

研究室紹介

森田太郎

Sophia University, National Institute for Materials Science

April 1, 2020

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

目次

研究テーマ

超伝導について

Nb₃Sn について

本研究について

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

研究テーマ

[超伝導について](#)[超伝導とは](#)[超伝導の領域（限界）](#)[ピンニング機構とは](#)Nb₃Sn について[Nb₃Sn 線材の作り方](#)[Nb₃Sn の特徴](#)[Nb₃Sn 線材の課題](#)[Nb₃Sn 特性のキーポイント](#)[従来のアプローチ](#)[最近の動向](#)

本研究について

[本研究の概要](#)[研究方法・手順](#)[研究結果](#)[試料について](#)[元素分布](#)[結晶組織観察](#)[結晶粒径](#)[J_c-B 特性](#)

研究テーマ名

微量元素添加を行った内部スズ法 Nb₃Sn 線材における拡散反応現象メカニズムの解明と超伝導特性向上の研究

目次

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

本研究について

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

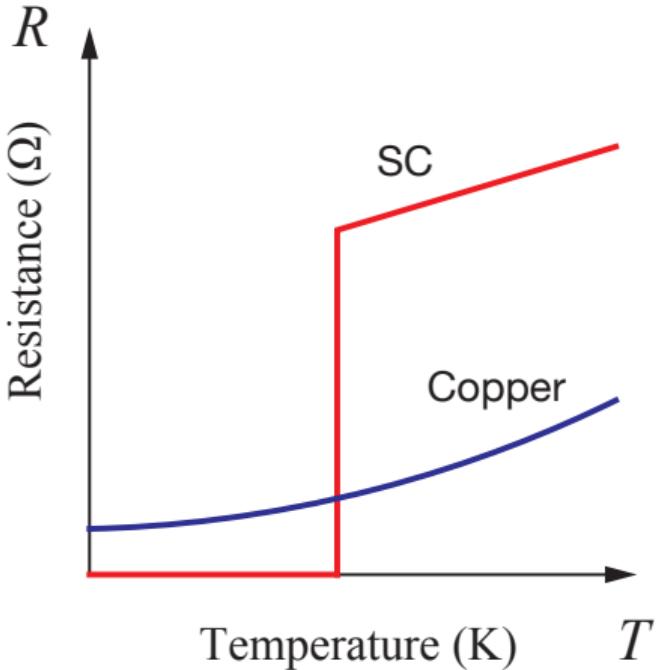
結晶粒径

J_c -B 特性

超伝導とは

超伝導の特徴

- ▶ 電気抵抗がゼロ
- ▶ 磁場が侵入しない



研究室紹介

森田太郎

