

Y123 溶融凝固バルクにおける Ca ドープ効果 Doping effect of Ca for Y123 melt-solidified bulks

栗山 陽介, 下山 淳一, 瀬戸山 結衣, 山木 修, 山本 明保, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工)

KURIYAMA Yosuke, SHIMOYAMA Jun-ichi, SETOYAMA Yui, YAMAKI Shu, YAMAMOTO Akiyasu, OGINO Hiraku,
KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo)

E-mail: 2757383836@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

REBa₂Cu₃O_y (RE123)に対する Ca ドープはキャリアのオーバードープを促し、電気的磁気的異方性を低下させ、また粒界部の J_c の改善することが知られている^[1]が、 T_c の低下を伴うこともあり RE123 溶融凝固バルクに対する Ca ドープ効果はほとんど調べられていない。しかし、溶融凝固バルクの強力磁石としての実用温度は 77 K よりむしろ低温の 20~60 K が想定されていることが多く、この場合 T_c の若干の低下は大きな問題にならない。一方、RE123 溶融凝固バルクの大規模化においてマルチシード法が有効な手法の一つであるが、粒界部の J_c が低下しやすく、捕捉磁場の低下を招く問題があった。以上の背景のもと、本研究では 2 つの種結晶から Y123 溶融凝固バルクを育成し、Y サイトへの Ca ドープが一つのドメイン内およびドメイン間、つまり粒界部の J_c に及ぼす効果を系統的に調べた。

2. 実験方法

Y₂O₃, BaCO₃, CuO の原料粉を混合し、固相反応法により Y123 粉末と Y211 粉末を合成した。得られた粉末をモル比で Y123 : Y211 = 7 : 3 となるように秤量し、Pt を 0.5 wt% 添加して混合後、一軸プレス(100 MPa)により 10 mmφ × 9 mm^l のペレットに成型した。その上面に 2 つの Nd123 種結晶を a(b)軸方向に任意の角度を持つように配置した。低压純酸素雰囲気下でのバルク育成では、真空管状炉にて上下のヒーターに温度差をつけて溶融凝固を行った。また、Ca ドープ Y123 溶融凝固バルクは、CaCO₃ を原料に加えて作製した Y123 粉末を用い、底面加熱方式の電気炉にて空気中で溶融凝固を行った。育成したバルクより試料片を切り出し、450°C 酸素気流中で 100 h 以上アニールを行った後、SQUID 磁束計による超伝導特性の評価、SEM による微細組織観察、光学顕微鏡と Bi2223 超伝導磁石を組み合わせた装置によって磁気光学像観察を行った。

3. 結果と考察

低压純酸素雰囲気下育成 Y123、空気中育成 Ca ドープ Y123 のいずれにおいても各種結晶から 1 つのドメインが成長したマルチシード溶融凝固バルクの育成に成功した。2 つのドメインにおけるファセットラインの方向よりドメイン間の a(b)軸のずれ角はそれぞれ 1.1°, 6.5° であることがわかった。これらのバルクから粒界を含まない試料(ドメイン内部, without GB)と粒界を含む試料(粒界部, with GB)を切り出した。Ca ドープ試料の T_c は 90.5 K でノンドープ試料の 91.5 K より低下しており、Ca が Y123 結晶に固溶したことが確認できた。Ca を Y123 の Y サイトに対して 2 mol% ドープしたバルクと低压純酸素雰囲気下で作製したノンドープのバルクとの 40 K における J_c の磁場依存性を Fig. 1 に示す。いずれのバルクにおいても粒界を含む試料は、粒界を含まない試料より低い J_c を示したが、Ca ドープした試料はノンドープの試料より粒界角度が大きいにもかかわらず、ドメイン内の J_c が一定として算出した粒間 J_c は約 5 倍高く、2 T で $\sim 1.3 \times 10^5$ A cm⁻² であった。これは Ca ドープによりキャリアのオーバードープが進み、粒間の電流が流れやすくなったことによると考え

られる。また、Ca ドープ試料では粒界部、ドメイン内部とも磁場中で J_c の向上が見られた。粒間 J_c の向上を確認するための磁気光学効果を用いた残留磁束密度観察の結果を Fig. 2 に示す。Ca ドープ試料とノンドープ試料の比較により Ca ドープ試料は粒間 J_c の低下が抑制されていることが確認された。

講演では、両ドメイン間の結晶方位が異なる試料や、c-growth 領域の粒間 J_c についても報告する。

参考文献

[1] A. Schmehl, et al., *Europhys. Lett.* **47** (1999) 110-115.

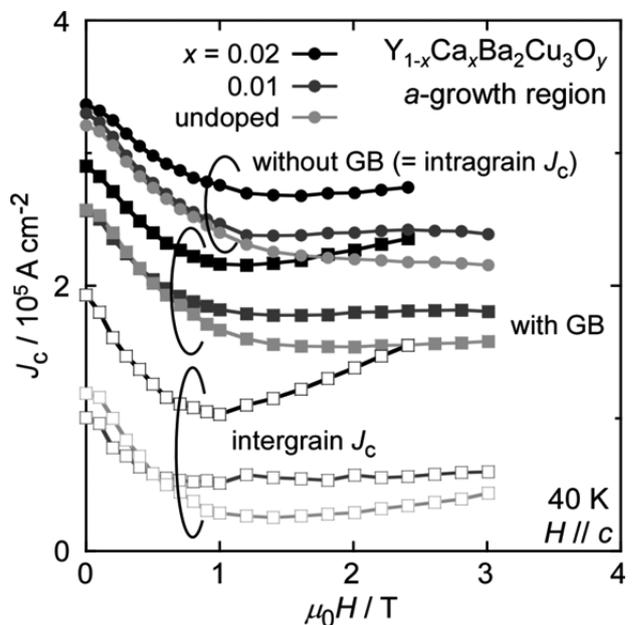


Fig. 1 Magnetic field dependence of J_c at 40 K for Ca-doped and Ca-free Y123 bulks with and without grain boundaries.

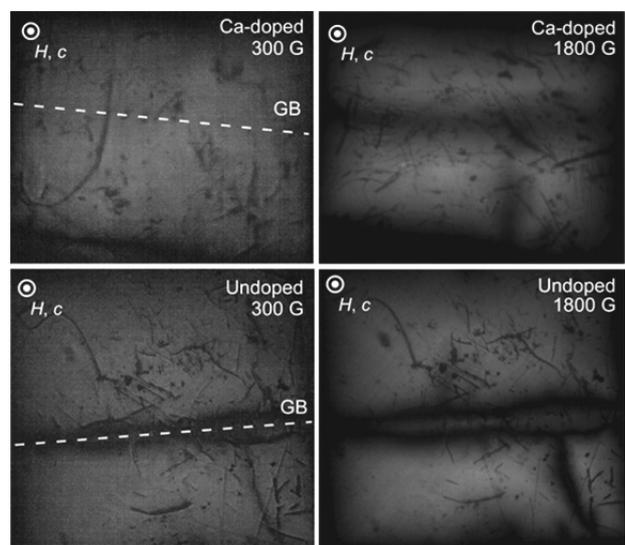


Fig. 2 Remanent field distributions of Ca-doped and Ca-free Y123 melt-solidified bulks with grain boundaries.

RE 混合手法による RE123 溶融凝固バルクの RE/Ba 固溶制御

Control of RE/Ba substitution for RE123 melt-solidified bulks by RE-mixing method

瀬戸山 結衣, 下山 淳一, 山木 修, 山本 明保, 荻野 拓, 岸尾 光二(東大院工); 水戸瀬 智久, 淡路 智(東北大金研)
 SETOYAMA Yui, SHIMOYAMA Jun-ichi, YAMAKI Shu, YAMAMOTO Akiyasu, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo); MITOSE Tomohisa, AWAJI Satoshi (Univ. of Tohoku)
 E-mail: 6071721904@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. 緒言

REBa₂Cu₃O₇ (RE123)溶融凝固バルクの臨界電流密度(J_c)特性改善には磁束ピンニングセンターの分布やサイズの制御が重要となる。例えば RE₂BaCuO₅ (RE211)といった常伝導析出物は低磁場下において、REのBaサイトへの低濃度部分固溶(RE/Ba 固溶)領域や、(Nd, Eu, Gd)123^[1]のような複数の RE 元素の使用(RE 混合)は磁場中において、 J_c の向上に有効であることが知られている。しかし RE 混合による J_c 改善効果は再現性にやや乏しく機構は未だ十分に理解されていない。前回までの発表では、1 - 2 種類の RE を用いて作製した計 8 種類の試料の超伝導特性や組織の違いを考察し、RE 混合が 123 相における RE/Ba 固溶量を制御できる可能性や、RE/Ba 固溶量の少ない RE 混合試料ほど低温・高磁場において高い J_c を示す可能性を指摘した^[2]。本研究ではそれらの試料について 123 相の斜方晶性を評価し、ピン力密度との関係を検討した。また RE 混合バルクの還元雰囲気下育成を試み、RE/Ba 固溶量の増減が低温・高磁場における J_c 特性に与える影響をより詳細に調べた。

2. 実験方法

RE₂O₃ (RE : Dy, Y, Ho, Er), BaCO₃, CuO の原料粉を混合し、固相反応法により RE123 粉末と RE211 粉末を合成した。これらをモル比で RE123 : RE211 = 7 : 3 となるように秤量し Pt を 0.5 wt% 添加して混合後、一軸プレス(100 MPa)により 20 mmφ×10 mm^tのペレットに成型した。種結晶には Nd123 単結晶を用い、底面加熱式の電気炉にて空気中または還元雰囲気下($P_{O_2} = 0.01$ atm)で溶融凝固を行った。育成したバルクの様々な部分から約 2 mm×2 mm×1 mm^{lc}の小片を切り出し、450°C 酸素気流中で 100 h 以上アニールした。RE'123, RE''211 粉末から作製した RE 混合バルクを以下では (RE', RE'')123 と呼ぶ。今回は得られた試料について、X線回折測定結果から格子定数の精密化を行い、SQUID や VSM による磁化測定から超伝導特性を評価した。

