

Nb₃Sn 線材の高強度化のための銅合金の研究

Study for Cu alloy for high strength Nb₃Sn wires

谷口 博康(大阪合金); 菊池 章弘(NIMS); 菱沼 良光(NIFS); 水田 泰次, 水田 泰成, 野邑 武志(大阪合金)

TANIGUCHI Hiroyasu (OAW); KIKUCHI Akihiro (NIMS); HISHINUMA Yoshimitsu (NIFS);

MIZUTA Taiji, MIZUTA Yasunari, NOMURA Takeshi (OAW)

E-mail: taniguchi@osakagokin.co.jp

1. はじめに

超伝導磁石の高磁場化にともない、Nb₃Sn 素線の高強度化は重要な課題として認識されている。ブロンズ法ならびに内部スズ拡散法線材のいずれにおいても、Nb₃Sn フィラメントの周囲にある銅母材は、600~800℃の Nb₃Sn 生成熱処理で完全焼鈍された純銅と類似して軟らかくなり、さらにはわずかに Sn が残留しているため安定化材としての貢献度も低い。従って、現状は熱処理後に無駄なパーツとなっている銅母材を高強度化できれば、幾分の素線補強に寄与すると考えるのは自然な成り行きであろう。

ところで、高強度の銅合金は広く世の中に流通している。半導体のリードフレーム、鉄道架線のトロリー線、導電性ばね材・接点材等々には、Zr、Sn、Ni、Fe、Cr、Agなどを微量含有する銅合金が使われている。一般に、金属の強化機構には以下の4つが挙げられる。

1. 固溶強化
2. 析出強化
3. 加工硬化
4. 組織微細化による強化

実用高強度銅合金は、上記の機構を背景として必要とする強度を担保している。本研究の対象である Nb₃Sn 線材の高強度化においては、以下に列記する様々な線材製造条件をクリアした後に高強度化が達成されなくてはならない。

1. Nb との複合加工性を阻害しないこと。
2. Cu 中の Sn の固溶や拡散を阻害しないこと。
3. 600℃程度の中間焼鈍が適用可能なこと。
4. Nb₃Sn 生成熱処理後に強度が担保できること。
5. Nb₃Sn にとって有害元素とならないこと。

特に、4及び5項の条件は Nb₃Sn 線材において重要である。

本研究では、まずは4項の条件を見極めるべく、様々な元素を希薄濃度で添加した二元系銅合金を作製し、既存知見と照らしながら、組織と機械的特性について研究を行った。

2. 実験方法

今回の実験では、添加元素として 10 種類 (Sn, Zn, Ti, Be, Ag, Al, Ni, Ga, Cr, Zr) を選択した。添加元素濃度はそれぞれ 0.2~10mass% の範囲で段階的に組成を振り、多くは銅に固溶する濃度であるが、一部、固溶限を超えた組成も存在する。作製した試料のリストを Table 1 にまとめた。

試料インゴットは、大阪合金工業所において黒鉛坩堝を直接水冷しながら一方向凝固させる「水田式溶製法」により溶製したが、一部、物質・材料研究機構の真空溶解及び真空鑄造法により作製した。溶製塊は量産サイズ (~φ220 mm) よりも小さい φ80 mm の実験サイズで溶製し、溶製後は組織の均質化をはかるために 600℃で 200 時間の均質化熱処理を大気中で実施した。この長時間の均質化熱処理は、謂わば、Nb₃Sn 生成のための長時間拡散熱処理を模擬しているとも考えられる。その後塊の底部側より 80 mm の位置を基準に、厚さ 10 mm のスライス片を 2 枚採取し 10 mm 角の 75 mm 長さの素材を切り出した。同素材から JIS14 号比例 (平行部直径; 7mm, 平行部長さ; 35 mm) を切削加工し引張試験片を用意した。また試験後の掴み部を切断した後、断面を機械研磨し硬度測定用の試料とした。

Table 1 List of Cu-X alloys for present study.

