

大型 MgB₂ 超電導バルクの実現と強磁場捕捉特性に関する研究

工学研究科 フロンティア材料機能工学専攻 22211014 佐々木智久

1. 序論

超電導バルクには、強磁場を捕捉させることにより永久磁石よりもはるかに強い磁場を発生する擬似永久磁石にすることが可能である。RE-Ba-Cu-O 系 (RE:希土類元素)超電導バルク磁石 (超電導転移温度 $T_c = 92$ K)は 29 K で 17 T の高い捕捉磁場を実現しているが、粒界における弱結合の問題があり結晶配向させた擬似単結晶バルクを用いる必要がある。また結晶成長の制御が困難で、品質のばらつきやバルク内の磁束ピン止め分布の不均一性など克服すべき課題が多い。MgB₂ は超電導転移温度 T_c が約 39K と RE-Ba-Cu-O に比べると低い、弱結合の問題がないため多結晶でバルク磁石が作製可能であり、テスラ級の捕捉磁場が実現されている。

これまでに、本研究室では SUS フランジを用いた独自の作製法で MgB₂ バルク (38 mm ϕ , 9 mm^h)を作製し、15.5 K で 1.77 T の磁場を捕捉させることに成功した。しかし *in-situ* 法 (Mg と B から生成)で作製した MgB₂ は、焼結過程で原理的に空隙が生じるため、常圧で焼結すると充填率は約 50%である。従って、充填率を向上させることで、ピンニングセンタである粒界や臨界電流密度 J_c が増大し、その結果として捕捉磁場の向上が期待できる。そこで本研究では、HIP (Hot Isostatic Pressing)法を用いて高密度の大型 MgB₂ バルクを作製することで、更なる高捕捉磁場の実現を目指すことを目的とした。

2. 実験方法

まず、モル比 Mg:B=1.05~1.1:2 の混合粉を CIP (Cold Isostatic Pressing)により円盤状に成型して前駆体とした。次に、真空中で前駆体ペレットをステンレス容器に電子ビーム溶接で密封した後、900 °C で 3 時間 HIP 処理した。印加圧力は 98~980 MPa である。常圧焼結バルクはカプセル法で作製した。前駆体を SUS フランジに加工した穴に装填し、Ar 雰囲気中で銅製ガスケットともう一枚の SUS フランジで密封して、800 °C で 6 時間焼結して作製した。作製したバルクのパラメータを、表 1 に記す。試料名は、980 MPa で HIP 処理したものを S-HIP、98 MPa で HIP 処理したものを HIP、カプセル法で作製したものを CAP とした。

伝導冷却型超電導マグネットを用いて 3~5 T の磁場中で MgB₂ バルクを冷却して磁場を捕捉させ (磁場中冷却法)、バルク表面の中心にセットした極低温用ホール素子で捕捉磁場の温度依存性を測定した。捕捉磁場の測定後、バルクを小片試料に切り分け、電気抵抗率と磁化を測定した。電気抵抗率は直流四端子法で測定した。臨界電流密度 J_c は SQUID 磁束計で測定した磁気ヒステリシス曲線から拡張型ピンモデルを用いて算出した。

表 1. 試料の作製条件と評価特性

試料	直径 (mm)	厚さ (mm)	焼結条件	圧力	充填率	B_r	$J_c @ 20$ K (A/cm ²)
S-HIP#23	23.1	24.0	900 °C × 3 h	980 MPa	93.8%	2.42 T@13.4 K	3.0×10^5
HIP#26	26.1	6.5	900 °C × 3 h	98 MPa	96.7%	2.51 T@12.7 K	4.5×10^5
HIP#65	65.4	18.8	900 °C × 3 h	98 MPa	85.0%	2.94 T@15.0 K	—————
CAP#30	30.4	9.0	800 °C × 6 h	ambient	52.7%	1.52 T@16.6 K	1.1×10^5

3. 実験結果

図1にHIP法とカプセル法で作製した MgB_2 バルク
の中心捕捉磁場の温度依存性を示す。試料それぞれの最
低温における捕捉磁場の値は、S-HIP#23で2.41 T (13.4
K)、HIP#26で2.51 T (12.7 K)、HIP#65で2.94 T (15.0
K)、CAP#30では1.52 T (16.6 K)であった。最も高い捕
捉磁場特性はHIP#65で得られ、この値はこれまで報告
されている MgB_2 バルク磁石の中で最も高い。また、表
1に示したようにHIP法で作製したバルクはカプセル法
で作製したバルクと比べて、充填率が上昇し、それに伴
い捕捉磁場の向上が見られた。S-HIP (980 MPa)バルク
とHIP (98 MPa)バルクを比較すると、HIPバルクの方
が高い捕捉磁場特性を得られた。

