

高強度 DI-BSCCO 線材の開発 Development of high strength DI-BSCCO wire

長部 吾郎, 鎌山 知宏, 山崎 浩平, 菊地 昌志, 中島 隆芳, 武田 宗一郎,
門谷 琢郎, 岡田 朋之, 小林 慎一, 林 和彦, 加藤 武志,
佐藤 謙一(住友電工);北口 仁(NIMS);下山 淳一(東大);長村光造(応科研)

OSABE Goro, KAGIYAMA Tomohiro, YAMAZAKI Kohei, KIKUCHI Masashi, NAKASHIMA Takayoshi,
TAKEDA Soichiro, KADOYA takuro, OKADA Tomoyuki, KOBAYASHI Shinichi, HAYASHI Kazuhiko, KATO Takeshi,
SATO Kenichi(Sumitomo Electric Industries, LTD.); KITAGUCHI Hitoshi (NIMS);
SHIMOYAMA Jun-ichi (The University of Tokyo); OSAMURA Kozo (RIAS)
E-mail: osabe-goro@sei.co.jp

1. はじめに

当社は銀シース (Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_y 超電導線材 (DI-BSCCO (Dynamically-Innovative BSCCO)) を製品化して以来、超電導応用機器に使われた場合の技術的・経済的価値を一層高めるため、性能品質向上や高強度化への取り組みを続けている。近年、ビスマス系超電導線材を使用した実証ケーブル試験やコイル応用としてモータ開発等、様々な試験が活発に実施されているが、高温超電導応用の実用化に向けて、線材に対する要求は厳しくなっている。高磁場マグネット応用において超電導線材の引張特性が400MPa以上を必要とされていた背景もあり、我々は Ni 合金を用いた DI-BSCCO 線材(Type HT-NX)を開発[1]、今年の4月から販売している。高強度 Type HT-NX 線材の各種特性の試験結果と、実適用する際に重要となる、線材スプライス(ジョイント)に関する評価結果を報告する。

2. 高強度線材 Type HT-NX の開発

高磁場マグネット用途として引張特性が400MPa以上の線材を必要とされていた経緯があり、高強度線材の開発をした。平線と異種金属テープを半田で集合するような集合材の機械強度を向上させるためには、Type H への残留圧縮応力を印加すること、高強度補強材料の選定が重要となる[2]。残留圧縮応力を印加する方法とし、線材に余歪み(Pre-tension)を印加する方法と、Type H と補強材料の熱膨張率の違いを利用して Type H 線材に圧縮応力を印加させる方法があり、どちらも高強度線材を開発するうえで非常に効果がある。また、残留圧縮応力を Type H 線材に印加するためには、補強材の耐力、ヤング率、熱膨張率が高い事が要求される。弊社では、上記検討の結果、0.03mm厚みの Ni 合金テープを選定、高サプライズ張力を負荷することで線材に余歪みによる残留圧縮応力を印加して補強加工した Type HT-NX を開発、製品化した。

3. Type HT-NX 線材特性評価

Type HT-NX の仕様を Table1 に示す。RT の曲げ特性、77K における許容引張応力ともに従来の、Type HT と比較して大きく向上している。また、実際、線材をコイル巻きする際は、線材をスプライスする事が想定される。Fig.1 に、Type HT-NX 線材をスプライスした場合の接続抵抗とラップ長の関係を示す。Type HT-NX 線材の補強材料として使用している、ニッケル合金は他の補強材料と比較すると比抵抗が高いため、同じラップ長で比較した場合、高い接続抵抗を示す。ラップ長を長くすることで、接続抵抗を下げる事ができるが、曲げ特性が悪くなる事が懸念される。これらの問題を解決するため、曲げた状態でスプライスする事で、曲げ特性を改善する事ができないか試作評価した。実際に Fig.2 に示すような、曲げながらスプライスする装置を導入し、曲げた状態でスプライス線材を試作し、スプライス線材の曲げ試験を実施した。評価結果について当日報告する予定である。

Table.1 Specification of Type HT-NX

	Type HT-SS	Type HT-CA	Type HT-NX
Average Width	4.5+/-0.1mm	4.5+/-0.1mm	4.5+/-0.2mm
Average Thickness	0.29+/-0.02mm	0.34+/-0.02mm	0.31+/-0.03mm
Reinforcement tape	Stainless steel (0.02mm ²)	Copper alloy (0.05mm ²)	Nickel alloy (0.03mm ²)
Critical Wire Tension (RT)	230N	280N	410N
Critical Tensile Stress (77K)	270 MPa	250 MPa	400 MPa
Critical Tensile Strain (77K)	0.40%	0.30%	0.50%
Critical Double Bending Diameter (RT)	60mm	60mm	40mm

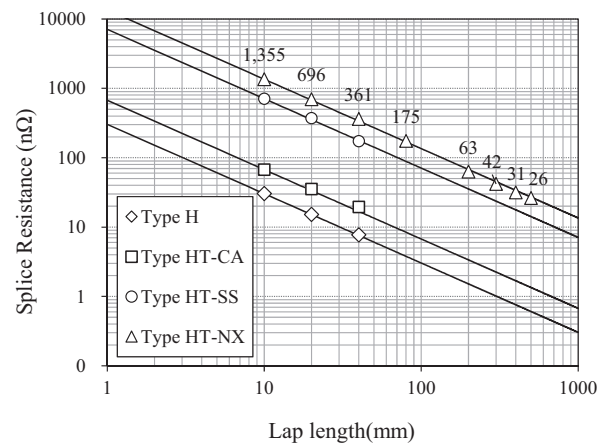


Fig.1 Splice resistance of DI-BSCCO wires at 77.3K.

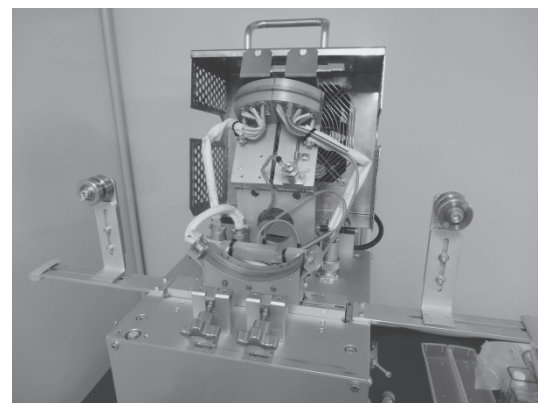


Fig 2. Picture of the Bending Splice Machine

参考文献

1. Nakashima, et.al.: ASC2014, preprint
2. K.Yamazaki,et.al: Supercond. Sci. Technol., vol. 25 (2012) p. 054015

商用 Bi2223 線材の磁場下の電流輸送特性の定式化

Analytical expression of in-field current transport properties in the latest commercially available Bi2223 tape

鈴木 匠, 高崎 建, 呂 琳, 大村 俊介, 井上 昌睦, 東川 甲平, 木須 隆暢(九大)
 SUZUKI Takumi, TAKASAKI Ken, LYU Lin, OMURA SYUNSUKE,
 INOUE Masayoshi, HIGASHIKAWA Kohei, KISS Takanobu(Kyushu Univ.)
 E-mail: suzuki@ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

Bi系高温超伝導線材は、近年の加圧焼成法による臨界電流密度の向上や、高強度の補強材を用いる事による引張り応力とPre-tensionによる引張りひずみに対して優れた特性を持つ線材が作製できるようになり、マグネット等の高磁場応用へも期待されている。本研究では補強材がない素線としての最新の商用 Bi2223 線材に対し、磁場依存性、磁場印加角度依存性を幅広い温度、磁場領域での測定を行い、パーコレーション転移モデルを用いて、臨界電流密度の磁場、温度、磁場印加角度依存性について定式化を行うと共に、従来線材の特性との比較について報告する。

2. 実験方法

試料線材は加圧焼成法によって作成された、4.2 mm 幅の Bi2223 線材である。77 K、自己磁場での I_c 値は約 200 A となる。臨界電流は通電法により測定を行った。線材長は 10cm、電圧端子間距離を 4 cm、電界基準は 10^{-4} V/m とした。スプリットペアマグネットを用いて、最大磁場 5 T、電流は 300 A まで通電を行った。

3. 実験結果、考察

Fig.1 に 77 K、50 K における各磁場の電流-電圧特性とパーコレーション転移モデルによる理論曲線を示す。パーコレーション転移モデルに用いたパラメータは Ref. 1 の従来線材のパラメータを用い、電流密度の絶対値のみ 2.5 倍とした。このように、温度、磁場依存性は従来線材のパラメータを用いた場合でも、おおよそ記述できることが分かる。そのため、絶対値は大幅に向上しているが、量子化磁束のピン止め特性はあまり変化していないと考えられる。以上の結果は、最新の Bi2223 線材は従来線材とくらべてナノ組織の変化は少ないが、異相の低減やフィラメントの connectivity の大幅な改善によって超伝導部の有効断面積が増加し、 I_c が向上している事を示している。また、Glass 領域から Liquid 領域への転移磁場 B_{GL} の比である、 $B_{GL}^{\parallel} / B_{GL}^{\perp}$ を比較すると、従来線材は 5.8 程度に対し、最新線材は 5.2 となり、同程度であるが、わずかに小さくなっている。よって、配向性を示す c 軸の分布が多少大きくなっていることが考えられる。

Fig.3 に 77 K、65 K における磁場印加角度依存性を示す。77 K では、 $B//c$ 軸方向に 0.5 T の磁場を印加することにより、数 A 程度まで I_c が減少している。同様に、65 K では 60 A 程度となり、低温では相対的に異方性が小さくなる。当日は、磁場印加角度依存性についても、パーコレーション転移モデルと Tinkham の 2D モデルに配向性の寄与を考慮したモデルを用いて磁場印加角度依存性の定式化についても報告する。

謝辞: 本研究の一部は、JST の戦略的イノベーション創出推進プログラム(S-イノベ)「次世代鉄道システムを創る超伝導技術イノベーション」の助成を得て行ったものである。

参考文献

1. T. Kiss *et al.*, *Adv_Cryogen_Eng.*, 48 1091-1101 (2002)

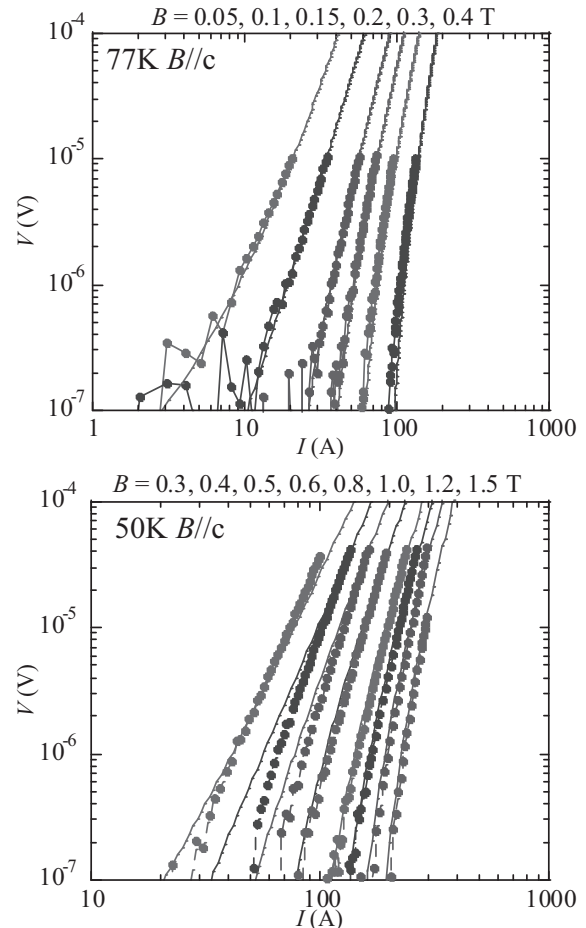


Fig. 1 I-V characteristics in $B//c$
 (a) 77 K, (b) 50 K

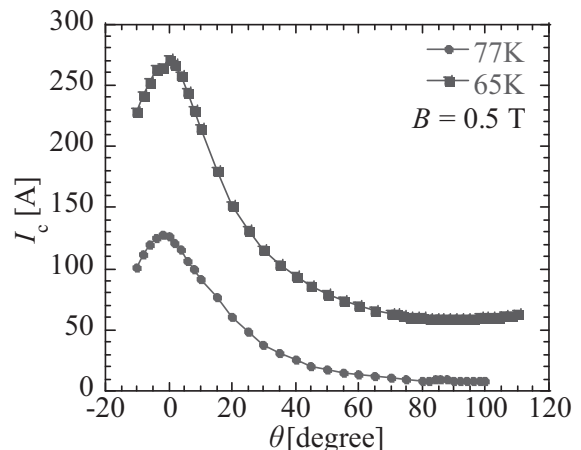


Fig. 2 Magnetic field angle dependence of I_c
 at 77 K and 65 K.

X線マイクロCTによるBi2223線材の微細組織構造解析

Microstructural analysis of Bi2223 wire by X-ray micro-CT

井上 昌睦, 東川 甲平, 木須 隆暢 (九大)

INOUE Masayoshi, HIGASHIKAWA Kohei, KISS Takanobu (Kyushu Univ.)