Cu-X alloy	Additive element concentration (mass%)
Cu - Ti	0.5 / 1.0 / 2.0
Cu - Be	0.2 / 0.5 / 1.0
Cu - Ag	1.0 / 5.0 / 10.0
Cu - Cr	0.2 / 1.0 / 2.0
Cu - Ga	0.5 / 1.0 / 3.0
Cu - Zr	0.5 / 1.0 / 3.0
Cu - Al	0.5 / 1.0 / 3.0
Cu - Ni	0.5 / 1.0 / 3.0
Cu - Sn	0.5 / 1.0 / 3.0
Cu - Zn	1.0 / 5.0 / 10.0

機械的特性の評価として、ビッカース硬度は堺明石製作所製の AVK-CO を使用し、測定荷重は 10 kgf とし、圧子据え込み後の保持時間を 7 sec で統一、7 箇所の測定を行い最大値と最小値を除外した 5 箇所の平均値で測定値を示した。引張試験は島津製作所製のオートグラフ (AG-100kND) を使用した。試験片の平行部に微小歪ゲージを貼り、耐力・破断強度・伸びの計測を測定し、同組成 2 試料の平均値をとった。

3. 実験結果

いずれの二元系銅合金も試料作製において特段の問題はなかった。Fig. 1 は、600℃で 200 時間の均質化熱処理後の試料の 0.2%耐力 (室温) を比較したものである。本研究では、Cu-Zn, Cu-Ni, Cu-Ga 系合金は無酸素銅と大差がないという結果が得られた。しかし、Cu-Sn, Cu-Cr, Cu-Zr, Cu-Ag 系合金は無酸素銅の約二倍、Cu-Be 及び Cu-Ti ではさらに顕著な上昇が認められた。特にベリウムは他の元素の群を抜いて高強度化の効果が明確である。今回の含有量は、所謂市販のベリウム銅より濃度が低い。さらに、一般に毒性があるのはベリウム化合物とされ、固体や最終製品のベリウム銅が健康へ特に影響を与えることはないと言われている。

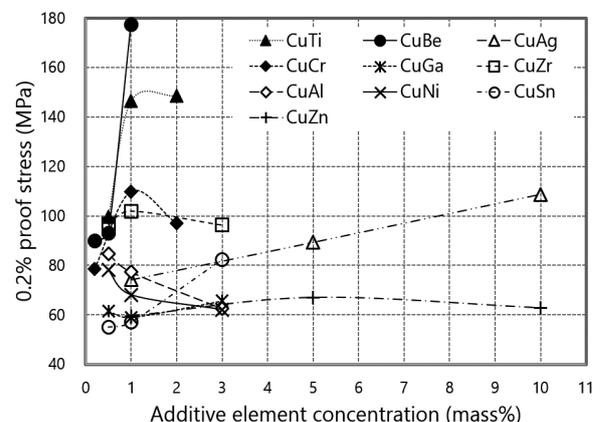


Fig. 1. 0.2% proof stress of Cu-X alloys.

Zn 固溶ブロンズ母材を用いた Nb₃Sn 線材の機械的特性

Mechanical properties of Nb₃Sn multifilamentary wires using various Zn solid solution bronze matrices

菱沼 良光 (核融合研); 小黑 英俊 (東北大金研, 現東海大); 谷口 博康 ((株)大阪合金工業所);
菊池 章弘 (物質・材料研究機構)

HISHINUMA Yoshimitsu (NIFS); OGURO Hidetoshi (IMR Tohoku Uni., Tokai Uni.);

TANIGUCHI Hiroyasu (OAW); KIKUCHI Akihiro (NIMS)

