

浸透法による Nb₃Sn 超伝導バルク体の作製と捕捉磁場特性

藤代・内藤研究室 S0416022 小林大地

1. 序論

超伝導体は外部磁場を印加し捕捉させることで従来の永久磁石を超える磁場を発生することができる。そのため、超伝導バルク磁石は主に NMR (Nuclear Magnetic Resonance) や MRI (Magnetic Resonance Imaging) などといった高磁場応用が期待されている。

Nb₃Sn 超伝導体は上部臨界磁場が $H_{c2} = 24$ T (4.2 K) と高く、臨界電流密度 J_c の磁場依存性が小さいため、高磁場応用で魅力的な材料である。そのため、現在 Nb₃Sn は線材応用で活躍している。さらに、異方性がないことから多結晶体のまま大型のバルクを作製できる点も強みである。これらの点で Nb₃Sn は他の超伝導体と差別化ができ、この優れた超伝導特性を活かした超伝導バルク応用が期待できる。

超伝導バルクの作製方法に常圧焼結法や浸透法などがある。常圧焼結法は原料を混合し、常圧で焼結する方法である。この方法は拡散反応時の体積収縮により空隙が生じるため、充填率が低くなってしまう。一方で、浸透法は熱処理によって液体となった低融点原料を高融点原料の空隙に浸透させ反応させる方法である。このとき、高融点原料に圧力を加えて最密充填の圧粉体にすることにより生成物への体積収縮を加味しても高充填率の試料を作製することができる。MgB₂ では充填率が高くなると粒間結合性の上昇により J_c が向上することが知られており [1]、Nb₃Sn も同様の効果が期待できる。超伝導バルク体の最大捕捉磁場は J_c に比例するため [2]、浸透法を用いることで高い捕捉磁場を持つ Nb₃Sn の作製が期待できる。そのため本研究では、浸透法を用いての Nb₃Sn バルク体の作製と、バルク磁石としての可能性の解明を目的とする。

2. 実験方法

原料には Nb (粉末、粒径 44 μm 以下、純度 99.9 %) と Sn (粉末、粒径 149 μm 以下、純度 99.9 %) を用いる。表 1 に試料の作製条件を示す。最初に Nb を 223 MPa で一軸プレスし高さ 10 mm の圧粉体を作製した。その後、Ar 雰囲気で内径 20 mm の SUS のカプセル中に Nb の圧粉体を入れ、その上に Sn 粉末を配した状態で封入する。このとき Nb と Sn の mol 比は 3:1 または 3:1.1 である。この試料を 950 °C または 930 °C で 24 h 熱処理を行い、徐冷した。

各試料の測定方法は、結晶相の同定には XRD (X 線回折装置)、磁化の温度および磁場依存性には SQUID (超伝導量子干渉磁束計) を用いた。磁化の温度依存性から超伝導転移温度 T_c を、 J_c は磁化の磁場依存性から拡張型ビーンモデルを用いて算出した。また、捕捉磁場特性は磁場中冷却着磁法 (FCM) の捕捉磁場を測定した。

表 1 試料の作製条件

試料	熱処理条件	組成
No.1	950 °C - 24h	Nb : Sn = 3 : 1
No.2	930 °C - 24h	Nb : Sn = 3 : 1
No.3	950 °C - 24h	Nb : Sn = 3 : 1.1

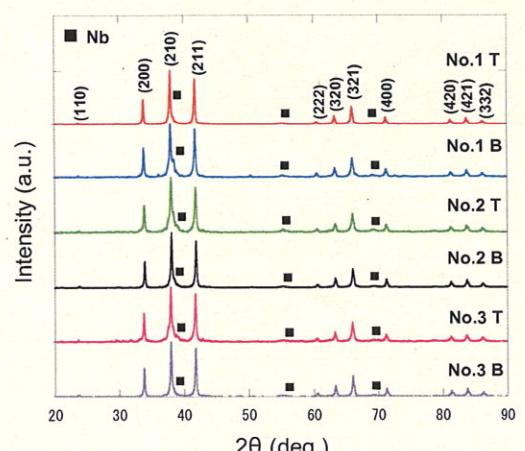


図 1 各試料の XRD パターン

3. 結果と考察

図1に各試料のXRDパターンを示す。図1中のTは試料のTop(Sn側),BはBottom(Nb側)である。全試料のTop,Bottomの両方でNb₃Snが主相だった。また、全試料のTop,Bottomの両方で未反応のNbピークが存在したため、完全に反応させるためにSnのmol比を増やす必要があることがわかった。