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Snについて

Nb₃Sn線材の作り方

Nb₃Snの特徴

Nb₃Sn線材の課題

Nb₃Sn特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

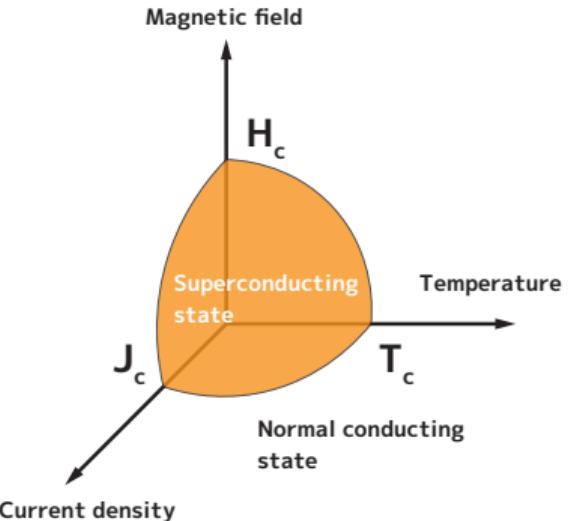
結晶組織観察

結晶粒径

J_c - B 特性

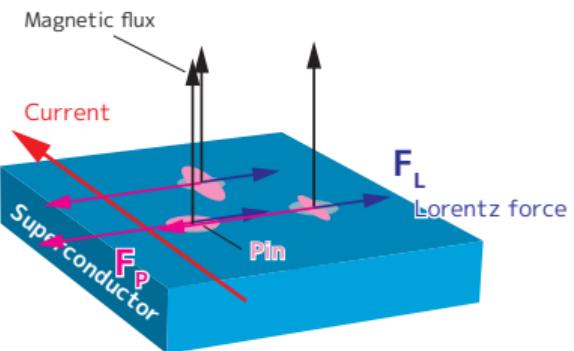
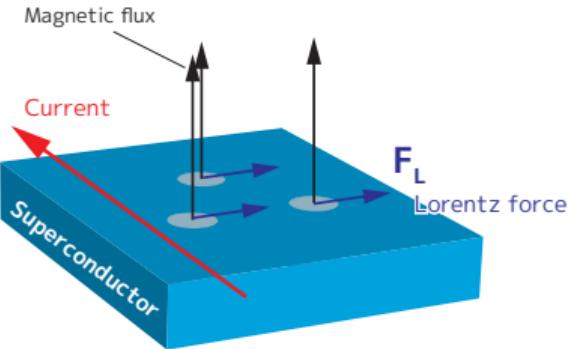
超伝導の領域

- ある一定の磁場、温度、電流で囲まれた領域で超伝導が発現する。
- 臨界値をそれぞれ臨界磁場、臨界温度、臨界電流と呼ぶ。
- 臨界温度、臨界磁場は材料によってほぼ決まっているが、臨界電流はピンニング特性を改善することで特性が向上する。



ピンニング機構について

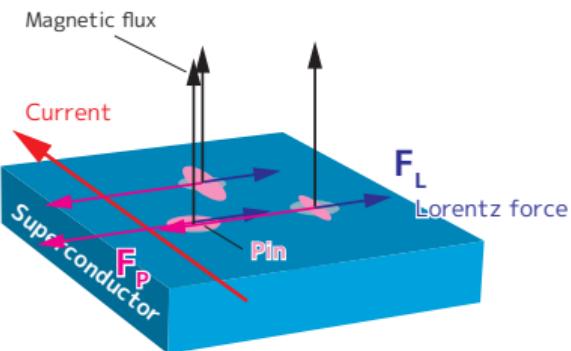
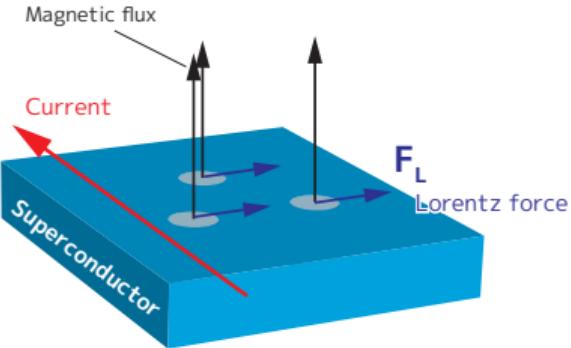
- ▶ Type 2 超伝導体内には磁束侵入。電流印可で磁束にローレンツ力が働く。
- ▶ ローレンツ力により磁束が運動し始めると起電力が発生し超伝導状態が破れる。
- ▶ Type 2 超伝導体内に侵入した磁束はピンニング点と呼ばれる点でピン留めされる。
- ▶ 結晶粒界、不均質部などが主なピンニング点。



ピンニング機構について

- ▶ Type 2 超伝導体内には磁束侵入。電流印可で磁束にローレンツ力が働く。
- ▶ ローレンツ力により磁束が運動し始めると起電力が発生し超伝導状態が破れる。
- ▶ Type 2 超伝導体内に侵入した磁束はピンニング点と呼ばれる点でピン留めされる。
- ▶ 結晶粒界、不均質部などが主なピンニング点。