E-mail: inoue@ees.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

我々の研究グループでは、Bi2223 高温超伝導線材において、臨界電流密度 J_c を制限する欠陥部位が線材長手方向に点在していることを高解像度の磁気顕微鏡によって明らかとした。この J_c 制限因子を考察するためには微細構造の解析が必要不可欠であるが、一般的に行われる高分解能光学顕微鏡や SEM での観察では試料の破壊を伴うため、Ag を母材として多数のフィラメントから成る Bi2223 線材の構造を 3 次元的に明らかとすることは困難である。そこで、本研究では X 線マイクロ CT を用いて、Bi2223 線材の微細組織を非破壊にかつ 3 次元で観測することを試みた。

2. 実験結果及び考察

Bi2223 線材 (Type-H) の線材長手方向に対する臨界電流分布を走査型ホール素子磁気顕微鏡 (SHPM) により計測したところ、Fig.1 に示すような低 J_c 部が点在することが確認された。そこで、SHPM にて J_c 分布観察を行った部位の構造観察を X 線マイクロ CT にて行った。X 線 CT は、試料に平行 X 線を照射した際の X 線透過像を、試料を回転させながら断続的に撮影し、それらを画像処理することにより X 線断面画像を得るものである。本研究では数 μm の空間分解能での計測が可能な X 線マイクロ CT (X-ray μ -CT Skyscan1272, Bruker 社製) を用いて構造観察を行った¹⁾。

Fig.2 に X 線マイクロ CT により得られた Bi2223 線材の断面像を示す。同図は、10 μm の空間分解能で長手方向 13mm 長にわたり観察した例で、テープ面に対する断面像である。X 線吸収率の高い部位ほど明度が高いことから、白色の部位はシース材が、黒色の部位は Bi2223 が支配的な領域に対応している。同図より、Bi2223 フィラメントの線材長手方向の構造を可視化できていることが分かる。

低 J_c の原因を検討するため、空間分解能を 1.9 μm まで上げて、低 J_c 部と高 J_c 部の X 線マイクロ CT 観察を行った。得られた X 線マイクロ CT 像を 2 値化して比較したのが Fig.3 である。2 値化に際しては、フィラメント構造を見易くするため白黒反転処理を行い、Bi2223 に相当する領域を白色に、シース材に相当する領域を黒色にしている。両図の比較から、高 J_c 部では Bi2223 フィラメントが同程度の幅で長手方向に流れているのに対して、低 J_c 領域では Bi2223 フィラメントが長手方向に断続的となっている様子が確認できる。このことは、Bi2223 フィラメントの乱れにより電流パスが低減して、臨界電流特性を低減させていることを示唆している。

以上より、X 線マイクロ CT が Bi2223 線材の内部構造を非破壊かつ 3 次元に観察する手法として有効であることが明らかとなった。当日は、Bi2223 フィラメントの 3 次元構造等の詳細についても報告する。

謝辞

本研究の一部は、JST の戦略的イノベーション創出推進プログラム (S-イノベ) 「次世代鉄道システムを創る超伝導技術イノベーション」の支援によって行われたものである。

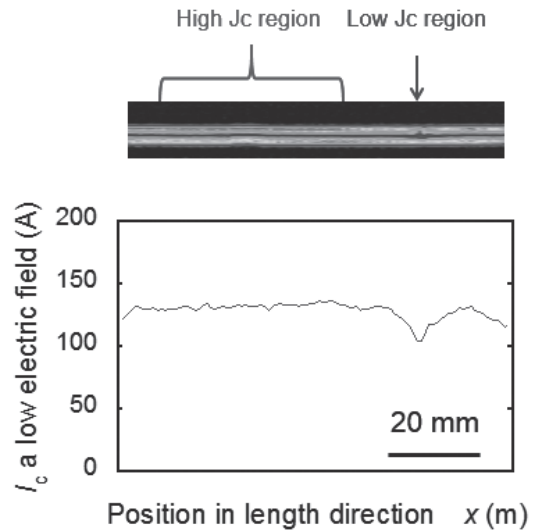


Fig.1 J_c distribution of Bi2223 wire measured by SHPM

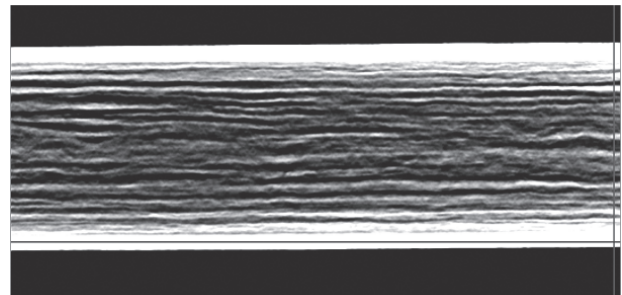


Fig.2 X-ray micro-CT images for Bi2223 wire

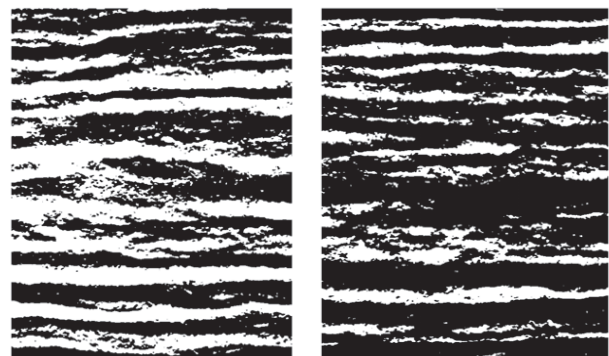


Fig.3 Binary images of X-ray tomography for Bi2223 wire. White area indicates Bi2223 filaments whereas black area indicates sheath material. Image size is 2.6mm \times 3.2mm.

参考文献

1. M. Inoue, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 91 (2015) p.183

銀管内で作製した Bi2223 焼結体の臨界電流特性に対するポストアニール効果 Post-annealing effects on critical current properties of Bi2223 sintered bulks synthesized in Ag tubes

武田 泰明, 古木 昌宏, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工);

下山 淳一 (青学大); 中島 隆芳, 鍵山 知宏, 小林 慎一, 林 和彦 (住友電工)

TAKEDA Yasuaki, FURUKI Masahiro, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo);

SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama gakuin Univ.); NAKASHIMA Takayoshi, KAGIYAMA Tomohiro,

KOBAYASHI Shin-ichi, HAYASHI Kazuhiko (Sumitomo Electric Industries)

E-mail: 0591908153@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

これまでに我々は、 $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (Bi2223) の焼結体における粒間 J_c の向上にむけて、微細組織の制御や高温ポストアニール過程の導入などが重要な因子であることを見出ししてきた。前回は Ag 管内で焼結体を作製する場合に、Bi2223 相生成のための 1 次焼成の温度を比較的低温とし、一軸プレス圧力を 100 MPa に抑えることが高 J_c 化に有効であることを報告した[1]。さらに還元ポストアニール条件として、銀シース線材の場合よりも高温のアニールが有効であることが示唆されていたため、本研究では、低温 1 次焼成により作製した焼結体に対するポストアニール効果の検証を行った。試料の構成相と超伝導特性を調べ、粒間 J_c の向上を試みた。

2. 実験方法

空气中 780°C, 6 h の仮焼により得られた Bi2212 を主相とする前駆体粉末を Ag 管に充填し、100 MPa の一軸プレスによって板状に成型した後に 815°C, 18 h, $P_{\text{O}_2} = 3$ kPa (3% O_2/Ar 気流中) で 1 次焼成し Bi2223 相を生成させた。緻密化のため再度 100 MPa で一軸プレスを施し、825°C, 6 h, $P_{\text{O}_2} = 3-8$ kPa の 2 次焼成を行うことで Bi2223 焼結体を作製した。なお焼成においては最後に 3 h で 20°C 下げる徐冷過程を導入した。これら Ag 管内の焼結体の一部に対して $P_{\text{O}_2} = 0.5-1$ kPa 下、720-780°C で 24-100 h、金属組成制御と粒界特性の改善を目的とした還元ポストアニールを行った。焼結体の酸素量は Ag 管内から取り出した小片試料に対し、酸素気流中で 250-450°C のアニールにより制御した。試料の構成相を粉末 X 線回折測定により、電気抵抗率の温度依存性を交流四端子法により、超伝導特性は SQUID 磁束計を用いた磁化測定によって評価した。磁場はプレス面に垂直に印加し、粒間 J_c は残留磁化法により調べた。

3. 結果と考察

2 次焼成後の焼結体試料を AS、還元ポストアニール後の試料を PA と記す。粉末 XRD パターンより全ての AS 試料で Bi2223 が単相であった。 $P_{\text{O}_2} = 5$ kPa で 2 次焼成した後、250°C, 12 h および 300-450°C, 1 h の酸素アニールにより酸素量制御を行った AS 試料の 20 K における粒間 J_c を Fig. 1 に示す。350°C 以下のアニールでは過剰酸素量の増加による粒間 J_c の向上が見られ、これまでに低温のアニールでは平衡に達するまで長時間を要すること、および 400°C 以上のアニールでは粒間 J_c が向上しないことがわかってきている。最適酸素アニール条件の詳細については当日報告する。

AS 試料では 2 次焼成時の P_{O_2} の上昇に伴って粒界特性が劣化することが示唆されたため、 $P_{\text{O}_2} = 3, 5$ kPa で 2 次焼成を行った AS 試料に対し $P_{\text{O}_2} = 1$ kPa の還元ポストアニールを施した。Fig. 2 に 350°C, 1 h の酸素アニールにより酸素量制御を行った焼結体の磁化率の温度依存性を示す。720°C でアニールした PA 試料では、 T_c は AS 試料に比べ ~2 K 向上しており金属組成制御が行われたことが示唆されたものの、超伝導転移はブロードとなっており、Pb3221 の生成により粒界特性が劣化することがわかった。一方で 780°C でアニールした PA 試料では 100 h のアニール後においても Pb3221 の生成が抑

制できた。 T_c の向上は小さいが超伝導転移はシャープとなっており、粒界特性が改善されることがわかった。現状では AS 試料と 780°C でアニールした PA 試料ともに 20 K における粒間 J_c は ~5 kA cm^{-2} とアニールによる顕著な改善は見られていないが、PA 試料における粒界特性の改善を考慮すると、比較的高温でのアニール条件の最適化により臨界電流特性の大きな改善が見込まれる。当日は $P_{\text{O}_2} = 0.5$ kPa 下でアニールした PA 試料を含めて粒間 J_c 改善の指針を議論する。

参考文献

1. Y. Takeda, *et al.*: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 91 (2015) p.154

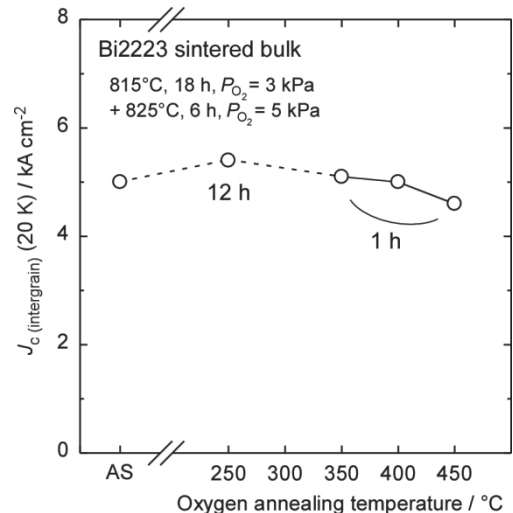


Fig. 1 Oxygen annealing temperature dependence of intergrain J_c at 20 K for Bi2223 sintered bulks.

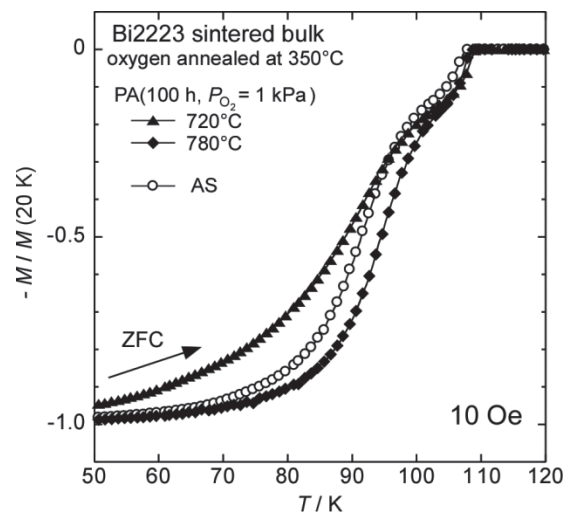


Fig. 2 Temperature dependences of ZFC magnetization for Bi2223 sintered bulks.

(Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_y 超伝導薄膜の臨界電流密度に対する添加物の効果
The effect of impurity addition on critical current density
in (Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_y (Bi,Pb2223) superconducting thin film

桑原 遼, 酒井 周磨, 藤吉 孝則, 末吉 哲郎(熊本大); 松本 明善(NIMS)

KUWAHARA Toru, SAKAI Syuma, FUJIYOSHI Takanori, SUEYOSHI Tetsuro (Kumamoto Univ);

MATSUMOTO Akiyoshi (NIMS)

E-mail; kuwahara@st.cs.kumamoto-u.ac.jp

1. はじめに

Bi系高温超伝導体は臨界温度 T_c が高く、1km 以上の線材が開発され、様々な機器への応用へ向けて研究が行われている。しかし実用化のためには臨界電流密度 J_c の更なる向上が必要である。本研究では、DC マグネトロンスパッタ法により (Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_y (Bi,Pb2223) 薄膜を作製し、その際にピンニングセンターとして様々な添加物 (Hf, Nb, Zr, La, Al, Ag) を添加して超伝導特性に対する影響を調べた。

2. 実験方法

Bi,Pb2223 薄膜は DC マグネトロンスパッタ法を用いて作製した。ターゲットとして Bi_{1.5}Pb_{1.0}Sr_{2.0}Ca_{2.5}Cu_{3.0}O_x に対して添加物を導入した物を用い、酸素圧 50Pa、出力 100W、基板温度 700°C で 2.5 時間製膜を行い、STO 基板上に厚さ 300nm 程度の薄膜を堆積させた。その後、作製した薄膜を Bi,Pb2223 ペレットで包み大気中において 840°C で 100 時間アニール処理を行い、更に酸素雰囲気中において 450°C で 10 時間アニール処理を行った。^[1]

添加物は Hf, Nb, Zr, La, Al, Ag の 6 種類である。各添加量を Table 1 に示す。

3. 実験結果

抵抗率-温度依存性の測定から、Table 1 に示すように T_c を測定した。La を除く全ての添加物において Bi-pure に比べて T_c の上昇が見られた。これは添加によって Bi2212 などの異相が減少したためであると考えられる。一方 La 添加の試料は 60K まで抵抗率の低下が見られなかった。 T_c が最も高いのは Hf を添加したサンプルであったが、添加量と T_c の間には相関は見られなかった。

磁場を c 軸に平行に印加したときの J_c の磁場依存性を Fig.1 に示す。全ての磁場範囲において Hf 添加を行った Bi-Hf の特性が最も高くなっている。また、Al, Nb 添加の試料については、77.3K においては pure 試料よりも高い J_c を示した。しかし、60K においては Al, Nb 添加の試料の T_c は pure よりも低くなっている。これは低温において有効に作用する転位や空隙などの既存ピンが添加物の導入によって減少したためだと考えられる。また J_c の磁場角度依存性を Fig.2 に示す。添加物の導入によって全体的