図2に各試料の磁化の温度依存性を示す。10 Oeの磁場を印加してゼロ磁場冷却(ZFC)で測定を行った。図2より全ての試料で完全反磁性を確認できた。また、全試料のTopにおけるT_{c onset}はT_{c onset}=17.0 Kであった。BottomではBroadな転移が確認できた。これはNb₃Snの化学量論的組成から近く、T_cの高いものから順に超伝導転移したためである。以上よりTopからBottomにかけてSn勾配が存在することが分かった。BottomでSnが不足した理由としてはTopでSn過剰なNb₃Snが形成されたためと考えられる。BottomではT_cが劣るため、BottomにもSnを配することでT_cを向上することができると考えられる。

図3に各試料のJ_cの磁場依存性を示す。図3よりJ_cの磁場依存性は各温度においてNo.2>No.1>No.3であった。No.2が最も高くなった理由としてはNo.1より20 °C熱処理温度を下げたことでNb₃Snの粒成長が抑えられ磁束のピン止め力が向上したためである。また、No.3が最も低くなったのはSnを化学量論比より多く配したことによりバルク内部でNb₃Snより低密度のNb₆Sn₅が形成されたためと考えられる。

図4に補足磁場の温度依存性を、表2に各試料の捕捉磁場特性を示す。No.1が最も高い捕捉磁場を示した。図3よりNo.2の方がNo.1よりJ_cが高いのに対し補足磁場が低かった理由としては内部に微小のクラックなどが存在し、超伝導電流を阻害したためと考えられる。またNo.3が最も捕捉磁場が低かったのはJ_cが最も低かったためである。

4. 結論

本実験では、高い捕捉磁場が期待できる浸透法を用いてNb₃Snを作製した。XRDからNb₃Snの形成が確認できた。また、磁化の温度依存性から全試料のBottomでSnが不足していることが分かった。そのためBottomにもSnを配する必要がある。捕捉磁場特性はNo.1が最大であり12、5Kにおいて1Tの捕捉磁場が得られたため、浸透法によるNb₃Sn超伝導バルク体はバルク磁石としての可能性があることがわかった。

参考文献

- [1] A. Yamamoto *et al.*, TEION KOGAKU (J. Cryo. Soc. Jpn.) Vol.43 No.8 (2008)
- [2] H. Fujishiro *et al.*, TEION KOGAKU (J. Cryo. Soc. Jpn.) Vol.46 No.3 (2011)

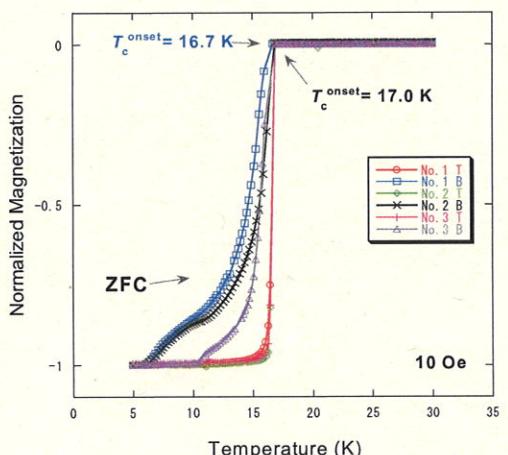


図2 各試料の磁化の温度依存性

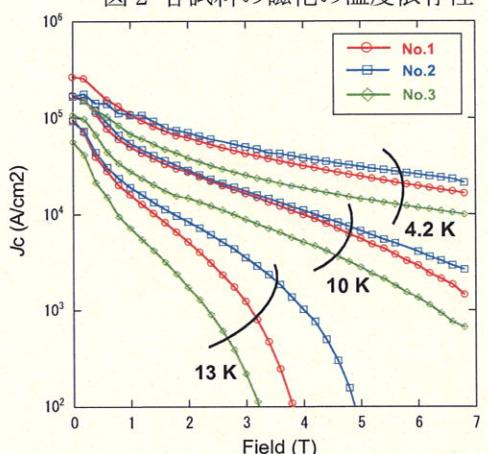


図3 各試料のJ_cの磁場依存性

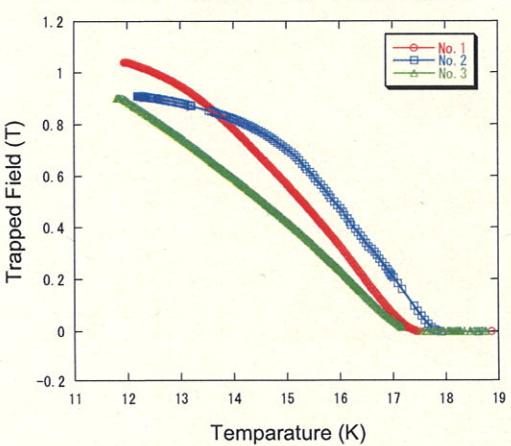


図4 捕捉磁場の温度依存性

表2 各試料の捕捉磁場特性 (12、5 K)

試料	捕捉磁場
No.1	1.00 T
No.2	0.90 T
No.3	0.82 T