ピンニング点の密度を増加することで臨界電流が向上



目次

研究テーマ

超伝導について

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

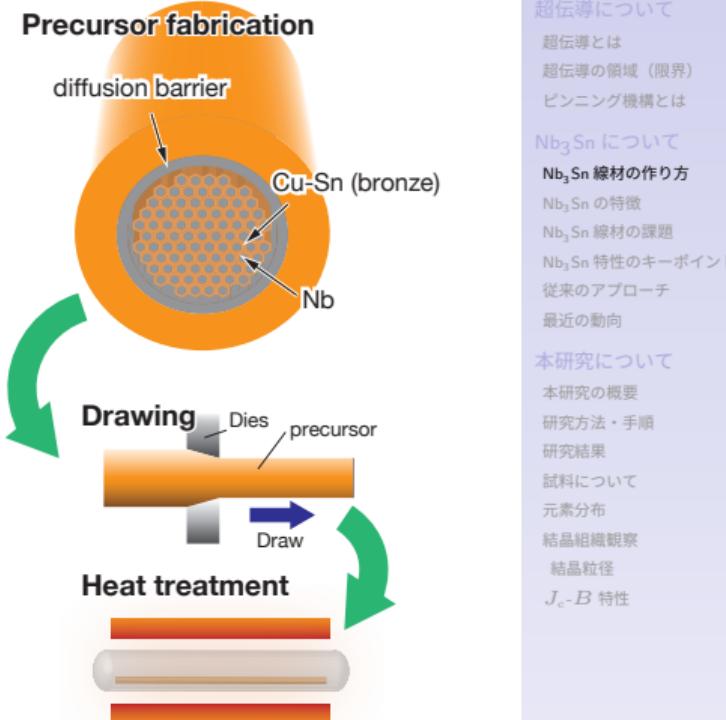
結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

Nb₃Sn 線材の作り方

1. 前駆体となるパイプ. ロッドを用意・組み立て
2. スエージング・冷間引抜加工 **【伸線加工】**
3. 1段階目熱処理 (for Sn/Cu mixing)
4. 2段階目熱処理 (for Nb₃Sn formation)



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn についてNb₃Sn 線材の作り方Nb₃Sn の特徴Nb₃Sn 線材の課題Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

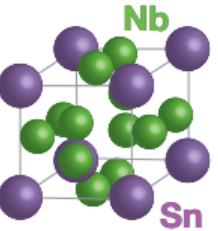
結晶粒径

 J_c -B 特性

Nb₃Sn について

Nb₃Sn の特徴・メリット

- ▶ 低温超伝導 ($T_c = 18$ K). A15 結晶組織.
- ▶ 工業化に適している. 製造しやすく実績がある.
- ▶ 線材形状の柔軟性に富む.
- ▶ 優れた高磁界特性



Wire ?



Tape ?

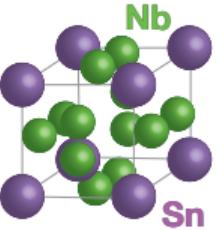


Nb₃Snについて

Nb₃Snの特徴・メリット

- ▶ 低温超伝導 ($T_c = 18$ K). A15 結晶組織.
- ▶ 工業化に適している. 製造しやすく実績がある.
- ▶ 線材形状の柔軟性に富む.
- ▶ 優れた高磁界特性

次世代核融合炉や粒子加速器用マグネット材料として期待されている



Wire ?



Tape ?



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

Nb₃Sn の課題点

- ▶ 機械的な強度が著しく低い
- ▶ 特性が飽和状態

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn の課題点

- ▶ 機械的な強度が著しく低い
- ▶ 特性が飽和状態

次世代高磁場機器では

高い J_c 特性、機械的強度が求められているため抜本的な解決策が必要

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c - B 特性

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn についてNb₃Sn 線材の作り方Nb₃Sn の特徴Nb₃Sn 線材の課題Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

 J_c -B 特性

Nb₃Sn 特性のキーポイント

特性向上のキーポイント

Nb₃Sn 層厚

- ▶ Nb₃Sn は Nb と Sn 間の**固相拡散反応**によって生成される
- ▶ 未反応 Nb が最小、全体が Nb₃Sn となるとよい

Nb₃Sn 結晶粒径

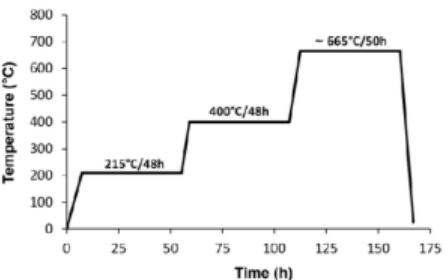
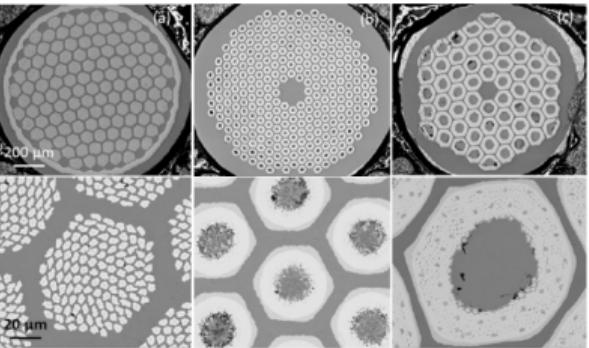
- ▶ 結晶粒径が小さいほど**結晶粒界は多くなる**
- ▶ 結晶粒界はピンニング点となる

