化と 400 m 級の Bi-2223 線材への適用	48
4.3.1 試料諸元	
4.3.2 RTR-SHPM 装置を用いた高速化測定	49
4.3.3 400 m に亘って高解像度測定による低頻度微小欠陥の検出	50
4.4 小括	54
第5章 リール式走査型ホール素子磁気顕微鏡における電界基準および n 値の評価手	法の提案55
5.1 はじめに	55
5.2 長尺 Bi-2223 線材の局所磁化緩和特性	55
5.2.1 試料諸元及び実験方法	55
5.2.2 実験結果	56
5.3 Anderson-Kim モデルよる緩和特性の解析	58
5.4 四端子法結果との比較	62
5.5 長尺線材における n 値空間依存性の導出	63
5.6 小括	65
第6章 総括	66
記号表	67
参考文献	70
謝辞	73

第1章 序論

1.1 はじめに

超伝導は 1911 年にオランダの物理学者 Kamerlingh Onnes によって水銀(Hg)で発見された。 その後多くの元素、合金、化合物についても温度の低下とともに消滅してしまう現象があるこ とを確認されている。[1]これは、超伝導体として最も重要な特徴として、工学的に応用へ期待 を浴びている背景に、各国の科学者・メーカーは超伝導線材の開発について精力的に行なって いる。長年の研究によって、NbTi ($T_c=9K$) や Nb₃Sn ($T_c=18K$)等に代表される金属系超伝 導線材は既に磁気共鳴画像診断(Magnetic Resonance Imaging: MRI)や核磁気共鳴(Nuclear Magnetic Resonance: NMR)といったような先進医療機器には広く普及されている。[2][3]しかし、金 属系超伝導線材は、臨界温度(T_c)が低いために、資源量が乏しく高価な液体へリウムを冷媒と して使わなければならないという点があり、超伝導応用機器の普及を妨げる要因となる。これ を背景に、高温超伝導線材の研究開発が進んでいる。その中にでも、希土類系高温超伝導テー プ線材(REBa₂Cu₃O₇₋₈; RE: rare earth、以下は RE-123 線材と略記)及び 110 K と高い T_c を持つビ スマス系高温超伝導線材((Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+x}、以下は Bi-2223 線材と略記) [4] の研究開発が 進んでおり、実用化にも至る。

近年、長尺線材の研究開発が世界各国で複数のメーカーは精力が注がれている。長尺線材の 研究開発とともに、線材製造の特性フィトバックや超伝導応用機器の設計運転における工学指 標となる線材の電流特性に対する評価技術のニーズは高まっている。従来の金属系超伝導体が 急峻に立ち上がりな E-J 特性を有することと比べ、高温超伝導線材は、複雑な結構構造や短い コヒーレンス長によって局所的不均一性や熱擾乱の影響を強く受けるため、緩やかな E-J 特性 を有する。したがって、金属系超伝導線材特性評価によく使われるべき乗則(n 値モデル)によ る高温超伝導線材特性評価は不十分であり、高温超伝導体複雑な E-J 特性をより良く評価でき る手法は要求されている。[5]一方、従来の線材特性評価手法に多くは短尺試料に限っている。 最も一般的に用いられる手法は、四端子法である。最近、四端子法もリール方式の使用により 長尺線材特性評価へも発展されている。四端子法は、線材に直接通電することで測定を行う手 法で、実用環境に最も近い。それと、四端子法は電界基準が決まり、E-J曲線が測定可能、n値 も算出できるといった優れた特徴がある。しかし、四端子法による測定結果は電圧端子間で平 均化され、解像度も、一般的に短尺四端子法においては cm レベル、リール式四端子法におい ては m レベルとなり、局所特性評価は困難である。[6]一方、Bi-2223 線材を代表にされた多芯 線は、幅方向にも分布があるため、四端子法は、これらの情報が取得できない。長尺線材特性 評価手法として磁化法も挙げられるが、まずは上記のように線材幅方向の情報は、Hall 素子の 個数の制限で data 取得が困難であり、それに加え、これまでコート線材にしか使わなかったこ とで、多芯線の場合は、線材内フィラメントの挙動が複雑なため、磁化法の適用性はまだ明ら かではない。[6][7]磁化法を適用するにしても、磁化法による長尺線材の臨界電流 L 空間分布 I.-x は、それに対応する電界基準が不明確であり、局所的な E-J 特性との対応も分からず、工 学応用には重要なパラメータである n 値も得られない。

本研究では、実用線材かつ多芯線である Bi-2223 線材を研究対象とし、四端子法による実験 結果を基についた E-J 特性、磁化法による電流特性面内分布及び磁化の緩和挙動について考察 するとともに、磁化法による Ic 空間分布と四端子法による E-J 特性の対応を明確にし、長尺 Bi-2223 線材に適用可能な評価手法を開発した。さらに、Ic の空間分布を考慮した線材全長、ある いは任意の区間における電流-電圧特性を記述するモデリング手法を開発した。

1.2 酸化物高温超伝導(Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+x} (Bi-2223) 線材

高温超伝導体が発見された直後、1987年にBi系酸化物も高温超伝導体として発見され、その中でも、Bi(一部Pb)、Sr、Ca、Cuの組成比が2:2:2:3となる2223相は110Kすなわち-163℃と高い臨界温度にもかかわらず、超伝導性を示しており、実用化に最も近い材料として注目されてきた。[8]したがって、Bi-2223を用いた線材化、および線材の実用化に向けた研究・開発が精力的に行なわれている。更に、Bi-2223高温超伝導線材は、高価で資源的な制約がある希土類元素や毒性元素を含まない。また、特殊な結晶構造を持つため、テープ形状に塑性加工する過程で比較的容易に結晶を配向化させることができるため、同じく実用段階に至っているY系線材と比べ、Bi-2223線材はより安定的に長尺線材を製造することが可能である。

近年、高強度の補強材を Bi-2223 線材表面に複合化する手法や Pre-tension を加えるなどの技術により、高磁場マグネットのフープ力に耐えうる線材が開発されており、高磁場応用領域への適用が期待されている。

1.2.1 Bi-2223 の結晶構造と異方性

図 1.1 に Bi-2223 超伝導体の結晶構造を示す。Bi-2223 の結晶構造は積層構造を持ち、Cu-O 面を含む超伝導層と Bi-O 面を含むブロック層が交互している。電流を担う面は Cu-O 面であ り、超伝導電流は ab 面を流れている。Bi-2223 の結晶は ab 面方向に鱗片状であり、Bi-O 層間 の結合エネルギーが小さいので、劈開しやすい特徴を持つ。それと、c 軸に対して ab 軸の結晶 成長速度が非常に速く、容易に機械的に配向させることができる。よって、電流方向に ab 面が 平行に揃った配向組織さえ得られれば高い臨界電流特性が得られる。これは、同じ HTS であ る Y 系線材が高電流特性を得るには 2 軸配向必要があることと区別して、Bi-2223 線材は 1 軸 配向だけで高電流性能を得られる。[10][11]

一方、Bi-2223 は ab 面内に広がった Cu-O 面が超伝導電流を担うため ab 面の電気伝導に優れ るが、c 軸方向の電気伝導性は非常に低い。普通、Bi-2223 の結晶はきれいに揃うほど、ab 面の 電気伝導に優れることに対し、c 軸方向の電気伝導性も低くなっており、異方性も高くなって いく。磁気的性質についても同様に ab 面方向と c 軸方向によって挙動は異なる。関連研究に よると、酸化物高温超伝導体の中では、異方性を代表するパラメータ γ² は Bi 系超伝導体のほ うが大きく、磁場印加角度によって電流輸送特性が大きく異なる。



図 1.1 Bi-2223 の結晶構造[11]

1.2.2 Bi-2223 線材の製造プロセス

上記で述べたこれらの特性を利用して、PIT (Powder-in-tube)法を適用して Bi-2223 を線材 化する。[12]図 1.2 に示すように、PIT 法では、まずは原料粉末を銀パイプに充填し線引きをし、 再度銀パイプに入れて線引きを行なう。次に、結晶を配向成長させるため圧延と焼成を 2 回繰 り返してから線材を作製する。熱処理において、Bi-2223 が前駆体である Bi-2212 からの包晶反 応で成長が進むことを利用して、超伝導フィラメント周囲の銀界面に沿って配向した組織を得 る。このような手法により、Bi-2223 線材の線長は最大 2 km まで可能となっており、長手にわ たって比較的フラットな臨界電流 *I*。分布を得ることができている。



図 1.2 Bi-2223 線材の製造プロセス: PIT (Powder-in-tube) 法[11]

1.2.3 加圧焼成法(Controlled Over Pressure : CT-OP)

しかし、熱処理によって超伝導体結晶を生成、成長させる過程でフィラメントの中で空隙や 不純物も生じる。これらの空隙と不純物のせいで、線材内の超伝導材料密度が低下するうえに、 実用において多くの隙間に冷却媒質の液体窒素が侵入する。その状態で温度が上昇すると、侵 入した液体窒素がガス化して線材にはバルーニング(膨れ)が生じ、臨界電流劣化の原因とな る。図 1.3 (a)、(b)には液体窒素が侵入してバルーニングが生じた様子と液体窒素侵入隙間なし の線材断面を、それぞれ示している。

これらの空隙と不純物をなくすために、PIT 法による線材の製造プロセスの2回目の熱処理 (図 1.2 の 8 参照)時に加圧焼成法を導入し、圧力・温度・雰囲気の三つの制御を同時に行な う。加圧熱処理条件としては、圧力は 300 気圧、温度は 900℃までである。図 1.3 (c)には、加 圧焼成法による組織の差を示す。従来の線材の微細組織には、空隙が 15%ほど存在し、高温超 伝導体材料の密度は、85%であった。加圧焼成法で作成したものは、数%の非超伝導相などが 存在するものの、密度を 100%近くにすることが可能となった。

加圧焼成法は、住友電気工業株式会社によって開発された Bi-2223 線材製作プロセスであり、 これにより Bi-2223 線材臨界電流特性が顕著に向上しており、機械強度も 50%以上向上してい る。[8][9]



(a) 液体窒素が空隙に侵入してバルーニング (b) 液体窒素の侵入する隙間なしの線材の断が発生した様子 面



(c) 従来法と CT-OP 法による微細組織の比較 図 1.3 従来法と加圧焼成法(CT-OP)の比較[8][9]

1.2.4 半田集合補強技術

上記に述べたように、加圧焼成プロセスの導入により、Bi-2223 フィラメントの空壁やクラ ックが排除され、フィラメントが高密度化し、フィラメント自身の強度も飛躍的に向上したが、 NMR や核融合炉・加速器などへの適用には、より強い機械強度を有する線材が必要となる。 このような高磁場マグネットに適用可能な線材の作製を目標に、半田集合技術が開発された。 半田集合のイメージ図は図 1.4 に示す。半田集合では、Bi-2223 線材と 2 枚の補強材の計 3 枚 を半田溶解槽の中で集合して一体化させて線材を補強する。補強材料としては、Ni 合金、ステ ンレス、ブロンズ系銅合金などと挙げられる。Ni 合金による補強材は、77 K の許容引張応力 400 MPa を達成し、現在実用 HTS 線材においても最も強度の強い線材であり、高磁場マグネッ トへの応用は開始している。だが、Ni 合金で補強した Bi-2223 線材は接続抵抗が高くなる課題 があったため、比較的に低い接続抵抗を持っている材料としたステンレスと銅合金を使った補 強線材も開発された。中にでも強度と抵抗の両方に優れたバランスを取っている銅合金補強線 材は、電力ケーブルや高磁場マグネットなどへの応用はかなり期待されている。[13]



図 1.4 半田集合補強技術のイメージ図[13]

1.2 高温超伝導体の電流輸送特性と物理モデル

1.2.1 磁束ピンニング

超伝導体の温度、磁場、電流密度の関係を図 1.5 の実線に示す。



実用的な超伝導体は基本的には第2種超伝導体となる。磁束線が侵入すると一気に超伝導状態が壊れる第1種超伝導体と比べて、第2種超伝導体は常伝導状態と Meissner 状態の間、完全導電性を保ちつつ、量子化磁束が侵入することを許す混合状態が存在する。第2種超伝導体においては、混合状態は Meissner 状態及び常伝導状態との境は、それぞれ下部臨界磁場 Bc1と上部臨界磁場 Bc2と呼ぶ。一般的には、Bc1は Bc2に比べて非常に小さく、超伝導応用では、混合状態における超伝導特性の把握が重要となる。

高温超伝導体の場合、コヒーレンス長が短く凝縮エネルギーが小さい一方、動作温度が高いため熱的擾乱の影響を顕著にうける。すなわち、その動作温度が高くなると図 1.5 の点線に示すように、熱擾乱の影響によって、B_{c2}より低い磁場で磁束ピン止めが効かなくなり、臨界電流密度 J_cはゼロとなる。この時の磁場を不可逆磁場 B_{irr}といい、高温超伝導体のパワー応用はこの図 1.5 に点線に囲まれた領域内部のみ可能である。[14][15][16]

この量子化磁束が分布している混合状態では超伝導体に電流密度Jの電流を印加すると、

$$F_L = J \times B \tag{1.1}$$

のローレンツ力が量子化磁束に働き、電流に対して垂直方向に力を受けて動き始める。量子化 磁束が運動する速度をvとすると、

$$E = B \times v \tag{1.2}$$

の誘導起電力が発生し損失が生じることとなる。このとき生じる抵抗は磁束フロー抵抗 ρ_{FF} という。

超伝導の特徴としての電気抵抗ゼロ、すなわち損失なしで電流を流すことができる「完全導 電性」という現象は、超伝導体内に分散した常伝導相、欠陥、転位などの材料の不均一性が磁 束線の移動を抑止することで実現している。これらの歪みや不純物をピンニングセンター、も しくは単にピンといい、このローレンツ力に逆らい、磁束線の動きを止め、量子化磁束に働く 力はピン力と言う。図 1.6 に示すように、ピン力がローレンツ力と釣り合うことによって、量 子化磁束の動きを抑制し、電気抵抗ゼロの状態を保っている。



図 1.6 ピンカとローレンツカの釣り合い[17]

ローレンツ力は電流が増えることにしたがって増えていく。増えていくローレンツ力がピン 力を上回ると、磁束が運動し損失が発生する。このとき、損失なしで流れうる最大の電流密度 を、臨界電流密度 J_c と定義し、超伝導体の機器設計において重要なパラメータとなる。超伝導 体に J_c が流れるときのピン力 F_pは、

$$F_p = J_c \times B \tag{1.3}$$

で与えられる。ここで言う F_pは超伝導体全体から見た巨視的なピンカであり、各ピンにおける 要素的ピンカf_pやピン濃度、磁束密度、さらにそれらの相互作用等を考慮し、足し合わせるこ とによって求められる。これを加算問題といい、加算問題を解くことによって超伝導体のピン ニング特性の解明や工学的応用の指針を得ることが可能となる。[14]

金属系超伝導体においては加算問題の取り扱いが、理想的な条件下である程度可能となり、 実用の基礎の範囲でピンニング特性の理解が進んできた。ところが、酸化物高温超伝導体の場 合、結晶構造が複雑であるため強度の揃ったピンを導入することができないことや、高温動作 に伴って熱擾乱の影響を受ける等により、この加算問題が金属系超伝導体に比べて非常に複雑 となっている。[18]したがって、図 1.7 に示すように、従来の金属系超伝導体では、急峻な立ち 上がりの E-J 曲線に対し、高温超伝導体はピンカの分布や熱擾乱などの影響を受けて、立ち上 がりが非常に緩やかとなる。



図 1.7 高温超伝導体と金属系超伝導体の E-J 曲線[17]

1.2.2 パーコレーション転移モデル

前述のように、酸化物高温超伝導体における要素的なピンカの加算問題が金属系超伝導体に 比べて複雑であるため、酸化物高温超伝導体の要素的ピンカには強度および空間的な分布が存 在する。木須らは、局所的にピン止めが外れたデピニング現象は一種のパーコレーション転移 と考えることによって、Jcの統計分布を考慮した酸化物高温超伝導体の E-J 特性に対する考察 によって、磁束グラス-液体転移と同様の相転移的振る舞いを記述できることを示した。[19]

図 1.8 に高温超伝導体の量子化磁束の模式図を示す。斜線に覆われて灰色の領域は、局所的 に磁束がピンから外れたデピンニングクラスタが形成していることを表す。周りをピン止めさ れた領域(図中では斜線のない領域)に囲まれているので、結果的に磁束フローの通路が形成 できず、結果的には、試料全体から巨視的に見た場合、電圧は観測されない。印加電流の増加 に伴い、ピンカの弱い領域からピンが外れデピニングクラスタがさらに成長し、ある閾値に達 したところで、図 1.8 (b)に示すように、デピニングクラスタが試料の端から端までつながり、 局所的な磁束フローのチャネルが開き、電圧が観測される。したがって、酸化物高温超伝導体 の臨界電流密度は、デピニングクラスタが試料の両端に達したときの電流密度で与えられる。 通電電流をさらに増やすと、磁束フローのチャネルの幅が増大し、より大きな磁束フロー電 圧が誘起される。最終的にはすべての磁束線がピン止めサイトから外れてフローする uniform flow 状態に達する。[6]

したがって、この系において、試料全体から見た電圧は、試料に電流を印加した際に磁束フロー状態になっている距離の程度に依存していることから、巨視的な電界-電流密度(*E-J*)特性はそれぞれ違う *J*。値を持つ各要素の *E-J* 特性の合成と見なせる。[20]