な J_c の向上が見られる。このことから、添加物は 3 次元ピンニングセンターとして働いていることがわかる。

Table 1 Amount of impurity addition

sample name	impurity addition	amount	T_c
Bi-pure	-	-	86.8K
Bi-Hf	Hf	3mol%	95.0K
Bi-Nb	Nb	5mol%	93.6K
Bi-Zr	Zr	3mol%	93.0K
Bi-La	La	5mol%	-
Bi-Al	Al	10mol%	93.8K
Bi-Ag	Ag	10mol%	90.3K

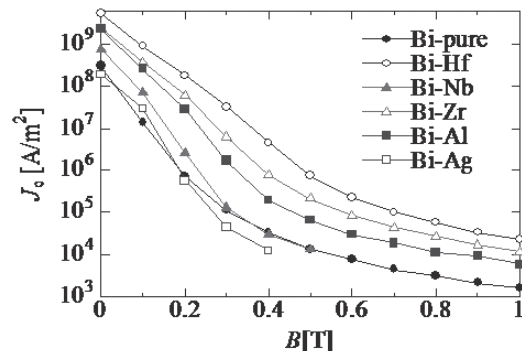


Fig.1 Magnetic field dependence of J_c (77.3K $B//c$)

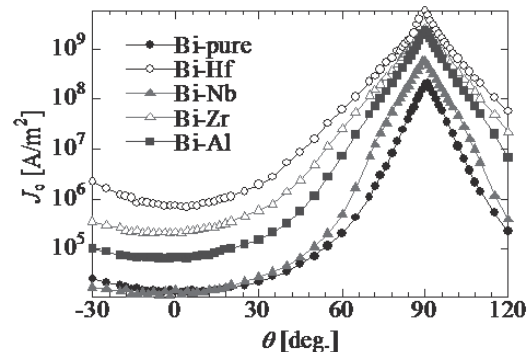


Fig.2 Angular dependence of J_c at 77.3K (0.5T)

参考文献

1. A. Matsumoto, H. Kitaguchi, Supercond. Sci. Technol. 27 (2014) 1500

Ag-Sn 合金被覆材および SUS/(Ag-Sn)二重被覆材を用いた PIT-(Ba,K)Fe₂As₂ 線材の作製

Fabrication of PIT-(Ba,K)Fe₂As₂ wires by using Ag-Sn alloy sheath and SUS/(Ag-Sn) double sheath

戸叶 一正, 高 召順, 松本 明善, 菊池 章弘, 熊倉浩明 (NIMS)

TOGANO Kazumasa, GAO Zhaoshun, MATSUMOTO Akiyoshi, KIKUCHI Akihiro, KUMAKURA Hiroaki (NIMS)

E-mail: TOGANO.Kazumasa@nims.go.jp

1. はじめに

鉄系超伝導体は高い臨界温度(T_c)と極めて高い上部臨界磁界(H_{c2})を有するため、液体ヘリウムのみならず液体水素、冷凍機冷却など中温度での強磁場発生用線材としての応用が期待されている。そのため Powder-in-tube (PIT)法による線材化研究が行われてきているが、最近 Ba, Sr-122 を対象にして磁界中、4.2 K で 10^5 A/cm² 近くの実用レベルの臨界電流密度(J_c)が報告されるようになった。

122 系の線材を PIT 法で作製する場合、反応しない被覆材は今のところ銀しかないが、純銀は機械的強度が弱いという問題がある。これを解決する手段として我々は機械的特性の優れた Ag-Sn 合金被覆材あるいは Ag-Sn 合金と SUS とを組み合わせた二重被覆材による PIT Ba-122 線材の開発を行っている。ここでは合金化による組織の改善と、 J_c 特性の向上について報告する。

2. 実験方法

(Ba, K)Fe₂As₂ の前駆体は、各元素単体の原料をボールミルで混合、熱処理することによって作製し、次いでその粉末を Ag-Sn 合金管につめて溝ロール、圧延、プレスによりテープ状に加工した。Ag 中の Sn 濃度は 2.5-7.5at% の間で変化させた。Ag-Sn 合金は加工硬化が純銀より大きいため、必要に応じて中間焼鈍を加えた。

また、SUS/Ag-Sn 二重被覆テープは、上記の Ag-Sn 一重被覆テープをさらに SUS 管に挿入して、圧延、プレスを繰り返すことによって作製した。最終熱処理は 600-850°C、2-5 時間の条件で行った。なお、比較のために Ag-Sn 合金の代わりに通常の純銀を使ったテープも作製した。

得られたテープについて、4.2 K、磁場中で臨界電流(I_c)の測定を行い、Ba-122 コア部の断面積で除して J_c を求めた。さらに顕微鏡観察、走査電顕観察、X 線回折、硬度試験などを実施し、Ag 被覆材への Sn 添加の影響について考察した。

3. 実験結果

固溶体硬化および加工硬化の相乗効果により、Ag-Sn 合金の硬さは純銀よりも著しく上昇する。例えば、加工後のビッカース硬度(Hv)は、純銀が 76 に対し、7.5%Sn では 126 に達する。このため、Ba-122 コア部との硬さのマッチングが良くなり、複合体としての加工性が改善される。このことは、Fig. 1 に示したように界面がスムーズになることから分かる。また、被覆部の硬さの上昇は、コア部の配向性の向上(Fig. 1)および緻密化をもたらす。このような効果は、SUS で二重被覆するとさらに顕著になり、非常に緻密で一樣なコア部が得られることが分かった。

このような組織の改善によって、純銀の場合より J_c 値はさらに向上することが分かった。Fig. 2 は代表的な J_c - H 特性を比

較して示している。現在までに得られている最高の J_c 値は 1.4×10^5 A/cm² (4.2 K, 10 T) である。

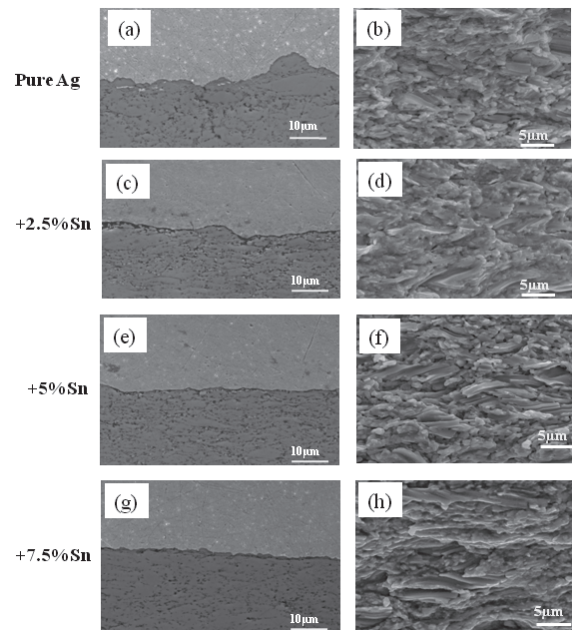


Fig. 1 SEM photographs of the interface between Ag-Sn alloy sheath and Ba-122 core observed on the polished longitudinal cross section (a, c, e, g) and the grain structure of Ba-122 core observed on the fractured cross section (b, d, f, h)

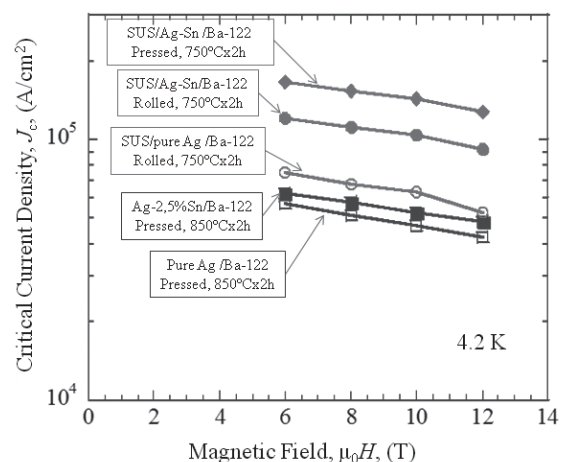


Fig. 2 Typical J_c - H curves of Ag-Sn alloy single sheathed and SUS/Ag-Sn double sheathed Ba-122 tapes.

RE247 焼結体の微細組織、粒界特性制御

Controls of microstructure and grain boundary characteristics of RE247 sintered bulks

下山 淳一、都所 恒輝 (青学大) ; 辻岳 千里、荻野 拓、岸尾 光二 (東大院工)

SHIMOYAMA Jun-ichi, TODOKORO Koki (Aoyama Gakuin Univ.);

TSUJITAKE Senri, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo)

E-mail: shimo@phys.aoyama.ac.jp

1. はじめに

RE247 (RE₂Ba₄Cu₇O_{15.δ}) は RE123 (REBa₂Cu₃O_{7.δ}) と RE124 (REBa₂Cu₄O₈) の間の比較的狭い条件でしか生成しないこと、またその条件は一般に酸素分圧が 1 atm 以上であることから合成例は RE123 や RE124 に比べて極めて少ない。しかし、CuO₂ 面、CuO_{1-δ} 鎖、CuO 二重鎖の 3 種の導電面の積層構造を持つことから、RE247 には興味深い物性の発現が期待できる。

我々は最近、これまでにない簡便な RE247 の合成法を確立した。これにより RE247 焼結体が容易に合成できるようになり、様々な系統的な研究が可能になった。さらに RE247 では RE123 や RE124 と異なり *ab* 面が広い平板状の結晶が成長しやすいことを見出した。これは複雑な積層構造を持つことに起因したものと考えられ、*c* 軸配向体作製には有利な特徴である[1]。以上の背景のもと、本研究では RE247 焼結体の微細組織の制御や粒界特性の向上を目的とし、合成条件の最適化を進め、さらに元素置換の可能性についても調べている。

2. 実験方法

RE247 焼結体は RE₂O₃ または Pr₆O₁₁、BaO₂、CuO を出発原料とし、RE:Ba:Cu = 2:4:7 のモル比になるように秤量、混合後、焼成し RE123 を主相とする前駆体を作製した。この前駆体を粉碎後、一軸プレスによりペレット成型し、焼結した後、酸素アニールを 450°C 以下 250°C まで行い、RE123 の酸素量を ~6.95 とした。得られた RE123 と CuO の混合物からなる焼結体をアルミナのタンマン管に入れ、石英管に大気中で封入した。焼成は 930~1000°C で 16~32 時間行い炉内で冷却した。さらに様々な条件でポストアニールを行った。この方法では封入する前駆体の量と石英封管内のガス体積を調整することにより、石英管内の酸素分圧が制御でき RE247 の生成条件に合わせる事が容易である。得られた試料の一部については最後に 250°C まで酸素アニールを行った後、粉碎し、ペレット成型を行い再び焼結した。試料の構成相は XRD、微細組織は SEM、磁化特性は SQUID 磁束計により調べた。また粒間 *J_c* は残留磁化法により調べた。

3. 結果と考察

これまでに RE=Y, Pr, Nd, Dy, Ho, Er の RE247 焼結体をほぼ単相で合成することに成功している。さらに RE サイトへの Ca, Ba サイトへの Sr の部分置換を行っても RE247 相が生成することを確認している。

Fig. 1 は Ba サイトの 20% を Sr で置換した仕込組成である Y₂Ba_{3.2}Sr_{0.8}Cu₇O_{15.δ} の、950°C で 24 時間焼成した試料の粉末、粉碎し 1 軸プレス (100 MPa) したペレットの表面、960°C で 36 時間再焼成した焼結体表面の XRD パターンである。粉末 XRD パターンからはこの試料が Y247 単相相であることがわかる。1 軸プレス後のペレット表面の XRD パターンには強い 00*l* ピークが現れ、これは表面が *c* 軸配向していることを意味する。さらに再焼結を行った後の表面も *c* 軸配向を維持している。この試料では再焼結後に Y123 相がわずかに生成したが、興味深いことはこの相も *c* 軸配向していることである。

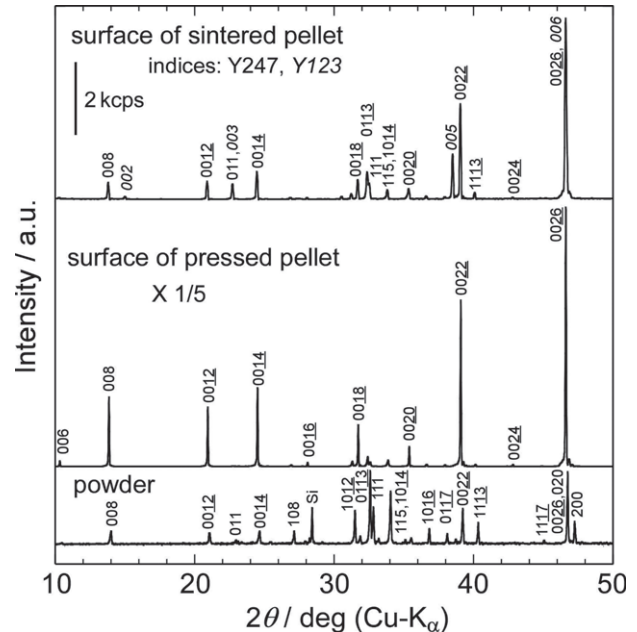


Fig. 1 XRD patterns of powder, surface of uni-axially pressed pellet and surface of sintered pellet of Sr-doped Y247.

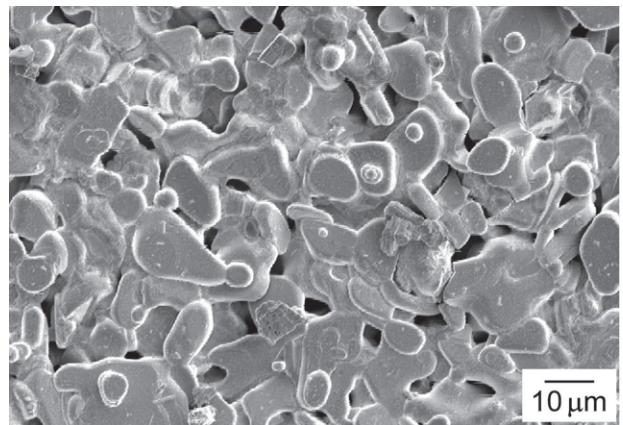


Fig. 2 Secondary electron image of surface of Sr-doped Y247 after re-sintering at 960°C for 36 h..