3. 結果と考察

RE/Ba 固溶量の変化を評価するため、各試料において a , b 軸長から斜方晶性 $\gamma = 1000(b - a) / (b + a)$ を算出した。RE123 は RE/Ba 固溶が進行すると Cu-O 鎖の横の酸素サイトも酸化物質イオンで占有されるため正方晶に近づく。すなわち RE/Ba 固溶量は増加するほど γ が小さくなる。まず空気中で育成した試料に注目すると、Dy123 粉末を原料に使用した 4 試料では、RE 混合バルクが純粋な Dy123 バルク($\gamma = 8.43$)より大きい 9 に近い γ を示した。これは RE 混合バルクにおいて RE/Ba 固溶が抑制されたことの傍証である。Y123 粉末を原料に使用した 4 試料では、(Y, Dy)123 以外のバルクの γ は 9 を超える値であった。(Y, Dy)123 では γ は 8.56 と特に小さく、同試料に RE/Ba 固溶領域が進行したことが分かる。Fig. 1 に空気中で育成した各試料の γ の、77 K におけるピン力密度 $F_p (= J_c \times B)$ の最大値との関係を示す。RE を混合しないバルクにおいて $F_{p,max}$ が低い原因は、Dy123 のように RE/Ba 固溶量が多い場合は 123 母相の汚れの影響が強まったため、Y123 のように固溶量が少ない場合は固溶由来のピンニングセンターが十分に存在しなかったためと考えられる。一方、RE 混合バルクは中程度の γ , 高い F_p を示した。この傾向を見ると、8.9 前後の適度な

斜方晶性を示す RE/Ba 固溶量がピン力強化に適しており、RE 混合により RE/Ba 固溶量を容易に調節できることが示唆された。

Fig. 2 に空気中もしくは還元雰囲気下で育成した Dy123、(Y, Dy)123 バルクの 77 K における J_c の磁場依存性を示す。還元雰囲気下で育成した (Y, Dy)123 バルクでは、RE/Ba 固溶が抑制され固溶由来のピンが減少したためか 1 - 3 T での J_c は空気中育成の試料と比べ低下したものの、Dy123、(Y, Dy)123 両バルクとも還元雰囲気下育成により γ の増加や不可逆磁場の向上が見られた。講演ではこれらの試料の 60, 40 K における 15 T までの J_c 特性を併せて報告し、RE/Ba 固溶量と低温・高磁場における J_c 特性との関係、RE 混合による J_c 改善の機構について議論する。

参考文献

- [1] M. Muralidhar *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **89** (2002) 237001.
 [2] Y. Setoyama *et al.*, *Abstracts of CSSJ Conference* **88** (2013) p.193.

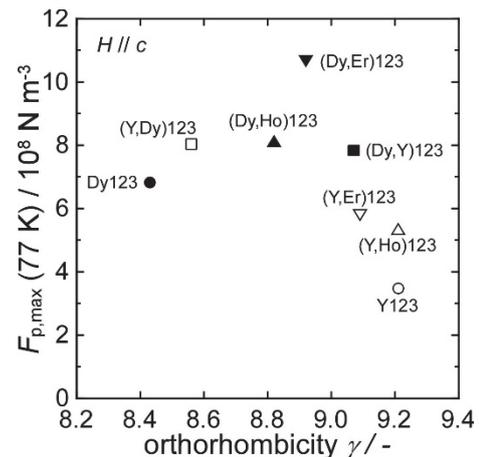


Fig. 1 Relationship between orthorhombicity γ and $F_{p,max}$ at 77 K of Dy123, Y123 and RE-mixed RE123 bulks.

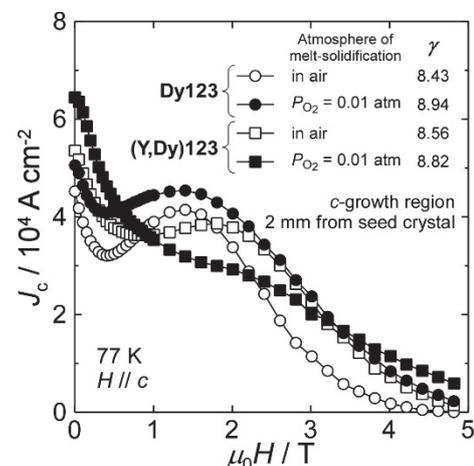


Fig. 2 Magnetic field dependence of J_c at 77 K for Dy123 and (Y,Dy)123 bulks melt-solidified in air or in flowing O₂/Ar gas with $P_{O_2} = 0.01$ atm.

Ga 添加 Y123 溶融凝固バルクの低温における J_c - B 特性 J_c - B characteristics of Ga-doped Y123 melt-solidified bulks at low temperatures

山本 修, 下山 淳一, 瀬戸山 結衣, 山本 明保, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工); 水戸瀬 智久, 淡路 智 (東北大金研)
 YAMAKI Shu, SHIMOYAMA Jun-ichi, SETOYAMA Yui, YAMAMOTO Akiyasu, OGINO Hiraku,
 KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo); MITOSE Tomohisa, AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)
 E-mail: 3450281928@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

REBa₂Cu₃O₇(RE123)溶融凝固バルクは高磁場下でも高い J_c を示すことから、強力な超伝導磁石として様々な応用が期待されている。しかし、現在検討されている強力超伝導磁石としての応用の多くは液体窒素温度以下で運転することを想定している一方で、これまでの研究では主に 77 K において J_c の最適化が行われてきた。77 K で最も良い特性を示す条件が、低温でも最も良い特性を示すとは限らないことは既わかっていることから[1]、RE123 バルク応用の拡大には、77 K 以下の低温で高い J_c を達成するための有効なピンニングセンターの導入手法の確立が不可欠である。そこで本研究では低温で高い捕捉磁場特性を有する小型超伝導バルクの開発を目的とし、磁場中での J_c の改善に有効であることが知られている Ga を微量添加[2]した Y123 溶融凝固バルクのさらなる J_c の改善を目指した。

2. 実験方法

本研究では原料粉末に Y123 と Y211 を低温固相反応により同時生成させたものを用いた。具体的には、出発原料をモル比で Y₂O₃ : BaO₂ : CuO = 13 : 34 : 48 となるように秤量し、さらに作製するバルクによって Ga₂O₃ や SrCO₃、Pt 粉末を添加、混合後 1% O₂ / Ar 気流中、800°C で 48 h 焼成することにより Y123 と Y211 を 7 : 3 の比で含む原料粉末を作製した。得られた粉末を一軸プレス(100 MPa)により 10 mmφ × 8 mm^t のペレットに成型し、Nd123 単結晶を種結晶としてペレットの上面中央に置き、底面加熱方式の電気炉にて空気中で溶融凝固を行った。作製した溶融凝固バルクから小片を切り出し、所定の温度にて 100 h の酸素アニールを行った後、SQUID 磁束計または VSM による磁化測定から J_c を評価した。

3. 結果と考察

前回までの発表[3]において、磁場中での J_c の改善には Ga の微量添加と Pt を添加しないことが有効であり、それらを組み合わせた Y123 溶融凝固バルクは、40 K では約 10 T まで 0.5 MA cm² 以上の極めて高い J_c を維持することを報告してきた。今回、さらなるピンニング力の強化を目的とし、Ga 添加 Pt 無添加 Y123 溶融凝固バルクに対し、Sr を 0.3 mol% 添加した試料を作製した。Fig. 1 に Ag₂O を 10 wt% 加えた、Ga, Sr 添加 Pt 無添加 Y123 溶融凝固バルクの 40 K における c -growth 領域の J_c の磁場依存性を示す。Sr は Ba サイトを置換するため、Ga との共ドーピングによるピンニング力向上を狙ったが、40 K、3 T において $J_c \sim 4.6 \times 10^5$ A cm⁻² と J_c の改善には至らなかった。これは Ba を置換した Sr が Cu サイトを置換している Ga を合わせて不純物の置換濃度が高くなりすぎ Y123 母相の超伝導凝縮エネルギーの低下を招いた可能性を示唆している。

また、35 MeV の高エネルギー電子線照射により Y123 溶融凝固バルクに多数の点欠陥が導入され、主に 40 K の低温域において J_c が大幅に改善したことを前回報告した。このピンニングセンター導入手法が Ga 添加した Y123 バルクに対しても有効であるかを確認する目的で、Ga 添加 Y123 バルクに対し電子線照射を行った。この実験に用いた試料は Fig. 1 とは異なるものである。試料の c -growth 領域の J_c の磁場依存性を Fig. 2 に示す。電子線を照射したことにより主に低磁場下での J_c が大幅に改善し、40 K、0-2 T において $\sim 7 \times 10^5$ A cm⁻² の高

い J_c を記録した。今後、さらに照射電子線量を増加することにより、電子線による照射欠陥の導入限界を探り、Y123 バルクの低温における点欠陥的なピンニングセンター導入手法の指針としたい。

参考文献

- [1] Y. Ishii *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **19** (2009) 3487-3490.
 [2] Y. Ishii *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **89** (2006) 202513.
 [3] S. Yamaki *et al.*, *Abstracts of CSSJ Conference* **88** (2013) p.194.

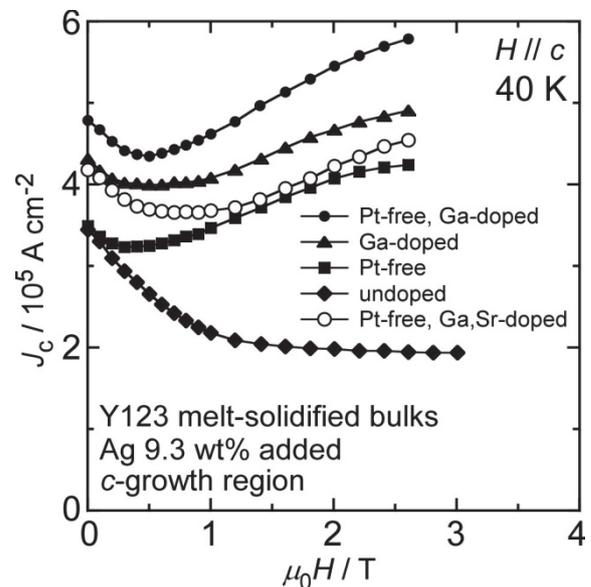


Fig. 1 Magnetic field dependence of J_c at 40 K for Y123 bulks.

