

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2010-07-21
課題番号 Project No. 2009BM0015 実験課題名 Title of experiment 中性子回折法を用いた酸化物超伝導線材の非破壊分析 実験責任者名 Name of principal investigator 斎藤 吉広 所属 Affiliation 住友電気工業株式会社	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL20 (iMATERIA) 実施日 Date of Experiment (1) 2009. 12. 22 (8 時間) (2) 2010. 01. 20 (3 時間) (3) 2010. 05. 22 (9 時間)

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.</p> <p>弊社の超電導線材のおおまかな製造フローとしては、まず$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$(=Bi2212)などの前駆体結晶からなる原料粉末をAgパイプに充填する。次に、伸線→嵌合→再伸線という工程を経る。最後に、圧延と焼結により、最終的な$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$(=Bi2223)の線材が得られる。</p> <p>今回の実験では、(A)充填前の原料粉末の他、(B)圧延前、及び、(C)圧延後の線材試料を測定した。(B)(C)の線材試料では、Bi2212 などの結晶が Ag シースに包まれた構造となっている。形状としては、(B)は円筒状(=直径 1.5mm の丸線)、(C)はテープ状(=厚み 0.2mm×幅 4mm のテープ線)である。丸線試料の場合、長さ 4.7mm 程度にカットしたもの 8~9 本をバナジウムのセルに充填した。テープ線では、13 枚を重ねてセルに充填している。</p>

<p>2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)</p> <p>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.</p> <p>前述の通り、線材試料では、Bi2212 などの結晶が Ag シースに包まれた構造となっている。中性子回折を用いる最大の理由は、Ag シース内部の結晶組成や圧延などによるダメージを非破壊で評価することにある。ちなみに、線材を解体して粉末を抽出すれば X 線回折でも評価可能であるが、解体時に結晶に生じるダメージのため結晶状態を正確に評価するのは困難と考えられる。</p> <p>中性子回折測定は、BL20(=iMATERIA)にて、加速器出力 120kW で実施した。積算時間は、原料粉末では 1 時間、線材試料では 1 試料当たり 3~4 時間で行った。なお、線材試料では Bi2212 が c 軸方向へ配向している可能性はあるが、今回は試料セルを自転させて測定しており、配向の効果は無視できると考えられる。</p> <p>図 1 の(A)(B)(C)に、測定結果を示す。(A)は原料粉末の回折スペクトルである。1 時間の積算で、明瞭な回折ピークが得られている。また、主成分であるBi2212 の結晶構造に関する文献⁽¹⁾を参考に、主なピークの指数を推定した結果も同図に示してある。実測データのピーク位置と強度は、概ね文献データに近い結果となった。ただし、厳密な構造解析には、リートベルト法によるフィッティングを実施する必要がある。</p> <p>(B)は圧延前試料のスペクトルである。この場合、Ag の巨大ピークの谷間に存在するピークは、(A)の原料粉末のものと概ね一致していることが分かる。即ち、弊社のプロセスでは、圧延前の段階では原料粉末に近い結晶状態を維持できていると考えられる。</p>
--

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

(C)は圧延後試料のスペクトルである。(B)で見られた多くのピークはかなりつぶれている。また、Ag のピーク幅も増大していることが分かる。これらは圧延時のダメージによるものと考えられる。ただし、 d 値=1.70 及び 2.13 Åに2つのシャープなピークが存在する(cf. 図中に矢印で表示)。Bi2212 は当該位置にピークを持たないと考えられるため、これらは圧延時のダメージを受けにくい Bi2212 以外の結晶と推定される。

結論として、今回の結果から、中性子回折により Ag シース内部の結晶状態の非破壊評価が可能であることを初めて確認できた。今後、製造条件の異なる多くの試料に対して同様の測定を実施することで、良好な材料特性をもたらす要因を結晶構造の観点から把握し、更なる特性改善の指針を得ることが可能になると期待される。

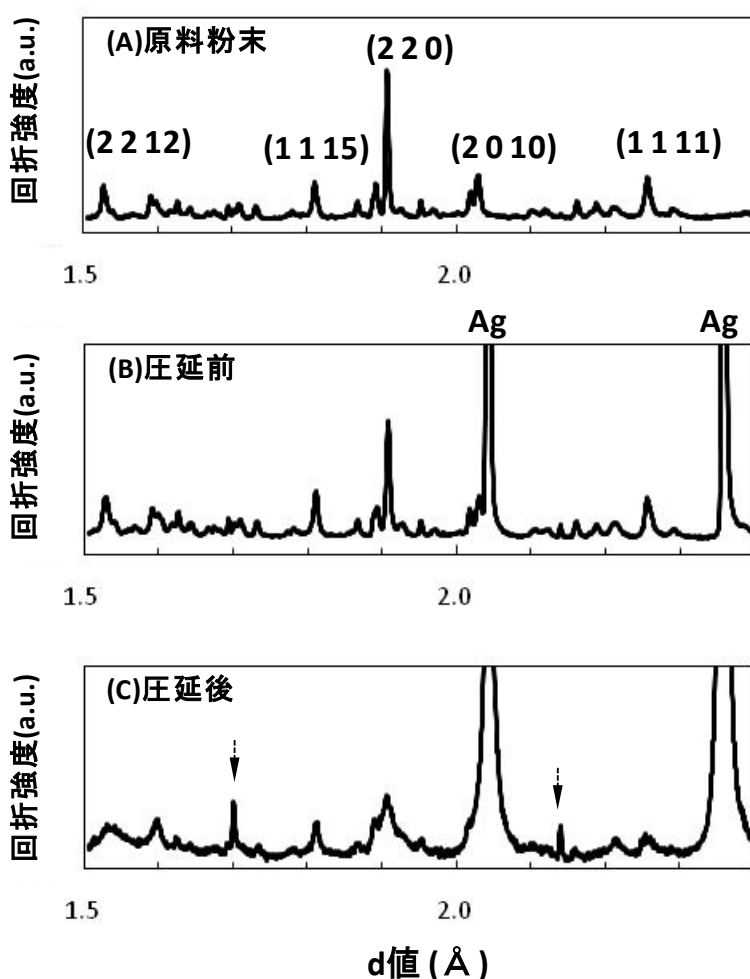


図 1 Bi 系超電導線材の原料粉末、及び、圧延工程前後の線材試料の中性子回折スペクトル。
(A)では、Bi2212 結晶に関する文献⁽¹⁾を参考に、主なピークの指数を推定した結果も表記してある。
(C)では、Bi2212 と Ag 以外の結晶の存在を示すピークを矢印で表示してある。

(参考文献)

(1) R. Gladyshevskii et al: Phys. Rev. B, **70** (2004) p.184522