Nb₃Sn の化学量論性

- ▶ 化学式通りの組成を**化学量論性 (Stoichiometry)** という
- ▶ Nb₃Sn は固相拡散反応によって生成されるので一般的には Nb₃Sn 層に組成勾配がある。できるだけ Nb:Sn = 3:1 に近づける

従来のアプローチ

- ▶ 従来線材はSn 拡散長（Nb フィラメント径）, 仕込み Nb:Sn:Cu 比, 热処理条件を最適化することで特性の向上
- ▶ 上記最適化の研究はここ 20 年のうちに殆どやり尽くされている



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn についてNb₃Sn 線材の作り方Nb₃Sn の特徴Nb₃Sn 線材の課題Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

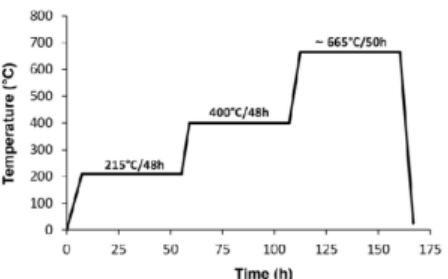
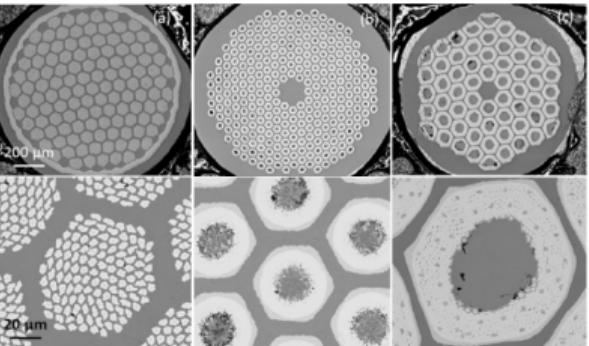
結晶粒径

 J_c -B 特性

従来のアプローチ

- ▶ 従来線材はSn 拡散長（Nb フィラメント径）, 仕込み Nb:Sn:Cu 比, 热処理条件を最適化することで特性の向上
- ▶ 上記最適化の研究はここ 20 年のうちに殆どやり尽くされている

抜本的な解決策が必要



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn についてNb₃Sn 線材の作り方Nb₃Sn の特徴Nb₃Sn 線材の課題Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

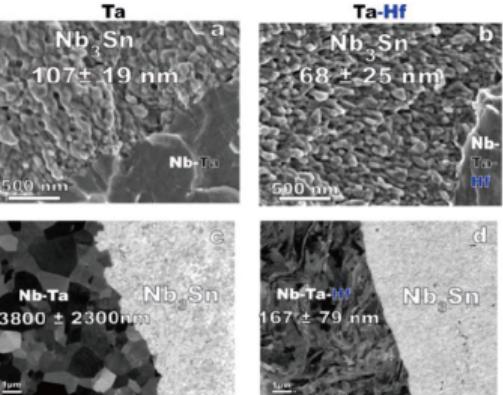
結晶組織観察

結晶粒径

 J_c -B 特性

近年の世界動向

- ▶ 近年、微細組織制御による特性向上の研究が精力的に行われている
- ▶ Nb 芯への Zr 添加、Nb 芯への Ta, Hf 同時添加
→ 結晶粒微細化
- ▶ Nb-Ta-Hf 線材の Layer J_c が FCC 要求性能を超えた



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは
超伝導の領域（限界）
ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

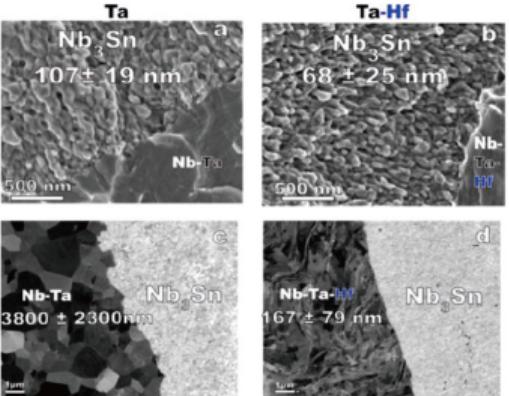
Nb₃Sn 線材の作り方
Nb₃Sn の特徴
Nb₃Sn 線材の課題
Nb₃Sn 特性のキーポイント
従来のアプローチ
最近の動向