E-mail: hishinuma.yoshimitsu@nifs.ac.jp

1. はじめに

Nb₃Sn 線材における臨界電流密度 (J_c) 特性のひずみ感受性が明らかになり、Nb₃Sn 線材の耐ひずみ特性の改善あるいは高強度化は大きな課題である。これまで、Ta や CuNb 等の補強材を用いた Nb₃Sn 線材の高強度化が図られている。一方、我々は Zn を固溶した高 Sn 濃度 Cu-Sn-Zn 合金母材を用いた Nb₃Sn 極細多芯線材の試作に成功し、Zn による Nb₃Sn 相の生成促進効果と均質な Zn の母材中での残存を報告している[1]。そして、残存した Zn が Nb₃Sn 相生成後の母材の固溶強化に寄与する可能性があり、Nb₃Sn 線材の高強度化への新しい試みとなると考えられる。そこで、Zn を固溶した Cu-Sn-Zn 合金母材を用いた Nb₃Sn 極細多芯線材の機械特性を明らかにする目的で、Nb₃Sn 相生成熱処理前後の合金母材の硬度変化と臨界電流特性における引張ひずみ効果を評価した。

2. 実験方法

Table. 1 に示すような種々の Sn と Zn 量の Cu-Sn-Zn 母材を用いたブロンズ法 Nb₃Sn 極細多芯線材(線径:0.9mm)と通常のブロンズ法 Nb₃Sn 線材(線径:0.82mm)を用意し、550°C-100h+650°C-100h の二段熱処理を行った。その際、Ar 雰囲気とし、熱処理過程での Zn の蒸発を抑制する目的である。熱処理前後の微細組織や母材の組成変化は、FE-SEM と EDX にて評価した。

熱処理前後の硬さ試験は、鏡面研磨を行った線材断面にて行い、四角錐型のダイヤモンド圧子によるビッカース硬度計(MITSUTOYO HM-200)を用いた。試験条件は 9.8 mN (1gf) の荷重を 30 秒間印加とし、ブロンズ母材の任意の 3 箇所を測定し、それらの平均値を硬度とした。

一方、臨界電流特性における引張ひずみ効果は、超伝導線材の機械特性の評価に実績のある東北大金研の協力のもと、強磁場下引張ひずみ印加装置を用いて、4.2K@ 15T の条件で評価した。応力は、試料プローブに接続したロードセルの出力と線材断面積にて算出した。また、ひずみ量は、線材を上下に挟むように接着したひずみゲージの出力の平均と

Table. 1 Nominal composition of the Cu-Sn-Zn bronze matrices for the bronze processed Nb₃Sn multifilamentary wires

Item (code)	Matrix (mass%)
Sample-A	Cu-10Sn-10Zn-0.3Ti
Sample-B	Cu-12Sn-6Zn
Sample-C	Cu-12Sn-6Zn-0.3Ti
Sample-D	Cu-13.5Sn-4Zn-0.3Ti
Ref.	Cu-16Sn-0.2Ti

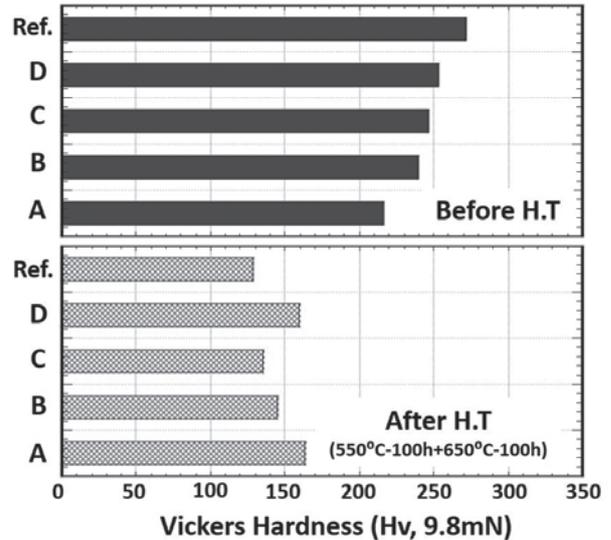


Fig. 1 Changes of Vickers hardness in the various Cu-Sn-Zn matrices before and after the heat treatment