Fig. 2 に再焼結後のペレット表面の 2 次電子像を示したように、平板状の結晶が表面を覆っていることがわかる。また、再焼結の効果として、密度が向上することも確認している。以上の結果は RE247 の *c* 軸配向を通じた高臨界電流特性材料の可能性を示唆している。

RE247 の超伝導特性、常伝導状態の抵抗率の構成元素・熱処理条件に対する変化については当日報告する。

参考文献

[1] 下山ほか、Abstracts of CSSJ Conference, vol. 91, p178.

REBa₂Cu₃O_y 粒子の二軸磁場配向における双晶組織の影響

Effects of twin microstructure on bi-axial magnetic alignment in REBa₂Cu₃O_y

堀井 滋, 西岡寛広, 藤岡祥太郎, 土井俊哉 (京大)

HORII Shigeru, NISHIOKA Tomohiro, FUJIOKA Shotaro, DOI Toshiya (Kyoto Univ.)

E-mail: horii.shigeru.7e@kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

希土類(RE)系高温超伝導体は液体窒素温度を超える臨界温度($T_c \sim 90$ K)と磁場下で優れた臨界電流特性を有し、液体窒素で冷却する超伝導送電線や強磁場発生装置への応用が期待されている。しかし、実用化には層状構造および粒間弱結合の問題から二軸結晶配向が求められる。

磁場配向は室温で適用可能なエピタキシー技術を使わない新しい三軸結晶配向法[1,2]である。実用超伝導物質REBa₂Cu₃O_y (RE123)は斜方晶構造を有し、類縁構造をもつ高温超伝導体の結果[2]からRE123においても三軸結晶磁気異方性が存在する可能性があるため、強磁場環境を利用した磁場配向によってRE123の二軸結晶配向が期待できるように見える。しかし、RE123では酸素量 y の増加に伴う正方晶-斜方晶転移により導入される結晶粒内の双晶組織のため、結晶粒レベルでの三軸磁気異方性が低下・消失し磁場を用いた二軸結晶配向が困難であると考えられる。実際のところ、10 Tの間欠回転磁場中でRE123相は二軸結晶配向する[3]。定性的には、双晶組織の形成によって結晶粒内に導入される2種類のドメイン存在比の不均化によるものと考えられるが、よくわかっていない。

本研究では、磁場配向法によるRE123の二軸結晶配向の高度化を目的とする。そこで、第一磁化容易軸の結晶方位や c 軸磁気異方性[4,5]の大小関係が異なるRE123 (RE=Y, Nd, Sm, Dy, Er)について、様々な条件で酸素アニールしたRE123粉末を間欠回転磁場下で配向させ、磁場配向挙動を調べた。

2. 実験方法

通常の固相反応法を用いて、REBa₂Cu₃O_y (RE=Y, Nd, Sm, Dy, Er)を合成した。なお、本焼成は圧粉成型したのち行い、焼成温度もRE種に依存した包晶温度を考慮した。得られたRE123焼結体について、①空気中での炉冷後O₂気流中400°Cでアニール保持、②Ar気流中700°Cでの保持後急冷しO₂気流中450°Cで保持、③空気中での炉冷後O₂気流中800°Cから徐冷、の3種類の酸素アニールを行った。これらを乳鉢で粉碎し、粉末：エポキシ樹脂=1：10の重量比で混合し、試料回転方式の間欠回転磁場 (Fig. 1 参照)下で、室温にて配向させた。得られた粉末配向体の α 、 β 、 γ 各面のX線回折(XRD)パターンから磁化軸を、ロッキングカーブおよび極図形[(103), (005)]から配向状態を明らかにした。

3. 結果および考察

図2に、10 Tの間欠回転磁場下で配向させたY123粉末配向体の(103)面の極図形を示す。なお、Y123粉末はプロセス①での酸素アニールを経たものであり、図2の極図形は c 軸が配向している α 面での測定で得られた結果である。明瞭な4回対称性のスポットが得られ、2軸配向していることがわかる。しかし、双晶組織を形成せずY123相よりも斜方晶性の低いY₂Ba₄Cu₇O_y (Y247)粉末配向体の(0113)面の極図形[2]が2回対称性を示したことから、図2の4回対称性は双晶組織の形成に伴う結晶粒内に存在する2種類のドメインによる回折の結果であると理解できる。また、CuO₂面内(a, b 軸)方向が配向する β, γ 面のXRD

パターンから a 軸と b 軸の完全な磁気的分離は実現しておらず、($h00$)ピークと($0k0$)ピークの混在が認められた。この結果はFig. 2の4回対称性をもった極図形と定性的には矛盾しない。従って、双晶が存在してもY123粒子の一部は10 Tの回転変調磁場下で2軸結晶配向する。

当日は、RE123での結果や①~③でのアニールの違いによる配向性への影響についても報告する。

謝辞

本研究の一部は、村田学術振興財団および日本板硝子工学会の助成を受けて実施したものである。

参考文献

1. Kimura *et al.*, Langmuir 22 (2006) 3464.
2. Fukushima, Horii *et al.*, Appl. Phys. Exp. 1 (2008) 111701.
3. 堀井ら, H27年春季低温工学・超電導学会 3C-a01.
4. Ishihara, Horii *et al.*, Appl. Phys. Exp. 1 (2008) 031701.
5. Horii *et al.*, J. Appl. Phys. 115 (2014) 113908.

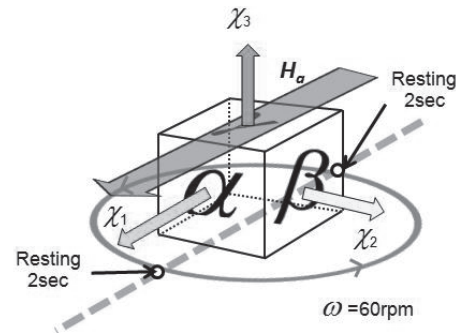


Fig.1 Experimental configuration in a modulated rotation magnetic field (MRF).

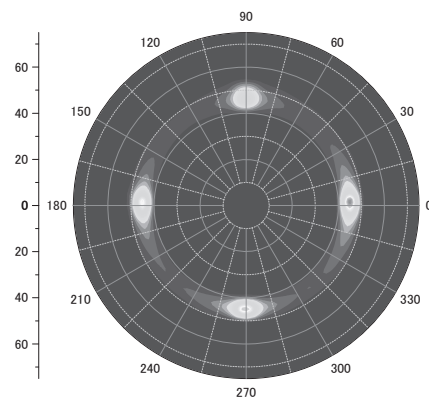


Fig.2 (103) pole figure at α plane for Y123 powder sample aligned under a MRF of 10 T.

RE 混合 REBCO 溶融凝固バルクにおける RE211 析出物のサイズの決定因子

Determinants of size of RE211 precipitates in RE-mixed REBCO melt-solidified bulks

瀬戸山 結衣, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工); 下山 淳一 (青学大)

SETOYAMA Yui, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (The University of Tokyo); SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama Gakuin Univ.)
E-mail: 6071721904@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. 緒言

REBa₂Cu₃O_y (REBCO, RE123)溶融凝固バルクの捕捉磁場や臨界電流密度*J_c*の特性改善には、磁束ピンニングセンターの分布やサイズの制御によるピン止め力向上が重要となる。RE123超伝導母相に分散したRE₂BaCuO₅ (RE211)常伝導析出物は母相との界面が低磁場下においてピンニングセンターとしてはたらくため、微細化して界面密度を増加させることがピン止め力向上につながる。そのためPt添加によるRE211析出物の成長抑制[1]やボールミルによる初期のRE211相粉末の微細化[2]などがこれまで研究されてきた。

一方、我々は複数のRE元素を用いて作製したRE混合REBCOバルクの超伝導特性についてこれまで報告してきた[3]。今回はRE混合バルク内の最終組織のRE211析出物のサイズとRE元素の組み合わせの関係を調べた結果を報告する。

2. 実験方法

RE₂O₃ (RE = GdもしくはDy), BaCO₃, CuOの原料粉を混合し、RE[']123粉末とRE[']211粉末を固相反応法により合成した。これらをRE[']123 : RE[']211 = 7 : 3 (モル比) + 0.5 wt% Ptとなるように混合し 10 mmφに成型した前駆体から種結晶(Nd123単結晶)を用いて育成した溶融成長試料を(RE['], RE['])BCOと表記する。また、部分溶融状態におけるRE分布を評価するため、熱処理過程の最高温度から急冷した試料も作製した(溶融急冷試料)。なお、この試料にはPtを添加しておらず、最高温度までの昇温は1hで行った。得られた試料を切り出し、*ab*研磨面についてSEM/EDXやEPMAにより微細組織観察および局所組成分析を行った。

3. 結果と考察

(Gd,Dy)BCOと(Dy,Gd)BCOの溶融成長試料の*ab*研磨面の二次電子像をFig. 1に示す。これらの観察は、いずれの試料でも同じ位置(*a*-growth領域、表面から種結晶直下方向に1mm、種結晶から動径方向に2mm)から切り出した試料片を用いた。濃い灰色の領域がRE123母相、白い領域がRE211析出物であるが、(Dy,Gd)BCOでは長径5μm以上に成長し粗大化したRE211析出物も観察された。

Fig. 2には、(Gd,Dy)BCOと(Dy,Gd)BCOの溶融急冷試料の研磨面の二次電子像を示す。(Gd,Dy)BCOは1060°C、(Dy,Gd)BCOは1055°C(それぞれ溶融成長試料を育成する際の熱処理の最高温度に対応)で1h保持した後に電気炉から取り出し銅板上で急冷した試料である。RE123相は部分溶融状態において「2 RE123 → RE211 + 液相 + 酸素」と分解するため、Fig. 2においては濃い灰色の領域が部分溶融状態における液相(Ba-Cu-O系)の領域、白い領域がRE211相である。(Dy,Gd)BCOの方が(Gd,Dy)BCOよりも粗大なRE211相が顕著に見られた。このことより最終組織におけるRE211析出部の大小関係は、部分溶融状態において既に決定されていることが示唆される。(Dy,Y)BCOや(Dy,Er)BCOの溶融成長/急冷試料の作製・評価からも同様の傾向が認められた。

RE123相がRE211相と液相に分解したり、液相とRE211相からRE123相への包晶反応が開始したりする温度はRE元素のイオン半径が増加するほど高い。例えばGd123は1030°C、Dy123は1010°Cである[4]。そのため、本研究では熱処理の最高温度までの昇温過程において(Gd,Dy)BCO

よりも(Dy,Gd)BCOの方が先に分解反応が起きたことが予想できる。RE211相粒子は部分溶融状態では液相を介しOstwald成長するため[5]、(Dy,Gd)BCOではRE211相の成長が進行し粗大化が進んだ可能性が考えられる。このことから、本研究のように初期のRE123相とRE211相でRE元素を変えてREBCO溶融凝固バルクを作製する場合は、部分溶融温度が高いRE元素を初期のRE123相に用いると、最終組織のRE211析出物の粗大化が抑制できることが示唆される。

また、これらの溶融急冷試料の局所組成を分析したところ、(Gd,Dy)BCOでは、中心がDy-richで周辺がGd-richのRE211相粒子が多く観察された。これは熱処理中に初期のGd123相が分解してGd211相に変化する際、初期のDy211相粒子を覆うように形成されるためであると考えられる。しかし(Dy,Gd)BCOにおいても、長径5μm以上に成長したRE211析出物はDy211を核としていた。分解反応で新たに生じたDy211相が初期のGd211相を繋げた可能性や、部分溶融状態においてREの移動が起こった可能性が考えられる。温度や保持時間を変えた溶融急冷試料の局所組成分析結果も報告する。

参考文献

- [1] N. Ogawa *et al.*, *Physica C* **177** 101–105.
- [2] S. Nariki *et al.*, *Physica C* **439** 62–66.
- [3] Y. Setoyama *et al.*, *Supercond. Sci. Technol.* **28** (2015) 015014.
- [4] M. Muralidhar *et al.*, *Supercond. Sci. Technol.* **10** (1999) 663–670.
- [5] T. Izumi *et al.*, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 801–807.

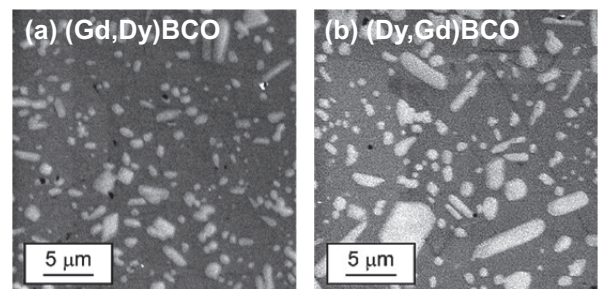


Fig. 1 Secondary electron images of polished *ab*-surfaces of melt-textured bulks, (a) (Gd,Dy)BCO and (b) (Dy,Gd)BCO.

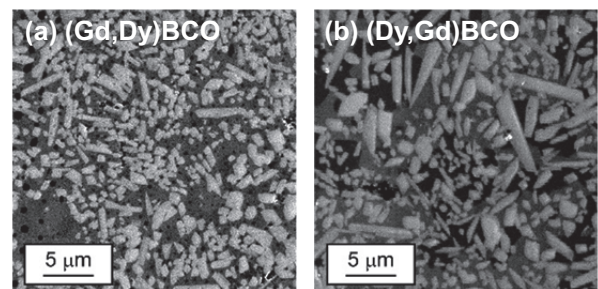


Fig. 2 Secondary electron images of polished surfaces of melt-quenched bulks, (a) (Gd,Dy)BCO and (b) (Dy,Gd)BCO.

希薄不純物添加 Y123 溶融凝固バルクの大型化

Fabrication of large Y123 melt-solidified bulks containing low level impurities

松本 和也, 瀬戸山 結衣, 荻野 拓, 岸尾 光二 (東大院工); 佐藤 巧望, 下山 淳一 (青学大)
 MATSUMOTO Kazuya, SETOYAMA Yui, OGINO Hiraku, KISHIO Kohji (Univ. of Tokyo);
 SATO Takumi, SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama gakuin Univ.)