図2に臨界電流密度 J_c の温度依存性を示す。試料それ
ぞれの20 Kにおける自己磁場中 ($B = 0$ T)の J_c は、
S-HIP#23で 3.0×10^5 A/cm²、HIP#26で 4.5×10^5 A/cm²、
CAP#30で 1.1×10^5 A/cm²であった。HIP法で作製し
たバルクはカプセル法で作製したバルクよりも約3倍高
い J_c を示し、捕捉磁場の値と定性的に一致していた。こ
れは、HIP法で作製したバルクにおいて超電導体積分率
が増大したと高圧焼結により粒間結合性が良くな
ったことが要因として考えられる。また、HIP法で作製
したバルクを比較するとS-HIP#23よりもHIP#26で高
い J_c を示した。SEM画像で微細組織を観察したところ、
粒径はS-HIP#23で0.2~2.0 μ m、HIP#26で0.2~1.5 μ m
であった。この結果は、980 MPaの高圧下で粒成長を促進することを示唆する。粒成長により MgB_2 の
ピンニングセクタである粒界が減少したためにS-HIP#23においてHIP#26よりも捕捉磁場が減少した
と考えられる。

4. 結論

本研究は、 MgB_2 超電導バルク磁石で強磁場捕捉特性を得るために、HIP法を用いて高密度の大型 MgB_2
バルクを作製し、捕捉磁場の密度や微細組織との相関を調べた。結果、以下の点が明らかになった。

- HIP#65において、15 Kで2.94 Tの磁場を捕捉した。この値は、 MgB_2 バルクとして世界最高であ
った。 MgB_2 バルクにおいて捕捉磁場の向上に、大型化が有効であることが示された。
- HIP法で作製したバルクは、カプセル法で作製したバルクよりも高い捕捉磁場特性を示した。これは、
充填率や臨界電流密度の結果と一致していた。捕捉磁場特性の向上に高圧焼結が効果的であることが
示された。
- S-HIPバルクは、HIPバルクよりも低い捕捉磁場特性を示した。充填率の向上には98 MPaで十分
であり、980 MPaの高圧下における焼結は粒成長を促進し、粒界が減少すると考えられる。この結
果は、HIP法において最適圧力が存在することを示唆している。

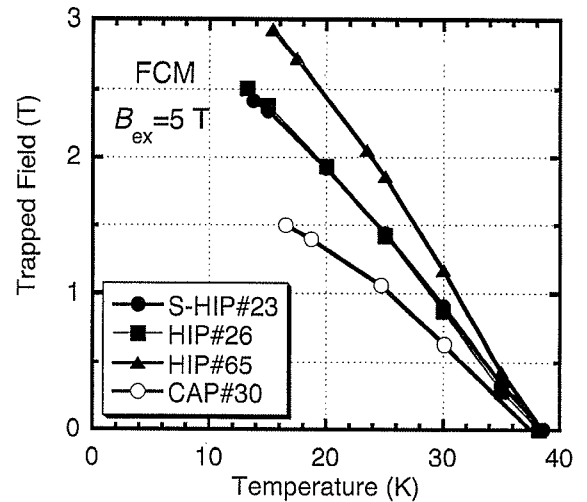


図1 捕捉磁場の温度依存性

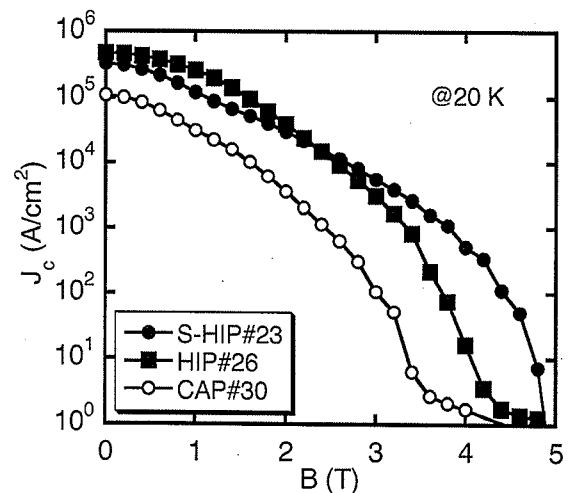


図2 臨界電流密度の磁場依存性