各要素の臨界電流密度を J_{ci} と、それぞれの臨界電流密度によって生じる磁束フロー領域の 幅を L_i と定義し、すなわち、図 1.9 に示すように、各要素が持つ臨界電流密度を J_{c1} 、 J_{c2} 、・・、 J_{cn} とし、各領域の幅を L_1 、 L_2 、・・・、 L_n とする。ここで、各磁束フロー領域の電界を $E_e(J,J_c)$ とすれば、要素的な *E-J* 特性は次の解析式で与えられる。





(a) ランダムピン媒質中におけるデピニングクラスタとピン止めサイト



(b) 磁東フローチャンネルが開く様子 図 1.8 高温超伝導体の量子化磁束の模式図[21]

そこで、各要素で発生する磁束フロー抵抗率 $\rho_{\rm FF}$ による電圧を加算すれば、巨視的な *E-J* 特性は次のように表すことができる。

$$E(J) \equiv \frac{V(J)}{L} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^{n} L_{i} \cdot E_{e}(J, J_{ci}) = \int_{J_{cm}}^{\infty} P(J_{c}) E_{e}(J, J_{c}) dJ_{c}$$
(1.5)

ここで、Lは試料の全長、P(Jc)はJcの確率密度分布関数である。



図 1.9 一次元モデル[20]

上記の J_c の確率密度分布関数 $P(J_c)$ について、ランダムピン媒質中においては Weibull 関数 によって記述される。この統計分布を図 1.10 に示す。[22][23]

上式の m は温度・磁場によらず、 J_c 分布の形を与えるパラメータである。このパラメータ m は、等価的ピン強度の増大すなわち磁束-ピン相互作用と磁束-磁束相互作用の比の増大に伴って増加することが分かっている。このことは巨視的ピン力が要素的ピン力のみでは決まらずに、止められる磁束線同士の弾力相互作用との相関強度に依存することを表している。 J_{cm} は J_c 分布の最小値でパーコレーション転移を与える。 J_0 は J_c 分布の半値幅に対応するパラメータであり、系の代表的臨界電流密度 J_k は $J_k \equiv J_{cm} + J_0$ によって与えられる。これらの統計パラメータと、具体的なピンの配置、強度等との関係はランダム系におけるピンの性質を理解する上で重要な問題である。[18]

電流密度 J を印加したときに誘起される電界は、デピニング閾値 J_{cm} 近傍での E-J 特性は次式のように解析的に記述することができる。[18]



図 1.10 臨界電流密度 Jcの確率密度分布

$$E(J) = \frac{\rho_{FF}}{m+1} J \left(\frac{J}{J_0}\right)^m \left\{1 - \frac{J_{cm}}{J}\right\}^{m+1} \qquad \text{for } J_{cm} > 0 \qquad (1.7)$$

$$=\frac{\rho_{FF}}{m+1}J\left(\frac{J}{J_0}\right)^m \qquad \qquad \text{for } J_{\text{cm}}=0 \qquad (1.8)$$

$$= \frac{\rho_{FF}}{m+1} \left| J_{cm} \right| \left(\frac{|J_{cm}|}{J_0} \right)^m \left\{ \left(1 + \frac{J}{|J_{cm}|} \right)^{m+1} - 1 \right\}$$
 for $J_{cm} < 0$ (1.9)

上記の三つの式から、高温超伝導体の *E-J* 特性はデピニング閾値 J_{cm} が 0 に等しい値を境に して、2 つの部分に分けていることが分かる。1 つは電界の立ち上がりが急峻な上に凸の領域 であり、もう1つは緩やかな立ち上がりの下に凸の領域である。Glass-Liquid 転移理論[24]によ ると、この上に凸の領域を磁束グラス領域(Glass 領域)、下に凸の領域を磁束液体領域(Liquid 領域)と呼ぶ。 J_{cm} が零になる臨界温度を転移温度 T_{GL} 、臨界磁場を転移磁場 B_{GL} とする。 $T > T_{GL}$ (或いは $B > B_{GL}$)では、 J_{cm} は見かけ上負の値に移動し、 $T < T_{GL}$ (或いは $B < B_{GL}$)では、 J_{cm} は正の値を取る。Liquid 領域では、 $J \rightarrow 0$ の極限において有限の電界発生が生じることから、 工学的応用の側面から見ても温度・磁界の転移点としての T_{GL} , B_{GL} は重要である。[18]



図 1.11 高温超伝導体の E-J 特性の概念図

一方、高温超伝導体の E-J 特性は J_cの統計分布パラメータである m, J_{cm}, J₀により与えられる ことも上記の三つの式から分かった。したがって、実験で測定によって E-J 特性の有限な実験 結果を用いて m, J_{cm}, J₀の抽出を行なうことによって、幅広い温度・磁場領域で電流輸送特性の 記述が可能となる。

これらの J_cの統計分布パラメータである m, J_{cm}, J₀をもとに E-J 特性を記述するには、それらの温度・磁場依存性を考慮する必要がある。従来の金属系超伝導では、上部臨界磁場 B_{c2} に帰着して考えられてきた。よって、次式のような巨視的ピン力密度 Fp のスケールという形で、広い温度・磁場範囲における特性を予測することができた。[25]

$$F_{p} \equiv J_{c}B = AB_{c2}(T)^{\zeta} \left(\frac{B}{B_{c2}}\right)^{\gamma} \left(1 - \frac{B}{B_{c2}}\right)^{\delta}$$
(1.10)

ここで、A、 ζ 、 χ δ は、依存性を決定するピンパラメータである。高温超伝導体の場合、Jc分布の影響を考慮し、最小ピン力密度 F_{pm} 及び代表的ピン力密度 F_{pk} に拡張して、次のような スケール則で表す。[26]

$$F_{\rm pm} \equiv J_{\rm cm} B = A B_{\rm GL} (T)^{\varsigma} \left(\frac{B}{B_{\rm GL} (T)} \right)^{\gamma} \left(1 - \frac{B}{B_{\rm GL} (T)} \right)^{\delta}$$
(1.11)

$$F_{\rm pk} \equiv J_{\rm k}B = AB_{\rm k}(T)^{\varsigma} \left(\frac{B}{B_{\rm k}(T)}\right)^{\gamma} \left(1 - \frac{B}{B_{\rm k}(T)}\right)^{\delta}$$
(1.12)

ここで、上部臨界磁場 B_{c2} を置換する B_{GL} , B_k は、 $J_{cm}(B_{GL})=0$, $J_k(B_k)=0$ における磁場である。以上の 数式で、これらのピンパラメータを求めることによって高温超伝導体の E-J 特性を記述するこ とが可能となる。

1.2.3 磁束クリープ

理想的な磁東ピンニングによる磁化電流は、外部環境が一定であれば、時間的に変化しない が、実際に超伝導試料の直流磁化を長時間に亘って観測すると、図 1.12 に示すように対数時間 で線形的に減衰することがわかる。これは、磁東ピン止め状態は、エネルギーが小さい準安定 状態であり、真の平衡状態ではないことに起因している。ピン止め点に捕まった磁束線が、熱 擾乱の影響を受けて現在のピン止め点から他の安定点へのホッピングによる遮蔽電流が減衰 していく。この磁束線のホッピングは磁束クリープ現象といい、高温超伝導体では特に顕著で ある。[14][27]これまで述べたパーコレーション転移モデルにおいては、ローレンツ力がピン力 を上回ってデピンニングクラスタのパスが形成していることにより、磁束フローが起きるとさ れたが、電界が低くなると、ローレンツ力の影響よりも磁束クリープの影響が顕著となってく る。



図 1.12 磁束クリープによる磁化の緩和

この磁東クリープ理論は、Anderson と Kim によって最初に明らかとされた。[27]熱エネルギー k_BT (k_B : Boltzmann 定数) が、ピンのエネルギー障壁(ピンポテンシャル)Uよりも十分小さければ、図 1.13(a)のようなエネルギーバリア U_0 を超える確率は v とすると、磁束がこの障壁を越える確率は、Arrhenius の式によって与えられる。

$$v = v_0 \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \tag{1.13}$$

電流や磁場などがない時、図 1.13 (a)のように、左右のバリアの高さが等しいため、磁束の移動が生じない。この時の U を真のピンポテンシャルといい、 U_0 と表す。磁束に対する駆動力を加える時、図 1.13 (b)のようにエネルギーの系がローレンツ力のする仕事分 ΔW (= JBV_bL)だけ傾き、バリアの高さには差が出る。ファラデーの法則により発生する電界は、

$$E = Ba_{\rm f}v_0 \exp\left(-\frac{U_+}{k_B T}\right) - \exp\left(-\frac{U_-}{k_B T}\right)$$
(1.14)

ここで、*a*f は磁束バンドルが磁束線粒子間隔の一回変位である。図 1.13 (b)に示す右側へ移動すると考える。式(1.14)は第一項だけ残る。

$$E = Ba_{\rm f} v_0 \exp\left(-\frac{U_+}{k_B T}\right) \tag{1.15}$$

図 1.13 (c)に *U*₊=0 というような臨界状態となる時の臨界電流密度 *J*_{c0} とし、この時のバリア *U*、即ち上式の *U*₊は、式(1.16)で与える。

$$U(J) = U_0^* \left(1 - \frac{J}{J_{c0}} \right)$$
(1.16)

ここで、 U_0^* は $J \rightarrow 0$ となる時の見かけ上ピンポテンシャルエネルギーである。そこで、 $Ba_f v_0 \varepsilon$ E_{c0} とすると、式(1.15)は下式になり、磁東クリープによる *E-J* 特性はこの式で与える。

$$E = E_{c0} \exp\left[-\frac{U_0^*}{k_B T} \left(1 - \frac{J}{J_{c0}}\right)\right]$$
(1.17)

ファラデーの電磁誘導法則によると、 $E \propto \frac{\partial J}{\partial t}$ であるため、t=0で $J=J_{c0}$ という初期条件の もとで式(1.17)の微分方程式を解き、十分な時間が経過した場合を考えると、遮蔽電流の対数 減衰率という以下の式(1.18)で表される電流密度の変化が導かれる。

$$-\frac{d}{d\ln t} \left(\frac{J}{J_{c0}} \right) = \frac{k_B T}{U_0^*}$$
(1.18)



図 1.13 磁束バンドルの挙動の模式図[14][28]

1.3 従来の電流輸送特性の評価手法

前述の通り、高温超伝導線材は局所不均一性を有するため、線材製造のフィードバックや応 用機器の設計などに対し、局所及び線材全長に亘った電流特性の評価には大きなニーズがある。 そこで、本節では、電流特性の評価手法について述べる。

1.3.1 直流四端子法

超伝導の電流輸送特性評価手法には、最も一般的なのは、直流四端子法である。実際に測定 試料に電流を流して電圧端子間の電圧を計測することで、測定試料の V-I 特性データを得る。 前述通りに、高温超伝導の E-J 特性は図 1.14 に示すように緩やかに立ち上がっているので、臨 界電流密度 Jc を定義する際、電界基準 Ec をを適用して決定する。直流四端子法において、一 般的には、電界基準 E_c は 10⁻⁴V/m が用いられる。そこで、電界基準 E_c が 10⁻⁴V/m となる時の電 流密度を臨界電流密度 J_c と決定する。また、高温超伝導線材の E-J特性は、発生電界が電流密 度の n 乗にに比例する形で増大する、n 値モデル: $E(J) = E_c(J/J_c)^n$ によって良く近似できる

ことが知られており、べきの指数 n は E-J 特性の急峻さを示すパラメータとして用いられる。 直流四端子法は一般的に短尺試料による磁場下の特性評価に用いられる。また、長尺線材の 特性低下部位を検知する事を目的に、リール式四端子法へ発展された。リール式四端子法の模 式図を図 1.15 に示す。測定時線材は液体窒素冷媒中で浸漬冷却され、線材を尺取りの方式で搬 送しながら測定が行われる。このように、従来短尺試料にしか使用しなかった四端子法は、長 尺線材の信頼性評価の手法としても用いられている。[6]



図 1.14 高温超伝導線材の E-J 特性と電界基準を用いた J。値の決定



図 1.15 リール式四端子法の模式図

四端子法を用いて高温超伝導線材を評価することは、下記のような利点を挙げられる。

- 1. 実際に線材に通電することで実用に最も近い環境のもとで電流特性取得可能である。
- 2. 四端子法の電界基準は明確であり、一般的には、Ecは 10-4V/m が用いられる。
- 3. 実際に通電し電圧降下を測るため、E-J特性の曲線が取得できる。
- 4. E-J 特性の曲線が見えるため、超伝導機器設計や運転評価などに重要なパラメータとした n 値がわかる。

一方、四端子法は下記のような問題点として挙げられる。

- 1. 測定時一般的に試料に対し加工することが必要であり、線材に対する破壊性を有する。
- 2. 実際に通電による測定なので、設備に限界があり、高 J。領域の特性は取得が困難である。 測定時電流の増加に伴う試料焼損のリスクも高くなる。
- 3. 電圧雑音により測定感度には限界があるため、低電界領域の特性は取得が困難である。
- 4. 電圧間の電流情報は平均されており、局所的な特性評価は困難である。
- 5. 解像度が低い。短尺試料に使う四端子法は、普通センチメートル程度で、長尺線材に適用 するリール式四端子法はメートル級でしかない。

1.3.2 配列 Hall 素子法(Tapestar[™])

長尺線材の特性評価手法として、ドイツの THEVA 社が開発した配列 Hall 素子法(Tapestar[™]) も挙げられる。配列 Hall 素子法(Tapestar[™])の模式図は図 1.16 に示す。長尺線材をリールによ って搬送しながらコイル外部磁場を印加し、テープ内への浸入磁場の勾配を Hall 素子によって 測定することで線材の特性を評価する。[6][7]

本手法を用いた線材の評価は、長手方向の分解能は1 mm となり、線速も300 m/h までの高速に至る。ただし、磁場分布を取得する Hall 素子は、図 1.17 に示すように配列に並んであるため、幅方向の情報は不十分な問題点がある。[6][7]



図 1.16 配列 Hall 素子法(TapestarTM)の模式図[6]



図 1.17 TapestarTMにある配列 Hall 素子の設置[6]

1.4 本論文の構成

第1章では、本研究の背景、対象となる Bi-2223 線材及び研究目的について記述した。 第2章では、本研究で実験に用いた計測システムの説明、及び計測で得られた磁場データより電流の導出手法と電界の導出手法について記述する。

第3章では、Bi-2223線材短尺試料に対し、直流四端子法による E-J 特性評価と物理モデル を用いた理論的記述について詳述する。短尺試料を用いて磁気顕微鏡の計測による試料面内分 布及び磁化緩和特性について、検討するとともに、超伝導薄膜に近似できることを証明する。

第4章では、Bi-2223 長尺線材に対し、リール式走査型磁気顕微鏡を用いて連続的に磁化し ながら残留磁場の計測について記述する。得られる残留磁場により導出する臨界電流 Ic 空間分 布の統計性について調べるとともに、任意区間における I-V 特性のモデリング手法の提案、さ らに本手法に解析結果と四端子法による測定結果の比較について詳述する。

第5章では、Bi-2223の長尺線材に対し、リール式走査型磁気顕微鏡システムにおいて、線 材搬送速度に対する観測 Loの依存性について考察し、線速依存性をもとに磁化緩和特性を解析 することで、磁化測定における電界基準を求める手法、及び長尺線において n 値の空間依存性 を連続的に計測手法を提案する。

第6章は、総括であり、本研究をまとめる。

第2章 測定システム

2.1 はじめに

本章では、本研究にて使用した四端子法及び磁気顕微法の測定システムについて述べる。さ らに、磁気顕微法の測定システムを用いて測定することで得られる磁場分布による電流密度の 導出方法及び電界の導出方法についても述べる。

2.2 スプリットペアマグネットを用いた四端子法計測システム

線材の磁場下の電流輸送特性を測るため、四端子法を使う。四端子法のシステムは次の通り である。スプリットペアマグネットを用いた測定装置は図 2.1 に示す。試料ホルダを図 2.2 に、 計測機器の接続図を図 2.3 に、それに対応する計測機器の詳細を表 2.1 に示す。

ヘリウムガスはトランスファチュープからクライオスタットに導入することで試料を冷却 する。ニードルバルブを用いて流量を調整する。ヘリウムガスによる冷却制御と、ヒーターに よる熱制御を組み合わせることで試料の温度制御を行う。クライオスタットと試料ステージの 温度制御は LakeShore 335 Temperature controller にて、試料の温度制御は LakeShore 340 Temperature controller にて行う。磁場印加装置は、Cryomagnetics 社製の超伝導スプリットペアマグネ ットである。CRYOMAGNETICS MODEL 4G Superconducting Magnet Power Supply を用いて磁 場制御を行う。専用の冷凍機を用いてマグネットを4K以下まで冷却し使用する。磁場は最大 5.0 T まで印加可能である。マグネットの温度はマグネット内部に設置された白金抵抗温度計 及び酸化ルテニウム抵抗温度計により計測され、CRYOMAGNETICS Model TM-600 Cryogenic Temperature Monitor により表示される。試料を固定する試料ホルダーを図 2.2 に示す。試料ホ ルダーをクライオスタットに入れて固定した後、ステッピングモータ(TSUJICON PMCD-06X-10 STEPPING MOTOR CONTROLLER/DRIVER)にてサンプルホルダーの回転制御を行い、線 材への磁界印加角度を変更する。



