

Nb₃Sn および Nb₃Al 超伝導バルク体の作製と着磁特性の研究

藤代・内藤研究室 G0319010 天瀬洸太

1. Introduction

超伝導バルク体は外部コイルから磁場を印加することにより、磁場を捕捉させることができあり、コンパクトな強磁場発生源としての応用が期待される。A15型超伝導体は現在最も広く線材で応用されているNb-Tiと比べ約2倍の超伝導転移温度 T_c と上部臨界磁場 H_{c2} を持つため、高磁場下での応用が期待される。線材の分野において Nb₃Sn は 10 T を超える超伝導マグネットなどへ、Nb₃Al は Nb₃Sn より耐ひずみ特性に優れるため加速器や核融合装置などへの応用が進んでいる。しかし、A15型超伝導体の T_c が約 18 K であり、線材の場合では安定化 Cu の複合化や極細線化することによってフラックスジャンプの発生を抑制している。しかし、バルク材の場合には、比熱が小さいことによる熱的不安定性が大きい問題によるフラックスジャンプの抑制の報告がなく、研究が進められていなかった。一方でバルク磁石としてのポテンシャルが示されており、Nb₃Sn テープ材をらせん状シリンダー試料において 4.2 K で 2.24 T の捕捉磁場が報告されている[1]。また、Nb₃Sn は 10 K において 15 T の H_{c2} を持ち、バルク磁石として研究が進んでいる MgB₂ が 10 K で約 10 T の H_{c2} であるため 10 K で動作するバルク磁石としてのポテンシャルがあるといえる。

本研究は Nb₃Sn のバルク体を種々の作製法によって作製し、バルク磁石としての可能性を明らかにすることを目的とした。

2. Experimental

本研究では 2 種類の方法により Nb₃Sn バルク体を作製した。1 つは加圧焼結法の HP (Hot press) により短時間で高充填率のバルク体を、2 つは拡散反応法により Nb₃Sn の生成温度 (~930°C) 以下の焼結によりピン止め中心である結晶粒を微細化する作製方法によりバルク体を作製した。

HP では原料粉末に Nb₃Sn (純度 99.9%) を使用し、*ex-situ* 法で試料作製を行った。HP の条件は直径 : ϕ 20 mm、焼結温度 : 1200°C, 1500°C、保持時間 : 1 h、印加圧力 : 62 MPa、雰囲気 : 真空であった。

拡散反応法では原料粉末として Nb(純度 99.9%、粒径-325 mesh)、Sn(純度 99.99%、粒径 38 μ m 以下)、Cu(純度 99.99%、粒径 1 μ m 以下)を使用した。前駆体 NbSn₂ を Nb と Sn を 1 : 2 で秤量・混合したのち真空中で 800°C × 100 時間の熱処理を行い作製した。その後、前駆体 NbSn₂ と Nb を 1 : 5 で秤量・混合した。また、この際に Cu を 1 wt% 添加した試料も作製した。Cu を添加することで触媒効果により拡散反応が促進され Nb₃Sn の生成量の向上する[2]。混合後の粉末を一軸プレスを行い ϕ 20 mm のペレットとした。熱処理は真空中で 800°C × 100 時間行った。

作製した Nb₃Sn バルク体は X 線回折 (XRD) によって結晶相の同定を行った。また、小片試料を SQUID 磁束計により磁化測定を行い、磁化ヒステリシス曲線から臨界電流密度 J_c を拡張型 Bean モデルにより算出した。着磁特性は T_c 以上で外部磁場を印加し、 T_c 以下まで冷却した後、外部磁場を取り除く磁場中冷却着磁 (Field cooled magnetization : FCM) を用い、バルク表面に設置したホールセンサにより捕捉磁場を測定した。