E-mail: 9918217367@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. はじめに

REBa₂Cu₃O_y(RE123)溶融凝固バルクを強力な超伝導磁石として応用する場合には液体窒素温度より低温での運転が想定されるが、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条件と一致するとは限らないため[1]、RE123 バルクの用途拡大や機能向上には、20~60 K の温度域での J_c の改善が必要である。これまでに我々は、Ba サイトへの RE の部分置換がある程度進むと、低温での J_c の上昇が抑制されることを指摘してきた。また、低温固相反応により合成した Y123 と Y211 を用いて作製した 10 mmφ の Ga 添加、Pt 無添加バルクが、40 K では、10 T まで 5×10^5 A cm⁻² 以上の J_c を示すことを見出している[2]。この特性は強力バルク磁石開発の強い動機になるものであるが、まず、大型バルクに適する手法であることを明らかにしなければならない。以上の背景のもと、本研究では、Ga 微量ドープ、Pt 無添加の Y123 溶融凝固バルクの大型化を試み、バルク内の様々な部分の微細組織、超伝導特性を系統的に調べた。

2. 実験方法

溶融凝固バルクの原料粉末には 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、Y123 と Y211 をモル比で 7 : 3 とし、Y123 の CuO 鎖の Cu に対し Ga を 0.5%ドープするため、出発原料をモル比で Y₂O₃ : BaO₂ : CuO : Ga₂O₃ = 13 : 34 : 47.93 : 0.035 とした。これらを秤量、混合後 1% O₂/Ar 気流中、800°C で 24 h 焼成した。得られた原料粉末に Ag₂O を 10 wt% 加え、一軸プレス(100 MPa)により 20 mmφ × 15 mm^t のペレットに成型し、Nd123 単結晶を種結晶として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 以上の酸素アニールを行った後、SQUID 磁束計による磁化測定により超伝導特性を評価し、走査型電子顕微鏡により微細組織を観察した。

3. 結果と考察

溶融凝固の温度パターンの最適化により、シングルドメインから成るバルクの育成に成功した。得られたバルクは収縮し約 17 mmφ であった。バルクの様々な部分から切り出した試料の ZFC 磁化率の温度依存性を Fig. 1 に示す。なお、種結晶から動径方向の距離を L_a 、下方への距離を L_c としている。いずれの試料も $T_c \sim 91$ K であり T_c の点ではほぼ均一であることがわかった。40 K における J_c の磁場依存性を Fig. 2 に示す。種結晶直下の $L_c = 2$ mm の領域では 40 K, 3 T において $J_c \sim 5.0 \times 10^5$ A cm⁻² と、同様の製法による 10 mmφ のバルクの c -growth 領域における値[2]に近い高い値であったが、 a -growth 領域および $L_c = 6$ mm の部分では $J_c \sim 2 \times 10^5$ A cm⁻² 程度にとどまっており、バルク中での J_c の不均一性が大きいことがわかった。

講演では、酸素量制御の効果や、バルク各所の微細組織と臨界電流特性の関係について議論する予定である。

参考文献

- [1] Y. Ishii *et al.*, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **19** (2009) 3487-3490.
 [2] S. Yamaki *et al.*, *Abstracts of CSSJ Conference* **89** (2014) p.173.

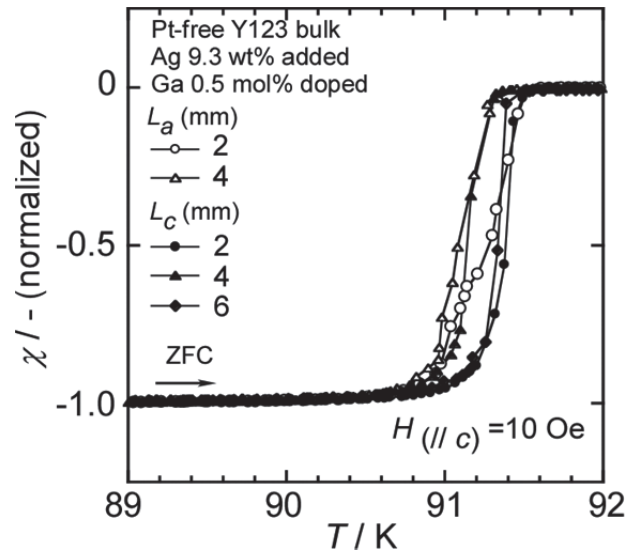


Fig. 1 Temperature dependences of ZFC magnetization for small pieces cut from various positions of a Pt-free and Ga-doped Y123 melt-solidified bulk.

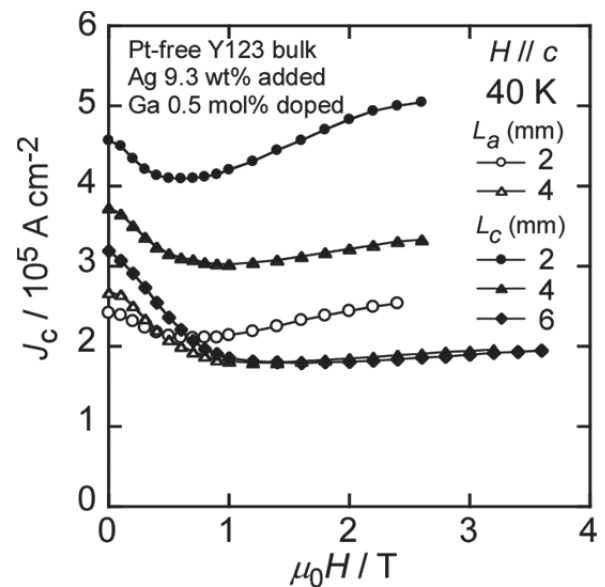


Fig. 2 Magnetic field dependence of J_c at 40 K for small pieces cut from various positions of a Pt-free and Ga-doped Y123 melt-solidified bulk.

SPS法で作製したMgB₂超電導バルクの捕捉磁場特性に対するTiドーピング効果

Effects of Ti doping on the trapped field properties of the MgB₂ superconducting bulks fabricated by SPS method

遠藤 友理, 内藤 智之, 藤代 博之(岩手大)

ENDO Yuri, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.)

E-mail: t2214005@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

本研究グループではこれまで、常圧合成法のカプセル法や高圧合成法であるHIP法を用いて高密度MgB₂超電導バルクを作製してきた。HIP法バルクは充填率が90%以上となり、捕捉磁場はカプセル法の1.7倍程度まで向上した。さらに、不純物としてTiをドーピングすることにより臨界電流密度J_cが向上するという報告例がある。本研究グループではTiドーピングHIP法バルクをin-situ法で作製し、バルク単体表面で3.6Tの捕捉磁場値を実現した[1,2]。この捕捉磁場の向上は、TiによるMgB₂結晶粒の微細化とTiB₂の生成によるピンニングセンターの導入による効果であるとされる。さらに前回の学会で我々は、短時間焼結により粒成長の抑制が可能となるSPS法で、TiドーピングMgB₂超電導バルクをex-situ法で作製し、捕捉磁場がHIP法バルクと同程度となることを報告した[3]。

本研究ではTiドーピングMgB₂バルクをSPS法により作製し、その捕捉磁場特性を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

SPS法では焼結時に試料の密封が困難でありMgの蒸発が激しいという問題から、本研究では次に述べる2種類の出発原料を用意してTiドーピングを試みた。一つは、市販のMgB₂粉末(純度99%, ≦150 μm)にTiまたはTiB₂をそれぞれ10%添加したPowder A、もう一つはMg、BにTiまたはTiB₂をそれぞれ添加した混合粉(モル比 Mg:B:Ti = 0.9:2:0.1, Mg:B :TiB₂ = 0.9:1.8:0.1)を800℃で6時間の常圧焼結を施したPowder Bを出発原料とした。各粉末は遊星式ボールミル(250-400 rpm, 1-12 h, Ar中)により粉砕された。原料粉末をカーボンダイス(直径20 mm)に充填し、一軸加圧成形した後、20-100 Paの真空中において950-1050℃で5-15 minのSPS処理を行った。最大印加電流は1000 Aとし、印加圧力は50 MPaとした。試料の直径は20 mmであり、厚さは8-11 mmであった。伝導冷却型超電導マグネットを用いて5 Tの磁場中でMgB₂バルクを冷却した後、外部磁場を取り除いて磁場を捕捉させ、バルク表面中心にセットした極低温用ホール素子により捕捉磁場の測定を行った。粉砕前後のMgB₂粉末の構造はX線回折法(XRD)で評価した。また、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により算出した。

3. 結果と考察

Fig. 1にPowder Aを用いてSPS法、HIP法で作製したドーピングバルクのXRDパターンを示す。全てのバルクにおいて、不純物相としてMgB₄相やMgO相が観測された。HIPバルクと比較してSPSバルクでは不純物相が多く観測された。Tiドーピングバルクにおいて未反応のTi相はほとんど観測されず、TiB₂相が観測されたことから焼結によりTiがBと反応したことが示唆される。さらに、TiB₂をドーピングしたバルクでは不純物としてTiB₂相がそのまま観測された。

Fig. 2にPowder Aを用いてSPS法、HIP法により作製したTiドーピング(pristine)、TiまたはTiB₂ドーピングバルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。HIPバルクにおいて、Tiドーピングバルク

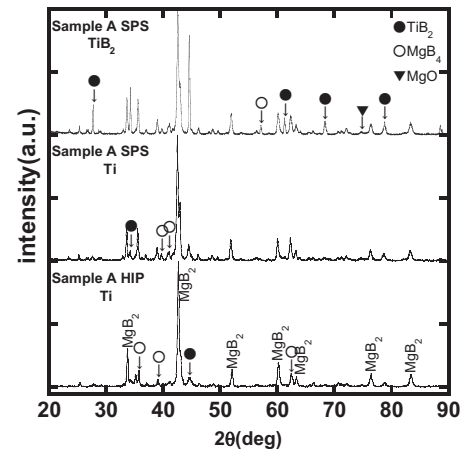


Fig. 1 XRD patterns of the Ti/TiB₂ doped MgB₂ bulks.

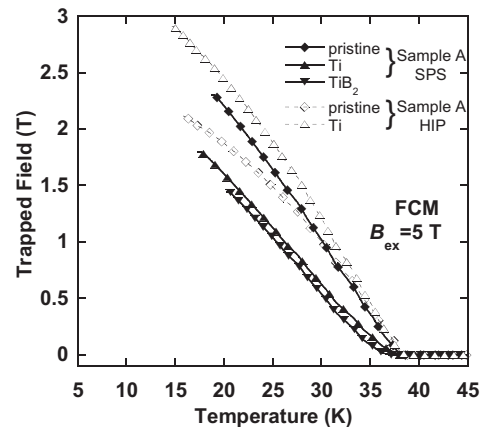


Fig. 2 Temperature dependence of the trapped field for the pristine and Ti/TiB₂ doped MgB₂ bulks.

はpristineバルクと比較して捕捉磁場が向上した。しかし、SPSバルクでは、pristineバルクと比較してTi/TiB₂ドーピングバルクの捕捉磁場は低下した。さらに、転移温度の低下も同時に確認された。XRDパターンSPSバルクのからバルク内に不純物が多く存在していたことが、捕捉磁場を低下させた原因であると考える。

講演では、Powder Aを用いたバルクの他にPowder Bを用いたバルクの捕捉磁場特性を併せて報告する予定である。

参考文献

1. T. Naito *et al.* : Supercond. Sci. Technol., vol. 28, (2015) 095009
2. T. Yoshida *et al.* : IEEE Trans. vol. 25, (2015) Issue 3
3. Y. Endo *et al.* : Abstract of CSSJ Conference, vol. 91, (2015) 3C-a07

Infiltration 法による 3 T 級 MgB₂ バルクの作製

Fabrication of 3T class MgB₂ bulk magnet by infiltration method

荻野 新, 内藤 智之, 藤代 博之 (岩手大)

OGINO Arata, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.)

E-mail: t2215005@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

MgB₂は金属間化合物中で最高の超電導転移温度 $T_c=39$ K を持ち、20 K 級での応用が期待される。また、コヒーレンス長が長く、電磁的異方性が低いという特徴を持つため、多結晶体のバルクで高い臨界電流密度を得ることが可能である。MgB₂はMgとBの単純な二元系の化合物であるため、原料粉末にMgとBを用いる *in-situ* 法により、比較的簡便にバルク作製が可能である。

高い捕捉磁場の MgB₂ バルクを作製するためには、充填率を向上させ粒界の数を増やし、臨界電流密度を向上させる必要がある。そのため、我々は高圧下焼結法である HIP (Hot Isostatic Pressing)法や SPS (Spark Plasma Sintering)法により、高充填率なバルクを作製してきた[1, 2]。しかし、これらの方法には高コストであったり、専用の装置が必要であったりといった短所がある。一方、本研究で用いた Infiltration 法は、常圧下でBペレットにMg融液を浸透させMgB₂を得る方法であり、比較的簡便かつ安価に高い充填率を得ることができる。また、作製できるバルク形状の自由度が高く、様々な形のバルクを作製できるという特徴がある[3]。

本研究では、自作のカプセルを用いた Infiltration 法によって MgB₂ バルクを作製し、その捕捉磁場特性について評価した。

2. 実験方法

原料粉末は結晶B粉末(純度99%、粒径45 μm)、Mg粉末(純度99.5%、粒径180 μm)を用いた。Fig.1のように自作のステンレス容器に結晶B粉末を詰め、Mg融液が通るための穴を開けた軟鉄ガスケットとMg粉末を詰めた容器を重ね密封した。Mg粉末と結晶B粉末のモル比は1.6:2であった。焼結温度は900℃、焼結時間は9時間とした。焼結後、機械加工を施し容器からバルクを取り出した。バルクの直径は30mm厚さは6.6mmであった。

伝導冷却型超電導マグネットを用いて、5Tの外部磁場下でMgB₂バルクを冷却した後に磁場を取り除き、磁場を捕捉させた。捕捉磁場はバルク表面中心に設置したホールセンサーを用いて測定した。作製したバルクの相定は、X線回折法(XRD)で行った。臨界電流密度はSQUID磁束計で測定した磁気ヒステリシス曲線から拡張型ピンモデルを用いて算出した。

3. 結果と考察

Fig.2に作製したMgB₂バルクのXRDパターンを示す。バルク表面側では、不純物の少ないMgB₂相が得られたことが分かる。また、バルク底側ではMgB₂の他に若干のMg₂B₂₅が生成されていることが分かる。これは、バルク底側は表面側よりもMgの浸透距離が長いこと、Mgが不足したためだと考えられる。

Fig.3にInfiltration法で作製したバルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。最大捕捉磁場は、15.9Kにおいて2.4T、20Kにおいて2.1Tという値であった。Infiltration法により作製したバルクは、クラックの改善や焼結条件等の作製条件の最適化により、さらに捕捉磁場向上の余地がある。

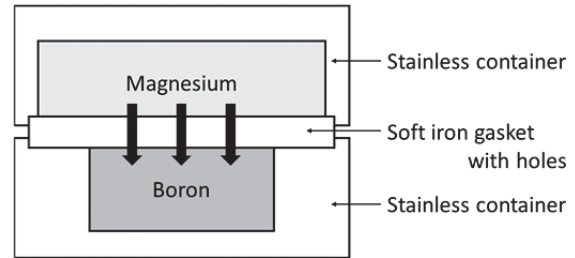


Fig.1 Cross section of the Capsule for the Infiltration method.