図 2.1 スプリットペアマグネットを用いた計測システム



図 2.2 試料ホルダーとステージ



図 2.3 四端子法計測機器の接続図[17]

表 2.1	計測機器の詳細
<u> 1 2.1</u>	同僚税品のアモア

名称	使用機器名	仕様	
電流源	TAKASAGO GPO35-300	300 A 電流源	
電流電圧源	ADCMT 6144	電流源制御 (電圧出力)	
DMM 1	KEITHLEY 2182	線材の電圧を表示	
DMM 2	KEITHLEY 2001	シャント抵抗の電圧 を表示	

2.3 走査型ホール素子顕微鏡を用いた磁場分布の計測システム

線材の面内特性を調査するために、線材面内の高解像度な磁場分布を計測することのできる 走査型ホール素子顕微鏡(Scanning Hall Probe Microscopy: SHPM)を用いた。走査型ホール素 子顕微鏡のシステム構成の概略図を図 2.4 に、全体写真を図 2.5 に示す。計測機器の詳細を表 2.2 に示す。

円柱状のサンプルステージが3軸ステージに設置しており走査機構として機能する。コンピュータ制御によりステッピングモータを介して xy 方向に 0.5 μm、z 方向には 0.25 μm の精度で 走査できる。サンプルステージは超伝導マグネットの中に配置しており、マグネットコントロ ーラと直流電流源により磁場制御を行う。サンプルステージの上に固定されたホール素子の信 号は、ホール素子の電圧端子部に取り付けられた DMM で取得する。サンプルステージ近傍と ホール素子近傍に温度センサを設置されており、これら2つの温度センサからの信号と、温度 コントローラによって制御されるヒーターによって、試料の温度が調節される。[29]



図 2.4 システム構成の概略図[28]



図 2.5 システムの全体写真[28]

名称	使用機器名	仕様
DC current for hall sensor	ADVANTEST R6144	ホール素子用電流源
Position controller	KOHZU SC-410	ステージの位置制御
DMM	KEITHLEY 2000	ホール電圧を表示
Magnet controller	OVEOPD IPS 120-10	超伝導マグネットの
	0X10KD II 5 120-10	制御
Temp controller	LakeShore 331	温度制御

表 2.2 計測機器の詳細[17]

2.4 リール式走査型ホール素子顕微鏡システム

前節に述べた短尺線材の磁場分布の計測をさらに長尺線材に展開するためには、リール式走 査型ホール素子顕微鏡(Reel-To-Reel Scanning Hall Probe Microscopy: RTR-SHPM)を使う。リ ール式走査型ホール素子顕微鏡測定装置外観図を図 2.6 に、概略図を図 2.7 に示す。

線材送りリールと線材巻き取りリールに線材を設置し、リールを回転させることで線材を長 手方向に連続的に搬送する。このリール式線材搬送装置を使って線材を連続搬送させながら、 高速走査ステージにより高速に往復することのできるホール素子を線材表面にスキャンする ことで、線材の2次元の磁界分布を取得する。リール間の滑車には測長用プーリーが設置して おり、これによって線材の位置情報をリアルタイムで取得することで線材搬送速度を測定する。 送りリールと巻き取りリールの回転速度を制御することで、線材の搬送速度をコントロールす る。搬送速度は0.1 m/min から 30 m/min まで可変である。先端部に取り付けているホール素子 の往復速度と往復範囲を設定し、ステージの高さを操作することでリフトオフを調整する。ホ ール素子の手前の送りリール則に着磁用の永久磁石が設置しており、線材は磁石の下に通過さ せながら磁化させ続ける。

装置全体はガスボックスで囲われており、内部の空気を窒素で置換することで冷却時の線材 及び装置への着霜を防ぐ。ガスボックスには液体窒素の注入口とガス放出口を有し、注入口か ら液体窒素容器に液体窒素を注入し線材を浸漬冷却し、ガス放出口から気化した窒素ガスが排 出される。液体窒素容器の側面には線材とホール素子の様子を目視可能な窓がついている。

ファンクションジェネレータから 10 mA、10 kHz のバイアス電流をホール素子に印加する。 この時の電流値はシャント抵抗で計測され、マルチメータに表示される。ホール素子によって 計測されたホール電圧はロックインアンプを通じて AD 変換ボードへ入力される。またステー ジの y 軸方向の往復動作のタイミングを認識するために、ステージには幅方向にフォトセンサ が設置してあり、一定位置でトリガを AD 変換ボードへ入力する。本装置では線材幅は 1 mm から 10 mm、線材長は 1 km の線材までの磁場分布を計測することが可能である。[29]



図 2.6 リール式走査型ホール素子顕微鏡外観図[31]





2.5 磁場分布による電流密度の導出方法

前項の 2.3 と 2.4 に述べた走査型ホール素子顕微鏡とリール式走査型ホール素子顕微鏡によって、磁場分布を取得することができる。本節では、その取得する磁場分布より電流密度と電界の導出方法について述べる。



図 2.8 面内シート電流と測定位置 r で発生する磁場のベクトル関係

電流密度と磁場の関係は式(2.1)に示す Biot-Savart の法則で表す。

$$\boldsymbol{B}(\boldsymbol{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \frac{J(\boldsymbol{r}') \times (\boldsymbol{r} - \boldsymbol{r}')}{|\boldsymbol{r} - \boldsymbol{r}'|^3} d\boldsymbol{r}'$$
(2.1)

ここでrは計測点、r'は試料内電流が流れている座標、B(r)は磁界、J(r')は電流密度、 μ_0 は真空中における透磁率である。この式をJ(r')について解く場合、図 2.8 に示すように、超伝導薄膜を有する試料は、厚さが十分薄いと考えた上で試料厚さ方向の電流密度分布を無視すると仮定すると、試料面内にシート電流の分布は $J = (J_x(x', y'), J_y(x', y'), 0)$ となる。試料面に対して垂直磁界成分である B_z が既知であるとき二次元的に J(r')を導出することができる。そこで、計測点 r(x, y, z)において式(2.1)は次式のように展開する。[33]

$$B_{z}(x, y, z) = \frac{\mu_{0}}{4\pi} \int \int \frac{J_{x}(x', y')(y - y') - (x - x')J_{y}(x', y')}{\left((x - x')^{2} + (y - y')^{2} + z^{2}\right)^{\frac{3}{2}}} dx' dy'$$
(2.2)

この式は畳み込み積分の式で処理しづらいであるため、 B_z 、 J_x 、 J_y のフーリエ変換をそれぞれ b_z 、 j_x 、 j_y とおき、波数を k_x 、 k_y とすると、式(2.2)は

$$b_{z}(k_{x},k_{y},z) = i\frac{\mu_{0}}{2}e^{-kz}\left(\frac{k_{y}}{k}j_{x}(k_{x},k_{y}) - \frac{k_{x}}{k}j_{y}(k_{x},k_{y})\right)$$
(2.3)

となる。ただし、空間波数ベクトル kを

$$k = \sqrt{k_x^2 + k_y^2}$$
(2.4)

とした。ここで、電流の保存の式

$$\nabla \cdot \boldsymbol{J} = 0 \tag{2.5}$$

により、波数空間では次の式が得られる。

$$-ik_{x}j_{x}(k_{x},k_{y})-ik_{y}j_{y}(k_{x},k_{y})=0$$
(2.6)

そこで、式(2.3)と式(2.6)を連立することで、jxとjyについて解くことができる。

$$j_{x}(k_{x},k_{y}) = -\frac{2i}{\mu_{o}} \frac{e^{kz_{0}}}{k} k_{y} b_{z}(k_{x},k_{y})$$
(2.7)

$$j_{y}(k_{x},k_{y}) = \frac{2i}{\mu_{o}} \frac{e^{kz_{0}}}{k} k_{x} b_{z}(k_{x},k_{y})$$
(2.8)

ここで、zoはリフトオフ距離であり、超伝導層から測定点までの距離を表す。式(2.7)と式(2.8) において、高空間周波数成分ほど信号の増幅率が大きく、それと同時に増幅されてしまう計測 時の雑音を除去するために、式(2.9)で示すハニングフィルタをローパスフィルタとして用いて 雑音由来の高調波成分を除去する。

$$w(k) = \begin{cases} 0.5 \left(1 + \cos \frac{k}{k_{\text{cut-off}}} \pi \right) & \text{for } k \le k_{\text{cut-off}} \\ 0 & \text{for } k > k_{\text{cut-off}} \end{cases}$$
(2.9)

ここで、 $k_{cut-off}$ はカットオフ波数であり、これに対応するカットオフ波長 $\lambda_{cut-off}$ が本手法を用いた時に得られる評価結果の空間分解能を決定する。ハニングフィルタを掛けた式(2.7)、(2.8)を 逆フーリエ変換することで実空間におけるシート電流ベクトル成分 J_x 、 J_y を得ることができ、 測定試料内の電流分布を表すことができる。

2.6 電流密度分布による長手方向の電流分布の導出方法

前節で計測機器を用いて測定で得られる磁場分布により、Biot-Savart 則の逆問題を解くこと に面内分布の電流 J を長手方向成分 J_x と幅方向成分 J_y の導出手法について述べた。長尺線材 において幅方向成分 J_y は一般的に十分に小さいため、本節では、その幅方向成分 J_y を無視し た面内電流密度分布 J_xにより、長尺線材における長手方向の電流分布の導出方法について述べ る。 J_xの絶対値をとった|J_x|分布の1次元様子を図2.9に示す。|J_x|分布を幅方向に積分することで 長手方向の I_c分布を求めることが可能である。前述通りに、面内電流密度分布を解析する際、 計測時の雑音の除去のためハニングフィルタをローパスフィルタとしてかけた。しかし、図2.9 に示すように、線材幅に対してカットオフ波長をかけすぎると、線材に電流の向きの入れ替わ る中央部の情報が欠落してしまう。その割合は線材幅 w とカットオフ波長の関係に依存し、こ れを考慮した局所 I_cは式(2.10)のように求まる。[32]

$$I_{\rm c} = \frac{w}{w - 0.6\lambda_{\rm cut-off}} \int_{-\infty}^{\infty} |J_x| \,\mathrm{d}y \tag{2.10}$$

さらに、カットオフ波長による解像度が変化しても、図 2.9 に示すシート電流密度分布は、式 (2.11)を満たす点を必ず通っている。この 2 点間の距離を有効線幅 we と定義し、幾何学的な線 幅ではなく、Bi-2223 線材の場合では、銀シース分を差し引いた実質的に電流が流れる、すな わち超伝導電流が流れる幅である。

$$|J_x| = \frac{1}{2} \frac{I_c}{w} \tag{2.11}$$

そこで、RTR-SHPM を用いて測定による磁場分布から、Biot-Savart 則の逆問題を解くことで J_x を求めてから、長手方向の場所座標 x に対応する $|J_x|$ 分布に対し、 w_e を仮定した上で式(2.10)から I_e を導出することで、長尺線材の電流特性を評価する。[33]



図 2.9 面内電流密度分布の長手方向成分 J_xの1次元像[33]

2.7 磁場分布の時間変化による電界の導出方法

2.6 節で計測機器を用いて測定で得られる磁場分布により、薄いテープ線材の厚さを無視した上で、Biot-Savart 則の逆問題を解くことによって面内分布の電流 J を長手方向成分 J_x と幅方向成分 J_y を求める手法について述べた。それに次に、線材面内電流密度分布から局所臨界電流の導出方法についても詳述した。本節では、磁場分布の時間変化より電界の導出方法について述べる。

電界と磁場の関係は式(2.12)に示す Faraday の法則で表す。

$$\nabla \times \boldsymbol{E} = -\frac{\partial \boldsymbol{B}}{\partial t} \tag{2.12}$$

図 2.10 に示すように、超伝導薄膜を有するテープ線材の試料面に対し垂直に磁化する場合を 考える。試料において、長手方向の長さが十分に長ければ、長手方向の電界 *E*_xに比べ、電界の 幅方向成分 *E*_yは十分に小さいので、この長手方向電界 *E*_xだけ考えると、式(2.12)は次式の(2.13) に展開できる

$$\frac{\partial E_x(y)}{\partial y} = -\frac{\partial B_{z0}(y)}{\partial t}$$
(2.13)

ただし、B₂₀は試料表面における垂直磁場成分である。長手方向の電界 E_xを解くと、

$$E_{x(y)} = -\int_{-\infty}^{y} \frac{\partial B_{z0}(y)}{\partial t} dy + C$$
(2.14)

積分定数 C は、電流が流れていない $J_x = 0$ の位置で、 $E_x = 0$ となるように決定される。



図 2.10 磁場の時間変化と誘導電界[28]

2.8 小括

本章では、本研究にて使用した四端子法及び磁気顕微法の測定システムについて述べた。 また、磁気顕微法の測定システムを用いて測定することで得られる磁場分布による電流密度 の導出方法、試料長手方向の*L*空間分布の導出方法及び電界の導出方法についても述べた。 これらの計測システムを用いることで、研究対象となる Bi-2223 多芯線材の電流輸送特性の評 価が可能となる。

第3章 Bi-2223 短尺線材の電流輸送特性計測

3.1 はじめに

第1章で述べた通り、従来の金属系超伝導体は急峻に立ち上がる E-J 特性を有することに対し、酸化物高温超伝導体は熱擾乱などの影響を強く受けるため、E-J 特性が緩やかである。このような緩やかな E-J 特性は、比較的狭い電界範囲であれば、べき乗則を基づいた n 値モデルを用いて記述できるが、広い電界範囲に亘る高温超伝導体の E-J 特性を記述するには不十分である。そこで、本章では、Bi-2223 線材について、パーコレーション転移モデルを用いて、四端子法測定による電流特性の解析を説明する。

E-J 特性の測定には一般には四端子法が用いられる。四端子法は、電界基準が決まり、かつ E-J 曲線が測定できるといった優れた特徴があるが、第1章でも述べたように、その空間解像 度や電界感度には限界がある。四端子法のこれらの問題点を補う相補的な測定手法としては、 線材の磁化を測定し磁化電流より臨界電流値を導出する磁化法がある。この時、モノリシック な超伝導層を有するコート線材では均一な試料であれば磁化電流の空間パターンが明確であ るため、磁化の大きさより、Jc値の導出が可能となる。しかしながら、Bi-2223線材は、多芯構 造を有する事から、磁化電流の空間パターンは必ずしも明確でなく、磁化の大きさから直接磁 化電流を導出する事が出来ない。そこで、本研究では、磁化の大きさのみならず、空間分布の 情報を取得可能な磁気顕微法を適用し、短尺のBi-2223線材の磁化の挙動について調べ、外部 磁化によって誘起される磁化電流とその空間分布を明らかとし、局所 Jcの導出方法を示した。 さらに、磁化の緩和特性より、誘導電界を導出し、磁化法を用いた E-J 特性の導出方法につい て示した。

3.2 パーコレーション転移モデルを用いて四端子法測定による電流輸

送特性の解析

3.2.1 試料諸元

本研究で住友電気工業の DI-BSCCO Type H 線材を用いている。試料は加圧焼成法によって 製造され、77 K,自己磁場において臨界電流 200 A 級の補強材のない素線である。試料の諸元 は次表に示す。

試料名	DI-BSCCO Type-H
作製法	加圧焼成法
試料長	10 cm
線幅	4.5 mm
膜厚	0.23 mm
臨界電流(77 K,自己磁場)	200 A

表 3.1 Bi-2223 線材の緒元

3.2.2 四端子法による電流一電圧特性 (I-V)特性の計測

試料 *I-V* 特性を取得するため、四端子法を用いた測定を行なった。試料長は 10 cm、電圧端 子間距離を 4 cm に設定し、測定温度は 30 K, 35 K, 40 K, 50 K, 60 K, 65 K, 77 K の各温度で計測 を行なった。磁場は試料に対し垂直に(*B*//c)、0 から 5T まで印加した。通電電流は 300A までで ある。測定結果図 3.1 に示すように、10⁻⁷ V~10⁻⁴ V 電圧範囲内のデータを取得した。電圧 10⁻⁷ V 以下の測定データは、ノイズの影響を受け、取得は極めて困難である。

3.2.3 パーコレーション転移モデルを用いて電界―電流密度(E-J)特性

の記述

四端子法による *I-V* 特性データから、試料の均一性を仮定し、式(3.1)と(3.2)で *E-J* 特性に変換した。

$$E = \frac{V}{l} \tag{3.1}$$

$$J_c = \frac{I}{t \times w} (1 + \alpha) \tag{3.2}$$

ここで、lは電圧端子間距離、wは試料の線幅、tは試料の厚み、 α は銀比である。lは4cm、wは4.5 mm、tは0.23 mm であり、 α は1.6 とした。

第1章の1.2.2項にて、高温超伝導体の電流輸送特性はパーコレーション転移モデルを用いて記述することが可能であることを示した。本節では、パーコレーション転移モデルを用いて高温超伝導電流輸送特性を記述する解析手法について説明する。