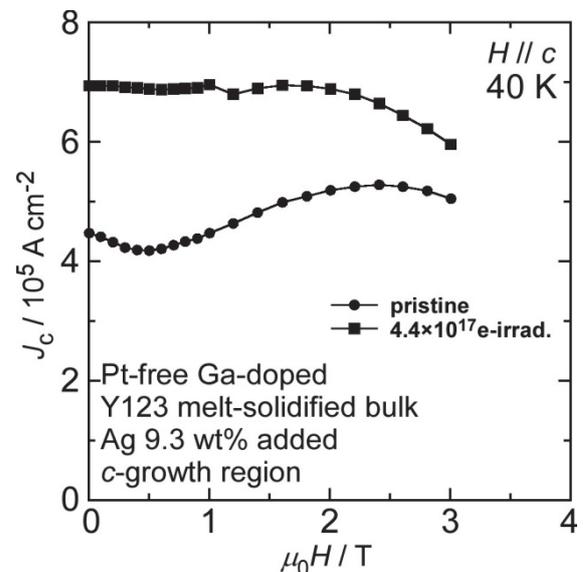


Fig. 2 Enhancement of J_c by electron irradiation of a Ga-doped and Pt-free Y123 melt-solidified bulk.

リング状バルク超電導体における空間磁場分布評価 Evaluation of the Trapped Field Distribution in Ring-shaped Superconducting Bulk Annuli

福本 祐介, 石原 篤, 富田 優(鉄道総研); 関野 正樹, 大崎 博之(東大)
 FUKUMOTO Yusuke, ISHIHARA Atsushi, TOMITA Masaru (RTRI);
 SEKINO Masaki, OHSAKI Hiroyuki (Univ. of Tokyo)
 E-mail: yfuku@rtri.or.jp

1. はじめに

高温超電導バルク体は、それ自体が超電導の結晶であるため、高磁場中でも高電流密度、制御不要で安定した磁気浮上、コンパクトで強磁場発生といった特徴がある。そのため、超電導バルク材でマグネットを構成することで、NMRやMRIの小型化が期待できる。本研究では、コンパクトNMRの実現に向けて、リング状に加工した高温超電導バルク体を用いてマグネットを構成し、その磁場特性について評価を行った。

2. 実験方法

リング状に加工した超電導バルク体の形状を Table.1、外観を Fig.1 に示す。機械強度および熱安定性を向上させるため、金属リング補強ならびに樹脂含浸補強を施している。これらのリング状バルク超電導体の積層数を変えマグネットを構成し、磁場中冷却で着磁したのち、ボア内の磁場分布についてホール素子を捜査し測定した。

3. 結果

Fig.2 にリング状バルク超電導体を 2 個積層した場合の磁場分布特性を示す。外部磁場を 1T および 2T とし着磁した。外部磁場が 2T の場合は中心部にて約 1.2T の補足磁場であり、外部磁場が 1T の場合は約 1.0T の補足磁場を得ることができた。また、磁場均一度について比較を行い、外部磁場が低い方が磁場均一度は高いことが分かった。磁場均一度は、積層数を増やすことで向上することが報告されているが¹⁾、外部磁場を最大補足磁場よりも低く設定することでも向上することが分かった。

謝辞

本研究は、JSPS 科研費 24300185 の助成を受けて実施した。

参考文献

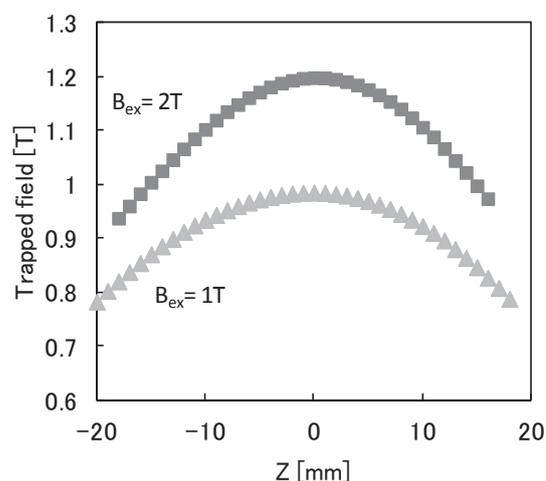
1. M. Tomita, et al.: Abstracts of CSJ Conference **86** (2013) 106.

Table.1 Specification of bulk superconductor annuli

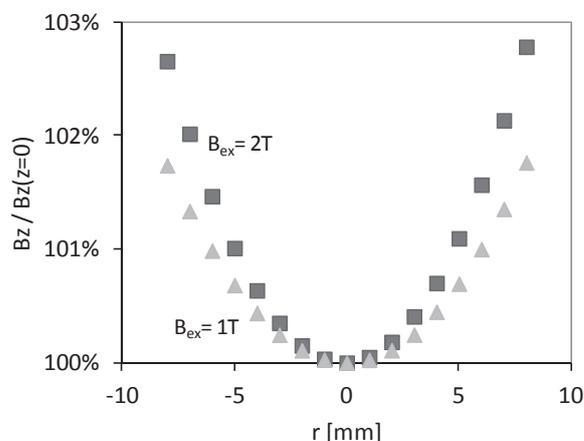
Inner diameter (Expect resign layer)	47 mm (48 mm)
Outer diameter (Expect resign layer)	87 mm (80 mm)
Height (Expect resign layer)	22 mm (20 mm)



Fig.1 Bulk superconductor annuli



(a) Trapped field of 2 layer bulk superconductor annuli



(b) Standardized trapped field of 2 layer bulk superconductor

Fig.2 Trapped field of 2 Layer bulk superconductor annuli

円筒形超電導バルク体を対象とした磁場中冷却の着磁シミュレーション

Numerical simulation of field cooled magnetization for cylindrical superconducting bulks

松田 和也(日立)

MATSUDA Kazuya (Hitachi, Ltd.)

E-mail: kazuya.matsuda.wy@hitachi.com

1. はじめに

近年、小域空間に高い磁束密度を発生できる高温超電導バルク磁石(以下、バルク磁石と記す)を使用し、磁性幹細胞の非侵襲誘導[1]や小型 NMR/MRI[2]などでの応用を目的とした開発が盛んに行われている。筆者らはこれまでに、磁性幹細胞の誘導用途として、手のひらサイズの超小型バルク磁石を開発した[3]。

バルク磁石の磁場設計のためには、着磁により高温超電導バルク体(以下、バルク体と記す)に流れる遮蔽電流を求める必要がある。超小型バルク磁石の磁場設計においては、円柱形のバルク体に対し、臨界電流密度を一定とする Bean model を用い、かつ軸方向の電流分布は一定と仮定し着磁シミュレーションを行った。その結果、バルク体の周りに生じる磁場は、磁場中冷却着磁(FCM)した実験結果をよく再現することを確認した。しかし、実際にはバルク体全体に電流が流れた完全着磁とならない限り、電流分布は軸方向で一定にはならず、バルク体中央に比べて軸方向の上端/下端側で電流が多く流れる分布を持つ。このため、バルク体が円筒形の場合は、軸方向に一定な電流分布を仮定すると円筒内部の磁場分布が再現できない問題があった。よって本報告では、軸方向の電流分布を考慮した着磁シミュレーションを行い、円筒形バルク体に生じる磁場について、実験と比較した。

2. 解析方法

本研究では、着磁方法として同じ FCM を対象としている Takashima らの方法[4]によりシミュレーションを行った。基礎式は、次式の Maxwell の方程式である。

$$\text{rot}\mathbf{E} = -\frac{\partial\mathbf{B}}{\partial t} \quad \cdots(1)$$

$$\text{rot}\mathbf{B} = \mathbf{A} = \mu_0\mathbf{J} \quad \cdots(2)$$

$$\text{div}\mathbf{B} = 0 \quad \cdots(3)$$

ここで、 \mathbf{A} , \mathbf{B} , \mathbf{E} , \mathbf{J} , μ_0 はそれぞれ磁気ベクトルポテンシャル、磁束密度、電界、電流密度、真空の透磁率を示す。解析は、円筒座標系で軸対称とした。まず、バルク体を微小要素に分割し、各要素について着磁磁場の消磁による誘導電流を磁気ベクトルポテンシャルから求める。次に、誘導電流により生じる磁束を全要素で重ね合わせ、バルク体全体の磁場分布を求めた。バルク体の臨界電流密度 J_c は、Bean model を仮定して、円柱形 Gd-Ba-Cu-O バルク体を 46 K に冷却し FCM を行った実験結果より求めた、 $8.0 \times 10^8 \text{ A/m}^2$ を用い一定とした。計算ソフトは、Wolfram Research 社製の Mathematica 8.0 を用いた。

3. 結果と考察

外径 60 mm, 内径 35 mm, 厚さ 60 mm の円筒形バルク体の軸方向に着磁磁場 B_{ex} を印加し、FCM したときの遮蔽電流分布の計算結果を Fig.1 に示す。着磁磁場 $B_{ex} = 3.5 \text{ T}$ と 5.0 T のどちらの場合も、円筒の上端および下端で中央部より内周側まで電流が流れる軸方向の分布をシミュレーションすることができた。

Fig.1 の電流分布でのバルク体中心位置($R=0$)における磁場分布を実験結果と合わせて Fig.2 に示す。実験は、励磁した超電導マグネットに、外径 60 mm, 内径 35 mm, 厚さ 20 mm の Gd-Ba-Cu-O バルク体を 3 層積層したバルク磁石を挿入