3. Results and discussion

図 1(a)に HP、(b)に拡散反応法で作製した Nb₃Sn バルク体のそれぞれの XRD パターンを示す。HP 前後において Nb₃Sn の単一ピー

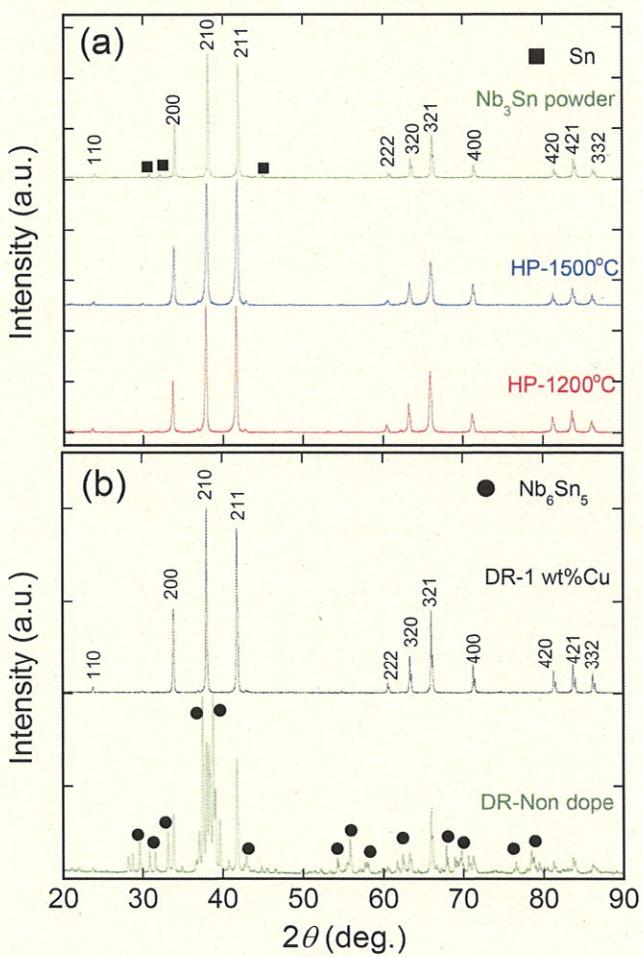


図 1 各作製方法の Nb₃Sn バルク体の XRD パターン
(a)HP, (b)拡散反応法

クであり、HP によって分解などの結晶相の変化は見受けられなかった。拡散反応法で作製した DR-Non dope 試料は不純物である Nb_6Sn_5 と Nb のピークが示された。これは生成温度以下の焼結であるため 100 時間の保持時間では単一組成となるには不十分であるといえる。一方 DR-1 wt%Cu では単一の Nb_3Sn となっており、Cu の添加の効果により生成温度の低下し、単一の Nb_3Sn の生成が示された。

図 2 に Nb_3Sn バルク体の磁化の温度依存性を示す。すべての試料において約 17.0 K の T_c が示されており、典型的に示されている Nb_3Sn の T_c が 18 K に対し約 1 K の低下が示された。これは、 Nb_3Sn は Sn の濃度勾配により T_c の低下を示すため、化学量論組成からずれていることが示されている。また、DR-Non dope より DR-1 wt%Cu で磁化率が大きくなっている。これは Nb_3Sn の生成量の向上のため超伝導分率の向上が示されている。

図 3 に Nb_3Sn バルク体の 10 K における臨界電流密度 J_c の磁場依存性を示す。HP の 1000°C 以上の焼結に対して比較的低温の焼結である拡散反応で作製したバルク体が 2-4 倍高い J_c であり、これは HP バルクが結晶粒の粗大化により J_c が低いことが示される。DR-1 wt%Cu が最大の J_c であり、ゼロ磁場において $3.4 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ であった。

図 4 に Nb_3Sn バルク体の捕捉磁場の温度依存性を示す。捕捉磁場の値はバルク表面中心で測定を行った。各試料の最低温度は着磁の際にフラックスジャンプが発生せずに捕捉出来た温度である。各温度における捕捉磁場は、HP-1500°C が 1.1 T@10 K、DR-Non dope が 2.14 T@10 K、DR-1 wt%Cu が 2.73 T@13 K であった。図 3 に示すように J_c の向上に従い捕捉磁場の向上が示された。

4. Conclusion

本研究は種々の作製法による Nb_3Sn バルク体の作製しバルク磁石としての可能性を明らかにすることを目的とした。高温の熱処理である HP では結晶粒の粗大化により低い J_c となり、10 K において 1