解析の流れとしては、主に2ステップを含めている。まずは、四端子法による *E-J* 特性のデータより J_c の統計分布のパラメータ m, J_{cm}, J_0 を抽出する。次は、抽出した m, J_{cm}, J_0 をもとに、 温度・磁場依存性に関するピンニングパラメータ A, ξ, γ, δ などを決定することで、任意の温 度、磁場の条件下における *E-J* 特性を記述する。

m 値の決定

m値は、高温超伝導体 E-J 特性が上に凸の Glass 領域と下に凸の Liquid 領域の境界、すなわち E-J 特性がべき乗で表されるときのべきの指数として与えられる。しかし、E-J 特性は上に凸の特性から下に凸の特性へとなだらかに遷移するうえ、観測される電界範囲も限られているため、転移点を一義的に決定するのは困難である。そこで、m値を決定するには、まず、m値がある値に決定され、そのm値に対して最も確からしい J_{cm} および J_0 が得られることから、m値にある値を仮定し、そのときのm, J_{cm} , J_0 より電界の平均二乗誤差 MSE (Mean Square Error)を、次式に示すように求める。

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i}^{n-1} (\log E_{\rm mi} - \log E_{\rm ei})^2$$
(3.3)



図 3.1 四端子法測定による I-V 特性(T = 77 K, 65 K, 60 K, 50 K, 40 K, 35 K, 30 K)

ここで、 E_{mi} は電界の実測値、 E_{ei} は式(1.8)式にそのときの m, J_{cm}, J_0 を適用し得られる電界の解析値である。添え字のiは測定点を表す。二乗誤差を求めるにあたり各電界の対数を取っているのは、E-J特性が基本的にパワー則的な振る舞いを示すことに起因するためである。

m 値を少しずつ変化させながら各 *m* 値における *MSE* の *m* 値依存性が得られる。この *MSE* が 最小となるときの *m* 値が最も確からしい *m* 値と見なすことができる。

図 3.2 に、本研究で使っている DI-BSCCO Type H の Bi-2223 素線における *MSE* 対 *m* 値特性 を示す。この解析結果における *m* 値は最も確からしい値として、3.4 と決定している。



図 3.2 平均二乗誤差(MSE)のm 値依存性

・*B*_{GL}の決定

 B_{GL} は、E-J特性曲線が上に凸な Glass 領域と下に凸な Liquid 領域との境界における転移磁場である。そのため、 J_{cm} 、 J_0 を抽出する際に、測定点に対し B_{GL} により適用する解析式を振り分ける必要がある。各 E-J特性をべき乗近似した後、その指数と決定した m 値と比較することで、 B_{GL} を決定することができる。

転移点における *E-J* 特性は、式(1.8)に示すように指数が m+1 のパワー則で表されている。 B_{GL} を抽出する例として、図 3.3 に、DI-BSCCO Type H 線材の 77 K における n 値の磁場依存性を示す。すでに決定した m 値は 3.4 であるので、転移磁場 B_{GL} における n 値は 3.4+1=4.4 となる。 このことから、n-B 曲線において n 値が 4.4 となるときの磁場はこの温度における転移磁場 B_{GL} である。このように、各温度における転移磁場 B_{GL} も決められる。各温度における転移磁場 B_{GL} は図 3.4 に示す。

・J_{cm}、J₀の抽出

パーコレーション転移モデルでは、幅広い範囲にわたる *E-J* 特性は、式(1.7), (1.8), (1.9)を用いることによって記述する。したがって、*J*_{cm}, *J*₀は、Glass 状態、転移点、Liquid 状態の各々の状態ごとに示される解析式に対して非線形回帰によって抽出できる。抽出方法は、最小二乗誤差法による 2 変数フィッティングで、変数が少ないため精度の良い抽出結果が得られる。図 3.5 に、*J*_c分布の最小値 *J*_{cm} と代表値 *J*_k (=*J*_{cm}+*J*₀)の抽出結果を示す。



図 3.4 各温度における転移磁場 BGL

・巨視的ピン力密度のスケーリング

巨視的ピン力密度は温度・磁場によって複雑に変化している。したがって、ピンパラメータ を抽出するには、この巨視的ピン力密度の磁場依存性は温度に対してスケールする性質を利用 して、巨視的ピン力密度の最小値 Fpm について、上記に述べた Jcm、J0の抽出手法によって抽出 したいくつかの温度・磁場条件における Jcm、J0の結果を適用させることで、ピン力密度の最小 値 Fpm を Fpm の最大値で規格化し、同じような形の曲線に揃って、式(3.4)でスケーリング曲線 に対するフィッティングパラメータとして、各ピンパラメータを求める。ここで、Fpm の最大 値 Fpm_max は式(3.5)で与えられる。

ピン力密度の代表値 F_{pk} は、 F_{pm} と同じようにA、 ζ 、 γ 、 δ のピンパラメータを持っているが、 これらのピンパラメータは F_{pm} とそれぞれのピン強度の違いを反映して、必ずしも一致しない と考えられる。ただし、 F_{pk} についても、同様の式(式(3.6)に参照)でスケールすると仮定し、 ピンパラメータを抽出することが可能となる。ピン力密度代表値 F_{pk} を規格化することで用い る F_{pk} の最大値は式(3.7)で与える。

$$\frac{F_{pm}}{F_{pm_{max}}} = \frac{J_{cm}B}{\left[J_{cm}B\right]_{max}} = \alpha \left(\frac{B}{B_{GL}(T)}\right)^{\gamma} \left(1 - \frac{B}{B_{GL}(T)}\right)^{\delta}$$
(3.4)

$$F_{pm_{max}} = \frac{A}{\alpha} B_{GL}(T)^{\zeta}$$
(3.5)

$$\frac{F_{pk}}{F_{pk_{max}}} = \frac{J_k B}{\left[J_k B\right]_{max}} = \alpha \left(\frac{B}{B_k(T)}\right)^{\gamma} \left(1 - \frac{B}{B_k(T)}\right)^{\delta}$$
(3.6)

$$F_{pk_{max}} = \frac{A}{\alpha} B_k(T)^{\zeta}$$
(3.7)



図 3.5 各温度・磁場における Jc分布の最小値 Jcm と代表値 Jkの抽出結果

ここで、*F*_{pm}, *F*_{pk}のスケーリングの解析結果を図 3.6、図 3.7 に示す。同図から、温度によらず同一の曲線にスケールしていることが分かった。図中実線は、式(2.15)と式(2.17)によってそれぞれ描かれたスケーリング曲線である。[34]

このようにフィッティングパラメータとして抽出した F_{pm} と F_{pk} のピンパラメータを次表に示す。

A 3.2 XI	ソンジ行住によるビンパノス		2100山柏木
	α	γ	δ
$F_{ m pm}$	3.40	0.65	1.26
$F_{ m pk}$	6.07	0.96	1.84







図 3.6 Fpm のスケーリング特性

図 3.7 Fpkのスケーリング特性

 F_{pm_max} と F_{pk_max} については、式(3.5)、式(3.7)に対応し、それぞれ B_{GL} , B_k に依存している。 この B_{GL} , B_k 依存性は図 3.8、図 3.9 に示す。これによりパラメータ A/α , ζ を得ることができる が、 F_{pm} , F_{pk} の B_{GL} , B_k 依存性は高温と低温で異なるため、40 K を境に 2 つの領域に分けている。

図中の実線は、抽出した B_{GL} 、 B_k のデータを式(3.4)、式(3.6)を用いてフィッティングした曲線であることから、温度における B_{GL} 、 B_k のデータが多ければ多いほど A/a、 ζ の結果の信頼性が高くなっている。ただし、低温における Liquid 領域のデータの測定は大きい磁場を印加する必要があり、本研究では測定装置限界による最大磁場が 5 T であることから、測定した低温における実験データはほとんど Glass 領域に位置しており、Liquid 領域のデータの測定が不十分であるため、推定値となる。A/a, ζ の抽出した結果は表 3.3 に示す。

	高温領域		低温	領域
	A/α	ζ	A/α	ζ
$F_{ m pm}$	8.416×10 ⁷	1.6015	1.275×10^{8}	0.9709
$F_{\rm pk}$	3.144×10 ⁸	1.7764	1.628×10 ⁹	0.8495

表 3.3 BGL, Bk依存性によるピンパラメータ

 B_{GL} は Glass 領域と Liquid 領域の転移点における磁場であるため、同じ温度および同じ磁場 印加角度の下で、 B_{GL} は 1 つしか存在しない、すなわち B_{GL} は温度依存性を持っているのであ る。印加磁場 B が Bi-2223 テープ線材のテープ面に垂直 (B//c) 印加されるときの磁場を垂直 磁場 B^{\perp} とすると、 B^{\perp} において転移磁場 B_{GL} 、 B_k の温度依存性は次式で与えられる。[35]
$$B_{GL(k)}^{\perp}(T) = \frac{b}{1 - \nu_p} \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) \cdot \left\{ 1 - \frac{a}{1 - T/T_c} + \sqrt{\left(1 + \frac{a}{1 - T/T_c} \right)^2 - 4\nu_p \cdot \frac{a}{1 - T/T_c}} \right\}$$
(3.8)

ここで、Bi-2223 線材の臨界温度 T_c は 108K を用いる。 a, b, v_p をフィッティングパラメータとして、決定された B_{GL}, B_k と最もよく一致するようにパラメータを決定する。決定したパラメータは表 3.4 にまとめる。

	а	b	Vp
$B_{ m GL}$	0.7109	0.3383	0.995
$B_{ m k}$	0.7026	1.1307	0.995

表 3.4 BGL, Bkの温度依存性によるパラメータ



図 3.8 Fpm, max の BGL 依存性

図 3.9 F_{pk,max}の B_k依存性



図 3.10 B_{GL}, B_kの温度依存性

・E-J 特性の記述

ここまでの結果より得られたパラメータは表 3.5 に示す。そこで、得られたパラメータを用いて四端子法による *E-J* 特性を記述する。*E-J* 特性の記述結果は図 3.11 に示す。図中ドットは、四端子法による *I-V* 特性の実験データから式(3.1)と式(3.2)を用いて変換された *E-J* 特性の結果であり、実線はこのモデルによる理論曲線である。

m		3.4	
$ ho_{ m FF}$		1×10 ⁻⁷	
$T_{ m c}$		108	
BGLパラメータ	а	0.7109	
	b	0.3383	
	vp	0.9952	
Bkパラメータ	а	0.7026	
	b	1.1307	
	v _p	0.995	
Fpm パラメータ(Glass)	α	3.40	
	γ	0.65	
	δ	1.26	
	<i>A</i> /α(高温)	8.416×10 ⁷	
	<i>A</i> /α(低温)	1.275×10^{8}	
	ζ (高温)	1.6015	
	ζ (低温)	0.9709	
Fpm パラメータ(Liquid)	A (高温)	8.948×10 ⁷	
	A (低温)	1.275×10^{8}	
	δ	0.7998	
	ζ	1.1771	
F _{pk} パラメータ	α	6.0735	
	γ	0.9618	
	δ	1.8443	
	<i>A</i> /α(高温)	3.144×10 ⁸	
	<i>A</i> /α(低温)	1.628×10 ⁹	
	ζ (高温)	1.7764	
	ζ (低温)	0.8495	

表 3.5 DI-BSCCO Type H 線材のピンパラメータ



E-J 特性を記述 (T = 77 K, 65 K, 60 K, 50 K, 40 K, 35 K, 30 K)

・臨界電流密度J。とn値の温度・磁場依存性の記述

上記に示した E-J 特性において、超伝導体の電気抵抗ゼロに相当する、真の臨界電流を測定 することは測定精度が無限大に必要となり、現実的には不可能であるため、電界基準時の電流 密度を臨界電流密度と定めている。四端子法の電界基準は 10⁴ V/m となるため、この電界基準 における臨界電流密度 J_cの温度・磁場依存性も記述できる。

*E-J*特性の解析式(1.7)~(1.9)から臨界電流密度 *J*_cの解析式は式(3.9)に示すようになる。図 3.12 に臨界電流密度 *J*_cの温度・磁場依存性の記述結果を示す。図中ドットは電界基準が 10⁻⁴ V/m と なる時の実験値であり、実線は式(3.9)を用いた記述結果となる。

$$J_{c} = J_{cm} + \left[\frac{m+1}{\rho_{FF}}E_{c} J_{0}^{m}\right]^{\frac{1}{m+1}} \qquad for \quad B \le B_{GL}$$

$$= -\left|J_{cm}\right| + \left[\frac{m+1}{\rho_{FF}}E_{c} J_{0}^{m} + \left|J_{cm}\right|^{m+1}\right]^{\frac{1}{m+1}} \qquad for \quad B > B_{GL}$$
(3.9)

一方、線材評価及び機器設計の際に重要なパラメータである n 値について、式(3.10)を用いて記述できる。図 3.13 に同試料の n 値の温度・磁場依存性の記述結果を示す。図中ドットは 10⁻⁵ V/m~10⁻³ V/m の電界範囲内の n 値となり、実線は式(3.10)を用いて電界基準が 10⁻⁴V/m として記述した結果である。



 $n = \frac{\rho_{FF} J_c}{E_c} \left(\frac{J_c - J_{cm}}{J_0} \right)^m$ (3.10)

図 3.12 Jcの温度・磁場依存性の記述結果



・等 J_c・n 値-map

上記の解析からパーコレーション転移モデルによる解析は実測値と定量的に一致している ことから、幅広い範囲の電流輸送特性を推定することも可能となる。 ここで、上記の解析手法を基づき、本線材において広い温度・磁場範囲に亘って、電界基準が 10⁴ V/m となる時の J_cおよび n 値の推定を行ない、図 3.14 と図 3.15 に示すような等 J_cおよ び等 n 値マップを作成した。図中、右側にあるカラースケールはそれぞれ臨界電流密度 J_c、n 値の大きさを表す。白い線は B_{GL}-T 曲線を表し、B_{GL}-T 曲線を境にして、量子化磁束はマップ の左下領域の Glass 状態から右上領域の Liquid 状態へ転移していく。

J.やn値は、機器設計において不可欠なパラメータであるにも関わらず実験的に制御して求めることは困難であることから、これらをコンター図として温度・磁場平面上に表すことは、 実用上、有用かつ有効である。



3.3 磁化法による面内分布計測と緩和特性計測

前節まで、Bi-2223 線材の短尺試料に通電して、四端子法を用いた測定による結果に対し、 Weibull 関数を基づいたパーコレーション転移モデルを用いて記述することについて述べた。 四端子法は、超伝導線材の電流輸送特性の測定手法の1つとしては、実用環境に近い状況で電 流特性が取得する特徴を有することに加え、E-J曲線が直接得られ、電界基準が決まっており、 n 値もわかるといったメリットがあるので、現在最も信用できて広く応用している評価手法と は言える。

しかし、四端子法は、解像度が低いなどの欠点は超伝導線材電流特性評価を制限している。 特に、近年線材の製造技術の発展及び実用機器への応用のための長尺線材の局所均一性の評価 などのニーズは、四端子法は満たしていない。これを補う手法として、磁化法は、非破壊に局 所J。の測定が可能であり、近年長尺線材の特性評価にはよく使われている。ただし、磁化法を 用いて評価したこれらの線材はモノリシックな超伝導層を有するコート線材である。一方、多 芯構造を有する Bi-2223 線材の磁化特性は充分に解明されておらず、磁化電流のパスが不明確 である事から、磁気モーメントの大きさから直接磁化電流密度を導出することが出来ない。そ こで、本研究では、磁界の空間分布の計測も可能な磁気顕微法を用いて、外部磁界下の Bi-2223 線材内の磁界分布の計測より磁化電流の空間分布を明らかとし、Bi-2223 短尺試料の磁化の挙 動と磁化電流分布を明らかとする。[7]

3.3.1 試料諸元

前項に述べた四端子法を用いて短尺試料定式化をした住友電気工業製の DI-BSCCO Type H の素線とし、77 K かつ自己磁場において 200 A 級の線材である。試料の諸元は表 3.6 に示す。

試料名	DI-BSCCO Type H	
作製法	CT-OP 法	
線幅	4.5 mm	
厚み	0.23 mm	
銀比	1.6	
臨界電流(77 K, 自己磁場)	200 A	

表 3.6 Bi-2223DI-BSCCO Type H 素線試料の諸元

3.3.2 磁化法による面内分布計測

この短尺試料に対し、走査型ホールプローブ顕微鏡(SHPM)システムを使用して可視化し た。測定は77Kの条件および自己磁場の下で行われた。可視化した2次元画像は図3.16に示 す。図 3.16 (a)は、測定で得られた残留磁場 Bz分布を示す。ルーフトップ状の残留磁場の分布 から、磁化電流はフィラメントバンドルで結合して流れる事を示している。それに対応する電 流密度 J 分布は、Biot-Savart の法則の逆問題を考慮することによって得た。超伝導薄膜を有す るコート線材では、電流密度Jの長手方向x成分Jxと幅方向のy成分Jyの異方性小さい。した がって、試料のコーナー部で磁場侵入が成す角度は約45度の角度となり、JxとJyの値は殆ど 等しい。[36][37]一方、図 3.16 (b)および(c)に見えるように、多芯線である Bi-2223 線材は、Jxと J_y の境界角度は小さくなり、約14度と見積られる。このことから、 J_x と J_y の比は4:1程度で あることが分かる。これは、Bi-2223線材において超伝導電流が主に Bi-2223 フィラメントに流 れるためであり、フィラメント間をカップルして流れる幅方向の電流密度は約1/4であること を意味する。この時、ループ電流を形成するためには、試料長は電磁気的な有効幅の約4倍程 度の長さがあれば良いことを意味する。Jxの幅方向の分布より 4.5 mm の幅を有する Bi-2223 線 材における電磁気的有効幅は約4mmであり、したがって試料の長さが16mm(8mm×2)より 長い場合、Bi-2223 線材のフィラメント束が電磁気的にカップリングしているモノフィラメン トとして近似できると結論付けられる。