後、バルク体を約 43 K に冷却し FCM を行った。Fig.2 より、実験で得られた磁場分布は、円筒形バルク体の内部ではほぼ着磁磁場に近い一定の分布となっている。また、シミュレーション結果は、円筒バルク体の内部の分布と外部の磁場低下傾向を良好に再現できた。

参考文献

- Goki Kamei, et al.: Am. J. Sports Med. ,Vol.41(2013) pp.1255-64.
Vol. 47 (2012) 430-435(in Japanese)
- T. Nakamura, et al.: TEION KOGAKU, Vol. 46 (2011) 139-148(in Japanese)
- N. Saho, K. Matsuda, N. Nishijima: TEION KOGAKU Vol. 47 (2012) 430-435(in Japanese)
- H. Takashima, M. Tsuchimoto, T. Onishi: Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 40 (2001) pp.3171-3175

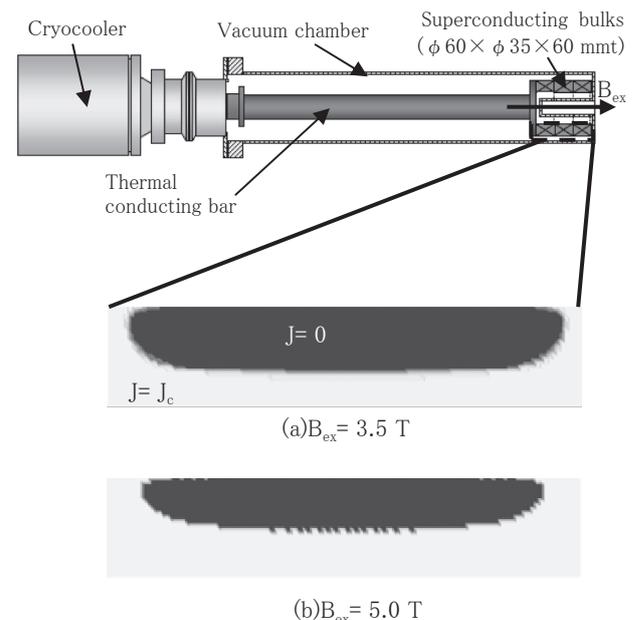


Fig.1 Calculated results of shielding current distributions of superconducting bulks

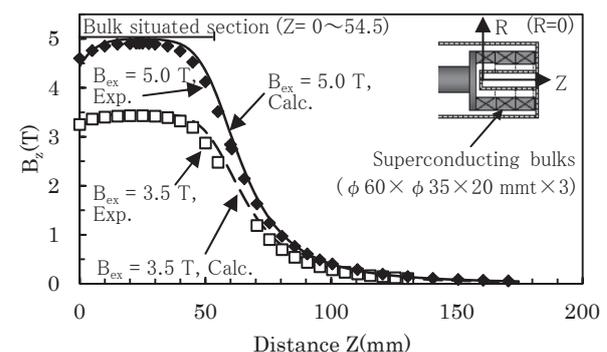


Fig.2 Calculated and measured results of trapped magnetic field distributions on superconducting bulks after FCM process

MgB₂ 超電導バルク磁石の開発と応用検討

Research and Application Consideration of MgB₂ Superconducting Bulk Magnets

富田 優, 石原 篤, 赤坂 友幸(鉄道総研); 山本 明保(東大, JST さきがけ); 杉野 翔, 岸尾 光二(東大)
 TOMITA Masaru, ISHIHARA Atsushi, AKASAKA Tomoyuki (Railway Technical Research Institute);
 YAMAMOTO Akiyasu (The Univ. of Tokyo, JST-PRESTO); SUGINO Sho, KISHIO Kohji (The University of Tokyo)
 E-mail:tomita@rtri.or.jp

1. はじめに

冷凍機冷却による 5-30 K で応用可能な超電導バルク磁石として MgB₂ バルク体を検討した。金属系超電導体としては最高の転移温度 T_c (40 K) を持つ MgB₂[1] は、超電導コヒーレンス長が長く電磁的異方性が低いことから、無配向の多結晶体においても 10^5 A/cm² 以上の比較的高い臨界電流密度 J_c を持つ巨視的超電導電流が得られる[2]。この結晶粒間における弱結合の不在は、多結晶試料全体にわたっての均一な超電導電流分布を可能とする[3]。また、MgB₂ バルク体はマグネシウムとホウ素の混合粉末に熱処理を施す *in-situ* 法などにより比較的容易に、かつ低コストで作製可能である。

MgB₂ は線材化研究が積極的に行われているが、弱結合フリーに由来する特徴は RE 系溶融凝固バルクで研究が進んでいる超電導バルク磁石としても最適である。最近我々はクラックの無い均一な組織を持つ MgB₂ バルク体を作製する技術を開発し[4]、捕捉磁場の温度依存性[5]、バルク径依存性[6]、空間分布[7]、時間安定性[8]、熱処理条件[9]などの基礎物性の解明を進めている。

本研究では MgB₂ バルク体の超電導バルク磁石を作製し、その応用について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

Mg と B の混合粉末を 10-100 mm ϕ 、厚さ 10 mm の円盤状に成型し、Ar 雰囲気下で 850°C、3 h の熱処理を行い、MgB₂ バルク体を得た。得られたバルク体試料をヘリウム冷凍機で 5-15 K まで冷却し、超電導マグネットを用いて磁場下冷却 (FC) 条件により最大 8 T の磁場下で着磁を行い、捕捉磁場特性の評価を行った。また、MgB₂ バルク体表面について SEM による微細組織の観察を行い、さらにバルク体から切り出した試料片に対して SQUID 磁束計により磁化特性を評価した。

3. 結果と考察

MgB₂ バルク体の作製

作製した MgB₂ バルク体試料は、いずれも表面にマクロスケールのクラック、ポイド等はみられず均一な組織を有することが分かった。バルク体から切り出した小片試料を用い、バルク体内の位置依存性を調べたところ、 T_c (>38 K)、 J_c ($\sim 2.5 \times 10^5$ A/cm²) とともに典型的な MgB₂ 線材と同等であり、また位置による差はほとんどなく、均一な試料が得られていることが分かった。この結果は、MgB₂ バルク体では組織、超伝導特性の均一性を維持したままバルク体サイズのスケールアップが図れることを示唆しており、現在のところ、最大で直径 100 mm ϕ 、厚さ 10 mm の MgB₂ バルク体を得られている。

MgB₂ 超電導バルク磁石の捕捉磁場特性

直径 10-60 mm ϕ 、厚さ 10 mm のバルク体試料を用いて、表面捕捉磁場のサイズ依存性を評価したところ、20 K においては、30 mm ϕ までのバルク体試料において捕捉磁場の単調な増加がみられたが、40 mm ϕ を超えるバルク体試料において捕捉磁場の増加にやや飽和がみられ、直径 60 mm ϕ の試料では 2.2 T を超える捕捉磁場が得られた。2 つのバルクを対向させた試料では、中心の位置において測定した捕捉磁場は 30 mm ϕ の試料で 11 K において 4 T を超える捕捉磁場が得られた。また 20 K での周方向の捕捉磁場は円形度 99.6% を超える優れた均一性を示すことが明らかになった。さらに 20 K における捕捉磁場の減衰率は 3 日間で 2% 以下であり、保持温度を 1 K 下げれば減衰率は 1 週間で 0.01% 以下であり、優れた磁場安定性を示すことが明らかになった。

4. 結論

MgB₂ バルク体を作製し、超電導バルク磁石としての素質を検討したところ、高い磁場強度、優れた磁場均一性、磁場安定性などの“高品質”な磁場特性を有していることが明らかになり、テスラ級の超電導バルク磁石候補として有望であるといえる。すなわち、40 K 以下で動作可能な磁石として、輸送・医療等への応用が期待でき、とくに、高い磁場均一性が求められる MRI、NMR 等の計測機器への応用に適すると考えられる。

5. 謝辞

本研究はJSPS科学研究費補助金(23246110)ならびにJST さきがけの助成を受けて実施したものである。

参考文献

- [1] J. Nagamatsu *et al.*, *Nature* **410**, 63 (2001).
- [2] D. C. Larbalestier *et al.*, *Nature* **410**, 186 (2001).
- [3] 山本明保 ほか, 応用物理 **79**, 48 (2010).
- [4] 例えば, A. Yamamoto *et al.*, ISS2010 BLP-26 (2010).
- [5] 例えば, 富田優 ほか, 第 86 回低温工学・超電導学会 p.138 (2012).
- [6] 例えば, A. Yamamoto *et al.*, 2012 MRS Spring Meeting & Exhibit, I14-6 (2012).
- [7] 例えば, 富田優 ほか, 第 85 回低温工学・超電導学会 p.135 (2011).
- [8] 例えば, 山本明保 ほか, 第 86 回低温工学・超電導学会 p.139 (2012).
- [9] 例えば, 富田優 ほか, 第 86 回低温工学・超電導学会 p.163 (2012).

