

SPS 法で作製した MgB₂ 超電導バルクの捕捉磁場特性と粒間結合性の相関

藤代・内藤研究室 20214045 当摩悠希

1. 背景と目的

第 II 種超電導体である MgB₂ は超電導転移温度 T_c が 39 K と金属系超電導体の中で最も高いことや REBCO (RE:レアアース) 系超電導体と比較して電磁気異方性が小さいこと、弱結合の問題がないために配向化の必要がないこと、軽量で機械的強度に優れていることなどから注目を集めている。一方で REBCO と比べて磁場中の臨界電流密度 J_c や不可逆磁場 H_{irr} が低いことが課題として挙げられている。それらの改善策としては結晶粒の微細化による粒界面積の増加や不純物ドーピングによる磁束ピン止め点の導入、MgB₂ 粒間の有効な電流パスの割合を示す粒間結合性 (connectivity) の向上が挙げられる。

MgB₂ は Mg 粉末と B 粉末から作製する *in-situ* 法と MgB₂ 粉末から作製する *ex-situ* 法がある。常圧下での焼結では充填率が *in-situ* 法で 50 %、*ex-situ* 法で 75 % と低い⁽¹⁾、バルク応用に必要な性能を得るために緻密化が必要不可欠である。本研究室ではこれまでに、充填率の向上と粒成長の抑制を目的として高圧下焼結である *ex-situ* SPS (Spark Plasma Sintering) 法により MgB₂ を作製した。その結果、20 K における捕捉磁場が常圧下焼結の約 1.4 倍に向上した。そこで *ex-situ* 法より Connectivity が優れている *in-situ* 法による SPS で捕捉磁場特性の向上を目指した。しかし、SPS 法では試料の密閉が困難であり、Mg の蒸発により MgB₂ が作製できないことから、本研究では *in-situ* 法の割合を段階的に増やす premix 法を用いて捕捉磁場特性の向上を目指した。

2. 実験方法

Mg 粉末 (純度 99.5 %) とアモルファス B 粉末 (純度 99 %) を化学量論比で混合し、Ar 中で SUS 製カプセルに密閉して 900°C、3 時間焼結し *in-situ* MgB₂ バルクを作製した。その後、バルクを粉砕し微細化のためにボールミルを 1 時間、400 rpm 行った。得られた MgB₂ 粉末に Mg、B 粉末を 1:0、0.7:0.3、0.5:0.5 の割合で混合した。その後、SPS を 50 MPa、900-1000°C、5-15 分間行い、premix MgB₂ バルクを作製した。

各試料の充填率は直方体に切り出した試料の密度を MgB₂ の理論密度で除して求めた (表 1)。X 線回折により相同定を、直流四端子法により電気抵抗率の測定を行った。また、SQUID 磁束計で $M-H$ 曲線を測定し extend Bean model から J_c-B 曲線を得た。

3. 実験結果

3-1. X 線回折

図 1 に SPS で作製した試料の X 線回折パターンを示す。すべての試料で不純物として MgB₄ と MgO が存在しており、(1) 式から (4) 式の反応によって出来たと考えられる。また、0% *in-situ* で見られる炭素についてはグラファイト製の SPS 容器由来であると考えられる。

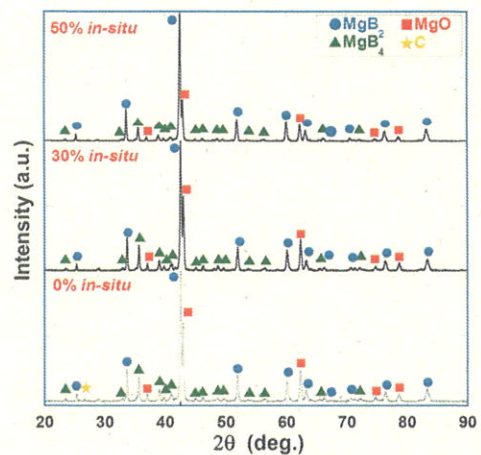
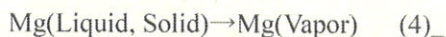