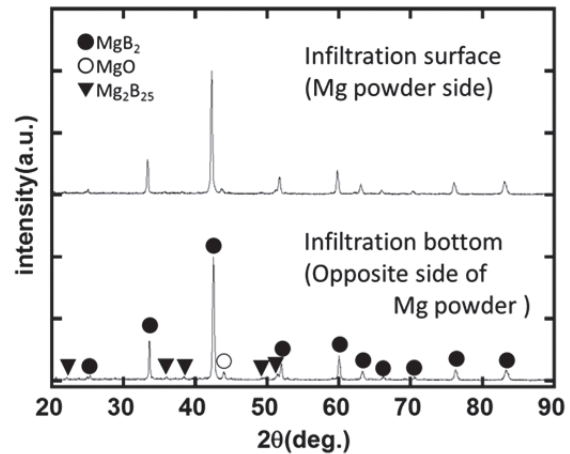


Fig.2 XRD patterns of MgB₂ bulk fabricated by Infiltration method.

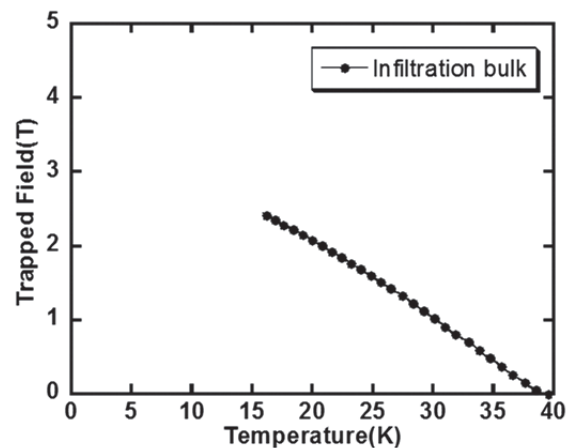


Fig.3 Temperature dependence of the trapped field for MgB₂ bulk.

参考文献

- [1] T. Yoshida *et al.*: Applied Superconductivity, IEEE Transactions on (Volume:25, Issue:3)
- [2] 遠藤, 他: 低温工学・超電導学会概要集 91 (2015) 3C-a07
- [3] G. Giunchi *et al.*: Cryogenics 46 (2006) 237-242

高充填率 MgB₂バルクの捕捉磁場に対する粒径制御と不純物ドーピング効果

Effects of grain size and impurity doping on the trapped fields of highly dense MgB₂ bulks

内藤 智之, 荻野 新, 藤代 博之 (岩手大); 淡路 智 (東北大)
 NAITO Tomoyuki, OGINO Arata, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); AWAJI Satoshi (Tohoku Univ.)
 E-mail: tnaito@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

MgB₂を用いたバルク磁石の開発が近年精力的に行われており、5.4 テスラ(12K)が現在の最高捕捉磁場値である[1]。捕捉磁場の向上には磁束ピン止め中心となる粒界密度の増加や不純物の導入が有効である。線材を中心とした MgB₂に関するこれまでの多くの研究において、粒界は原料粉末の微細化や緻密化によってなされてきた。また、Ti[2]や C[3]が有効なドーピング元素であることが知られている。そこで、我々は Ti や SiC をドーピングした高緻密 MgB₂バルク(充填率 90%以上)を in-situ 等方圧加圧焼結(HIP)法で作製し、その捕捉磁場を評価した。その結果、Tiドーピング(ドーピング量 5-20%)の単体バルク表面で pristine バルクの約 1.3 倍となる 3.6 テスラ(14K)の捕捉磁場、さらに2枚積層バルク中心で捕捉磁場 4.6 テスラ(14K)が得られた[4]。これら捕捉磁場の向上は Tiドーピングによって MgB₂結晶粒が微細化されるとともに生成された TiB₂が新しいピン止め中心として機能することによってもたらされる事が EPMA や電子線後方散乱回折(EBSD)による組織観察から明らかとなった。一方、SiCドーピングバルクでは添加量 10%で捕捉磁場 2.9 テスラ(16K)が得られたが、SiCドーピングは Tiドーピングに比べてピン止め効果が低いことが分かった。

本研究では MgB₂結晶粒微細化に対して Tiによる化学的手法とボールミル粉砕による物理的手法を併せて適用することで更なる捕捉磁場の向上を目指すことを目的とした。また、SiC以外で磁束ピン止め中心の導入に有効な C 添加源を明らかにすべく Cと B₄Cをドーピングした MgB₂バルクの捕捉磁場特性を調べた。

2. 実験方法

全てのバルクは in-situ HIP 法で作製した。出発原料は Mg、B および添加元素(Ti、C、B₄C)を添加量 10mol%として秤量した後ボールミル混合したものとした。ボールミル混合は Ar 雰囲気中、250rpm(ボールおよび容器の材質はメノウ)、12 時間の条件で行った。HIP 焼結は印加圧力 98MPa、900℃、3 時間保持の条件下で実施した。バルクサイズは直径 37-38mm、厚さ 7 mmであった。得られた MgB₂バルクを磁場中冷却着磁法(印加磁場 5 テスラ)によって着磁し、バルク表面中心の捕捉磁場をホール素子で測定した。

3. 実験結果と考察

図 1 に各 MgB₂バルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。20K の捕捉磁場値について以下に比較する。pristine バルクについては、ボールミル(BM)効果によって捕捉磁場は 2.17 テスラから 2.58 テスラに増加した。Ti10%-BM バルクの捕捉磁場は 3.46 テスラと pristine-BM の 1.3 倍であった。一方、C-BM および B₄C-BM バルクの捕捉磁場は、それぞれ 1.93 テスラおよび 1.15 テスラと pristine-BM バルクを下回った。Cドーピングによる臨界温度 T_c の低下が低い捕捉磁場の原因と考えられる。ただし、温度依存性を見るとより低温度領域では Cドーピングバルクの捕捉磁場曲線と pristine および Tiドーピングバルクの捕捉磁場曲線がクロスすることが期待される。従って、動作温度 4.2K であれば Cドーピングも有効となり得る。また、Ti10%-BM の最大捕捉磁場は 3.93 テスラ(16.5K)であり、10K 以下では捕捉磁場 5 テスラを実現できる可能性がある。

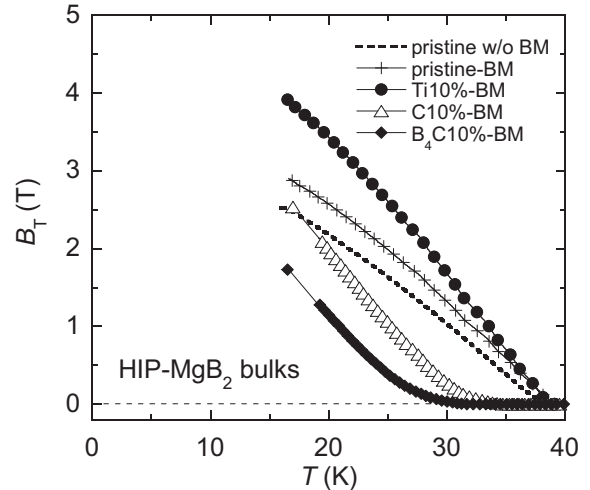


Fig.1: Temperature dependence of the trapped magnetic-field of the pristine and impurity (Ti, C, B₄C) doped MgB₂ bulks.

講演当日は、臨界電流密度や上部臨界磁場の温度依存性と併せてこれら MgB₂バルクの捕捉磁場特性について議論する予定である。

参考文献

1. G. Fuchs *et al.*, Supercond. Sci. Technol. **26** (2013) 122002.
2. Y. Zhao *et al.*, Appl. Phys. Lett. **79** (2001) 1154.
3. S.X. Dou *et al.*, Appl. Phys. Lett. **81** (2002) 3419.
4. T. Naito *et al.*, Supercond. Sci. Technol. **25** (2012) 095012.

NMR用円筒状超電導バルク磁石のNMR計測の進展

Progress of Bulk Superconducting Magnet for high resolution NMR spectroscopy

仲村 高志(理研);伊藤 佳孝, 柳 陽介(イムラ材研);根本 貴宏, 内海 博明(JEOL RESONANCE); 藤代 博之(岩手大)
 NAKAMURA Takashi (RIKEN); ITOH Yoshitaka, YANAGI Yousuke (IMRA Material);
 NEMOTO Takahiro, UTSUMI Hiroaki (JEOL RESONANCE); FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.)
 E-mail: takashi.nakamura@riken.jp

1. はじめに

近年の恒常的なヘリウム不足による NMR、MRI 超電導磁石(Super Conducting Magnet: SCM)の維持費の高騰の解決法として、我々は小型の GM パルス管冷凍機による、伝導冷却を用いた高温超電導バルク体の NMR、MRI 用 SCM を開発し、NMR 信号を得た [1]。その後、磁場中冷却法(Field Cooling Method : FCM) にて静磁場着磁を実施する際、着磁用 SCM が形成する磁場均一度を乱さないバルク超電導体 Eu-Ba-Cu-O を開発[2]し、さらに、静磁場着磁用 SCM の持つ磁場均一度の一部を、バルク磁石内部に同程度に形成できるようにシミュレーションで求めたサイズのバルク磁極を作製し、MRI で評価[3]した。その結果から、内径の異なるバルク体を組み合わせたバルク超電導磁石での捕捉磁場均一度の向上を報告[4,5]した。今回は、この磁石に対して、高分解能 NMR に必要なシムコイル、磁場ロック装置、そして試料回転装置を装着し、高分解能 NMR の実験を実施したので、これを報告する。

2. 実験

Eu-Ba-Cu-O を用いた外径 60 mm、内径 28 mm、厚さ 23 mm を上下に、中央部分は外径 60 mm、内径 36 mm、厚さ 74 mm のバルク体をその外周すべてを内径 60mm、外径 70mm のアルミリングで補強し、磁極として構成する。それを GM パルス管冷凍機(AISIN, PR1211, 100V, 1200W)を用いた伝導冷却で 50K 以下に冷却し、NMR 用のワイドボア超電導磁石(JASTEC JRTC-300/89)を着磁用 SCM として使用して FCM にて 4.747 T(^1H 共鳴周波数 202 MHz)に着磁した。バルク磁石内部に形成される均一磁場を NMR 計測に用いられるように、真空容器内部に設置されたバルク磁極の内径部分に対して室温空間ボア径 23mm、長さ 135mm のアルミフランジを差し込む。この室温ボア空間に外径 22 mm、内径 16 mm の室温シムコイル(補正項: $Z_0, Z_1, Z_2, X, Y, ZX, ZY, XY, X_2-Y_2$) と、直径 5 mm の NMR 試料管を回転するスピナー付きの RF コイル(^1H 観測用と磁場ロック用の ^2D 観測)を組み込んだ(Fig.1)。そして、信号を検出する RF コイル部分の外径を 4 mm に絞った特注の試料管にエチルアルコールを入れて、試料管を 30 Hz で回転し、シム調整を行いながら ^1H NMR の測定を行った。調整の結果、シングルパルス法で、共鳴周波数 202.088 MHz、観測帯域 5 kHz、 90° パルス幅 25 μ sec. そして精算回数 1 回で Fig. 2 のスペクトルを得た。その結果、 ^1H 高分解能 NMR に必要なスピナカップリングを明瞭に観測できる分解能まで調整できることを確認した。ただし、まだ、シム調整によって回転によるスピニングサイドバンドの消去ができていない。

3. 考察

Eu-Ba-Cu-O バルク磁石に高分解能 NMR の測定に必要な装置(シム、試料回転、磁場ロック)を組み込み、 ^1H NMR の

測定を行った。半値幅 1 Hz までスペクトルの分解能を上げることができたが、まだ、XY 平面の磁場調整が充分できていないため、サイドバンドが観測されている。これは、バルク磁石の XY 面に対する磁場均一性が不足しているためか、まだ、シミングによる最適化が不足しているかについて慎重に評価しなければならない。しかし、今回の実験で、構造解析に必要なスピナカップリングまで観測できたので、バルク磁石は高分解能 NMR に必要な磁場均一性を得ることができることを、充分に示している。

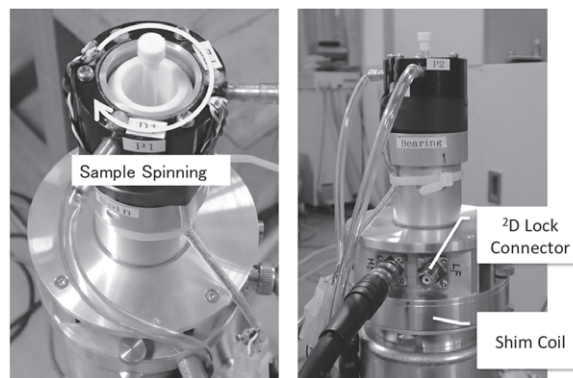


Fig.1 Photograph of Sample Spinning System (left), Field Lock and Shim System (right)

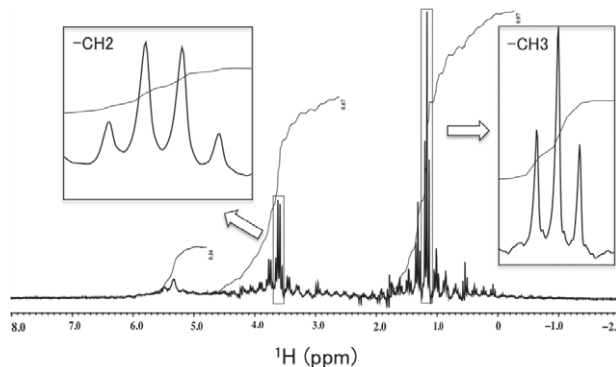


Fig.2 ^1H NMR Spectrum of Ethanol
 Resonance Frequency : 202.088 MHz, Sweep Width : 5 kHz,
 Sample Spinning Speed : 30 Hz, Accumulation Times : 1, 90° pulse width : 25 μ sec.