粒径制御による MgB₂ バルク磁石の高捕捉磁場化

Improvement of field trapping properties of MgB₂ bulk magnets by controlling grain size

杉野 翔 (東大); 山本 明保 (東大, JST さきがけ); 下山 淳一, 岸尾 光二 (東大);
石原 篤, 赤坂 友幸, 富田 優 (鉄道総研)

SUGINO Sho (The University of Tokyo); YAMAMOTO Akiyasu (The University of Tokyo, JST-PRESTO);
SHIMOYAMA Jun-ichi, KISHIO Kohji (The University of Tokyo);

ISHIHARA Atsushi, AKASAKA Tomoyuki, TOMITA Masaru (Railway Technical Research Institute)

E-mail: 6199551401@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

金属系超伝導体として最高の転移温度 T_c (~40 K) [1]を持つ MgB₂ は、超伝導コヒーレンス長が長く電磁的異性が小さい。このため無配向の多結晶体においても 10^5 A/cm² 以上の高い臨界電流密度 (J_c) が得られるのが特徴である [2]。また、MgB₂ バルク体はマグネシウムとホウ素の混合粉末を熱処理により反応させる *in-situ* 法などによって比較的容易に、かつ低コストで作製可能である。

弱結合フリーに由来する MgB₂ の特徴は超伝導バルク磁石としても最適であると考えられ、冷凍機冷却による 5-30 K で応用可能な超伝導バルク磁石として MgB₂ バルク体が期待されている。

MgB₂ バルク磁石の捕捉磁場向上の指針として、バルク磁石の高 J_c 化がある。本研究では、結晶粒径の微細化によって、有効なピンニングセンターの 1 つと考えられている結晶粒界面の面積を増加させ、バルク磁石の高捕捉磁場化を狙った。具体的には、まず小片試料を用いて *in-situ* 法 MgB₂ バルクの J_c 向上に最適なボールミルによる大気中での粒径制御の条件を把握し、それをもとに直径 30 mm ϕ のバルク体を作製し、捕捉磁場特性を評価した。

2. 実験方法

小片試料の作製は Powder-in-Closed-Tube 法により行った。遊星式ボールミル条件を 0-600rpm, 1 h として Mg と B の原料粉末を粉碎・混合した。なお、0rpm の試料は瑪瑙乳鉢で混合したものである。この混合粉末を SUS 管に充填した後、一軸プレスを施し真空石英封管中で 850°C, 3 h の熱処理を行った。得られた試料に対して、粉末 X 線回折による相同定、SQUID 磁束計による磁化測定、交流四端子法による電気抵抗率と不可逆磁場の評価、FE-SEM による微細組織観察を行った。大型の MgB₂ バルク体は、小片試料で最適化した条件で作製した原料粉末を直径 30 mm ϕ , 厚さ 10 mm の円柱状に成型後、Ar 雰囲気下 850°C, 3 h の熱処理を行うことで作製した。得られた MgB₂ バルク体は、GM 冷凍機を用いて超伝導マグネットによる外部磁場のもと磁場中冷却 (FC) により着磁し、外部磁場をゼロとした後にバルク体が捕捉した磁場を表面中心に配置したホール素子を用いて測定した。

3. 結果と考察

まず、最適なボールミル条件の検討のため小片試料を用いて予察的な検討を行った。微細組織観察により 0rpm の試料で存在していた 10 μ m 以上の凝集粒が 200rpm 以上で消失し、特に 300rpm 以上の試料において MgB₂ の粒径は ~1 μ m に減少した。また、ボールミル回転数の増加とともに 10 μ m 以上の粗大な空隙の数が減少し、均一な微細組織となった。Fig. 1 に *in-situ* 法 MgB₂ 小片試料の 20 K における J_c の磁場依存性を示す。ボールミル回転数の増加とともに J_c の向上がみられ、300rpm ボールミル試料が最も高い J_c を示した。MgB₂ 粒の微細化による結晶粒界面面積の増大、及びボールミルメデ

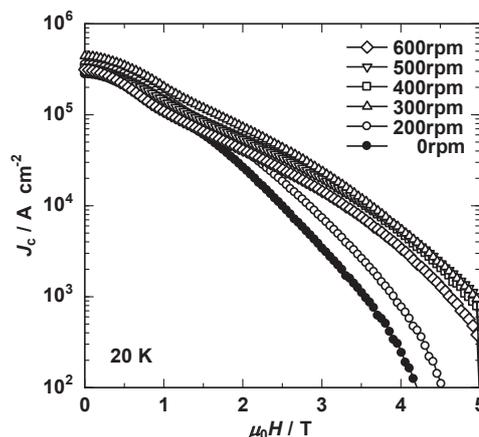


Fig. 1 Magnetic field dependence of J_c at 20 K for MgB₂ bulks synthesized from ball-milled powder.

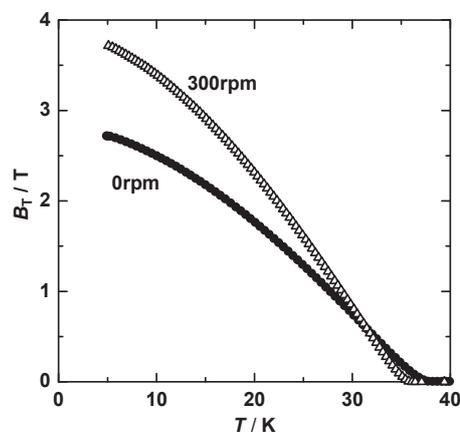


Fig. 2 Temperature dependence of trapped field measured for MgB₂ bulk samples with 30 mm in diameter.

イア容器由来の炭素置換が J_c 向上に寄与したと考えられる。

次に、小型試料で得られた知見を元に大型 MgB₂ バルク体を作製した。Fig. 2 に 0rpm, 300rpm ボールミル原料粉末から作製した MgB₂ バルク磁石の着磁後の捕捉磁場の温度依存性を示す。300rpm ボールミル原料粉末から作製した MgB₂ バルク磁石は、大気圧下で作製したものとしては最高の表面捕捉磁場 3.72 T を 5 K において記録した。

参考文献

- [1] J. Nagamatsu *et al.*, *Nature* **410** (2001) 63.
- [2] D. C. Larbalestier *et al.*, *Nature* **410** (2001) 186.

HIP 法で作製した Ti ドープ MgB₂ 超電導バルクの微細組織観察

Microstructure analysis of the Ti doped MgB₂ superconducting bulk magnets fabricated by HIP method

吉田 卓史, 内藤 智之, 藤代 博之 (岩手大)

YOSHIDA Takafumi, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.);

E-mail: t2213027@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

MgB₂ は、金属間化合物の中で最も高い超電導転移温度 $T_c=39\text{K}$ を持つ。RE-Ba-Cu-O 系 (RE:希土類元素) と比べるとコヒーレンス長が長い弱結合の問題がない。そのため、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[1]。前回の報告で我々は高圧合成法の HIP 法を用い、不純物として Ti をドープした高密度 MgB₂ 超電導体バルクを作製し、バルク単体表面で 3.6 T、二枚重ねたバルクの中心で 4.6 T の捕捉磁場値を実現したが、捕捉磁場は Ti ドープ量にほとんど依存しなかった[2]。そこで今回は、ピン止めの強化における Ti ドープの効果明らかにするために各バルクの臨界電流密度 J_c を比較評価し、さらにバルク中の元素分布を EPMA(Electron Probe Micro Analysis)を用いて調べた。

2. 実験方法

バルクは Mg と B、Ti の混合粉 (モル比 Mg:B:Ti = 0.8-0.95 : 2 : 0.05-0.2) を等方加圧成型したものを前駆体とした。前駆体を真空中で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 処理を行った[2]。印加圧力は 98 MPa であった。試料の直径は約 24-65 mm、厚さは約 7-20 mm であった。

伝導冷却型超電導マグネットを用いて 5-10 T の磁場中でバルクを冷却して磁場を捕捉させ、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。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。微細組織観察は EPMA を用いて行った。

3. 結果と考察

Fig.1 に各バルクの臨界電流密度 J_c の温度依存性を示す。ノンドープ試料と比べ、Ti ドープ試料は高磁場領域において大きく値が向上したことが分かる。この結果より、Ti ドープが磁束ピンニングに効果的に作用することが分かった。また、ドープ量の違いによる大きな差は見られなかったことから、捕捉磁場が同程度であるという結果と一致する。

Fig.2 に EPMA を用いて観察した各試料の二次電子像を示す。図に示す白い部分は Ti 含有物であり、ドープ量の増加に伴い Ti 含有物が増加していることが分かった。捕捉磁場や臨界電流密度 J_c がドープ量に依存せず同程度であるという結果との関係について、EPMA によるバルク中の元素分布の

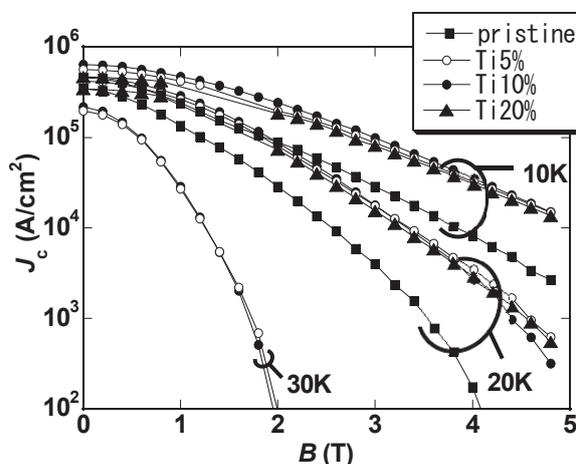


Fig.1 Magnetic field dependence of the critical current density J_c at various temperatures for the pristine and Ti doped MgB₂ bulks.

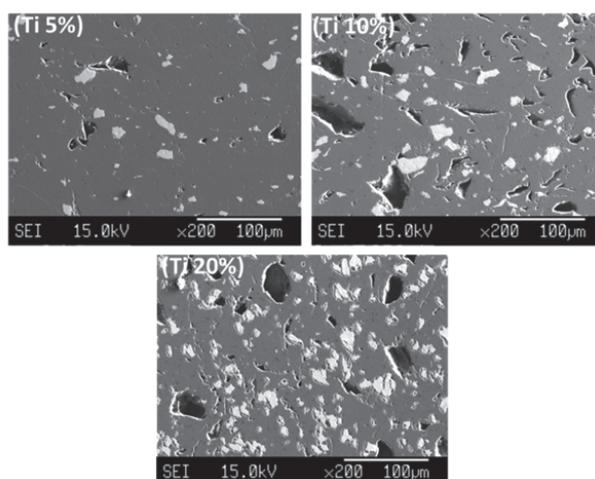


Fig.2 secondary electron images of Ti doped MgB₂ bulks.