3.3.3 磁化緩和特性を用いた E-J 特性の導出

前節に述べた実験結果に基づき線材長を 16 mm 以上とすれば、77 K、自己磁場近傍においてフィラメントの結合状態を保持すると考えられる。したがって、線材長手方向中央部における補足磁場の分布の形状が、高磁界中ならびに磁化緩和過程においても崩れなければ、Bi-2223 線材の磁化はフィラメント結合状態のまま生じることが実験的に確かめられる。[28][38]

よって、Bi-2223 線材は磁化の挙動が個々のフィラメントの磁化によるものなのか、それと もフィラメント東全体の結合によるものなのかをより明確に理解するために、磁場中の磁化緩 和実験を行なった。測定手法としては、測定中、試料長手方向中央部において、ホール素子が 幅方向に走査し続けた。ホール素子の走査位置は、図 3.16 (b)に示す矢印「↑」である。ホール 素子の走査速度は、1 往復が 24.5 s かかり、測定分解能は dy=20 µm である。測定は 40 K の温 度の元で行われ、外部磁場 Bex は、一定値の直流磁界とし、0.5 T から 2.5 T までの磁場の山が 確認できる範囲で、試料面に対し垂直に印加した。また、超伝導マグネットの発生磁界に傾斜 があるため、測定は増磁及び減磁の両過程で測定し、それらを差し引くことで磁界の傾斜を取り 除いた後、各解析を行った。磁界傾斜を除去することにより、線材磁化がつくる本来の磁界分 布の形状を取得できた。

+分長い時間が経った後、図 3.17 (a)に示すように、増磁ならびに減磁調整した外部印加磁界 $B_{ex} = 2.5 T$ における残留磁場 B_z 分布の緩和波形を取得した。表示時間は、磁化後の経過時間を 表す。図 3.17 (a)から、実験中残留磁場 B_z 分布は同様の単一ピークの形状を保持することがわ かる。これは、高磁場の下であってもフィラメントが常に結合したままであることを意味する。 これらの B_z 分布を、peak-to-peak 値で規格化した断面像は図 3.17 (b)に示す。規格化した B_z 分 布はほぼ同様な形をしていることがわかる。これは、磁化電流パターンは変化せず、磁化電流 はフィラメント東全体が単一フィラメントのように磁化されたことによるのであると理解で きる。磁界分布における peak 値の緩和特性を図 3.17(c)に示す。すべての磁界条件において、 peak 磁界が対数時間軸上で線形的に減衰していることがわかる。このことは、線材の磁化緩和 特性が磁束クリープに起因して生じていることを意味し、この結果からも、多芯フィラメント がカップリングした状態で線材全体として磁化していることを確認できる。

第3章で述べた原理により、電界 E 分布と電流密度 J_x 分布を導出した。図 3.17 (b)における 磁場分布を Biot-Savart 則の逆問題を用いて導出した線材長手方向のシート電流密度 J_x 分布を 図 3.18 (a)に示す。この電流密度波形を式(2.10)を用いて線材の臨界電流 I_c を評価する。

図 3.17 (b)における磁場分布から Faraday の法則により導出した電界 *E* 分布を図 3.18 (b)に示 す。そこで、上記の電流密度分布と電界分布を利用して、線材の電流輸送特性である *E-J* 特性 を評価することができる。

図 3.18 (a)におけるシート電流密度 J_x 分布により算出した I_c から J_c を導出する際、銀比が 1.6 であることを考慮した線材断面積で割ることによって線材の超伝導臨界電流密度を算出した。 電界 E を導出する際、電界 E 分布を幅方向に亘って平均値を取った。以上の臨界電流密度 J_c と 電界分布の平均値 E_{ave} を合わせて、線材の電流輸送特性 E-J 特性を図 3.18 (c)に示す。本研究で 緩和特性を測ることにより、温度が 40 K において約 10⁻⁷~10⁻¹⁰ V/m の低電界範囲の電流輸送特 性を取得できた。図 3.18 (c)に示す高電界範囲の E-J 特性は、前節に述べた四端子法による実測 値を使っている。



図 3.17 (a) Bi-2223 線材における残留磁場 B_z の緩和波形 (b) peak-to-peak 値 $B_{z,p-p}$ で規格化 した B_z の緩和波形 (@T = 40 K, B_{ex} = 2.5 T) (c) peak 磁場の緩和特性 (@T = 40 K, B_{ex} = 1.0 T, 1.5 T, 2.0 T, 2.5 T)

図 3.18(c)より、SHPM を用いた本手法による低電界範囲の E-J 特性は、四端子法の測定デー タと連続性を有することがわかる。これは、前述したように Bi-2223 線材の磁化が多芯フィラ メントの結合状態を保持して生じることを意味するだけでなく、本手法と四端子法を組み合わ せることにより、広い電界範囲の特性把握が可能となることを示している。さらに、n 値モデ ルによる理論曲線も同図に示す。高電界領域の特性と比べると、低電界領域の特性は、傾き(n 値)が大きくなっていることがわかる。これは、磁束クリープにより発生する電界が、磁束フ ローによる電界は、磁束フローによる電界がない領域で顕著となるためである。[14]

以上の結果より、Bi-2223 多芯線について、線材長は十分に長ければ、中にあるフィラメン ト束は電磁気的結合状態が保持され、単一フィラメントと同様の特性を示すと結論づけられる。 コート線材と同じように振る舞うことから、線材面内分布を評価する時に、コート線材と等価 して SHPM を適用することができる。さらに、実用的長尺線材について、リール式の磁気顕微 法を適用して臨界電流分布を計測することも可能である。



図 3.18 (a) 長手方向シート電流密度 J_x分布 (b)電界 E 分布 (@T = 40 K, B_{ex} = 2.5 T) (c) 電界電流密度(E-J)特性

3.4 小括

本章では、Bi-2223 短尺試料に対し、四端子法を用いて、E-J 特性を測定するとともに、パー コレーションモデルを用いてモデリングを行った。それと、走査型ホール素子顕微鏡を用いて 短尺試料の面内電流分布を計測し、さらに高磁場の下で磁化緩和の測定を行った。

Bi-2223 線材は、多芯線であるにも関わらず、線材長が十分に長ければ、中にあるフィラメント東は電磁気的結合状態が保持され、単一フィラメントと同様の特性を示すと結論づけられる。コート線材と同じように振る舞うことから、コート線材と等価して走査型ホール素子顕微鏡を適用することができる。さらに、実用的長尺線材について、リール式の磁気顕微法を適用して臨界電流分布を計測することも可能である。

第4章 長尺 Bi-2223 線材における L。場所依存性計測および

任意区間 E-J 特性の導出

4.1 はじめに

第3章ではBi-2223線材の短尺試料を用いて、磁化によるJ。分布の可視化より、4.5 mmの幅 を有する線材において試料長が16 mmより長ければ、Bi-2223フィラメントは、電磁気的に結 合することが分かった。さらに、同試料において、高磁場の下で行なった磁化緩和の測定結果 より、残留磁場のBz波形は単一peakの形を保持しており、peak-to-peak値で規格化した緩和の Bz波形を比較すると同様な波形となっていることから、個々のフィラメントの磁化からではな く、Bi-2223フィラメント東全体として単一フィラメントと同じように磁化されたことによる 結果であることを実証した。そこで、Bi-2223線材は多芯線材であっても、超伝導薄膜を有す るコート線材と似たような振る舞いで、磁化法に適用することが可能であることが分かった。 したがって、以上の検討のもとに、本章では、リール式走査型ホール素子顕微鏡(RTR-SHPM)

を用いて、Bi-2223の長尺線材の計測へと発展させる。

4.2 130 m 級の Bi-2223 長尺線材計測

本節では、百m級のBi-2223長尺線材に対し、リール式走査型ホール素子顕微鏡(以下はRTR-SHPMと略記)を用いて計測することについて述べる。

4.2.1 試料諸元

測定用に使われているのは住友電気工業製の DI-BSCCO Type HT-NX 線材である。試料の製造方法は加圧焼成法で、ニッケル合金によって補強された。この線材は、市販の HTS 線材の中でも最も硬い長尺線材であり、高磁場マグネットへの応用は期待される。線材実長は end-to-end で 130 m であり、試料の諸元は表 4.1 に示す。

試料名	DI-BSCCO Type HT-NX (ニッケル合金補強)
作製法	CT-OP 法
実長	130 m
線幅	4.4 mm
膜厚	0.29 mm
補強材厚み	30 µm
臨界電流(77 K,自己磁場)	199 A

表 4.1 長尺 Bi-2223 ニッケル合金補強試料の諸元

測定は、77K および自己磁場の下で行なった。RTR-SHPM システムを用いて長手方向に 12 m/h の線材搬送速度及び幅方向に 2 scan/s のホール素子走査速度の下で、Bi-2223 の 130 m の長 尺線材を測定する。

4.2.2 長尺 Bi-2223 線材における任意空間 E-J 特性の導出

測定で得られる磁場 Bz 分布は図 4.1 (a) に示す。第 2.5 節で述べた Biot-Savart 則の逆問題を 解くことで、図 4.1 (b)に示す/J_x|分布を得た。*I*_c分布は、第 2.6 節で詳述した式(2.10)を用いて、 局所臨界電流 *I*_c(x)は得られた。図 4.1 (d)に示すのは、リール式四端子法による、3 m ごとに測 った結果である。



図 4.1 (a)130 m に亘った残留磁場 B_z 分布 (b)Biot-Savart 則の逆問題を解くことで得られたシート電流 $|J_x|$ 分布 (c) $|J_x|$ 分布により導出した長手方向の I_c 空間依存性結果、左軸は臨界電流 I_c の絶対値を表し、右軸は有効断面積割合を表すパラメータ $\alpha(x)$ (d)リール式四端子法による 3 m ごとの I_c 空間依存性結果

述べた通りに、臨界電流 *L* の空間依存性 *L*(*x*)しか導出できなかったが、その *L*(*x*)に対応する *E-J* 特性が明らかとなっていない。そこで、本節では、長尺線材において *E-J* 特性の導出について検討する。

第1.2.2節で述べた高温超伝導体の電流輸送特性を記述するパーコレーション転移モデルは、 短尺試料に限られている。実用長尺線材は、一般的には数百m或いは数kmに至る。長尺線材 において、ナノスケールでの磁束ピン止めの挙動は、長尺線材全長において本質的に同じであ ることと仮定した上で、このモデルを長尺線材へ拡張する。そこで、長尺線材における局所的 に *I*_cの低下は、ピン特性に由来するわけではなく、離散的に分布するマクロスケールの欠陥に よる超伝導領域の有効断面積の変動に起因していると考える。このようなマクロスケールの欠 陥の影響を記述するために、有効断面積割合を表すパラメータ *a*(*x*)を導入した。局所電流値の 変動は有効断面積に支配されるため、電流密度の値は有効断面積の割合 *a*(*x*)によって流れる電 流密度 *J*/*a*(*x*)になると考えると、*E-J* 特性を表す式(1.7)は下の式(4.1)のように表される。[39]

$$E(J,x) = \frac{\rho_{FF}}{m+1} \frac{J}{\alpha(x)} \left(\frac{J}{\alpha(x)J_0}\right)^m \left(1 - \frac{\alpha(x)J_{cm}}{J}\right)^{m+1}$$
(4.1)

パラメータ α(x)は、式(4.2)のように長尺線材長手方向における臨界電流値 *L*_c(x)によって与えられる。

$$\alpha(x) = \frac{I_{\rm c}(x)}{I_{\rm c,criterion}} \tag{4.2}$$

ここで、*I*_c(*x*)は長尺線材長手方向における局所的な臨界電流値で、*I*_{c,criterion} は局所 *I*_c 長手方向 分布の平均値である。

そこで、式(4.2)を用いて長尺線材の各場所(場所に対応する座標を x とする)における局所電 界が算出できる。長尺線材における任意区間両端に生じる電界 *E*global は、区間内各場所 x にお ける電界の足し合わせで算出でき、さらに区間長 *L* をかけることでグローバル電圧 *V*global も得 られる。

$$E_{\text{global}}(J) = \frac{1}{L} \sum_{x}^{N} E(J, x) \,\Delta x \tag{4.3}$$

$$V_{\text{global}}(I) = LE_{\text{global}}(J) = \sum_{x}^{N} E\left(\frac{I}{A}, x\right) \Delta x$$
(4.4)

ここで、 Δx は L 空間依存性を測定する時の解像度であり、Aは超伝導断面積である。区間長は $L=N \Delta x$ で与える。

以上のように、長尺線材における局所的な E-J 特性のみならず、任意区間内の E-J 特性も記述できる。

式(4.2)~(4.4)を使って130mのBi-2223長尺線材の局所電界を導出した。局所的ピンの挙動が同じであることと仮定したので、式(4.1)のパラメータは、四端子法による短尺試料のE-J特性の実験データを用いて抽出できる。抽出手法は第3章で述べた手法である。

この 130 m の長尺線材に使うパラメータは、表 4.2 に示す。グローバルの電界が四端子法の 電界基準 10⁻⁴V/m に達する時に線材局所的に発生する電界の分布は図 4.2 に示す。パラメータ *a*(*x*)は、図 4.1 (c)の右側の軸に示す。

図 4.2 に示した局所電界分布から、この線材において、最も高い局所電界は、グローバル電界の約5倍であることがわかる。この結果から、この線材は補強材として、TypeHの素線の両面に様々な加工作業をしたが、高い均一性を保ったことが分かった。



表 4.2 局所電界を導出した際に使う短尺試料のパラメータ

図 4.2 130 m 長尺 Bi-2223 線材の局所電界分布

図 4.1 (d)に示したリール式四端子法による 3 m ごとの *I*c 空間変化を同図(c)に示した RTR-SHPM による *I*c 空間変化と比べると、数十アンペアの差はある。四端子法による *I*c 空間分布の 平均値は 200 A に近いのに対し、RTR-SHPM による *I*c 空間分布は約 144 A だけである。高温超 伝導線材の丸型の *E-J* 特性を考慮すると、電界基準の違いによる結果と考えられる。

そこで、本手法を用いて、RTR-SHPM による I_c 空間分布の電界基準に対し、式(4.4)を用いて キャリブレーションを行う。RTR-SHPM による I_c 空間分布の長手方向の解像度は 830 μ m であ る。これに対し、リール式四端子法による結果は 3 m の解像度であるため、式(4.4)における N の値は、N = 3 m/830 μ m となる。

RTR-SHPM による L 空間分布に対しキャリブレーション結果は、四端子法による結果と比 較して図4.3に示す。赤色のデータはリール式四端子法による3mごとに測定で得られた実験 結果であり、青色のデータは、 RTR-SHPM による実験データからキャリブレーションした結 果である。キャリブレーション後の RTR-SHPM による L 空間分布はリール式四端子法による 結果と定量的に一致していることがわかった。RTR-SHPM による L 空間分布の統計分布につ いて、図 4.4 (a)に示す。Icの平均値は 144A で、標準偏差は 2.79A である。四端子法による L 統 計分布を調べた結果、I。の平均値は 200.6A で、標準偏差は 0.91A で示す。その統計分布は図 4.4 (b)に示す。RTR-SHPM による結果の電界基準と解像度を四端子法と同じようにキャリブレ ーションした後の統計分布は図 4.4(c)に示す。その平均値は 144 A から 195.9 A に上昇し、標準 偏差は 1.21 A となった。キャリブレーションの結果は四端子法による実測結果と定量的に良く 一致している事が分かる。キャリブレーション前後の結果を比較しやすくするため、それぞれ の平均値に対し規格化した結果についても、図 4.4(d)に示す。SHPM による Ic 分布に基づき、 四端子法による I。分布を定量的に把握できることを示している。キャリブレーション前後とリ ール式四端子法による結果の関係指標を表 4.2 に纏めて示す。RTR-SHPM による L 空間分布は キャリブレーション後の I.cave に対する標準偏差は 0.62% であり、リール式四端子法による結果 の0.45%とほぼ一致しているため、本手法は定量性を有することが証明できる。



図 4.3 RTR-SHPM による *I*。空間分布に対し電界基準及び解像度をキャリブレーション後の 結果とリール式四端子法による計測結果の比較



図 4.4 RTR-SHPM による L 空間分布キャリブレーション前後と リール式四端子法による結果の比較

表 4.2 RTR-SHPM による <i>I</i> 。空間分布	
キャリブレーション前後とリール式四端子法による結果の比較	姣

項目名	$I_{\rm c,ave}\left({\rm A}\right)$	σ	σ / $I_{ m c,ave}$
RTR-SHPM による L 空間分布	144	2.70	1.020/
(電界 calibration 前, $\Delta x = 830 \ \mu m$)	144	2.19	1.93%
RTR-SHPM による L 空間分布	105.0	1.21	0.620/
(電界 calibration 後, $\Delta x = 3$ m)	195.9	1.21	0.02%
リール式四端子法による Ic 空間分布	200 6	0.01	0.450/
(電界基準 E _c = 10 ⁻⁴ V/m, Δx = 3 m)	200.6	0.91	0.43%