参考文献

1. T. Nakamura, et al.: *Concept in Magn. Res. B (MRE)*: **31**(2) (2007) 65-70
2. S. Nariki, et al.: *Physica C* **468** (2008) 1451-1455.
3. K. Ogawa, et al.: *Appl. Phys. Lett.*, **98** (2011) 234101
4. T. Nakamura, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 90 (2014) p.17
5. T. Nakamura, et al.: *J. Magn. Reson.* **259** (2015) 68-75

NMR 用円筒状超電導バルク磁石の磁場均一性向上(1) – 中央部内径拡大 – Improvement of Magnetic Field Homogeneity in a Bore of NMR Superconducting Bulk Magnet (1) – Effect of Expansion of Inner Diameter in a Central Part of a Bulk Bore –

伊藤 佳孝, 柳 陽介, 吉川 雅章(イムラ材研); 仲村 高志(理研)

ITO H Yoshitaka, YANAGI Yousuke, YOSHIKAWA Masaaki (IMRA MATERIAL); NAKAMURA Takashi (RIKEN)

E-mail: y-itoh@ai-i.aisin.co.jp

1. はじめに

我々は、超電導バルクを用いた小型無冷媒の NMR 用超電導磁石の開発を行っている[1]。NMR 用磁石には ppm オーダの高い磁場均一性が必要であるが、印加磁場の均一化と冷却・減磁過程での磁場均一性の維持について解析的・実験的検討を行った結果、円筒状の超電導バルクの室温ボア内に 1ppm 以下の均一磁場発生に成功した[2]。本発表では、この内、印加磁場の均一化について報告する。

円筒形状の RE (RE: 希土類元素) 系超電導バルクを静磁場着磁 (FC) する際、 T_c 以上で均一な磁場を印加してもバルクの常磁性磁化により印加磁場分布が乱れ、着磁後のボア内の磁場均一性が低下する。そこで、ボア中央部の内径を部分的に拡大し、バルク両端に現れる磁極による磁場分布の乱れを中央拡大部両端の磁極による磁場でキャンセルしボア中央部の印加磁場を均一化することを試みた。

2. 解析方法

PHOTO-Eddy (株) フォトン Ver. 6.4 を用い、1/2 二次元軸対称モデルで電磁界解析を行った。Fig. 1 に同径ボア (Type A) と中央拡大ボア (Type B) の解析モデルを示す。バルクは、外径 60mm、内径 28mm、高さ 120mm で、Type B ではボア中央部の内径 ϕd 、内高 h をパラメータとし、印加磁場が均一となるよう最適化を行った。Gd 系バルクでの 40K、FC5T の着磁を想定し、Bean モデルでの J_c を $6.0 \times 10^8 \text{ A/m}^2$ 、比透磁率 μ_r を 1.01 (100K) とした[1]。

3. 結果と考察

初めに Type A について FC5T 着磁後のバルク内の電流分布を調べた。バルクの高さ方向中央での電流領域 ($J=J_c$) は、バルク外周から 8mm であった。この結果から内径拡大部が電流領域に掛からないように $d=36\text{mm}$ として h を最適化した時のボア中央部の磁場分布を Fig. 2 に示す。ボア中央部の拡大により、印加磁場 (○、◇) の均一領域は z 方向と r 方向に広がり、それに対応して捕捉磁場 (●、◆) の均一領域も広がっている。Fig. 3 には、ボア中央部全体の印加磁場分布を示す。±1ppm の均一領域 (破線) は、ボア拡大なし $\phi 4 \times L2$ に対し、拡大あり $\phi 27 \times L23$ となるのが分かる。

本解析で行ったボア中央部拡大による印加磁場均一化の手法はバルクの形状に依存し磁化の大きさには依存しないため、バルクの種類や温度によって μ_r が変化しても有効に機能すると考えられる。

4. まとめ

電磁界解析の結果、円筒状超電導バルクのボア中央部を拡大することによりバルクの常磁性磁化による磁場分布の乱れを補正し、ボア内印加磁場を均一化できることが分かった。

本研究の一部は、国立研究開発法人日本医療研究開発機構 (AMED) の医療分野研究成果展開事業 (先端計測分析技術・機器開発プログラム) で実施したものである。

参考文献

1. T. Nakamura, et al.: J. Cryo. Soc. Jpn. **46** (2011) 139 – 148
2. Y. Yanagi, Y. Itoh, M. Yoshikawa and T. Nakamura: Abstracts of CSSJ Conference **92** (2015) 1C-p10

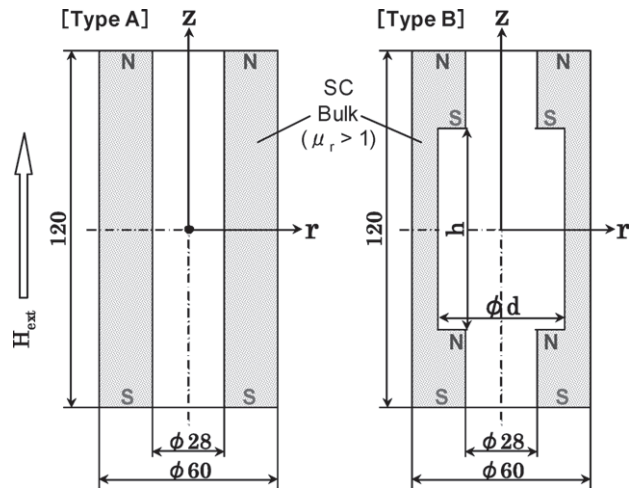


Fig. 1 Analysis model of SC bulks without (type A) and with (type B) inner diameter expansion in the center of a bore.

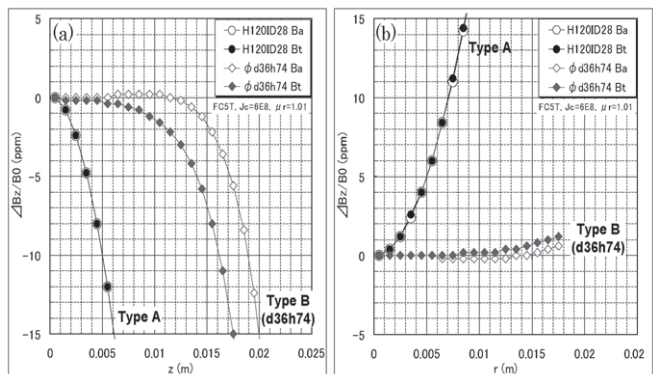


Fig. 2 Calculated distributions of applied field Ba and trapped field Bt along (a) the z-direction and (b) the r-direction.

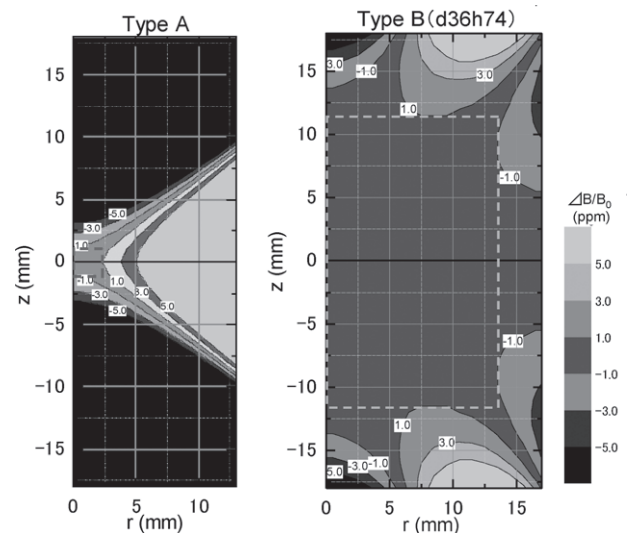


Fig. 3 Analysis results of applied field distribution in a bulk bore.

NMR 用円筒状超電導バルク磁石の磁場均一性向上(2)内挿超電導円筒

Improvement of Magnetic Field Homogeneity in a Bore of NMR Superconducting Bulk Magnet (2) – Effect of Insertion of HTS cylinder into a Bulk Bore

柳 陽介, 伊藤 佳孝, 吉川 雅章(イムラ材研); 仲村 高志(理化学研究所)

YANAGI Yousuke, ITOH Yoshitaka, YOSHIKAWA Masaaki (IMRA MATERIAL); NAKAMURA Takashi (RIKEN)

E-mail: yanagi@ai-i.aisin.co.jp

1. はじめに

我々は、超電導バルクを用いた小型無冷媒の NMR 用超電導磁石の開発を行っている[1]。市販装置用の NMR 用磁石では磁石単独に必要な領域に 1 ppm 程度の磁場均一性を有しているため、バルク磁石単体で同等の均一性を実現することが目標となる。超電導バルク磁石では材料の磁化が印加磁場の均一性に影響するが、シミュレーションで検討したバルク形状にすれば、 ± 1 ppm 以下の磁場均一性を持つ領域が広い範囲にできることが示された[2]。しかし、形状を改良した超電導バルク磁石を実際に着磁したところ、磁場均一性は向上したが 19.4 ppm (評価領域 $\phi 6.9 \times L10$) であった。バルク超電導体は、その作製法上、不純物や欠陥等を含有するため、それらが原因で静磁場着磁の減磁過程でバルク内に生じる超電導電流の分布が乱れ、磁場が不均一になると考えられる。その対策として、円筒状の積層バルクの内側に、円筒の径方向に c 軸配向し、バルクより J_c の高い RE123 系超電導薄膜の円筒を配することを考えた。内挿超電導円筒を導入すれば、減磁過程で円筒内に誘起される超電導電流によりその内側の磁場分布が維持されると期待した。実験で検証したところ、内挿超電導円筒で磁場均一性が大きく向上し、室温ボア内で 1 ppm 以下の磁場均一性が得られたので報告する。

2. 実験方法

実験に用いた NMR 用円筒状超電導バルク磁石の構成を Fig. 1 に示す。バルクの外径は全て 60 mm、内径は上下端が 28 mm、中央の 4 個は 36 mm で、計 6 個のバルクの積層高さは 120 mm である。この積層バルクの内側に内挿超電導円筒を配し、バルクと一緒に冷却する構成とした。円筒状の薄膜の作製は困難なため、100 mm, 118 mm, 125 mm の銅のボビンに幅 10 mm の GdBcO のテープ線材 (株) フジクラ製; FYSC-SC10) をスパイラルに 2 層巻いた円筒を作製した。125 mm のボビンでは、両端の 30 mm ずつに 2 層巻いたものおよび全長に 3 層巻いたものも作製した。磁極の内側には $\phi 20$ mm の室温空間を確保し、専用の NMR プローブを挿入する。 $\phi 6.9 \times L10$ mm ないし $\phi 4.2 \times L6$ mm の領域に水を充填した試料管を NMR プローブに挿入し、得られた ^1H の NMR 信号の半値幅で磁場均一性を評価した。

着磁は NMR 用の超電導マグネットを用いて磁場中冷却法で行った。磁極を 4.7 T に励磁した着磁用マグネットの室温ボア内に入れた状態でバルクが超電導になる直上の 100 K に保ち、NMR 用超電導マグネットに付帯する超電導シムの調整を行って試料領域での印加磁場の均一性を 1 ppm 以下にした。その後、50 K まで磁極を冷却し、次いで着磁用マグネットを減磁して磁極を着磁した。着磁後の磁場均一性について、円筒のない場合と種々の円筒がある場合とで比較した。

3. 結果および考察

初めに 100 mm の円筒を調べたところ、7.5 ppm と円筒なしのときの 8.8 ppm (いずれも評価領域 $\phi 4.2 \times L6$ mm) より磁場均一性が向上した。円筒長さ 118 mm および 125 mm ではさらに磁場均一性が向上し、バルクの全高に近い長さの円筒がより有効なことがわかった。また、両端のみの円筒で 100 mm より磁場均一性が良かったことから、超電導電流がバルクの内周

まで流れる上下端のバルクの近傍で効果が大きいものと考えている。巻き数を増やすことで効果が増すと期待した 3 層巻き 125 mm の円筒ありで最も高い磁場均一性 0.45 ppm が得られた。このときの NMR スペクトルを円筒のない場合と重ねて Fig. 2 に示した。

4. まとめ

中央部のバルクの内径を拡大した円筒状の積層超電導バルクの内側に超電導円筒を内挿することにより、室温ボア内で印加した磁場と同等の 1 ppm 以下の均一性を保って着磁することができ、円筒状の超電導バルク磁石で NMR 用磁石として必要とされる磁場均一性を得ることができた。

本研究の一部は、国立研究開発法人日本医療研究開発機構 (AMED) の医療分野研究成果展開事業 (先端計測分析技術・機器開発プログラム) で実施したものである。

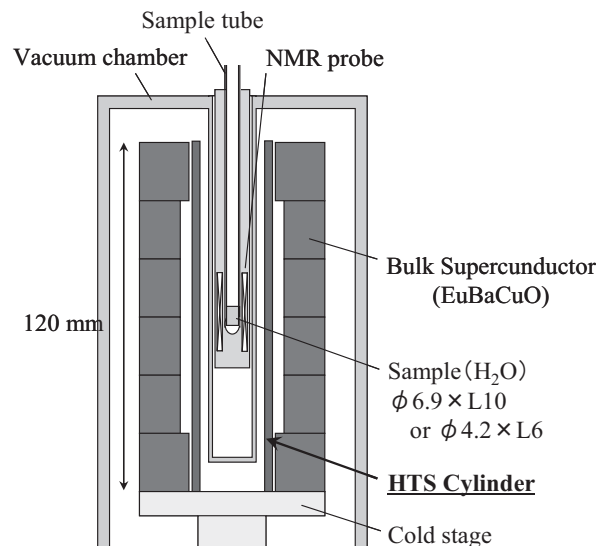


Fig. 1 Schematic illustration of the Superconducting Bulk Magnet with HTS cylinder

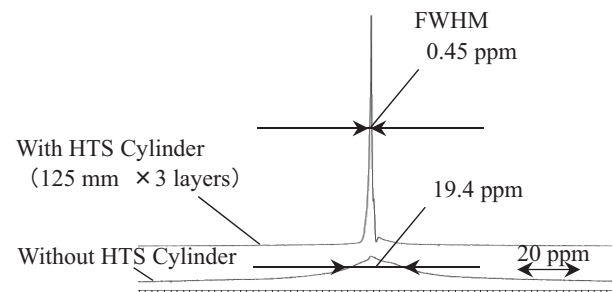


Fig. 2 ^1H NMR spectra of H_2O with and without HTS cylinder

参考文献

1. T. Nakamura, et al.: J. Cryo. Soc. Jpn. **46** (2011) 139 – 148
2. Y. Itoh, Y. Yanagi, M. Yoshikawa and T. Nakamura: Abstracts of CSSJ Conference 92 (2015) 1C-p9