結果などを併せて、Tiドープ効果、ドープ量依存性について議論する予定である。

謝辞

本研究の一部は、JSTのA-STEP(No. AS232Z02579B)および日立金属・材料科学財団の援助を受けて実施した。また、HIP法によるMgB₂バルク作製に関しては新日鉄住金(株)にご協力頂いた。

参考文献

- [1] 例えば、T. Naito *et al.* : Supercond. Sci. Technol. **25** (2012) 095012
- [2] 吉田, 他 : 低温工学・超電導学会講演概要集 **88** (2013) 1D-p09

BaFe₂(As,P)₂ 多結晶バルク体の作製と微細組織 Synthesis and microstructure of BaFe₂(As,P)₂ polycrystalline bulks

辻岳 千里 (東大); 山本 明保 (東大, JST さきがけ); 林 雄二郎, 荻野 拓, 下山 淳一, 岸尾 光二 (東大)
TSUJITAKE Senri (The University of Tokyo); YAMAMOTO Akiyasu (The University of Tokyo, JST-PRESTO);
HAYASHI Yujiro, OGINO Hiraku, SHIMOYAMA Jun-ichi, KISHIO Kohji (The University of Tokyo)
E-mail: 5573307700@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

2008年に発見された鉄系超伝導体^[1]は、高い T_c と H_{c2} を持ち、その一種である $ABFe_2As_2$ [122系] は化学的に比較的安定で電磁的異方性が小さく^[2]、母物質中の全元素が置換可能な化学組成に柔軟な系である。また、置換元素ごとに超伝導発現機構が異なることも大きな特徴である。As サイトに P を置換した $BaFe_2(As,P)_2$ はキャリアの導入によらない化学的圧力効果によって超伝導を発現し、薄膜において 10^7 A/cm² を上回る極めて高い J_c ^[2,3] を持つことが報告されている。一方、鉄系超伝導体の多結晶体では不純物やクラックなどの構造欠陥によって、結晶粒内を流れる臨界電流密度 (J_c^{local}) と比較して試料全体を流れる臨界電流密度 (J_c^{global}) が大きく低下することが知られている^[4] ため、高純度多結晶試料を用いた J_c^{global} 改善指針の確立が課題となっている。本研究では $BaFe_2(As,P)_2$ 多結晶体を研究対象とし、熱処理条件および P ドープ量を変えて作製した高純度多結晶バルク体試料について、磁化特性、電流輸送特性及び微細組織の評価を行った。

2. 実験方法

Ar 雰囲気グローブボックス内で単体 Ba, Fe, As, P を仕込組成 $BaFe_2(As_{1-x}P_x)_2$ ($x = 0.25 \sim 0.5$) となるように秤量し、遊星式ボールミル装置を用いて粉碎・混合を行った。混合した原料粉末はペレット成型、石英管に真空封入後、600~1100°C、48 h の条件で焼成を行った。作製した試料は粉末 X 線回折による構成相の同定および格子定数の算出、SQUID 磁束計による磁化測定、交流四端子法による電気抵抗率測定、SEM, EDX によって微細組織観察と構成相の分布の評価を行った。

3. 結果と考察

Fig. 1 に 900°C で作製した P ドープ量の系統的に異なる試料の反射電子像を示す。図中で薄い灰色が 122、濃い灰色が Fe₂P、黒色が空隙を表している。いずれの試料においても 122 が主相であり、欠陥として空隙と不純物の Fe₂P がみられた。また、122 結晶粒は 1 μm 以下に微細化されていることが分かる。25%~45% ドープ試料では粒同士が密接に結合した組織がみられたが 50% ドープ試料ではクラックの生成と、122 粒および不純物の粗大化がみられた。

Fig. 2(a) に電気抵抗率から求めた T_c^{onset} の P ドープ量依存性を示す。 T_c^{onset} は 35%~40% ドープ試料において 30 K であり、単結晶における 31 K^[5] に近い値を示した。Fig. 2(b) に残留磁化法から求めた 5 K におけるピーク磁場 H_{p1} の P ドープ量依存性を示す。 H_{p1} は結晶粒間を流れる輸送臨界電流に由来するピーク磁場であり、40% ドープ試料で最適値を示した。この原因として、高濃度 P ドープ試料では不純物である Fe₂P の粗大化やクラックの発生が電流パスを阻害していることが考えられる。 H_{p1} から拡張 Bean モデルを用いて求めた 40% ドープ試料の J_c^{global} は 4×10^3 A/cm² であった。これらの結果は $BaFe_2(As_{1-x}P_x)_2$ 系においては相・組織形成が P ドープ量に強く依存し、多結晶体における輸送臨界電流特性に影響を及ぼしていることを示唆するものである。

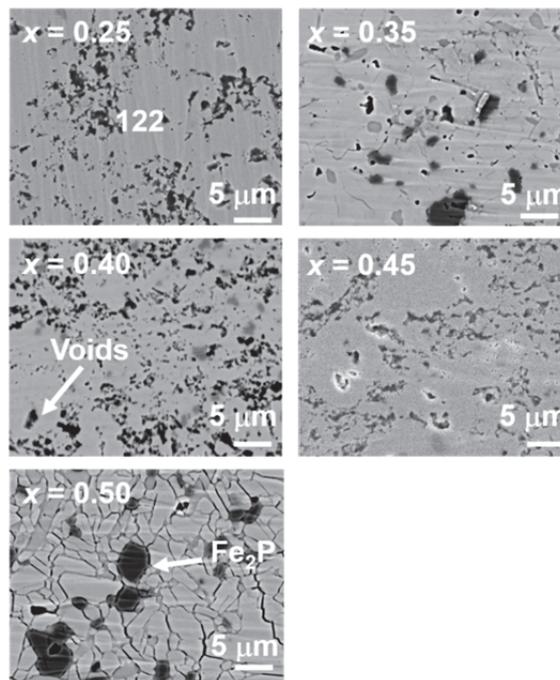


Fig.1 Backscattered electron images for $BaFe(As_{1-x}P_x)_2$ ($x = 0.25, 0.35, 0.4, 0.45$ and 0.5) bulks sintered at 900°C for 48 h.

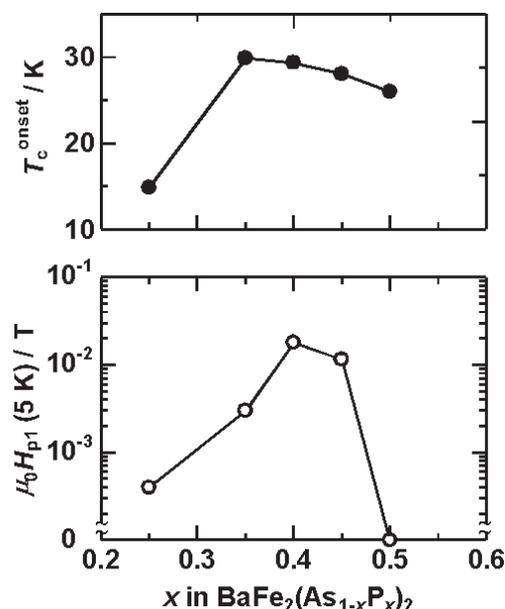


Fig.2 Phosphorus doping level dependence of (a) T_c^{onset} , (b) H_{p1} . H_{p1} originates in intergranular bulk-scale current.

参考文献

- [1] Y. Kamihara *et al.*: *JACS* **130** (2008) 3296.
- [2] M. Miura *et al.*: *App. Phys. Express* **6** (2013) 093101.
- [3] A. Sakagami *et al.*: *Physica C* **494** (2013) 181–184.
- [4] A. Yamamoto *et al.*: *SuST* **21** (2008) 095008.
- [5] S. Kasahara *et al.*: *Phys. Rev. B* **81** (2010) 184519.

鉄系超伝導体 $\text{SmFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$ の臨界電流密度と磁場侵入長

Critical current density and magnetic flux density distribution of iron-based superconductors

 $\text{SmFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$

飯原 潤, 庄司 浩一郎, 二瓶 卓也, 的場 正憲, 神原 陽一 (慶大); 海住 英生, 西井 準治 (北大)

Iihara Jun, Syoji Koichiro, Nihei Takuya, Matoba Masanori, Kamihara Yoichi (Keio Univ.); Kaiju Hideo, Junji Nishii (Hokkaido Univ.)

1. 研究背景と目的

Sm1111 多結晶に含まれる数十 μm 程度の微小な単結晶同士の接合面間臨界電流密度($J_{c \text{ inter}}$)の直接観察は困難であるが, その測定の技術確立を目的とし, 本講演では様々なアプローチで関連する“ J_c ”と磁場侵入長を報告する

2. 実験方法

多結晶試料は固相反応で作製した. $\text{SmFeAsO}_{0.918}\text{F}_{0.082}$ は反応性固相バインダー(RSB)法で作製した[1]. 拡張 Bean モデルを用いて磁化測定により求まる臨界電流密度(Magnetic J_c)の測定を Sm1111, に対して行った. SQUID 顕微鏡を用いて Sm1111 の磁束密度分布を直接観察した.

3. 結果および考察

Fig.1 は Sm1111 系の magnetic J_c を示す. 反応性固相バインダー(RSB)法で作製した $\text{SmFeAsO}_{0.918}\text{F}_{0.082}$ が最も大きい Magnetic J_c を示した. Fig.2 は $\text{SmFeAsO}_{0.925}\text{F}_{0.075}$ の $T = 4 \text{ K}$ における外部磁場磁束密度分布を示す. 試料内部の磁束密度は試料外部の磁束密度に比べ低い. すなわち, 反磁性を示

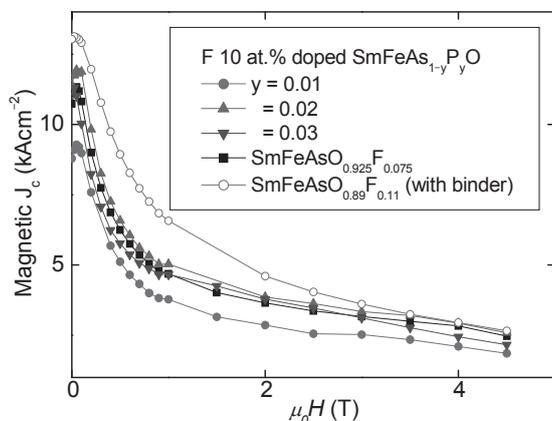


Fig. 1 Magnetic J_c versus magnetic flux ($\mu_0 H$) for several Sm-1111.

