

Mg-RLI 法を用いた MgB₂ 超電導バルクの作製と超電導特性

平成 23 年度入学 藤代・内藤研究室 20211017 萩野 新

Introduction

MgB₂ は金属間化合物で最も高い超電導転移温度 $T_c = 39\text{ K}$ を持つ。また、RE-Ba-Cu-O 系(RE:希土類元素)超電導体に比べコヒーレンス長が長く、弱結合の問題がない。多結晶体をバルク磁石にすることが可能であり様々な応用が期待されている。

高い捕捉磁場を有する MgB₂ バルクの作製のためには、充填率を向上させピンニングセンターとなる粒界の数や臨界電流密度 J_c を増大させることが非常に効果的である。高充填率の MgB₂ バルクの作製には高圧下焼結が有効であることから、我々の研究室では熱間等方圧加圧法(HIP 法)や放電プラズマ焼結法(PSI 法)によりバルクを作製してきた。一方、Giunchi らによって考案された Reactive Mg Liquid Infiltration 法 (Mg-RLI 法)は、B の前駆体ペレットに Mg を拡散反応させて MgB₂ を生成させる方法で、常圧で高充填率のバルクを作製可能である。通常、常圧下の *in-situ* 法で作製したバルクの充填率は約 50 % であるが、Mg-RLI 法では約 90 % 以上の充填率を得られる。

本研究の目的は、Mg-RLI 法を用いて高充填率の MgB₂ バルクを作製し、その超電導特性を明らかにすることである。

Experience

MgB₂ バルクは Mg 粉末(粒径 180 μm)、結晶 B 粉末(粒径 45 μm)を用いて作製した。結晶 B 粉末をプレスし、前駆体ペレットを作製した。アルゴン雰囲気中で、B の前駆体ペレットと Mg 粉末をフランジに入れ、900 °C、3 時間焼結した。再現性を評価するため、同条件のバルクを二つ作製した(Mg-RLI_1、Mg-RLI_2)。

捕捉磁場は印加磁場 5 T で磁場中冷却着磁法を行い、バルク表面中心から 1 mm 上方のホールセンサーで測定した。電気抵抗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ビーンモデルを用いて算出した。構造評価は X 線回折を用いた

Results and Discussion

図 1(a)に Mg-RLI_1 の上面、図 1(b)に側面、図 1(c)に円柱状に加工した Mg-RLI_1 の断面の写真を示す。図 1(b)から円柱状のバルクが作製できていないことが分かる。原因としては、焼結の際のバルクの膨張が考えられる。また、図 1(c)から、MgB₂ 相とクラックに Mg が入り込んだ相が存在することが分かる。これは Mg の拡散が不均一であったことによると考えられる。密度はバルクの表面と中央で計測し、バルク表面で 2.56 [g/cm³]、バルク中央で 2.41 [g/cm³] であった。バルクが MgB₂ のみだった場合、充填率はバルク表面、バルク中央でそれぞれ 98 %、92 % である。



図 1 (a) Mg-RLI_1 上面、(b) 側面、(c) 円柱状に加工した Mg-RLI_1 の断面の写真

図2にバルク表面におけるX線回折パターンの結果を示す。この結果より、主相としてMgB₂相が観察されていることから、拡散したMgとBが反応してMgB₂が生成したことが分かる。不純物相としてMgのピークも見られるが、未反応のMgである。

図3にMg-RLI法で作製したバルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。また、HIP法、SPS法で作製したバルクの捕捉磁場の温度依存性も記載する。転移温度がそれぞれのバルクで異なっているのは、このグラフの横軸をバルク表面でプロットした結果であり、バルク上下に温度勾配が存在するために、見かけ上ずれが生じているためである。Mg-RLI_1、Mg-RLI_2の最大捕捉磁場はそれぞれ、17.4 Kで1.46 T、22.7 Kで1.33 Tであった。また、Mg-RLI_1、Mg-RLI_2の捕捉磁場のずれは15~20%程度の範囲である。これはバルクの個体差のためと考えられる。Mg-RLI_1の25 Kにおける捕捉磁場はHIP法バルクの67%、SPS法バルク72%であった。その原因の一つとして、バルクの外側のクラックや内部のMg相により、周回電流が抑制されていることが考えられる。よって、クラックとMg相のないバルクを作製できれば、捕捉磁場の向上が期待できる。