した。なお、 I_c 基準は $1\mu\text{V}/\text{cm}$ の電圧が発生した時の電流値とした。

3. 実験結果

Fig.1 に種々の Cu-Sn-Zn 合金母材における熱処理前後のビッカース硬度変化を示す。熱処理前では、Sn 濃度が最も高く Zn を含まない通常のブロンズ母材が最も高い硬度を示し、そして Zn 濃度よりも Sn 濃度に呼応して硬度は高くなる傾向が見られた。ブロンズ合金の硬度は、Zn よりも Sn の方が固溶強化因子として有効であることが示唆された。しかしながら、熱処理後の硬度は、全ての Zn 固溶母材が通常のブロンズよりも高くなる傾向が見られた。これは、固溶強化に作用する Sn が熱処理によって母材からほぼ全量 Nb に拡散したためであり、その結果 Zn が残留する母材の硬度が相対的に高くなったと考えられる。当日は、硬度変化に加えて J_c 特性における引張ひずみ印加測定結果についても報告する。

参考文献

- 1) Y. Hishinuma et al.: J. Cryo. Super. Soc. Jpn., Vol. 50, (2014), p.194-201.

謝辞

本研究は NIFS 核融合工学プロジェクト(UFFF036)、NIFS 一般共同研究(NIFS14K ECF013)、及び科研費(基盤(B)16H04621)の支援を受けた。そして、東北大学金研共同利用研究(15H0024)に採択されて実施した。

Cu 合金母材を用いた新しい内部スズ法 Nb₃Sn 線材の研究 Studies on new internal-tin method Nb₃Sn wires using Cu-alloy matrix

伴野信哉 (物材機構); 宮本泰男 (東海大学); 太刀川恭治 (物材機構)
BANNO Nobuya (NIMS); MIYAMOTO Yasuo (Tokai University); TACHIKAWA Kyoji (NIMS)
E-mail: banno.nobuya@nims.go.jp

1. はじめに

我々は、Nb₃Sn 線材の機械的強度の向上を図ることを第一の目的に、Cu 母材の代わりに Cu 合金母材を用いた内部スズ法 Nb₃Sn 線材の開発を進めており、まず、Brass 母材線材について研究してきた[1, 2]。その結果、Zn は Nb₃Sn 生成後も母材中に均一に残留すること、さらに Nb₃Sn 層の生成を促進する効果があることを示した。今回、J_c 向上の可能性を探るために、Brass 母材線において Nb 芯をさらに細径化した線材 (芯数 817) を作製した。加えて新たに Cu-5wt%Ge 母材を用いた内部 Sn 法 Nb₃Sn 多芯線材を試作した。Ge は Nb₃Sn 芯に被覆層を作り、機械的性質を改善する効果が期待されるとともに、Nb₃Sn 粒界のピン止め効果向上の可能性も考えられる。本稿では、EPMA を用いてこれら線材内の Sn と Ge の拡散挙動並びに Nb₃Sn 層生成への影響について研究した結果を報告する。

2. 試料作製

Cu 合金母材を使用する際の加工硬化の影響を軽減するために、線材構造は Nb フィラメントと Sn フィラメントを分離して配置する分離型とした。Nb シングルのみを Cu 合金マトリクスとすることで、Sn シングルの中間焼鈍を不要とし、Nb シングルは最終マルチスタック前まで中間焼鈍が可能となる。Fig. 1 (a) は分離型構造の Nb 芯を 2 回スタック・伸線して極細多芯化した Cu-15wt% Zn 母材線材の断面写真である (試料名: M-15Zn-0.6 ϕ ~1.0 ϕ)。Fig. 1 (b) は、従来通り Nb 芯材を 37 本組み込んだ Cu-5wt%Ge 母材線材の断面写真である (試料名: 5Ge-0.6 ϕ ~1.0 ϕ)。断面構成の違いにより、分離型極細多芯 Cu-15Zn 線材の Nb 芯占積率は 23.5%、一方、Cu-5Ge 線材のそれは 30%となった。