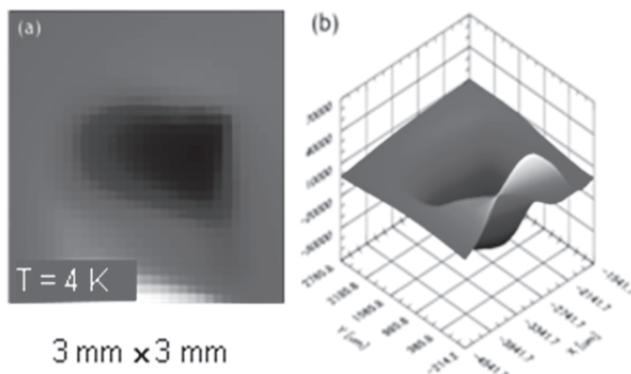


Fig. 2 Magnetic flux distribution for polycrystalline $\text{SmFeAsO}_{0.925}\text{F}_{0.075}$ at $T = 4 \text{ K}$ under $H = 1 \text{ Oe}$.

しており, 磁化測定の結果と矛盾しない. 試料の中心は表面に比べ, 磁束密度はより低い値を示した. 観測された磁束密度の試料位置依存性から求めたランダウの磁場侵入長(λ)は数百 μm 程度の値となったが, この値は単結晶で測定される値に比べて 10^3 倍程度大きい値であり, これは固有(Intrinsic)な値ではなく, 単結晶と単結晶の間に生じる粒界に磁束が侵入した影響を受けたためである.

4. まとめ

5 K における magnetic J_c は $\text{SmFeAsO}_{0.918}\text{F}_{0.082}$ が $\sim 13 \text{ kA cm}^{-2}$ であった. 多結晶試料の磁場侵入長を London の理論[2]を仮定し, 算出すると単結晶等で報告される Intrinsic な値[3]に比べ数桁大きい値を示した.

参考文献

1. M. Fujioka, *et al.*: Applied Physics Express, Vol. 4 (2011) p.063102
2. F. London and H. London: The electromagnetic Equations of the Superconductor, Vol. 149 (1935) p.71.
3. L. Malone, *et al.*: Physical Review B, Vol. 79 (2009) p.140501.

Cu-Zn 母材内部拡散法 Nb₃Sn 線材の作製Internal diffusion processed Nb₃Sn wires using Cu-Zn matrix

太刀川 恭治, 伴野 信哉 (NIMS); 宮本泰男 (東海大)

TACHIKAWA Kyoji, BANNO Nobuya (NIMS); MIYAMOTO Yasuo (Tokai Univ.)

E-mail: tacsuper@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

1. はじめに

線材の機械的特性の改善を最終目的として、Cu の代わりに Cu-Zn 合金を母材とした内部拡散法 Nb₃Sn 線材の作製について研究した。同様な目的で Cu-Sn-Zn ブロンズを用いた線材について、2012 年秋季及び 2013 年秋季の本学会で発表され研究が進められている。これに対し、内部拡散法は線引き加工が容易になるとともに Sn や Zn 量を増大出来るが、Sn 拡散の前段熱処理が必要になる。ここでは予備的な研究として、母材中の Sn, Zn 及び Ti の拡散挙動について研究を行なった。

2. 実験方法

15mm Φ の Cu-15wt%Zn 合金棒の中心に 5mm Φ の Sn-2wt%Ti 芯を置き、その周囲に 8 本の 2mm Φ Nb 芯を配した複合体を、無焼鈍で 1mm Φ に加工した (5Φ Sn 線)。比較のため、Cu を母材とした線 (5Φ Cu 線)、及び Cu-15Zn 母材で 4mm Φ の Sn-Ti 芯を用いた線 (4Φ Sn 線) を同様に作製した。Cu-Zn 合金の硬さは Nb に近く、Nb 芯との複合加工性は純 Cu 母材より良好であった。これらの線材は 1 気圧の Ar 中で熱処理を行なった。次いで断面を EPMA 分析して熱処理における母材の組織変化を調べた。

3. 実験結果

Fig.1 に 550°Cx50h の前段熱処理を行なった 5Φ Sn 線断面の Cu の EPMA mapping を示した。図の④は 20% Sn と 12%Zn を含む様な拡散層で、Ti は中央の⑤に存在する。熱処理温度が上がると Ti は細かい化合物として分散し、Sn と共に外周部に拡散し Nb 芯の周りに集積する。5Φ Cu 線では主に④相の周りにポイドが生成するが、母材に Zn が含まれると減少する。これは母材中の Zn の拡散が速いことによると考えられる。

Fig.2 に 725°Cx200h 熱処理後の 5Φ Sn 線断面の線分析図を示したが、Nb 芯に極めて厚い Nb₃Sn 層が生成される。その Sn と Ti 量はそれぞれ 25wt% と 1wt% 程度で、Zn は検出されない。Ti は Sn サイトに入ると考えられる。Nb 芯の外側は内側より Nb₃Sn 層が若干薄く、Sn の廻りこみが不十分なことを示す。この傾向は 5Φ Cu 線の方が 5Φ Sn 線より著しく、母材に Zn を含むと Sn の拡散が進むことを示唆している。残留マトリックスには 5wt% 程度の Sn が残留し、また 5Φ Sn 及び 4Φ Sn 線材では、約

14wt% の Zn が一様に存在する。なお、4 端子抵抗法により測定した 5Φ Sn 及び 5Φ Cu 線の T_λ(中点)は 17.5K で、大きいブロンズ比による歪効果と Sn+Ti 量がやや多いことにより少し低下したと考えられる。また、Nb₃Sn 層の SEM 組織は均一で等方的な微細結晶から成っている。

4. 結語

Cu-Zn 合金は Cu より Nb 芯との複合加工性を改善し、熱処理によるポイドの発生を抑制し、また Sn の拡散を円滑にする等の効果が見られた。マトリックスへの Zn 残留の機械的特性への影響は今後の課題であるが、Cu-Zn 合金が Nb₃Sn 線材の新しい母材とした有望なことが明らかにされた。終わりに、Cu-15Zn 棒をご提供いただいた(株)大木伸銅所殿、並びに Sn-2Ti 棒をご提供いただいた(株)大阪合金工業所殿に謝意を表します。

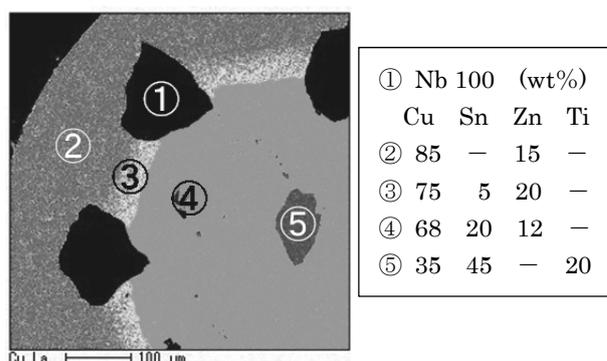


Fig. 1 EPMA mapping of Cu on the cross-section of 5Φ Sn wire reacted at 550°C for 50h.

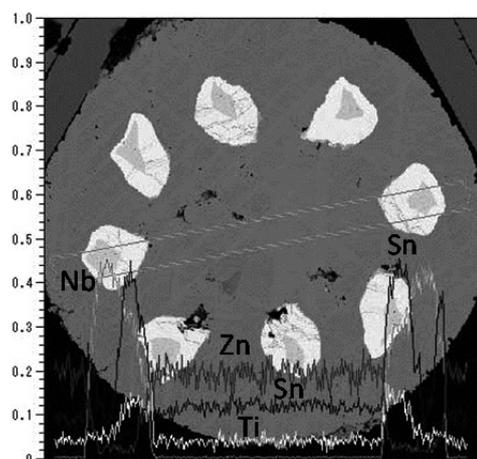


Fig. 2 EPMA line scanning on the cross-section of 5Φ Sn wire reacted at 725°C for 200h (1 mm Φ).

100kA 級アルミニウム合金被覆 Nb₃Sn 導体から取り出したサブケーブルの臨界電流測定

Critical current measurements of sub-cables extracted from the 100-kA-class aluminum-alloy-jacketed Nb₃Sn conductor

高畑 一也, 田村 仁, 三戸 利行, 今川 信作, 相良 明男 (NIFS)

TAKAHATA Kazuya, TAMURA Hitoshi, MITO Toshiyuki, IMAGAWA Shinsaku, SAGARA Akio (NIFS)

E-mail: takahata@LHD.nifs.ac.jp

1. はじめに

現在、核融合科学研究所(NIFS)では、ヘリカル型核融合炉 FFHR-d1 の設計を行っている。FFHR-d1 は、大型ヘリカル装置(LHD)の実験で得られた知見を最大限に生かすために、LHD の 4 倍の相似形となっている。この超伝導マグネットに使用する間接冷却方式導体として、アルミニウム合金被覆 Nb₃Sn 導体の開発を進め、100kA@12T 級導体の設計、試作を行ってきた[1]。今回は、試作した導体から7本撚りサブケーブルを取り出し、その臨界電流を測定するとともに、ジャケット被覆による劣化の有無を評価した。

2. 100kA@12T 級導体の設計と試作

図1に、FFHR-d1 用に設計・試作した100kA@12T 級アルミニウム合金被覆 Nb₃Sn 導体の断面を示す。ケーブルは7本サブケーブル(中心の1本は銅素線)を36本撚り合わせたラザフォードケーブルである。これを反応熱処理した後に、熱伝導率がステンレス鋼に比べて高いアルミニウム合金ジャケットで被覆する。熱処理後にジャケット被覆することからこの製法を「リアクト・アンド・ジャケット法」と呼ぶ。ジャケットの複合化には、素線に損傷を与えないように、摩擦撚り接合(FSW)を採用した。

3. サブケーブルの臨界電流測定

導体内部の素線はすでに熱処理が施されているため、7本撚りサブケーブルを慎重に取り出し、長さ70mmに切断し、測定サンプルとした。比較のために、ジャケット被覆をする前の熱処理済みのラザフォードケーブルからもサブケーブルを取り出した。