図 1 X 線回折

表 1 各試料の諸物性

	0% <i>in-situ</i>	30% <i>in-situ</i>	50% <i>in-situ</i>
充填率 (%)	93.9	86.6	96.6
転移温度 (K)	37.6	37.4	37.7
Connectivity (%)	14.6	28.9	42.4

3-2.電気抵抗率

各試料の転移温度はオンセットで求め、Connectivity は (5) 式を用いて算出した⁽¹⁾(表 1)。

$$\kappa = \frac{\rho_c(300\text{ K}) - \rho_c(40\text{ K})}{\rho(300\text{ K}) - \rho(40\text{ K})} \dots (5)$$

ここで ρ_c は単結晶 MgB₂ の電気抵抗率、 ρ は試料の電気抵抗率を表す。表 1 より T_c はすべての試料で同程度であった。また、*in-situ* の割合の増加に伴い、Connectivity が増加していることがわかった。

3-3.捕捉磁場

図 2 に捕捉磁場の温度依存性を示す。20 K において 0% *in-situ* が 1.7 T であるのに対して 50% *in-situ* は 1.9 T と捕捉磁場の値が 0.2 T 向上した。また、30% *in-situ* では 1.5 T と 0.2 T 低下した。50% *in-situ* において捕捉磁場が向上した理由は Connectivity が大きいためであると考えられる。

3-4.臨界電流密度

図 3 に 20 K における各試料の J_c - B 曲線を示す。0% *in-situ* と比較して 50% *in-situ* は J_c が向上する一方で、30% *in-situ* に関しては J_c が低下した。50% *in-situ* の J_c の向上は Connectivity の増加が原因と考えられる。また、*in-situ* の混合により H_{ir} が向上しているが、参考文献 (2) に記載されている二次電子像では、*in-situ* 間の方が *ex-situ* 間よりも MgB₂ 粒が密に接していることから、ピン止め点として有効な粒界面積が大きいと考えられ、 $\mu_0 H_{ir}$ 向上に寄与している可能性がある。

4.結論

本研究では電気抵抗率の温度依存性から *in-situ* の割合を増加させると Connectivity が増加することが分かった。また、捕捉磁場と臨界電流密度の磁場依存性から、50% *in-situ* が最も捕捉磁場特性に優れているとわかった。その原因としては Connectivity の向上により粒間に流れる超電導電流の割合が増加したことが原因の 1 つである可能性がわかった。

参考文献

1. John M Rowell; Supercond. Sci. Technol. 16, 17, (2003)
2. A G Bhagurkar *et al*; Supercond. Sci. Technol. 29, 035008, (2016)

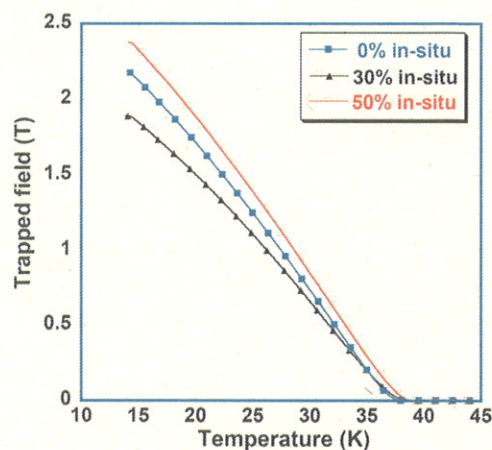


図 2 捕捉磁場の温度依存性

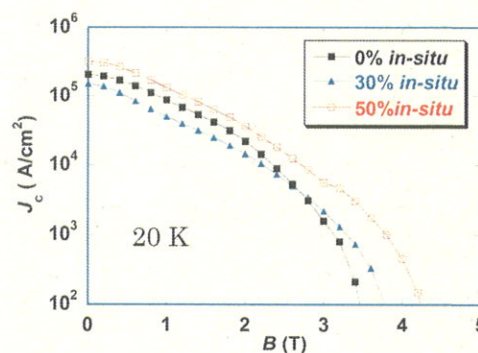


図 3 臨界電流密度の磁場依存性