本研究について

本研究の概要
研究方法・手順
研究結果
試料について
元素分布
結晶組織観察
結晶粒径
 J_c -B 特性

近年の世界動向

- ▶ 近年、微細組織制御による特性向上の研究が精力的に行われている
- ▶ Nb 芯への Zr 添加、Nb 芯への Ta, Hf 同時添加
→ 結晶粒微細化
- ▶ Nb-Ta-Hf 線材の Layer J_c が FCC 要求性能を超えた



微細組織には未だ特性向上のために大きなポテンシャルがある

研究テーマ

超伝導について

- 超伝導とは
- 超伝導の領域（限界）
- ピンning 機構とは

Nb₃Sn について

- Nb₃Sn 線材の作り方
- Nb₃Sn の特徴
- Nb₃Sn 線材の課題
- Nb₃Sn 特性のキーポイント
- 従来のアプローチ
- 最近の動向

本研究について

- 本研究の概要
- 研究方法・手順
- 研究結果
- 試料について
- 元素分布
- 結晶組織観察
- 結晶粒径
- J_c -B 特性

目次

研究テーマ

超伝導について

Nb₃Sn について

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

J_c - B 特性

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

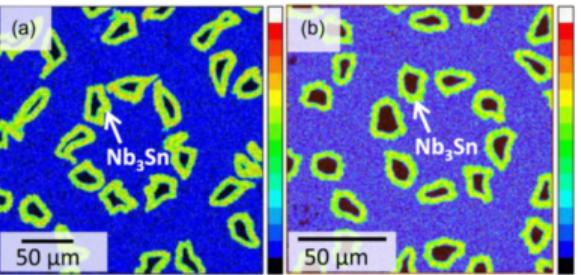
J_c - B 特性

本研究の概要

- ▶ 内部スズ法 Nb_3Sn 線材における Cu 母材に元素添加
- ▶ 元素添加による微細組織制御 → J_c 特性向上

Cu 母材への Zn 添加

- ▶ Nb_3Sn 層生成促進 (Sn 拡散促進)



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは
超伝導の領域（限界）
ピンニング機構とは

Nb_3Sn について

Nb_3Sn 線材の作り方
 Nb_3Sn の特徴
 Nb_3Sn 線材の課題
 Nb_3Sn 特性のキーポイント
従来のアプローチ
最近の動向

本研究について

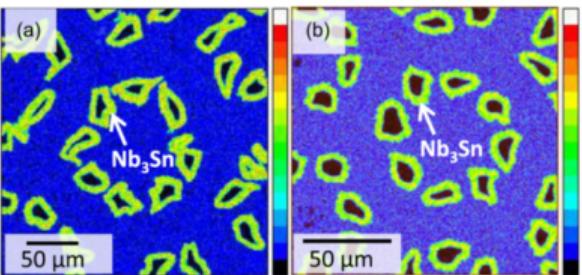
本研究の概要
研究方法・手順
研究結果
試料について
元素分布
結晶組織観察
結晶粒径
 J_c - B 特性

本研究の概要

- ▶ 内部スズ法 Nb₃Sn 線材における Cu 母材に元素添加
- ▶ 元素添加による**微細組織制御** → J_c 特性向上

Cu 母材への Zn 添加

- ▶ Nb₃Sn 層生成促進 (Sn 拡散促進)



Cu 母材への Zn 添加をベースに新たな元素を添加し微細組織制御を試みる

研究方法・手順

1. 前駆体作製

前駆体となるパイプ・ロッドを用意・組み立て

2. 伸線加工

スエージング加工 → 冷間引抜加工

3. 热処理

はじめに Sn 拡散のための熱処理 (550°C 程度), 最後に Nb₃Sn 生成のための熱処理 (700°C 程度)

4. 微細組織観察

FE-SEM による微細組織観察, EDX による元素分布観察, EBSD による結晶構造, 粒径分析

5. I_c 測定

10 ~ 18 T の外部印可磁場下で臨界電流 I_c を測定し, J_c - B 特性評価

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは
超伝導の領域（限界）
ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方
Nb₃Sn の特徴
Nb₃Sn 線材の課題
Nb₃Sn 特性のキーポイント
従来のアプローチ
最近の動向