測定に使用したマグネットは、9Tのソレノイドで、ボア径が76mmである。サンプル電流は、電源、ターミナルの制約から100Aが最大であった。一方、4K、9Tにおけるサブケーブルの臨界電流は5kAと推定される。従って臨界電流を測定するために、サンプル温度を12~13Kまで升温した。図2に、サンプルホルダーを示す。ベリリウム銅合金のサンプルホルダーの下面には温度調節用のフォイルヒーターを貼り付けた。タップ間距離を20mmとし、50μV/mで臨界電流を判定した。ホルダー全体はさらにGFRPブロックで熱絶縁し、液体ヘリウムに浸漬した。

図3に、臨界電流の測定結果を示す。●はジャケット被覆前(サンプル数3)、○はジャケット被覆(および解体)後(サンプル数4)の測定結果である。両者を比較すると、ジャケット被覆後の方が約10%低い、その差は誤差の範囲内であり、ジャケット被覆加工による大きな劣化がないことが分かる。誤差の要因については、測定によるものか、サンプルによるものかは、さらに検討する必要がある。

Godekeらのスケールリング則[2]によると、今回の測定条件(9T, 12.5K)と実際の運転条件(12T, 4.2K)では、ひずみ感度が、今回の測定条件の方が約5倍大きい。図3における約10%の差が、ジャケット被覆したことによる残留ひずみの変化に起因するものであれば、実際の運転条件ではこの差がさらに緩和されると推測される。

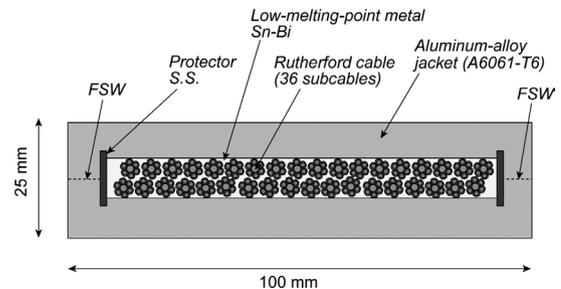


Fig. 1 100-kA-class aluminum-alloy-jacketed Nb₃Sn superconductor for the fusion reactor FFHR-d1

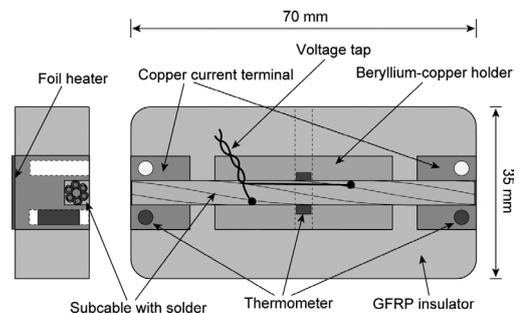


Fig. 2 Sample holder

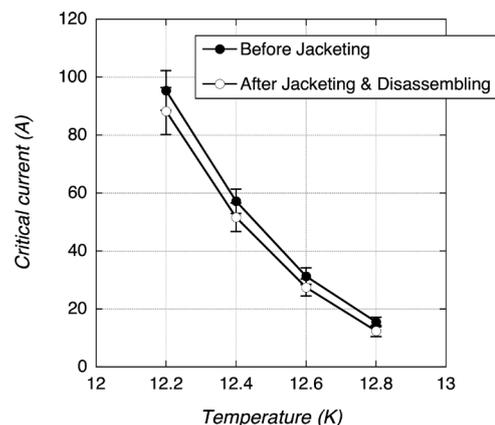


Fig. 3 Critical currents of sub-cables

謝辞

導体の開発に際し、古河電気工業(株)、(株)UACJの協力をいただきました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- [1] K. Takahata, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 87 (2013) p.37.
- [2] A. Godeke, et al.: Supercond. Sci. Technol., Vol. 19 (2006) R100.

急熱急冷・変態法 Nb₃Al 線材の J_c に与える Al 層厚の影響

Influence of Al layer thickness on J_c of RHQT Nb₃Al conductors

伴野信哉 (物材機構); 土屋清澄、中本建志 (KEK); 菊池章弘、竹内孝夫、飯嶋安男 (物材機構);
富田浩介、加藤彰、鈴木恵子、高尾智明 (上智大); 中川和彦 (SH カッパー)

BANNO N (NIMS); TSUCHIYA K, NAKAMOTO T (KEK); KIKUCHI A, TAKEUCHI T, IJIMA Y (NIMS);
TOMITA K, KATO S, SUZUKI K, TAKAO T (Sophia Univ.); NAKAGAWA K (SH Copper)

E-mail: banno.nobuya@nims.go.jp

1. はじめに

急熱急冷・変態法 Nb₃Al 線材のさらなる高 J_c 化を目指し、急熱急冷 (RHQ) 条件、断面構成などの最適化を進めている。これまでに前駆体線材における Al 層厚の影響を調べた研究はあるが[1]、変態前の加工度、組織、 J_c を包括的に考慮した考察は行われてこなかった。そこで本研究では、BCC 相の加工度も加味した J_c に与える Al 層厚の影響について、FESEM による組織観察の結果も交えて調査した結果を報告する。

2. 実験方法

ジェリーロール法前駆体線材の Al 層厚を 120 nm、150 nm、200 nm、250 nm とした 4 種類の試料を準備した。これらを RHQ 処理し、NIMS 強磁場施設において臨界電流 I_c を測定した。安定化銅は通常の電気メッキにより付与した。次いで RHQ 処理した各試料を減面加工し、同様に I_c を測定した。 I_c の測定では、ソレノイド状ホルダーを使用し、電圧間距離を 15 cm 確保して、0.2 $\mu\text{V}/\text{cm}$ の電圧基準を用いた。臨界電流密度は、 I_c を非銅部断面積で除した値 (Non-Cu J_c) として求めた。

SEM 試料は断面をコロイダルシリカで最終研磨して作製した。A15 相の断面観察では、加速電圧 10 kV で 2 次電子像と反射電子像を組み合わせて行った。BCC 相の観察には 2 次電子像のみを使用した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に各試料における J_c の RHQ 電流依存性を示す。上段は RHQ 後そのまま相変態した場合、下段が RHQ 後、適度に減面加工した場合の結果を表す。そのまま相変態した場合には、各試料間で J_c にあまり変化がないが、RHQ 後加工を加えると、Al 層厚の薄い試料の J_c がより増大する傾向が見られた。その違いの要因を検討するために、FESEM による組織観察を実施した。Fig. 2 に、代表的に Al 層厚 120 nm、250 nm の試料の RHQ 後加工有の場合の A15 相の SEM 像を示す。各試料の組織を比べてみると、Al 層厚が薄くなるにつれて明らかにポイドが減っていた。おそらくこれは、Al 層厚が薄くなるにつれて RHQ 時における Nb/Al 拡散反応が促進し、化学量論組成が改善したためであろう。ただし加工なしの場合には、 J_c に変化がないか、むしろ Al 層厚が薄い方が J_c が小さい。これまでの研究で、A15 相内の板状欠陥がピンニング特性と相関がみられる結果が得られている[2]。Nb₃Al 線材のピンニング特性は、化学量論性に加えて板状欠陥密度も考慮に入れなくてはならない。ここでははっきりした結論は出せないが、上記の J_c 特性は、化学量論性と板状欠陥密度の影響が重なり合った結果と思われる。

[1] K. Tsuchiya, IEEE Trans. Appl. Supercond., **20** (2010) 1416

[2] N. Banno, IEEE Trans. Appl. Supercond., **24** (2014) 8000104

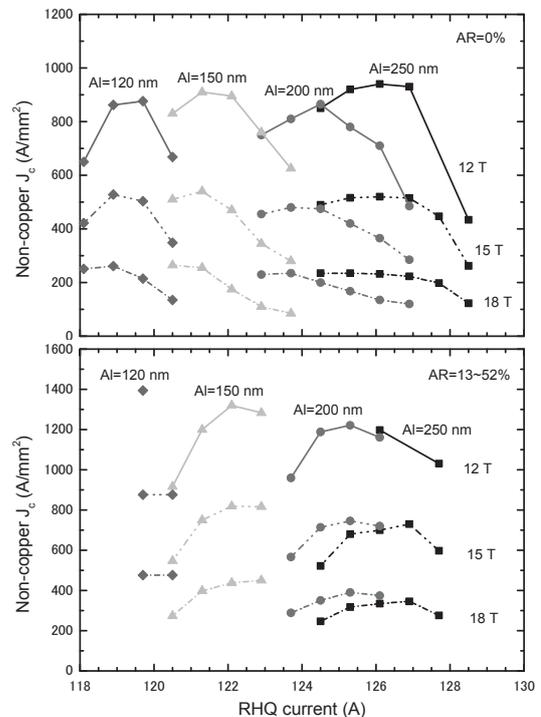


Fig. 1. Comparison of J_c characteristics as a function of RHQ current between the samples with different Al layer thickness.

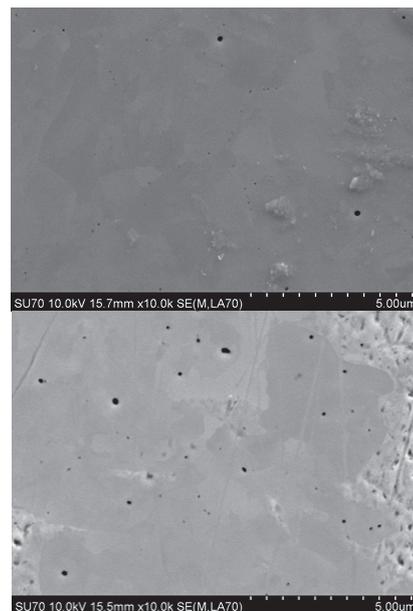


Fig. 2. FESEM images of A15 phase in case of Al layer thickness = 120 nm (upper) and 250 nm (lower) in the precursor wires. The samples were transformed after deformation