3. 結果と考察

Fig. 2 に、試料 5Ge-1.0 ϕ における 650 $^{\circ}$ C 熱処理後の Sn および Ge の EPMA マップを示す。Ge は Ti と結合しやすく、Ge-Ti 化合物を構成して拡散する。Brass 母材と比べると、Ge 添加母材では Sn の拡散が遅いが、Ti の Sn 拡散促進効果を Ge が打ち消したことも考えられる。Brass 母材では Zn-Ti 系化合物は生成されない。Ge-Ti 化合物の母材内の動きは速い。Brass 母材線では、650 $^{\circ}$ C でも Nb₃Sn 層が形成されるが、Cu-5Ge 母材線では薄く Ge-Ti リングが出来る。Fig. 3 に 5Ge-0.6 ϕ における 750 $^{\circ}$ C \times 100h 熱処理後の EPMA マップを示した。Ge-Ti 層が Nb 芯周りに強固に形成されることが確認できる。この化合物リングが Nb₃Sn 芯の高強度化につながるかと期待される一方、Sn の Nb 芯への拡散をブロックする可能性もある。Table 1 に Cu-5Ge と同構造の Brass 母材線 (15Zn-0.6 ϕ) の EPMA 分析の結果も示した。比較すると、Cu-5Ge 母材線はマトリクスの残留 Sn 濃度が明瞭に高い。残留 Ge はほぼゼロになる。Brass 母材線に比べると、Cu-5Ge 母材線材では 750 $^{\circ}$ C の熱処理にもかかわらず Nb₃Sn 層はそれほど厚く生成されていない。4.2K、12 T におけるシース部を除いた線材の J_c は約 400 A/mm² で、Brass 母材線よりも 5 割程度低い値となった。今回、Cu-Ge 合金中の Ge 添加量を 5wt%としたが、Nb₃Sn 層生成の面からは多過ぎたと考

えられる。母材高強度化と超伝導特性の両立には、添加元素を種々の見地から検討する必要がある。Brass 母材への微量 Ge 添加で好結果が得られる可能性もあろう。

一方、新たに極細多芯化した Cu-15wt%Zn 母材線材では、極めて良好な加工性が得られた。Nb 芯の極細化は高 J_c 化に有望であり、今後まず EPMA により極細多芯線内の Sn、Zn の拡散挙動について研究を進める予定である。

[1] Tachikawa et al., Physics Procedia, v. 65, 2015

[2] N. Banno et al., TASC, DOI: 10.1109/TASC.2016.2531123

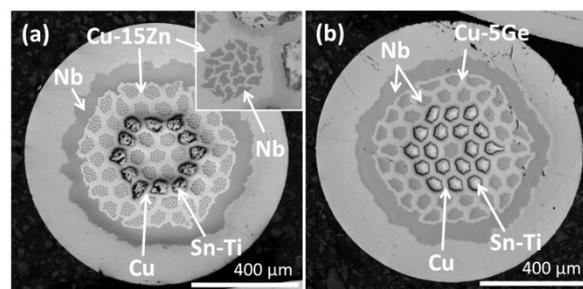


Fig. 1. Cross-section of present wires: (a) brass matrix 817 core wire, (b) Cu-5wt%Ge alloy matrix 37 core wire.

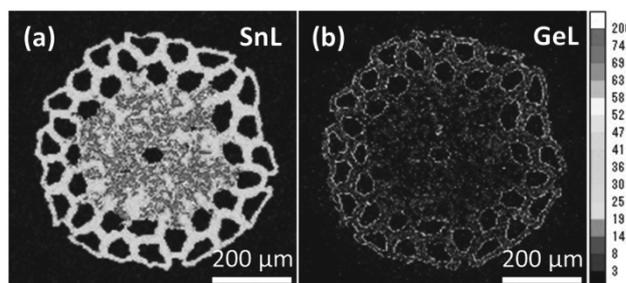


Fig. 2. Local EPMA mappings on the cross-section of 5Ge-1.0 ϕ wire heat treated at 650 $^{\circ}$ C: (a) Sn, (b) Ge.