本研究について

本研究の概要
研究方法・手順
研究結果
試料について
元素分布
結晶組織観察
結晶粒径
 J_c - B 特性

研究内容と結果

Cu 母材への Zn, Ge の同時添加

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

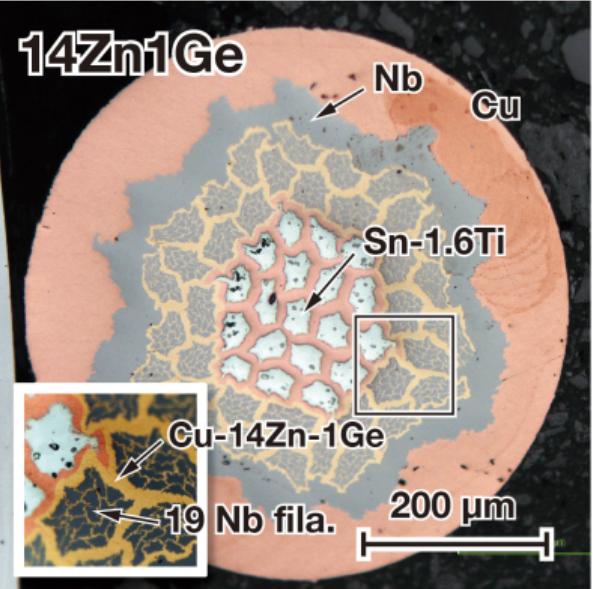
J_c -B 特性

試料について

試料について

- ▶ 母材：Cu-14wt%Zn-1wt%Ge 合金
- ▶ Nb 芯：pure Nb 芯
- ▶ Sn 芯：Sn-1.6wt%Ti 合金
- ▶ 伸線加工後，550°C/100 h で熱処理 → 700 ~ 750°C/100 h で最終熱処理

SEM, EDX 分析, I_c 測定



研究室紹介

森田太郎

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

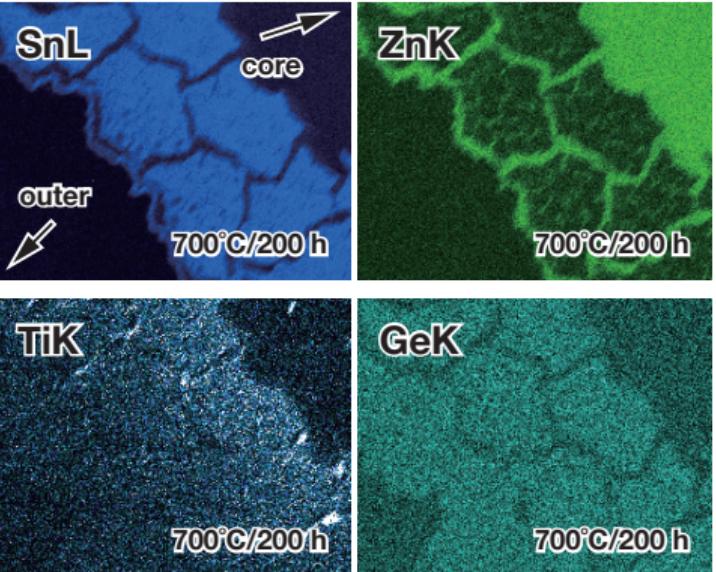
結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

元素分布 (EDX 分析)

- ▶ Sn 分布は不均一，未反応 Nb あり
- ▶ Ti 分布も不均一
- ▶ Ge は Nb_3Sn 層に分布
- ▶ Zn は Nb_3Sn に固溶しない



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

 Nb_3Sn について Nb_3Sn 線材の作り方 Nb_3Sn の特徴 Nb_3Sn 線材の課題 Nb_3Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

 J_c - B 特性

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

 Nb_3Sn について Nb_3Sn 線材の作り方 Nb_3Sn の特徴 Nb_3Sn 線材の課題 Nb_3Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