T オーダーの捕捉磁場が得られた。また、拡散反応法においては結晶粒の微細化が出来、Cu 添加効果が得られ、高い J_c が実現し 10 K において 2-3 T オーダーの捕捉磁場が得られた。従って Nb_3Sn の 10 K におけるバルク磁石としての可能性が示された。

Reference

- [1] M. Rabinowitz *et al.*: Appl. Phys. Lett. **30** (1977) 607
- [2] G. Lefanc *et al.*: J. Less Common Metals **45** (1976) 339-342

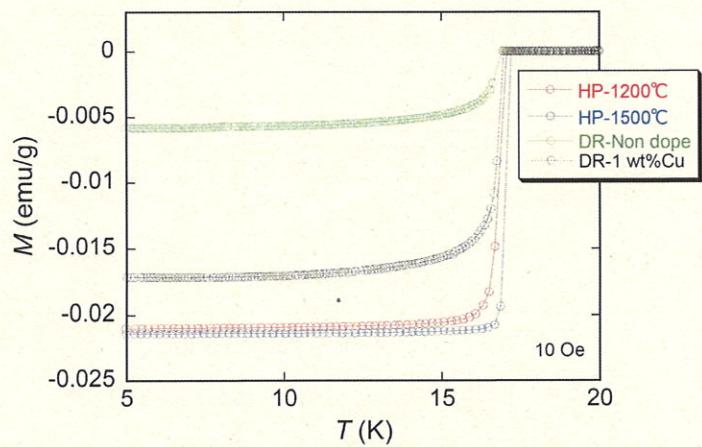


図 2 Nb_3Sn バルク体の磁化の温度依存性

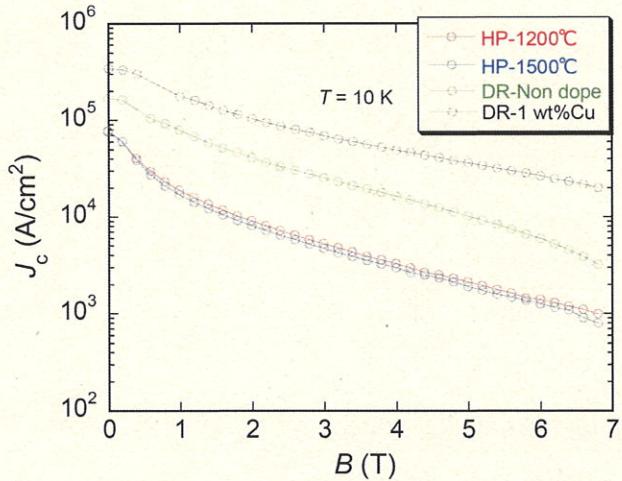


図 3 Nb_3Sn バルク体の臨界電流密度の磁場依存性

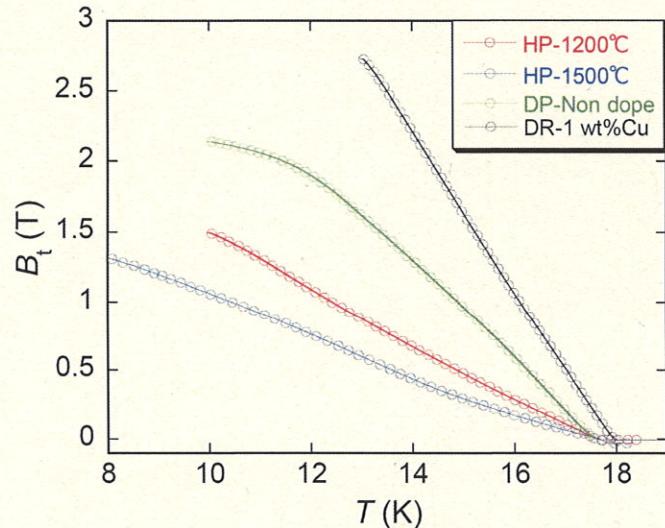


図 4 Nb_3Sn バルク体の捕捉磁場の温度依存性