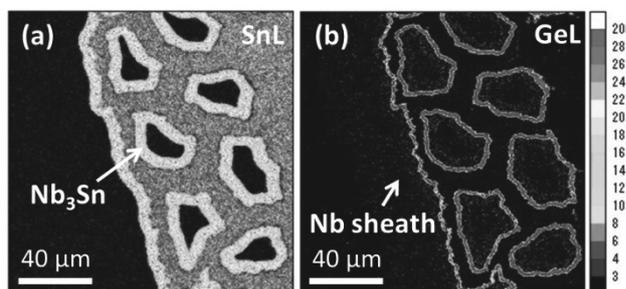


Fig. 3. Local EPMA mappings on the cross-section of 5Ge-0.6 ϕ wires heat treated at 750 $^{\circ}$ C: (a) Sn, (b) Ge.

Table 1. EPMA results on Cu-5Ge and Cu-15Zn matrix wire.

Wire	T (°C)	Time (hr)	Matrix (wt%)			
			Cu	Sn	Ge	Zn
5Ge-0.6 ϕ	650	100	87.28	10.65	2.08	–
	750	100	94.35	5.65	\approx 0	–
15Zn-0.6 ϕ	650	100	81.09	7.96	–	10.95
	700	200	85.37	3.02	–	11.62

銀バリア型 RHQT Nb₃Al 線材の開発 Development of Ag-barrier type RHQT Nb₃Al wires

伴野信哉, 竹内孝夫, 北口仁, 飯嶋安男 (物材機構); 宮下克己 (SH カッパープロダクツ)

BANNO Nobuya, TAKEUCHI Takao, KITGUCHI Hitoshi, IJIMA Yasuo (NIMS); MIYASHITA Katsumi (SH Copper Products)

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

1. はじめに

我々は、急熱急冷・変態 (RHQT) 法 Nb₃Al 線材の難課題であった前駆体線材の長尺性、フィラメント結合による磁気的不安定性、銅安定化材の付与を同時に解決する実用線材の実現を目指し、銀バリア型の Nb₃Al 線材の開発を進めてきた。その目途が立ってきたので報告する。マトリクスは、Ta を必要としない Nb/Ag 複合構造で構成され、構成材料はいずれも良加工性であり、前駆体線材の伸線は極めて良好である。急熱急冷後も良好な加工性が維持され、安定化銅付与として急冷後機械的複合加工 (リスタック法) が可能である。本稿では、4.2 K ならびに 1.8 K におけるヒステリシス特性、急熱急冷後の断面組織、J_c 特性等について研究した結果を報告する。

2. 線材作製

前駆体線材はいわゆるジェリーロール (JR) 法で作製される。ただし、JR シングルピレットの外皮として Cu ではなく Ag パイプを用いる点が従来と異なる。まず Nb と Al のシートを共巻きし、さらに拡散バリアとして Nb シートを余計に巻く。それを Ag パイプに挿入して押出・伸線する。一般的に Ag と Nb は密着性が非常に悪いので、本線材では、Ag と Nb の間に Al を 1 層挟む工夫をした。伸線後通常は JR 外皮部分をエッチング除去するが、本線材ではそのまま使用するためエッチング作業が省略される。伸線した複合材を短く切り分け、マルチピレットを構成し、Ta 層とともに Cu-Ni 管に配置して押出・伸線したのち、Cu-Ni 外皮をエッチング除去して前駆体線材とする。Nb ではなく Ta 外皮とするのは、急熱急冷時に表面に形成され、別工程で付与する安定化材との密着性不良の要因となる化合物相を抑制するためである。前駆体線材を急熱急冷したのち、銅管 (外径/内径 = 3/2 mm) に挿入し、ダイス伸線を行って機械的に安定化銅を付与し、φ0.85、銅比 1.91 ((銅+銀)比:2.49) の線材とした。線材断面写真を Fig. 1 (a) に、フィラメントバリア構造の模式図を (b) に示す。

組織観察は FESEM で行い、組成分析は EDX により行った。SQUID 装置による磁化測定は、端部を研磨した約 3mm 長の試料に対し 4.2 K ならびに 1.8 K で行った。J_c は、Ag バリア部分も安定化に寄与するものとして、non-(Cu+Ag) 当たりの値として求めた。