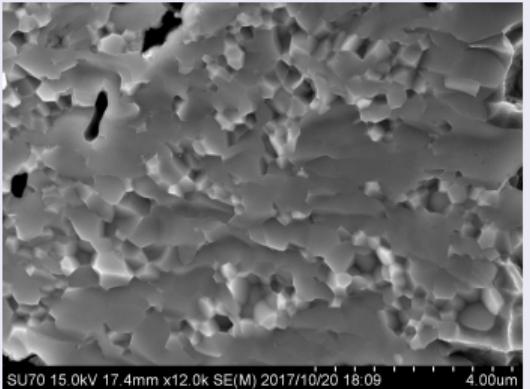
結晶粒径

 J_c-B 特性

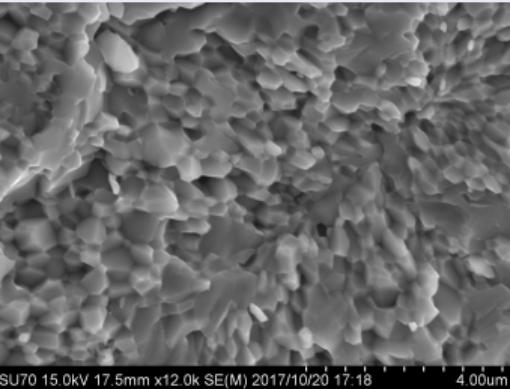
結晶組織（破断面・SEM像）

800°C × 50 h 热処理

Ge 添加無し



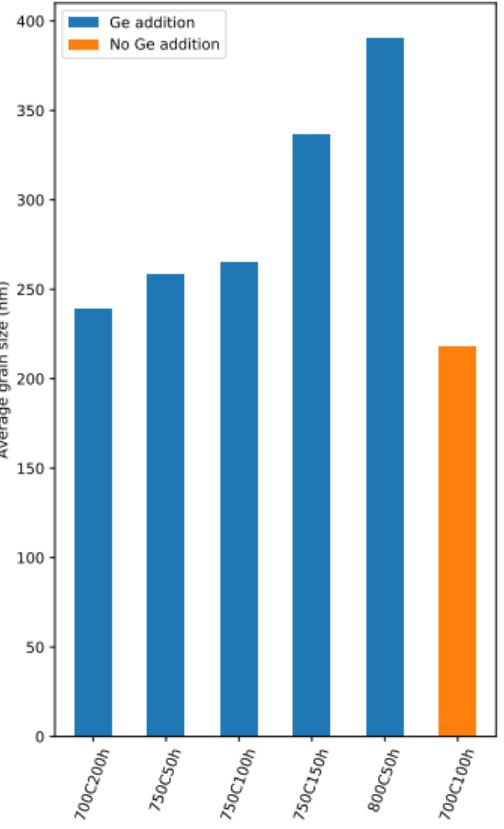
Ge 添加あり



- ▶ Ge 添加なし：結晶の2次成長（粗大化）
- ▶ Ge 添加：高温熱処理時に**結晶粒粗大化抑制効果**がある

結晶粒径

- ▶ 結晶粒界は主要なピンニング点であるため、
結晶粒は小さい方が良い
- ▶ 全体的に Ge 無添加の方が結晶粒は小さい傾向になる。
- ▶ Ge 添加では高温熱処理において粗大化抑制



研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn についてNb₃Sn 線材の作り方Nb₃Sn の特徴Nb₃Sn 線材の課題Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