また、磁場の下で行った *I*。空間変化の実験結果を図 4.5 (a)に示す。各磁場の下の *I*。空間変化 をそれぞれの平均値 *I*c,ave で規格化した結果は、図 4.4 (b)に示すように、磁場によらず長手方向 に従う変動はほぼ一致していることがわかる。これは、局所 *I*。分布が磁場依存性はないことを 示している。そこで、長尺線材における臨界電流 *L*。空間変化は、その位置依存性と分離するこ とができ、式(4.5)のようにモデル化できる。

$$I_c(B, x) = J_c(B)A_0\alpha(x)$$
(4.5)

ここで、 $J_c(B)$ は線材局所的な特性であり、 A_0 は線材超伝導部有効断面積である。a(x)は RTR-SHPM を用いた測定で得られる $I_c(x)$ により、式(4.2)で与えられる。式(4.5)は、線材全長に亘っ たピン特性が本質的に一致しているという仮定の前提に成り立つが、RTR-SHPM による実験デ ータは長手方向 I_c 空間変化の解像度が 1 mm 程度であり、これは磁束線格子間隔よりも数桁長 いため、磁束ピン止めの強度はすでに平均化されたことに相当している。したがって、RTR-SHPM による I_c の空間変化は、ピン特性による影響ではなく、超伝導部の有効断面積に支配さ れるという考え方は妥当である。長尺線材 $I_c(x)$ の磁場依存性が、局所的な *E-J* 特性と有効断面 積の影響から導出できることを意味する。



図 4.5 (a) Ic 空間変化の磁場中の実験結果 (b)それぞれの Ic,ave で規格化した Ic 空間変化

上に述べた 77 Kの下で長尺線材における磁場中の L 空間変化による平均値の磁場依存性は 四端子法による J の磁場依存性との比較結果は図 4.6 に示す。両者はほとんど同じ傾向にな っているが、絶対値には若干差が出る。これは、四端子法と RTR-SHPM の電界基準が異なる ことに起因していることが考えられる。電界基準の違いを考慮していると、磁場下で測定し た長尺の L 結果は短尺四端子法による結果はよく一致していると言える。電界基準の影響に ついては、第5章においてより詳細に述べる。



図 4.677 K において異なる電界基準の下で臨界電流密度 Jcの磁場依存性の比較

4.3 RTR-SHPM 測定の高速化と 400 m 級の Bi-2223 線材への適用

4.3.1 試料諸元

測定用に使われているのは住友電気工業製の DI-BSCCO Type HT-CA 線材である。試料は加 圧焼成法によって製造され、銅合金2枚を同社製のTypeH素線の両面に圧着して補強された。 実長は end-to-end で 430 m であり、ここまで RTR-SHPM 装置を使用して長尺線材の電流特性 を評価する実績上最も長い線材である。Type HT-CA は、高い機械的特性と低い接続抵抗との 優れたバランスを有するため、電力ケーブルや高磁場マグネットへの適用が期待されている。 試料の諸元は表 4.3 に示す。

試料名	DI-BSCCO Type HT-CA (銅合金補強)	
作製法	CT-OP 法	
実長	430 m	
線幅	4.5 mm	
膜厚	0.36 mm	
補強材厚み	50 µm	
臨界電流(77 K,自己磁場)	204 A	

表 4.3 長尺 Bi-2223 銅合金補強試料の諸元

4.3.2 RTR-SHPM 装置を用いた高速化測定

測定は、77K および自己磁場の下で行なった。前節に述べた通り、長手方向に 12 m/h の線材 搬送速度及び幅方向に 2 scan/s のホール素子走査速度の下で、Bi-2223 の 130 m の長尺線材を 測定することに成功したが、12 m/h と同様の線速で 400 m 級の線材を評価するには 36 h と長 い時間が必須である。これは実用上には非現実的で、測定時間を節約するために、これまで実 施したことのない 72 m/h の線速で線材を計測する。そこで、特性評価に所用時間は、従来の 36 h から 6 h まで縮められる。

72 m/h との高速で線材測定の妥当性を確認するために、試料において線材の同じ部分(0~2.5 m)に対し、異なる速度で2回測定を行なった。ここまでの研究では、長手方向に線速が36 m/h を超えなければ測定には成功した[40][41]ので、対照実験として、12 m/h との長手方向の線速を選んだ。幅にホール素子の走査速度は2 scan/s である。

一方、72 m/h との高速で測定する際、長手方向に解像度が低くなるという問題点が残っている。この状況を回避するために、幅に走査するホール素子の走査速度を10 scan/s に上げた。72 m/h の線速では、12 m/h の線速と比べると、長手方向の解像度が落ちないように、ホール素子は幅に走査する速度は12 scan/s まで上げる必要があるが、RTR-SHPM 装置では10 scan/s が最速である。

72 m/h の高速で測った結果と 12 m/h の低速で測った結果は、図 4.7(a)~(e)に示す。(以下は、 72 m/h と 12 m/h の $I_c(x)$ 測定をそれぞれ高速測定と低速測定と略記) B_z 分布と| J_x |の画像から、 両方の測定でフィラメント束の幅方向の微小な揺らぎも再現できた。低速測定と高速測定で得 られた I_c 空間依存性 $I_c(x)$ の平均値 $I_{c,ave}$ はそれぞれ 146 A と 153 A である。このような I_c 絶対値 の差は、電界基準の違いによると考える。長手方向の I_c 空間依存性 $I_c(x)$ は、それぞれの平均値 $I_{c,ave}$ で規格化した結果、図 4.5(e)に示すように、 I_c の揺らぎは殆ど一致していることが分かっ た。

測定による *I_c(x)*の標準偏差についても比較した。低速測定では 3.7%、高速測定では 3.9%で ある。これは、システムノイズはあまり増えないことを示唆している。したがって、高速測定 の結果は再現性を有して、測定は有効であることとは言える。そこで、12 m/h の低速測定の 5 倍の速度で分解能を落とさずに 400 m を亘って測定を行なった。



図 4.7 高速測定と低速測定の結果の比較。低速測定(a)と高速測定(b)で得られた残留磁場 B_z 分布,低速測定(c)と高速測定(d)で求められたシート電流密度|J_x|分布,(e)それぞれの I_{c,ave}で規 格化した長手方向の I_c空間依存性結果、低速測定(f)および高速測定(g)のヒストグラム。

4.3.3 400 m に亘って高解像度測定による低頻度微小欠陥の検出

補強材なしの Bi-2223 素線 Type H と比較した結果は、図 4.8 に示す。図 4.8 (a)と(b)はそれ ぞれ Type H の長手方向 *I*。空間分布と発生電界を示している。約 6.6 m の長さ範囲内で、Type H は欠陥が数カ所散見されていることに対し、同図の(c)と(d)に示した本線材は、殆ど均一で あり、激しい *I*。低下部はない。

さらに、本線材全長400mに亘ってみると、図4.9(c)に示すように、臨界電流 *L*が局所的 に低下しているところは、ただ数ヶ所あることが分かった。旧線材と比べて本線材は性能が 向上しており、線材製造時の補強プロセスは線材性能には影響があまりないことが言える。



図 4.8 補強材なし Bi-2223 線材 Hype H と銅合金で補強された Type HT-CA との比較結果 (a), (b) Type H, (c), (d) Hype HT-CA



(d)グローバル電界が 1µV/cm に達した時の局所電界

この高解像度な局所 *I*。分布について、式(4.6)を用いて統計性を考察した。図 4.10 に紫の実線 で示すのは、高速測定で得られた end-to-end の局所 *I*。分布の分布関数である。横軸 *I*。において、 約 140 A ぐらいとなる時に tail が出ていることから、2 つの統計事象があることが推測できる。 この 2 つの統計事象は、局所 *I*。低下は 2 つ異なる原因に起因していることを示唆している。よ って、分布は作成プロセスに由来するものによる intrinsic 分布と、ハンドリングに由来するも の extrinsic 分布に分けている。Intrinsic 分布は、図 4.10 に緑の実線で、extrinsic 分布は赤の実 線で示す。[39][42]

$$S(I_c) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{I - I_{cm}}{I_{c0}}\right)^m\right]$$
(4.6)

2 つの Weibull 関数の割合という指標を取り出すことで、それぞれの分布の比率を定量的に 把握できる。本研究で使われる全長 430 m の試料は、その中に占める外来欠陥の割合は約 0.01% となる。一方、観測された *I*c の最小値は約 129 A で、その発生頻度は 2.3×10⁻⁶ である。高解像 度のおかげで、このような低頻度の局所 *I*c 低下している場所が観測できた。 約 0.01%を占めた欠陥の場所が検出できて、図 4.9 (c)に矢印で指摘された。これらの欠陥を ①~⑥としてマークし、シート電流密度[J₄]の 2 次元画像を図 4.11 に示す。

一方、これらの局所的な欠陥がどのぐらいの電界を発生するのか確認するために、4.2.2 項に 述べた式(4.1)~式(4.4)を使用して全長 430 m の局所電界分布を導出する。求めた全長 430 m に 亘り電界が 10⁻⁴ V/m となる時の臨界電流 *L* 値は 204 A であり、諸元とよく一致している。式 (4.1)を使って局所電界を導出した際に使う短尺試料のパラメータは表 4.3 に示す。導出した局 所電界は図 4.9 (d)に示す。

衣4.3 向所电外を等山した际に使了应入时代のパイク		
т	$I_{\rm cm}$ (A/m ²)	$I_0 (A/m^2)$
3.4	$1.45 \times 10^2 \text{ A}$	1.35×10 ³ A

表 4.3 局所電界を導出した際に使う短尺試料のパラメータ

図 4.11 を通して欠陥部の特性がわかる。①は白い枠に囲まれた部分に全体的に *l*_c が低くな る様子が見える。②と⑤は小さい欠陥が局在することがわかる。③と⑥のような局在する欠陥 はサイズが長手方向においておよそ 4 mm ぐらいであるが、それに対応する *l*_c も線材全体の *l*_c の平均値と比べて 20%ぐらい落ちている。グローバルな電界は 10⁴ V/m となる時に、③と⑥が 発生した局所的な電界は、⑥が平均値の約 10 倍であることに対し、③が 10 倍以上となり、20 倍にも近いことが分かった。④は、線材の片側だけ欠損が見えるが、それが作った電界も平均 値の 10 倍ある。これは、線材内局在する欠陥により、電界が集中していることを示している。 高温超伝導線材にとっては、クエンチ伝搬速度が遅いため、このように大きな電界を作る欠陥 は局所焼損事故を誘発する原因となるので、これらの欠陥を見つけることが重要である。これ らの欠陥は、低い頻度にしか発生しない。長尺線材に亘って高解像度に見えるおかげで、これ



図 4.10 局所 L。分布の分布関数。分布は、intrinsic 分布と extrinsic 分布に分けている。



図 4.11 高解像度かつ高速測定により検出した局所的な I_c低下を引き起こす 低頻度で発生する微小欠陥

4.4 小括

本章では、リール式走査型ホール素子顕微鏡を用いて、130 m 及び 430 m の長尺 Bi-2223 線 材を計測した。長尺線材の面内電流密度分布を導出して、線材長手方向の *I*。空間分布を導出し た。得られた *I*。空間分布に対し、ピン特性が線材全長に亘って同じであると仮定した上で、*I*。 空間分布は線材有効断面積の変化に起因していることで長尺線材の電流輸送特性のモデリン グを行った。さらに、計測の高速化により、初めて 400 m の Bi-2223 線材を評価できた。

第5章 リール式走査型ホール素子磁気顕微鏡における電界

基準および n 値の評価手法の提案

5.1 はじめに

Bi-2223 線材は多芯線材であるにも関わらず、コート線材と同様に磁化法に適用できること は、第3章ではBi-2223線材の短尺サンプルを用いて、磁化によるI。分布の測定及び同サンプ ルにおける磁化緩和の測定を行うことにより証明した。磁化法を適用することができることか ら、第4章では、リール式走査型ホール素子顕微鏡(RTR-SHPM)によるBi-2223の長尺線材の 計測へと発展させた。さらに、システムノイズを抑えることに成功したことで、長尺線材に渡 高速測定ができた。高速測定が可能となったことで、線材搬送速度をパラメータとした測定モ ードが可変できるようになった。

しかし、RTR-SHPM を用いて長尺線材を計測する際の電界基準は、まだ定まっておらず、その電界基準は四端子法と比べれば数桁小さくなり、異なる速度で計測する際にでも得られる *L* 絶対値は異なることがこれまでの測定で分かった。このような *L* 絶対値の違いは電界基準の差を反映していると考えられる。

一方、四端子法による測定で得られる電流輸送特性は、電界-電流密度(*E-J*)特性及び n 値 が明確であることと異なり、RTR-SHPM による計測から得られる I_c の空間分布 $I_c(x)$ において は、その $I_c(x)$ と *E-J*特性との関係はまだ解明しておらず、機器応用にはかなり重要なパラメー タとした n 値も求められなかった。

そこで、本章では、Bi-2223の長尺線材に対し、RTR-SHPMを用いて、可変速度で線材を長 手方向に搬送させた直後の磁化緩和は、時間に従って変化する挙動を解析することで、四端子 法による測定結果との関係を解明するとともに、*I*。絶対値を用いて電界基準を求める手法、及 び長尺線において*n*値の空間依存性*n*(*x*)を求める手法を提案する。

5.2 長尺 Bi-2223 線材の局所磁化緩和特性

Bi-2223 長尺線材に対し、RTR-SHPM 装置を用いて、異なる速度で搬送させた直後の磁化緩 和を測定することで、局所的な電界・電流密度が時間とともに変化する特性を取得した。

5.2.1 試料諸元及び実験方法

本研究で住友電気工業製の DI-BSCCO Type HT-CA 線材を用いている。試料は加圧焼成法に よって製造され、銅合金2枚を同社製の Type H 素線の両面に圧着し補強され、77Kかつ自己 磁場において臨界電流 200 A 級の線材である。試料の諸元は表 5.1 に示す。

試料名	DI-BSCCO Type HT-CA (銅合金補強)	
線幅	4.5 mm	
膜厚	0.36 mm	
補強材厚み	50 µm	
臨界電流(77 K,自己磁場)	204 A	

表 5.1 長尺 Bi-2223 銅合金補強試料の諸元

通常、RTR-SHPM 装置を使用して、長い線材を搬送させながら連続磁化させて、残留磁場を 測定することで臨界電流 I_c の空間依存性 $I_c(x)$ を得られるのである。本研究では、RTR-SHPM に よる測定で得られた I_c の空間依存性 $I_c(x)$ の電界基準 E_c に対する線材の搬送速度の影響を議論 するため、磁化緩和の測定も同装置で行われている。

実験は、77Kと自己磁場の下で実施された。実験の手法としては、下記のようになる: 試料を一定速度で搬送させ磁化させた。途中で搬送を停止させた。線材の搬送を停止させたと同時に、磁化緩和の測定も開始させた。測定は20分間続いた。この20分間の測定中、ホール素子は試料同じ場所で幅方向に2 scan/sの速度で残留磁場 B_z を測った。1の scan は、ホール素子が試料幅方向に1の往復を含まれた。すなわち、この実験で0.25秒ごとに1回 B_z 分布を取ることができる。

上記の測定は、同じ手法で2回リピートして実施された。この2回の測定において、唯一の 違いは、磁化緩和測定開始前の試料の搬送速度である。1回目は72m/hの高速で、2回目は12 m/h であった。(以下は、72m/h と12m/hの実験をそれぞれ高速測定と低速測定と略記)。

それと、同線材における *I* の空間依存性 *I* (*x*)は、72 m/h と 12 m/h の搬送速度の下で測定により得られた結果は図 5.1 に示す。



図 5.1 72 m/h の高速と 12 m/h の低速で線材を搬送させながら測定できた *I*c の空間依存性結果 *I*c (x)

5.2.2 実験結果

高速測定と低速測定との2回の測定で、Bi-2223線材における局所磁場分布の緩和波形を取得した。システムノイズの影響を減らすために、0.25秒ごとに取得した実験データを時系列と合わせて、なるべく秒単位に近づけるように平均化した。*J*xと*E*xの1次元断面像は両方とも、実験で取得した*B*z分布から、それぞれ Biot-Savart 則の逆問題を解くことと Faradayの法則で求

めた。図 5.2 (a) と (b) に、上から下へ、実験結果の *B*_z 分布及び求めた *J*_x分布、*E*_x分布の断 面図を示す。

 $J_c \ge E_c$ の時間依存性と E-J 特性を検討するため、 $J_x \ge E_x$ の1次元像結果から $J_c \ge E_c$ に直した。臨界電流 I_c については、コート線材と近似して、幅方向に $|J_x|$ に対し積分を取って、 $|J_x|$ の真ん中に落ちた分も補間してから臨界電流 I_c を計算した。臨界電流密度 J_c は、線材の銀比は 1.6 と考慮した上で臨界電流 I_c を断面積で割ることにより計算した。電界 E_c については、幅全体の $|E_x|$ の平均値を使用した。そこで、図 5.3 に示すように $J_c \ge E_c$ の時間依存性及び E-J 特性が得られた。



図 5.2 線材搬送停止後の磁化緩和の1次元断面像 (上から下へ) Bz分布、Jx分布、Ex分布 (a)高速測定で得られた磁化緩和の1次元像 (b)低速測定で得られた磁化緩和の1次元像

高速測定と低速測定から得られた E-J 特性を比較すると、図 5.3 (c)からわかるように、E-J 特性はほほ同じであるが、E-J 特性が少し異なる理由としては、測定場所が少しだけ異なることで、Icの空間依存性、すなわち Ic(x)の影響を受けることに起因していると考えられる。この影響を消すためには、それぞれの Ic(x)の平均値 Ic,ave を使用して、測定結果を規格化した。規格化した際の式は下記のようになる。