3. 結果と考察

急熱急冷時 Ag は溶解するためフィラメント位置が若干ずれるが、フィラメント同士が接触することはなかった。Ag は Nb と全く反応せずに残存する。Fig. 2 に熱処理後のフィラメント領域における Al および Ag の EDX マップを示す。Ag はフィラメント周囲に残存しており、フィラメント内への拡散は確認されない。Fig. 3 に、4.2 K ならびに 1.8 K におけるヒステリシス曲線を示す。Ag バリア層によりフィラメント間の磁気的結合が抑制されており、Nb マトリクスで問題となっていた低磁界でのフラックスジャンプは 4.2 K だけでなく 1.8 K でも観測されなかった。±3 T のヒステリシス損失は 512 mJ/cm³ であり、ITER 用線材の要求仕様を十分満足している。Fig. 4 に non-(Cu+Ag) J_c-B 特性を示した。

従来線材に比べ、2 割程度低い特性となった。Ag による汚染がないとすると、急熱急冷速度等が影響している可能性もある。今後熱処理条件の最適化を進めていく予定である。

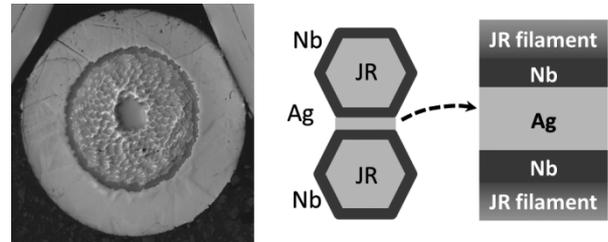


Fig. 1. Cross-section of Cu-stabilized precursor wire (left) and schematic illustration of Nb/Ag/Nb layered-barrier (right).

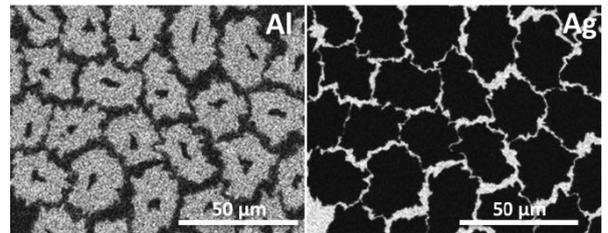


Fig. 2. EDX mapping (Al, Ag) on the filamentary region of the Ag-barrier Nb₃Al wire after heat-treatment.

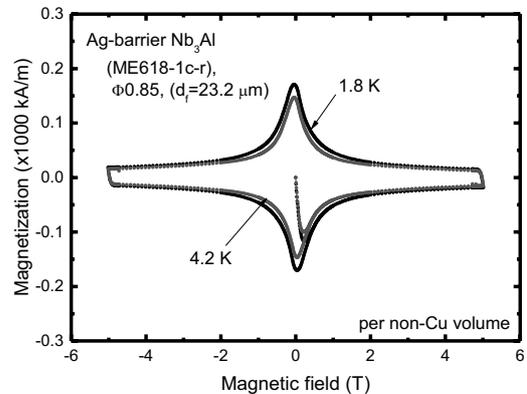


Fig. 3. Hysteresis characteristics of the Ag-barrier Nb₃Al wire at 4.2 K and 1.8 K.

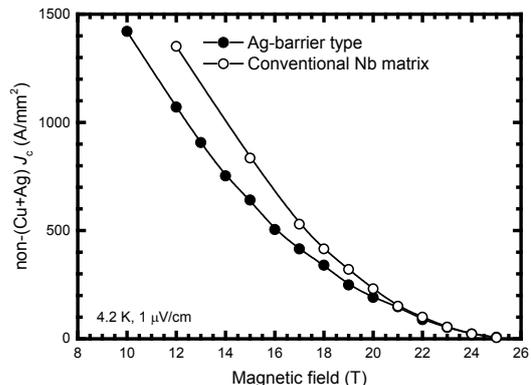


Fig. 4. J_c-B characteristics of Ag-barrier Nb₃Al wire and conventional Nb matrix wire.