NMR 用円筒状超電導バルク磁石の磁場均一性に及ぼすバルク欠陥位置の影響

Influence of Defect Position in a Bulk Superconductor on Magnetic Field Homogeneity in a Bore of NMR Superconducting Bulk Magnet

伊藤 佳孝, 吉川 雅章, 柳 陽介(イムラ材研); 藤代 博之(岩手大); 仲村 高志(理研)

ITOH Yoshitaka, YOSHIKAWA Masaaki, YANAGI Yousuke (IMRA MATERIAL); FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); NAKAMURA Takashi (RIKEN)
E-mail: y-itoh@ai-i.aisin.co.jp

1. はじめに

ppm オーダの磁場均一性が要求される NMR 用磁石に超電導バルクを用いる場合、バルクに内在する欠陥がバルクの発生磁場の均一性に大きく影響すると考えられる。そこで、電磁界解析により、円筒状超電導バルクの各位置の欠陥が着磁後のバルクボア内の磁場均一性に及ぼす影響を調べた。

2. 解析方法

電磁界解析は、PHOTO-Eddy (株)フォト Ver. 6.4) を使い、1/2 二次元軸対称モデルで行った。円筒状超電導バルク(外径 60 mm、内径 28mm、高さ 120mm)の各部に $J_c=0$ の欠陥を形成し、静磁場着磁 (FC) した時のバルク内の電流分布、ボア内の磁場分布を調べた。Fig. 1 に解析モデルを示す。 $J_c=0$ 欠陥の位置は、A: 円筒中央部径方向、B: 円筒端面径方向、C: 円筒内周面軸方向、D: 円筒外周面軸方向の4通りである。欠陥サイズは径方向 6mm、軸方向 5mm とし、欠陥 A では径方向のサイズを 0~16 mm で変化させた。Bean モデルを使い、 J_c は $6.0 \times 10^8 \text{ A/m}^2$ (Gd 系 40K でのバルク J_c)、比透磁率は $\mu_r=1$ 、着磁は FC 5T とした。

3. 結果と考察

Fig. 2 に、欠陥 A の位置及びサイズを変えたときの電流分布とボア内の捕捉磁場分布を示す。バルク外周面に欠陥があると着磁で誘起される電流は欠陥の内側を流れる。欠陥サイズ a_3 が増加すると電流領域はバルク内周面側に広がり、 $a_3=14\text{mm}$ で内周面に達する。電流領域が内周面に達する前のボア内磁場分布は欠陥のない場合と変わらないが、内周面に達すると分布が乱れる。これより、バルク内に欠陥があってもボアの内周面に電流領域が現れなければボア内の磁場分布には影響しないことが分かる。

Fig. 3 には、欠陥 B、C の位置による変化を示す。欠陥がバルク内周側の $J=0$ 領域にある場合には磁場分布は欠陥なしと変わらないが、バルク端部の電流領域にあると磁場分布が乱れ、ボアの入口にある時が最も乱れが大きくなる。また、欠陥 C、D については、欠陥位置がボア入口からバルク表面に沿って距離が遠くなるほど欠陥なしからの分布の乱れは小さくなる事が分かった。

以上の結果は、バルク欠陥による磁場分布の乱れを補償するためにボア内に設置した内挿超電導円筒の実験[1]において、超電導円筒をボア端部の内周面に対面するように配置した時に磁場均一化の効果が最大となる結果と整合する。

4. まとめ

バルクボア端部の電流領域に欠陥があるとボア内磁場分布への影響が大きいことが明らかになった。

本研究の一部は、国立研究開発法人科学技術振興機構の研究成果展開事業(先端計測分析技術・機器開発プログラム)で実施したものである。

参考文献

- Y. Yanagi, Y. Itoh, M. Yoshikawa and T. Nakamura: Abstracts of CSSJ Conference 92 (2015) 1C-p10

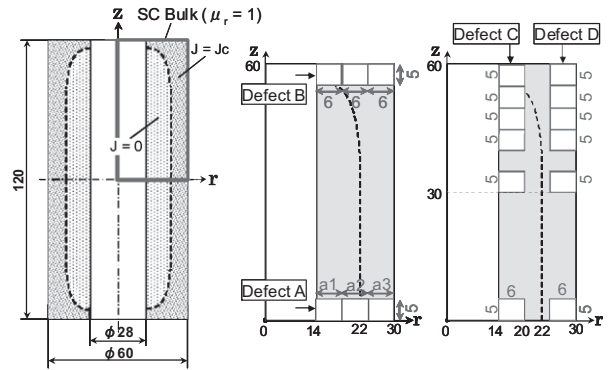


Fig. 1 Analysis model of SC bulk with different types of defect.

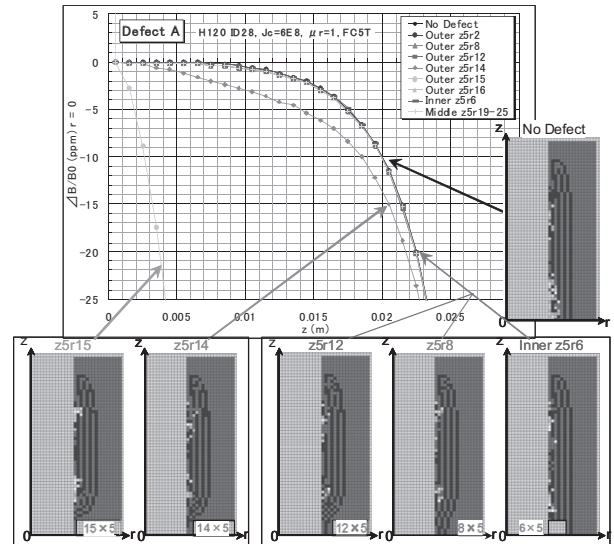


Fig. 2 Simulation results of trapped field distribution in a bore and current distribution for the defect A bulk.

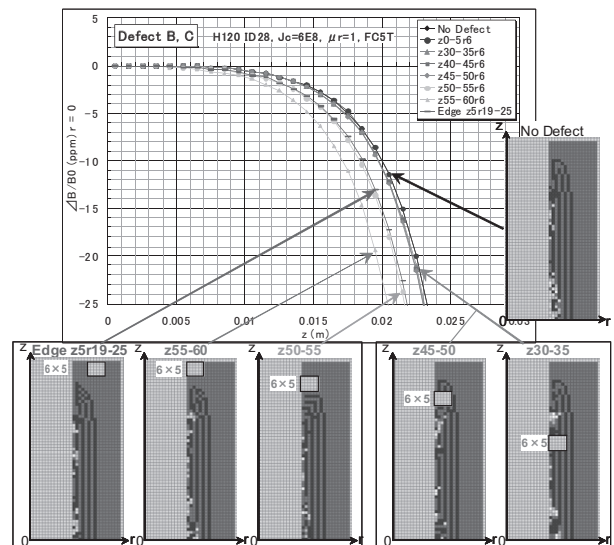


Fig. 3 Simulation results of trapped field distribution in a bore and current distribution for the defect B and C bulks.

NMR 用円筒状超電導バルク磁石への超電導円筒内挿効果のシミュレーション解析

Numerical simulation for the insertion effect of HTS cylinder into the bore of NMR superconducting bulk magnet

藤代 博之(岩手大);伊藤 佳孝, 柳 陽介(イムラ材研);仲村高志(理研)

FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); ITOH Yoshitaka, YANAGI Yousuke (IMRA Material); NAKAMURA Takashi (RIKEN)
E-mail: fujishiro@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

コンパクトで寒剤不要なNMR用円筒状超電導バルク磁石の開発が現在盛んに行われている[1]。高性能 NMR 装置を実現するには試料が存在する円筒空間内の高い磁場均一性が要求されるが、超電導バルク材の結晶成長に起因する本質的な臨界電流密度 J_c 分布の4回対称性や、欠陥や非超伝導相分布等による捕捉磁場の不均一が問題となり、様々な工夫が行われている。しかし、欠陥のサイズや位置がどの程度捕捉磁場の不均一に影響するかについては明らかになっていない。最近、この円筒状超電導バルク磁石に高い J_c を有する超電導テープ線材を巻き付けた円筒を内挿することで、内部空間の捕捉磁場の均一性が飛躍的に向上することが実験的に確認されている[2]。本発表では、欠陥の位置とサイズが円筒状超電導バルク磁石内の磁場分布に及ぼす影響と、超電導円筒を内挿した場合の磁場均一効果を3次元シミュレーションにより検討したので報告する[3]。

2. 解析方法

外径 60 mm, 内径 28 mm, 高さ 120 mm の円筒状超電導バルク磁石 ($J_{c1}=4.8 \times 10^8 \text{ A/m}^2$) を 50 K で内径 100 mm, 外径 150 mm の無限長コイルを用いて外部磁場 4.7 T (200 MHz) 中で磁場中冷却着磁(FCM)を行う場合を想定した。超電導体の E - J 特性は n 値モデル ($n=100$)、及び J_c の磁場依存性は無いと仮定した。図 1 に示すように座標を定義し、バルク磁石中心部 defect-A ($z=0 \text{ mm}$)、及び端部 defect-B ($z=60 \text{ mm}$) に大きな欠陥 ($J_c=0$) を仮定し、中心付近における磁場分布を(株) Photon の PHOTO-EDDY ver.7.2 を使用して3次元 FEM で計算した。また、均一な J_c ($=J_{c2}$) を有する超電導円筒(外径 27 mm, 内径 26 mm, 高さ 120 mm) を内挿し、 J_{c2} を $4.8 \times 10^4 \sim 4.8 \times 10^{10} \text{ A/m}^2$ の範囲で変化させて磁場分布の均一化に対する効果を調べた。

3. 解析結果

図2に defect-A、defect-B が円筒状超電導バルク磁石の中心付近の磁場分布に及ぼす影響を示す。両バルクともに欠陥の影響で中心付近の磁場分布は大きく乱れ、defect-B バルクのようにたとえ欠陥が遠くに存在しても大きく影響することが分かる。これはバルク体全体の電流分布が中心部の磁場分布に影響していることを示している。

図3には defect-A、defect-B が存在するバルクに内挿した超電導円筒の J_{c2} を変化させた場合の中心付近の磁場分布の改善効果を示す。円筒状超電導バルク磁石の J_{c1} より小さな J_{c2} を有する超電導円筒の内挿効果は無いが、 $J_{c2}=J_{c1}=4.8 \times 10^8 \text{ A/m}^2$ 以上の高い J_{c2} を有する超電導円筒の挿入は、捕捉磁場の均一性が飛躍的に向上することが分かった。内挿円筒に流れる電流分布の検討から、 J_{c2} に近い大きな電流が内挿円筒の両端の周囲電流と、欠陥の周りを取り巻くように流れていることが分かった。このことから FCM の減磁プロセス中に内挿円筒内で電流の再配置が行われ、特に欠陥の周囲の磁場の減少を補償するための電流分布が捕捉磁場の均一化の寄与することが推定される。

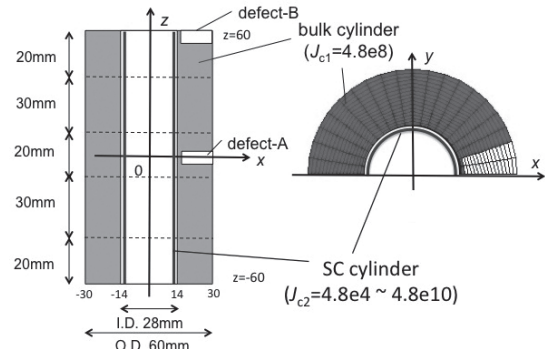


Fig. 1. Half model of the framework for the numerical simulation of FCM, in which the position of the defect-A and defect-B are shown.

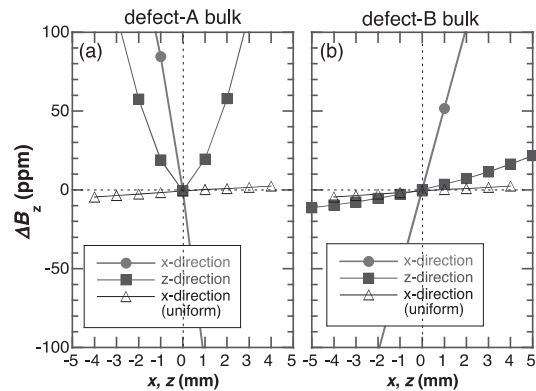


Fig. 2. The microscopic trapped field deviation ΔB_z around the central region along the x -direction and z -direction in the hole of the (a) defect-A bulk and (b) defect-B bulk.

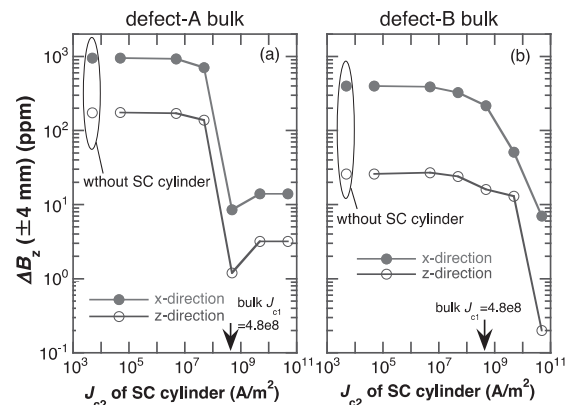


Fig. 3. The trapped field deviation ΔB_z ($\pm 4 \text{ mm}$) along the x -direction and the z -direction in the hole for (a) defect-A bulk and (b) defect-B bulk, as a function of the J_{c2} of the inserted superconducting cylinder.

参考文献

1. T. Nakamura *et al.*, *J. Mag. Reson.* **259** (2015) 68.
2. Y. Itoh, Y. Yanagi and M. Yoshikawa, 2014, Japanese Patent Application No. 2014-127301.
3. H. Fujishiro, Y. Itoh, Y. Yanagi and T. Nakamura, *Supercond. Sci. Technol.* **28** (2015) 095018.