Normalized
$$J_c = J_c \cdot \frac{I_{c,ave}/S}{J_{c1}}$$
 (5.1)

ここで、 $I_{c,ave}$ は $I_{c}(x)$ の平均値 $I_{c,ave}$ であり、図 5.1 に示した I_c 空間依存性から、線速が72 m/h と 12 m/h となる時の平均値 $I_{c,ave}$ はそれぞれ約146 A と 153 A である。S が Bi フィラメント束 の断面積である。 J_{c1} はホール素子によって観察された最初の臨界電流密度である。わかりや すくするように、 J_{c1} は次頁の図 5.3 にでもマークされている。

本研究では、規格化した Jc と Ec の結果を用いて議論する。

5.3 Anderson-Kim モデルよる緩和特性の解析

Anderson-Kim と臨界状態モデルを用いて、 $J_c \ge E_c$ の時間依存性を記述している。計算式は下記の式(5.2)と(5.3)ようになる。

$$E(t) = \frac{E_{c0}}{\frac{4E_{c0}}{\frac{W^2(3l-w)}{6(l+w)}G\mu_0 J_{c0}}} \frac{U_0^*}{k_B T} t + 1$$
(5.2)

$$J(t) = J_{c0} - J_{c0} \frac{k_B T}{U_0^*} \ln \left[\frac{4E_{c0}}{\frac{w^2(3l-w)}{6(l+w)}} \frac{U_0^*}{6\mu_0 J_{c0}} \frac{U_0^*}{k_B T} t + 1 \right]$$
(5.3)

ここで、*E*_{c0} と *J*_{c0} は初期電界と初期電流密度であり、*l* は試料の長さで、*w* はテープの幅である。*G* は形状パラメータとなる。本研究では、長尺線材について議論しているので、試料長は幅よりも十分長いため、式(5.2)と(5.3)は次のように書き直した。

$$E(t) = \frac{E_{c0}}{\frac{8E_{c0}}{w^2 G \mu_0 J_{c0}} \frac{U_0^*}{k_B T} t + 1}$$
(5.4)

$$J(t) = J_{c0} - J_{c0} \frac{k_B T}{U_0^*} \ln\left(\frac{8E_{c0}}{w^2 G \mu_0 J_{c0}} \frac{U_0^*}{k_B T} t + 1\right)$$
(5.5)

ここで、長尺線材における形状パラメータは、下記の式(5.6)となる。[17]



図 5.3 (a) (上から下へ) 高速測定で得られた臨界電流密度 J_cの時間依存性と電界 E_cの時間 依存性、(b) 低速測定で得られた臨界電流密度 J_cの時間依存性と電界 E_cの時間依存性、(c) 臨界電流密度 J_cの時間依存性と電界 E_cの時間依存性を合わせて得られた E_c-J_c 特性

上記の式(5.2)~(5.5)を使って E_c と J_c の時間依存性を記述する際、初期電界 E_{c0} と初期電流密度 J_{c0} を知る必要がある。ここで、初期電界 E_{c0} と初期電流密度 J_{c0} は、磁石で磁化された直後 誘起された最初の電界と電流密度と定義している。

しかし、RTR-SHPM 装置では、磁気信号を取得するホール素子は、着磁位置から約9 cm 離 れている。図 5.4 に装置の概念図を示す。この距離のため、試料は外部磁界によって磁化され る時刻から、残留磁場はホール素子によって観測される時刻まで、時間がある程度経過したの である。試料は磁化された直後に緩和が始まることを考えると、この時間間隔で、磁化緩和は 既に進んで行っている。これは、ホール素子が観測できた最初の磁場は、既にある時間で緩和 された磁場であることを意味する。換言すると、ホール素子は試料磁化された直後の磁気信号 を観測できなかった。



ここで、わかりやすくするため、図 5.4 に示すように、試料が磁化される場所は着磁スポット と、残留磁場が観測される場所は観測スポットと、定義している。そこで、着磁スポットに試 料が誘起される電界と電流密度を初期電界 *E*_{c0}と初期電流密度 *J*_{c0}とされる。初期電界 *E*_{c0}と初 期電流密度 *J*_{c0}と区別して、観測スポットにおける電界と電流密度を *E*_{c1}と *J*_{c1}とされる。

RTR-SHPM 装置において、初期電界 E_{c0} と初期電流密度 J_{c0} は観測できないが、仮に着磁ス ポットにおける磁場の空間勾配 $\frac{dB}{dx}$ がわかっていれば、式(5.2)~(5.5)を利用して電界 E_c と電流密 度 J_c の時間依存性 $E_c(t)$ および $J_c(t)$ を記述することが可能である。本研究では、着磁の位置の磁 場勾配は 54.5 mT/m と見積もることができる。このパラメータは線速によらず一定値となって いる。したがって、Faraday の法則 $E \propto \frac{dB}{dt} = \frac{dB}{dx}v$ によれば、初期電界 E_{c0} の速度依存性は次の式 (5.7)で推定できる。 E_{c0} の速度依存性を図 5.5 (a)に示す。

$$E \propto \frac{dB}{dt} = \frac{1}{4} \frac{dB}{dx} wv \tag{5.7}$$

ここで、wは試料の幅で、vは線速である。0から、 E_{c0} はv = 72 m/h のとき 1.2×10⁻³ V/m であ り、v = 12 m/h のとき 2×10⁻⁴ V/m であることがわかる。そこで、初期電界 E_{c0} は既知のパラメー タとして、フィッティングパラメータ $\frac{U_0^*}{k_BT}$ と J_{c0} と合わせて、式(5.5)を利用して実験データから 得られた J_c のデータをフィッティングする。これらのパラメータを表 5.2 に示す。 緩和時間について、 $E_{c0} \ge J_{c0}$ が誘導された時刻は緩和の開始のタイミングとして、つまり着磁スポットにおける時刻は時間ゼロ $t_0 \ge U$ て定義する。2回測定の速度はそれぞれ 72 m/h ≥ 12 m/h であるため、試料が磁化されてから観測スポットまでそれぞれ 4.5 秒と 27 秒経過したことも分かった。そこで、図 5.5 (b) $\ge (c) \ge I_c \ge E_c$ の時間依存性を示す。

-			
Velocity (m/h)	$E_{\rm c0}~({ m V/m})$	$J_{\rm c0}$ (A/m ²)	$\frac{U_0^*}{k_BT}$
72	1.2×10^{-3}	4.11×10^{8}	46.1
12	2×10-4	3.95×10 ⁸	44.3

表 5.2 Anderson-Kim model を使って電界・電流密度の時間依存性を記述する時のパラメータ



図 5.5 (a) 初期電界 Ecoの線速依存性 (b) 電流密度 Jcの時間依存性 (c) Ecの時間依存性

示されるように、磁化後に飽和領域があり、十分な時間経過後、電流密度 J。は対数時間に従って線形的に減衰している。これに対し、電界 E。は線速の影響によりほとんど 1/t に従って低

下している。緩和データは、高速測定にしても低速測定にしても、ほぼ同じカーブにスケール することがわかる。

この結果は非常に重要であり、RTR-SHPM システムの電界基準を理解するのに役立つ。前述のように、初期電界 E_{c0} と区別するためには、観測スポットにおける電界を E_{c1} とされた。RTR-SHPM 装置を使用して、一定の速度で長尺線材の $I_c(x)$ を測定する場合、 E_{c1} はその速度で測った電界基準長尺線材 $I_c(x)$ であるはず。

着磁した後の飽和領域の影響を考慮した。*E*_{c0}は線速につながるため、様々な*E*_{c0}を使って同 一実験データをフィッティングすることで、飽和領域の影響を無視することが可能な速度を確 認した。その結果、図 5.5(c)にピンクの実線で示すように、*E*_{c0}が 5×10⁻⁸ V/m よりさえ高ければ、 すなわち線速が 0.0294 m/h より早ければ、飽和領域の影響を考慮する必要がなくなっているこ とが分かった。

そこで、RTR-SHPM 装置において、着磁スポットと観測スポットの間の距離が決まっている おかげ、着磁当時の初期電界 E_{c0} を考える必要はなく、電界基準 $E_{c1} \propto \frac{1}{t} \propto v$ であることにより、

線速さえ知っておけば電界基準 Eclを導出できる。

電界基準 *E*_{c1}を導出できるだけではなく、Anderson-Kim モデルを使用して、より多い実験データがなくても、さらに低い電界領域における *E*_cおよび *J*_cの値も予測できるようになった。

さらに、次に述べるように、磁化緩和の測定を行わなくても、異なる線速で *L*(*x*)を測定する ことで異なる電界基準における *L* の計測が可能であり、*L* と *E* の時間依存性はいずれも磁束ク リープに支配されることから、それぞれ *lnt*, 1/*t* に比例することに注意すると、速度依存性をも とに、*E-J* 特性の導出が可能となる。

5.4 四端子法結果との比較

図 5.5 に示した結果を E-J 特性に直して四端子法から得られた高電界範囲の E-J 特性と比較 した。図 5.6 に E-J 特性の比較結果を示す。赤いドットは四端子法による実験データで、ピン クの実線は Anderson-Kim モデルの理論曲線から得られた E-J 特性である。10⁴ V/m の典型的 な電界基準では、Anderson-Kim モデルの E-J 理論曲線から推定した 10⁴ V/m との四端子法の電 界基準における推定値は、四端子法による実験値より約 16%小さくなった。Anderson-Kim モ デルの理論曲線と比較して、高電界領域では、四端子法による実験データはわずかに上に凸な 形をしている。これは、J_c分布による影響と考えた。したがって、予測精度を向上させるため に、高電界領域で、パーコレーション転移モデルによる data の校正を行う必要がある。パーコ レーション転移モデルのパラメータの抽出結果は、表 5.3 に示す。パーコレーション転移モデ ルの理論曲線は図 5.6 に黒い実線で示す。

そこで、RTR-SHPM による測定で得られた磁化緩和 data に基づき、Anderson-Kim モデルを 使用して、低電界領域での *E-J* 特性を予測できると結論付けられる。高電界領域において、 Anderson-Kim モデルによる結果は、四端子法による結果をおおよそ予測できるが、J。分布によ る影響を考えないといけないことから、第3章に述べたパーコレーション転移モデルを用いて 記述する必要がある。

т	$J_{\rm cm}~({\rm A/m^2})$	$J_0 ({ m A}/{ m m}^2)$
4	2.8×10^{8}	2.34×10 ⁹

表 5.3 パーコレーション転移モデル曲線に使うパラメータ



図 5.6 四端子法と磁化緩和実験による E-J 特性の比較

5.5 長尺線材における n 値空間依存性の導出

ここまで述べた電界基準の求め方は、あくまで長尺線材における局所領域の結果である。同 手法を使って長尺線材に亘って各場所の電界がわかるように、位置を変えながら各場所で磁化 緩和を測定することが必要である。ただし、これは明らかに実用的ではない。仮に、磁化緩和 の特性は長尺線材においてすべての場所で同じであることと仮定すれば、ここまで議論した電 界を求める手法が適用できる。したがって、本節では、長尺線材に亘った緩和特性について議 論する。

図 5.1 に示す $I_c(x)$ の結果によれば、高速測定と低速測定による $I_c(x)$ の曲線はほぼ平行である ことが分かった。 $I_c(x)$ をそれぞれの平均値 $I_{c,ave}$ で規格化した結果は、図 5.7 (a)に示す。示され るように、規格化した分布 $I_c(x)/I_{c,ave}$ は、ほぼ一致している。このようにほぼ一定値である I_c の 比率は、n値が位置 x に依存していないことを示唆している。

前述のように、RTR-SHPM 装置では、 $E \propto \frac{1}{t} \propto v$ なので、n 値モデルの式 $E = E_c \left(\frac{J}{J_c}\right)^n$ は式 5.8 に書き直すことができる。そこで、n 値の空間依存性を求められる。式 5.8 により、求めた n(x)を図 5.7 に示す。示されるように、n 値はほとんどの場所でほぼ一定値であり、約 31.8 と計算できた。



図 5.7 (a) 高速測定と低速測定で得たそれぞれの平均値 *I*_{c,ave} で規格化した *I*_c(*x*)の結果 (b) *n* 値の空間依存性

式(5.4)と式(5.5)を連立して、磁束クリープの式は式(5.9)に示す。磁束クリープの式のテイラ ー展開式とn値モデルのテイラー展開式とすると、見かけ上のピンポテンシャルとn値の関係 がわかる。式(5.9)と式(5.10)に示すように、 E_{c0} が E_{c} 、 J_{c0} が J_{c} に対応すると、 $\frac{U_{0}^{*}}{k_{BT}}$ はn値に相当 していることが分かった。そこで、n値が一定値であることにより、長尺線材における磁化緩 和の特性は、各場所でも同じであることを仮定するのが妥当であることが証明できた。

$$E = E_{c0} exp\left[-\frac{U_0^*}{k_B T} \left(1 - \frac{J}{J_{c0}}\right)\right] = E_{c0} + E_{c0} \frac{U_0^*}{k_B T} (J - J_{c0}) + O(J - J_{c0})^2$$
(5.9)
$$E = E_c \left(\frac{J}{J_c}\right)^n = E_c + E_c n(J - J_c) + O(J - J_c)^2$$
(5.10)

一方、ここまでの研究では、RTR-SHPM 装置で測定による長尺線材 I_c は長手方向に変動するのは、局所的ピン特性が同じであることと仮定した上で、有効断面積に支配されることによるのを主張した。有効断面積の変化を記述するために、パラメータ $\alpha(x)$ (= $I_c(x)/I_{c,ave}$)を導入した。図 5.7 (a)によると、局所 I_c 分布が線速、つまり電界にも依存していないことを示している。そこで、長尺線材における臨界電流 I_c 空間変化は、位置依存性と分離した式(4.5)のように書き直すことができる。

$$I_c(E, x) = J_c(E)A_0\alpha(x)$$
(5.11)

ここで、 $J_c(E)$ は局所的 *E-J* 特性であり、 A_0 は超伝導部の有効断面積である。これは、長尺線材 $I_c(\mathbf{x})$ の電界依存性が、局所的な *E-J* 特性と有効断面積の影響から導出できることを意味する。

そこで、ここまで既に検証した I_c 空間依存性 $I_c(x)$ が磁場依存性はないことも含まれて、長尺線材の $I_c(x)$ は局所的な *E-J* 特性は下記のように明らかとした。

$$I_c(E, B, x) = J_c(E, B)A_0\alpha(x)$$
 (5.12)

5.6 小括

本章では、RTR-SHPMによる *L*。空間分布と四端子法との電界基準の関係について議論した。 RTR-SHPM を用いて *L*。空間分布を測定する場合、試料速度を制御することにより、電界基準を 決定できた。RTR-SHPM を用いた測定による線材局所 *E*。と *J*。の時間依存性を解析することに より、磁化緩和を測定せずに磁化緩和の特性を推定する手法を開発した。そして、磁化緩和の 特性から、Anderson-Kim モデルを用いて *E-J* 特性を導き出すことができる。さらに、可変速度 測定に基づき、長尺線材の *n* 値長手方向の空間依存性を評価することに成功した。*E-J* 特性と *L*(*x*)の関係について議論した。長尺線材 *L*(*x*)の電界依存性は、局所的な *E-J* 特性から、有効断 面積の影響を考慮して導出できる。

第6章 総括

本論文は、電力ケーブルやマグネットへの応用が期待されている酸化物高温超伝導線材において、その中にでも大きく発展させ市販されている km 級の長尺 Bi-2223 多芯線材に着目し、 その長尺に亘った電流輸送特性に関する評価手法及び定量的な把握手法の標準化を目的として、実験的に研究した結果をまとめたものである。

高温超伝導体の発見の後、線材化の研究開発は大きな発展を遂げた。希土類高温超伝導テー プ線材やビスマス系高温超伝導テープ線材は国内外では複数のメーカーより市販がされるに 至り、電力ケーブルや超伝導マグネットなどへの応用は期待を浴びている。これを背景に、高 温超伝導線材の高均一長尺化に関する研究開発には、世界各国の科学者や線材メーカーは精力 を注いでいる。線材性能向上のため作製プロセス改善への有効的なフィトバック、実用長尺線 の品質管理及び超伝導応用機器の設計運転にとっては、長尺線材の不均一性や高温超伝導線材 の複雑な電流輸送特性の把握が重要な課題となっている。

高温超伝導線材は、複雑な結晶構造や短いコヒーレンス長によって局所的不均一性や熱擾乱の影響を強く受けるため、緩やかな E-J 特性を近似的に表す n 値モデルが一般的に用いられるが、実用上重要となるより広い電界領域の特性把握には不十分である。したがって、より信頼性の高い電流輸送特性の評価手法は求められる。一方、従来の線材特性評価手法の多くは短尺試料に限っている。その中でも最も一般的な評価手法は直流四端子法である。最近、四端子法もリール方式の使用により長尺線材特性評価へも発展されたが、電圧端子間距離で平均化された情報しか取得できず、解像度も一般的に cm ~ m のマクロスケールとなり、局所特性の情報や欠陥場所位置の特定と同定は非常に困難である。長手方向の局所 I_c 分布の評価手法としてTAPESTARTM が挙げられるが、本手法では mm までの高解像度に長手方向の1 次元 I_c 分布の評価は可能であるが、線材幅方向の分布に関しては評価ができない。さらに測定で得られる長尺線材の長手方向の臨界電流 I_c 空間分布に対応する電界基準が不明確であり、局所的な E-J 特性との対応も分からず、工学応用には重要なパラメータである n 値も得られない。