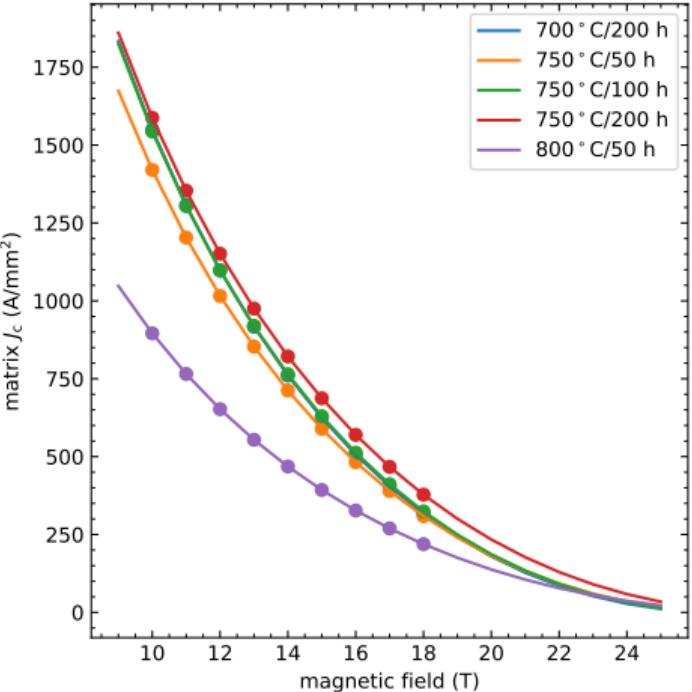
結晶組織観察

結晶粒径

 J_c -B 特性

J_c - B 特性

- ▶ Ge の結晶粒粗大化抑制効果により、高温熱処理によって化学量論性が完全・高磁界特性向上かつ低磁界側での比較的高い特性を維持



研究テーマ

超伝導について

- 超伝導とは
- 超伝導の領域（限界）
- ピンニング機構とは

 Nb_3Sn について

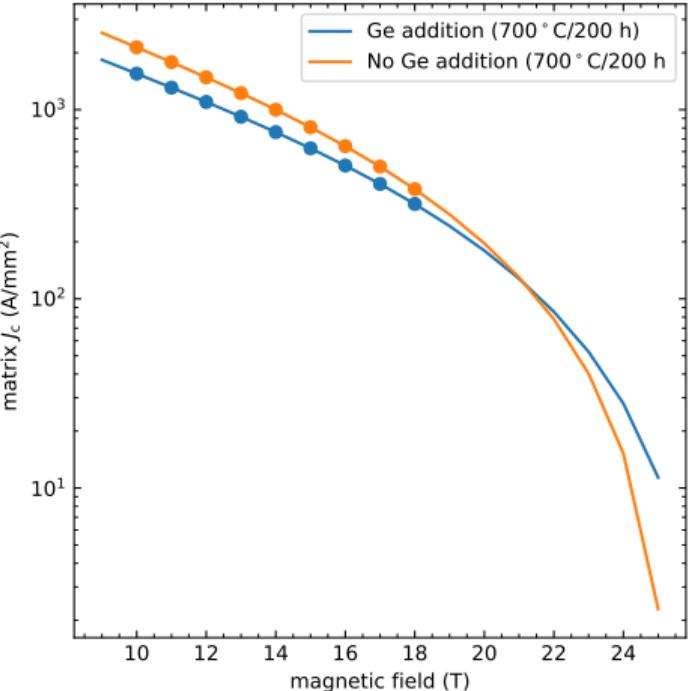
- Nb_3Sn 線材の作り方
- Nb_3Sn の特徴
- Nb_3Sn 線材の課題
- Nb_3Sn 特性のキーポイント
- 従来のアプローチ
- 最近の動向

本研究について

- 本研究の概要
- 研究方法・手順
- 研究結果
- 試料について
- 元素分布
- 結晶組織観察
- 結晶粒径
- J_c - B 特性

J_c - B 特性 : kramer plot

- ▶ 高温熱処理時に結晶粒粗大化を抑制
→ 高磁界特性向上



まとめ

- ▶ 内部スズ法 Nb₃Sn 線材に元素添加し、**微細組織制御**を行うことで**特性向上**を目指している。
- ▶ Cu 母材への Zn, Ge 同時添加を行った。Zn の Nb₃Sn 生成促進効果と Ge の**特異な Nb₃Sn 周り Ge リッチリヤリング層**によって結合電流の抑制効果を同時に得ようとした。
- ▶ Ge 添加によって結晶粒は僅かに粗大化するが、**高温熱処理時に結晶粒粗大化抑制効果**があることが明らかになった。
- ▶ 高温熱処理においても結晶粒がそれほど粗大化しないので**高磁場特性が向上した**。

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性

今後の研究計画

- ▶ Sn 芯への Ti 添加では Sn, Ti の分布が不均一であることが分かった.
- ▶ Sn, Ti 分布の分布の均一性を解決することが課題
- ▶ 様々な Ti 添加方法を検討し、微細組織と J_c 特性を評価する

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

 Nb_3Sn について Nb_3Sn 線材の作り方 Nb_3Sn の特徴 Nb_3Sn 線材の課題 Nb_3Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

 J_c-B 特性

おわり

研究テーマ

超伝導について

超伝導とは

超伝導の領域（限界）

ピンニング機構とは

Nb₃Sn について

Nb₃Sn 線材の作り方

Nb₃Sn の特徴

Nb₃Sn 線材の課題

Nb₃Sn 特性のキーポイント

従来のアプローチ

最近の動向

本研究について

本研究の概要

研究方法・手順

研究結果

試料について

元素分布

結晶組織観察

結晶粒径

J_c -B 特性