図4に20 KでのMg-RLI_1、HIP法バルク、SPS法バルクのJ_cの磁場依存性を示す。Mg-RLI_1のバルク表面、バルク中央において切削した小片試料を、それぞれMg-RLI_1 surface、Mg-RLI_1 centerとする。Mg-RLI_1 surfaceとMg-RLI_1 centerの値が一致していることから、バルクのMgB₂相では均一な組織ができていると考えられる。また、HIP法やSPS法に比べて低いJ_cが、低い捕捉磁場の原因となっていると考えられる。

Conclusion

Mg-RLI法を用いて、MgB₂バルクの作製を試みた。X線回折パターンより、MgB₂の生成が確認され未反応のMgが残存した。Mg-RLI_1、Mg-RLI_2の捕捉磁場はそれぞれ、17.4 Kで1.46 T、22.7 Kで1.33 Tであった。また、捕捉磁場のずれは15~20%程度の範囲であった。今後、クラックを無くし、Mg相のないMgB₂相のみのバルクを得るために、作製条件の最適化が必要である。

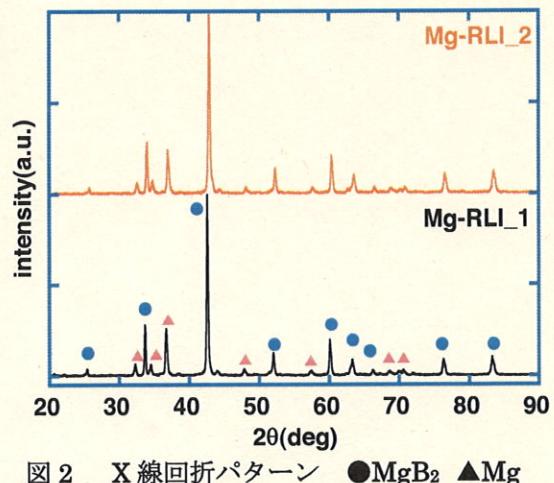


図2 X線回折パターン ●MgB₂ ▲Mg

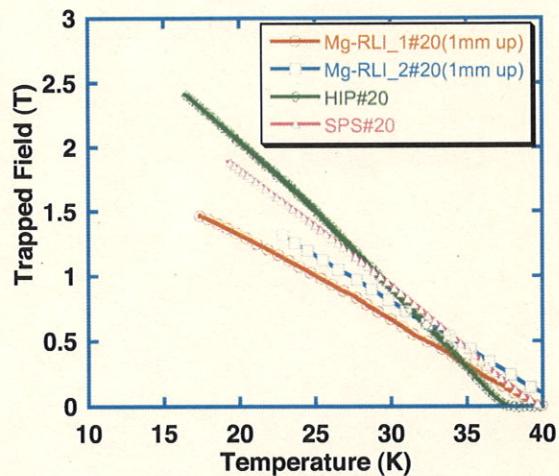


図3 各バルクの捕捉磁場の温度依存性の比較

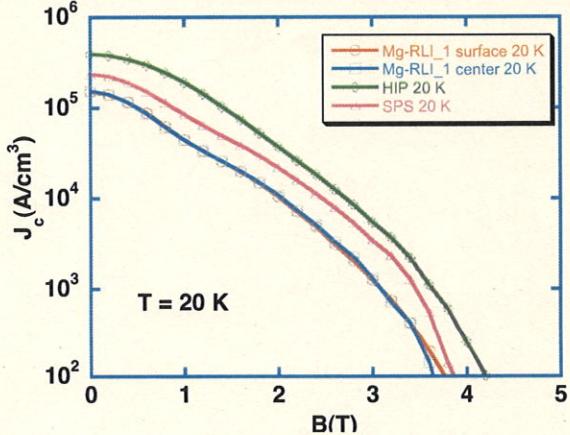


図4 各バルクの臨界電流密度の磁場依存性