そこで、本研究では、実用線材かつ多芯線である Bi-2223 テープ線材を研究対象とし、短尺 試料を用いた四端子法による E-J 特性の解析と、磁気顕微観察による線材磁化の挙動の解明と E-J 特性の導出、さらにリール式走査型ホール素子による長尺線材の評価に展開し、Ic 空間分 布と四端子法による E-J 特性の対応の明確化とモデリング手法の提案、長尺 Bi-2223 線材に適 用可能な評価手法の開発を行った。すなわち、Bi-2223 短尺試料に対し、四端子法を用いて、E-J 特性の測定を行うとともに、パーコレーションモデルを用いてモデリングを行った。また、 走査型ホール素子顕微鏡を用いて短尺試料の磁化電流の空間分布を計測し、さらに高磁場の下 の磁化緩和の測定を行ったことで、Bi-2223 線材は多芯構造であるにも関わらず、線材長が十 分に長ければ、中にあるフィラメント束は電磁気的結合状態が保持され、単一フィラメントと 同様の特性を示すことを実証した。さらに、実用的長尺線材について、リール式の磁気顕微法 を適用して臨界電流分布を計測し、その結果をもとに任意の区間の E-J 特性を導出する長尺線 材の電流輸送特性のモデリング手法を提案した。さらに、計測の高速化により、初めて400m の Bi-2223 線材を評価するとともに、線材搬送速度をパラメータとする新たな測定モードを提 案し、線材速度依存性より、磁化の緩和に対するダイナミック特性を捕らえ、その結果より、 リール式連続磁化測定における電界基準の導出法、ならびに n 値の場所依存性の計測を可能と する新しい手法を提案した。

記号表

A: ピンパラメータ A0: 超伝導部の有効断面積 *a*、*b*、*c*:結晶格子軸 a、b、 v_p : ピンパラメータ af:磁束線格子間距離 **B**:磁界 Bc1:下部臨界磁界 Bc2:上部臨界磁界 $B_{ex}: 外部磁界$ BGL: Jcm = 0 で与えられる転移磁界 $B_k: J_k = 0$ で与えられる転移磁界 $B_x: B \mathcal{O} x$ 成分 $B_z: B \mathcal{O}_z$ 成分 B₂₀:試料面内の磁界分布 $b_x: B_x のフーリエ変換$ $b_z: B_z$ のフーリエ変換 d: 試料の厚さ *E*: 電界 *E*_{c0}:磁化緩和における初期電界 Ec1:ホール素子が観測できる最初の電界 Ec: 電界基準値 $E_x: 電界のx 成分$ *E*_v: 電界の v 成分 F_L:ローレンツ力 F_p: 巨視的ピン力密度 F_{pk}:代表的ピン力密度 F_{pk,max}:代表的ピン力密度の最大値 Fpm:最小ピン力密度 Fpm,max:最小ピン力密度の最大値 f_b:要素的ピン力密度 G:形状パラメータ Ic:臨界電流 Ic(x):長尺線材の局所臨界電流空間分布 Icave:長尺線材の局所臨界電流空間分布の平均値 J_{c0}:初期電流密度 Icm:臨界電流分布の最小値 *I*₀:臨界電流分布の代表値 *i*: 虚数単位 J(r'): r'における電流密度

J: 電流密度 J₀:臨界電流密度分布の分布幅(半値幅) J_c: 臨界電流密度 J_{c0}:磁化緩和における初期電流密度 Jc1:ホール素子が観測できる最初の電流密度 J_{cm}:臨界電流密度分布の最小値 J_k:臨界電流密度分布の代表値 $J_x: シート電流密度のx 成分$ $J_{y}: シート電流密度の y 成分$ $j_x: J_x$ のフーリエ変換 $j_{v}: J_{v}$ のフーリエ変換 *k*:空間波数ベクトル *k*B:ボルツマン定数 $k_x: k \mathcal{O} x 成分$ *k*_v: *k* の y 成分 $k_{\text{cut-off}}$:カットオフ波数 L: 試料における区間長 1: 電圧端子間距離 1: 試料の長さ MSE:平均二乗誤差 m: ワイブル分布における形状パラメータ n:n値モデルにおけるべき乗の指数 P(J_c):デピニングの確率密度分布関数 **r**:測定点の座標 r': 電流が流れている座標 *t*: 試料厚さ *T*:温度 T_c:超伝導臨界温度 T_{GL}:パーコレーション転移モデルにおける転移温度 s.f.:自己磁界中 U: ピンポテンシャル U_0 :真のピンポテンシャル U₀*:見かけ上のピンポテンシャル *V*: 電圧 *V*_F: 磁束バンドルの体積 v: ローレンツ力によって磁束量子が動く速度 w:試料幅 we: 有効線幅 *x*:位置座標 zo:ホール素子と試料表面間のリフトオフ距離 α: ピンパラメータ γ: ピンパラメータ δ: ピンパラメータ
参考文献

- [1] R. de Bruyn Ouboter, "Superconductivity: Discoveries during the early years of low temperature research at Leiden 1908-1914," *IEEE Transactions on Magnetics*, 1987. **23**(2): p. 355-370.
- [2] 太刀川恭治, "金属系超電導線材 [3] ". 低温工学, 2010. 45(3): p. 88-98.
- [3] 太刀川恭治, "金属系超電導線材 [4] ". 低温工学, 2010. 45(5): p. 226-237.
- [4] Maeda, Hiroshi, Yoshiaki Tanaka, Masao Fukutomi, and Toshihisa Asano. "A New High-Tc oxide Superconductor without a Rare Earth Element." *Japanese Journal of Applied Physics*, 1988, 27(2A): L209-L10.
- [5] 植田 浩史, 石山 敦士, "応用電磁気学:超電導機器応用のための電磁界数値解析 III". 低温 工学 2013.48 (9):p.472-484.
- [6] 木須 隆暢. "高温超電導テープ線材の局所分布評価技術." *低温工学* 2014. 49(9): 465-474.
- [7] Furtner, S., R. Nemetschek, R. Semerad, G. Sigl, and W. Prusseit. "Reel-to-Reel Critical Current Measurement of Coated Conductors." *Superconductor Science and Technology*, 2004. 17(5): p. S281-S284.
- [8] Kobayashi, S., T. Kato, K. Yamazaki, K. Ohkura, K. Fujino, J. Fujikami, E. Ueno, *et al.* "Controlled over Pressure Processing of Bi2223 Long Length Wires." *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 2005, **15** (2): p. 2534-2537.
- [9] https://sei.co.jp/super/hts/, ビスマス系超電導線, 2020/02/04.
- [10] 超伝導科学技術研究会.「これ一冊でわかる超伝導実用技術」.日刊工業新聞社.
- [11] Kobayashi, Shinichi, Takayoshi Nakashima, Kohei Yamazaki, and Kenichi Sato. "High-Temperature Superconducting Materials III: Bismuth-Based Oxide High-Temperature Superconducting Wires." 2012. 低温工学47(7): p. 422-29.
- [12] Balachandran, U., A. N. Iyer, P. Haldar, and L. R. Motowidlo. "The Powder-in-Tube Processing and Properties of Bi-2223." *JOM*, 1993, 45(9): p. 54-57.
- [13] G. Osabe, K. Yamazaki, T. Nakashima, T. Kadoya, S. Kobayashi, T. Kato, "Ni Alloy Laminated High Strength Bi-2223 Wire", *SEI Technical Review*, 2017, (84): p. 15-21.
- [14] 松下照男.「磁束ピンニングと電磁現象」.産業図書.
- [15] 木須 隆暢. "高温超電導材料 II. 高温超電導体の臨界電流の特異性". *低温工学*, 2012. 47(8): 464-472.
- [16] 渡辺 和雄. "高温超伝導線材の開発現状と強磁場応用の将来像". Materia Japan, 1995. 34(12):1378-1383.
- [17] 小野寺優太.「高温超伝導テープ線材における電流輸送特性のモデリングと非破壊・非接触 評価法の開発」.九州大学:博士論文,2018.
- [18] 木須隆暢, 長谷川和也, 井上昌睦, 竹尾正勝, 岡元洋, 入江冨士男. "高温超伝導体の臨界電流特性." *低温工学*, 1999, **34**(7): p. 322-331.
- [19] Kiss, T., M. Inoue, T. Kuga, M. Ishimaru, S. Egashira, S. Irie, T. Ohta, et al. "Critical Current Properties in HTS Tapes." *Physica C-Superconductivity and Its Applications*, 2003, **392-396**: p. 1053-1062.

- [20] Kiss, T., S. Nishimura, M. Inoue, H. Okamoto, M. Kanazawa, T. Matsushita, and Y. Sumiyoshi. "E-J Characteristics of Bi-2223/Ag Tapes as a Function of Temperature, Magnetic Field and Angle." Advances in Cryogenic Engineering, 2002, 48(614): p. 1091-101.
- [21] 本山皓士.「塗布熱分解法による Y123 線材ならびに高圧焼成 Bi-2223 線材の電流輸送特 性」.九州大学:修士論文,2008.
- [22] Yamafuji, K., and T. Kiss. "Current-Voltage Characteristics near the Glass-Liquid Transition in High-Tc Superconductors." *Physica C: Superconductivity*, 1997 **290** (1): p. 9-22.
- [23] Kiss, T., M. Inoue, S. Egashira, T. Kuga, M. Ishimaru, M. Takeo, T. Matsushita, *et al.* "Percolative Transition and Scaling of Transport *E-J* Characteristics in Ybco Coated Ibad Tape." *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2003, **13**(2): p. 2607-2610.
- [24] Fisher, Matthew P. A. "Vortex-Glass Superconductivity: A Possible New Phase in Bulk High-Tc Oxides." *Physical Review Letters* 1989, 62(12): p. 1415-1418.
- [25] Matsushita, T., A. Matsuda, and K. Yanagi, "Irreversibility line and flux pinning properties in hightemperature superconductors." *Physica C: Superconductivity*, 1993. 213(3-4): p. 477-482.
- [26] Kiss, T., T. Matsushita, and F. Irie, "Relationship among flux depinning, irreversibility and phase transition in a disordered HTS material. "*Superconductor Science and Technology*, 1999. 12(12): p. 1079.
- [27] Anderson, P. W., and Y. B. Kim. "Hard Superconductivity: Theory of the Motion of Abrikosov Flux Lines." *Reviews of Modern Physics*, 1964, 36, (1): p. 39-43.
- [28] 久島宏平.「高温超伝導線材の外部磁界ならびに 輸送電流印加環境下における 磁化緩和特 性の磁気顕微計測と考察」.九州大学:修士論文,2018.
- [29]呉澤宇.「磁気顕微法を用いた(Ba, K)Fe2As2 銀シース超伝導 PIT テープ線材の空間均一性 解明」.九州大学:修士論文, 2019.
- [30]大藤大明.「リール式走査型ホール素子顕微鏡による希土類系高温超伝導テープ線材の局所 臨界電流の面内均一性の評価とX線CTとの複合観察」.九州大学:修士論文,2018.
- [31] 西宮悠平.「細線加工希土類系高温超伝導線材の局所臨界電流分布評価と複合導体化による ロバスト性の改善に関する検討」.九州大学:修士論文,2018.
- [32] Higashikawa, K., K. Katahira, K. Okumura, K. Shiohara, M. Inoue, T. Kiss, Y. Shingai, *et al.* "Lateral Distribution of Critical Current Density in Coated Conductors Slit by Different Cutting Methods." *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2013, 23(3):602704.
- [33] Higashikawa, Kohei, Masayoshi Inoue, and Takanobu Kiss. "Characterization of Local Jc Distribution in Superconducting Wires and Tapes Based on Scanning Hall-Probe Microscopy." 低温工学, 2014, **49** (9): p. 485-493.
- [34] 井上昌睦, et al., 「Y₁Ba₂Cu₃O₇₋₆ 酸化物高温超伝導線材の強磁界中における臨界電流特性.」 *電気学会論文誌 A (基礎・材料・共通部門誌)*, 2003. **123**(6): p. 593-599.
- [35] Koyama, T. and M. Tachiki, The effect of internal orbital motion in 2D d-wave superconductors. Physica C: Superconductivity, 1996, 263(1-4): p. 25-29.
- [36] 塩原敬.「長尺高温超伝導テープ線材における 面内臨界電流密度分布の高速評価システム に関する開発研究」.九州大学:博士論文,2014
- [37] Higashikawa, K., M. Inoue, T. Kawaguchi, K. Shiohara, K. Imamura, T. Kiss, Y. Iijima, *et al.* "Scanning Hall-Probe Microscopy System for Two-Dimensional Imaging of Critical Current Density in Re-123 Coated Conductors." *Physica C-Superconductivity and Its Applications* 2011, **471**(21-22): p. 1036-1040.

- [38] S. Mohan, K. Hisajima, K. Higashikawa, Y. Onodera, T. Suzuki, M. Inoue, T. Kiss. "Characterization of current transport properties in multifilamentary Bi-2223 tape based on magnetic moment relaxation measurement by in-field magnetic microscopy, "2016, The 77th JSAP Autumn Meeting, 14p-D63-13.
- [39] Kiss, T., M. Inoue, K. Higashikawa, T. Suzuki, L. Lyu, K. Takasaki, K. Imamura, *et al.* "Comparison between Bi-2223 Tape and Re-123 Coated Conductor from the View Point of Current Transport Properties Influencing Thermal Stability." *Cryogenics*, 2016, **80**: p. 221-228.
- [40] Higashikawa, K., K. Katahira, M. Inoue, T. Kiss, Y. Shingai, M. Konishi, K. Ohmatsu, et al. "Nondestructive Diagnostics of Narrow Coated Conductors for Electric Power Applications." *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2014, 24(3): p. 6600704
- [41] Higashikawa, Kohei, Kei Shiohara, Yoshihiro Komaki, Keitaro Okumura, Kazutaka Imamura, Masayoshi Inoue, Takanobu Kiss, *et al.* "High-Speed Scanning Hall-Probe Microscopy for Two-Dimensional Characterization of Local Critical Current Density in Long-Length Coated Conductor." *Physics Procedia* 2012 **27**: p. 228-231.
- [42] 上津原大.「リール式高速磁気顕微鏡を用いた希土類系高温超伝導テープ線材における臨界 電流密度分布評価手法の開発」.九州大学:修士論文,2016.

謝辞

本論文は2015年4月から2020年3月にかけて、九州大学大学院システム情報科学府電気電 子工学専攻木須研究室に在籍中に行った成果をまとめたものである。

木須隆暢教授には本研究の遂行ならびに本論文の執筆にあたり、数多くのご指導と有益なご 助言を賜りました。普段の研究内容の議論から学会発表資料の組み方、投稿論文の作成まで、 アドバイスとご指導を頂き、感謝しております。進路に色々と悩んで迷った時にも幾度となく ご相談に乗って頂きました。経済的な援助として RA を担当させて頂き、心より深く感謝致し ます。

井上昌睦教授(旧木須・井上研准教授、現材福岡工業大学教授)には、研究内容や学会発表 資料についてご指導とご意見を頂きました。学会へ参加する費用をお立替くださり、本当に助 かりました。現在は既に福岡工業大学に就任したにも関わらず、学会でお見かけの時も近況に 関心を持って下さり、心よりお礼申し上げます。

東川甲平准教授には、研究手法や解析手法などについてご指導頂きました。ミーティングで はいつもご助言を頂き有難う御座いました。

鈴木匠助教授には、超伝導の基礎から実験装置、実験手法、解析手法結構些細な事までご指 導を頂き心より深く感謝しております。聴覚障害がある私には、多くのお時間をかけて同じこ とについて幾度となくご説明頂きお礼を申し上げます。就職活動の発表資料の修正や質疑につ いても数時間もかかりご指導頂き誠に感謝しております。お陰様で、第一希望の大手企業から 内定を頂きました。

九州工業大学の松下照男教授には、国内学会の際いつも私の発表にお越し頂き、多くの助言を賜りました。心より感謝致します。

住友電気工業株式会社超伝導製品開発部の林敏広様には、ご多忙の中、Bi線材製品の開発部 門について見学させて頂き感謝しております。その際、Bi線材について沢山のご説明を頂き、 私の研究にはかなり役に立ちました。

アドバイザリー委員会の指導教授として、岩熊成卓教授、淡路智教授には、貴重なお時間を 割き有益な議論及びご助言を頂きました。心から深く御礼申し上げます。

先輩の小野寺優太博士には、コンピューターソフトウエアの不具合な問題の解決から研究上 の問題解決まで色々とお手伝いを頂き感謝致します。後輩の野田将平さんには、線材の測定及 び解析についてご協力頂き感謝しております。

今村和孝技術職員には実験装置の整備といった様々なことに便宜を図って頂きました。心から感謝いたします。秘書の佐藤智亜紀さんには学会や研究室関連の事務手続き、研究室の環境 整備など多くの便宜を図って頂き、感謝致します。

本研究の遂行にあたりご協力を頂きました九州大学大学院システム情報科学府電気電子工学専攻木須研究室の皆様方には心より深く感謝致します。お世話になりました。

松崎恵里夫婦には、来日してから日常生活には多大なサポートを頂き、御礼を申し上げます。 最後には経済的な援助を頂きました遠い故郷にいる両親には、心より深く感謝致します。