拡散法 Nb₃Al 線材の将来展望 Perspective view for diffusion-processed Nb₃Al wires

伴野信哉, 北口仁 (物材機構); 宮下克己 (SH カッパープロダクツ)

BANNO Nobuya, KITGUCHI Hitoshi (NIMS); MIYASHITA Katsumi (SH Copper Products)

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

1. はじめに

低温拡散法 Nb₃Al 線材は 10 年以上前には核融合炉用を中心に精力的に研究されていたが、1990 年代半ばに急熱急冷・変態法が開発されて以来、拡散法の研究は徐々に減り、現在において既に 10 年以上の開発の空白期間がある。しかしながら、低温では熱平衡的に化学量論組成が得にくい問題がある一方で、長尺性・大量生産性の点で優れた実績もありポテンシャルは大きい。本研究は、これまでの開発状況を概観し、最近行った基礎研究の結果とともに、拡散法 Nb₃Al 線材の改善に向けて何ができるのか、どのような方向性が考えられるかを考察する。

2. 拡散法線材の開発状況

Nb₃Sn と異なり、Nb₃Al の生成では、Nb と Cu、Al が安定な 3 元化合物を形成するため、いわゆるブロンズ法が適用できず、基本的には 2 元素のみの拡散反応が必要となる。加えて、化学量論組成 (理想的に Nb:Al が 3:1 の相) が高温でのみ安定であるため、低温で化学量論組成を改善させるためには、Nb/Al 拡散長を 100 nm 以下にまで微細化する必要がある。こうした背景の中で、Nb₃Al 線材開発では、PIT 法[1]、RIT 法[2]、CCE 法[3]、JR 法による開発が進められた。この内 JR 拡散法は実用性が高いと考えられ、原研 (現 量子機構) 主導の下、2000 年初期にかけて精力的に開発が進められ[4, 5]、数 km の線材開発、加えて CIC 導体、CS インサートコイルなどが開発され実証性の高さが示された[6]。

JR 拡散法では、ジェリーロールを構成する Nb 箔及び Al 箔の薄膜化を達成したことにより、典型的な J_c 特性として、12 T の磁場下において 700 A/mm² を超える性能のものが得られるようになった。前駆体線材における Al 層厚は典型的には 8、90 nm 程度であり、性能の良いもので 800 A/mm² 程度の値が達成されている。一方で竹内らの RIT 法線材の研究によれば[7]、拡散法 Nb₃Al 線材のピンニング特性では、Al 芯径で 40 nm 辺りにピークが現れており、J_c 改善の可能性が残されている。実はこの時、T_c、B₂ のピークは 70 nm 程度のところに位置しており、40 nm では若干低下しているが、Al 芯径が変われば最適熱処理条件も変わるかもしれない。また、安定な Nb₃Al 相が化学量論組成よりも Nb リッチ側に存在することから、JR 拡散法では Nb を 3:1 よりも若干高めに仕込んでいた。Al 芯径を縮径化すると、仕込み組成にももう少し自由度が生まれるかもしれない。

RIT 法では、Nb と Al の高度のバランスを取る必要性から、純 Al ではなく、Mgなどを微量添加した Al 合金が用いられていたが、超伝導特性に与える元素添加効果は十分議論されており、研究の余地は残されている。

3. 予備実験

以上の背景を踏まえ、まず現状でどのくらいの技術が維持されているかを見るために典型的な仕様で試作を行った。Fig. 1 (a) に試作線材断面を示す。当初 Al 層厚で 90 nm を目指していたが、結果的には 130 nm 辺りで断線が生じた。この線材に対し、引き抜き力の小さい CRD (カセットローラーダイス) 伸線を行

い、82 nm までさらに層厚の縮小を試みたが、断線はないものの、フィラメントが剪断変形している箇所が見受けられた。Fig. 2 に、800°C × 10 h の熱処理を施した試作試料のフィラメント当たりの J_c-B 特性を示す (Cu マトリクスでは non-Cu J_c に相当する)。Al 層厚 130 nm での 12 T における J_c は 400 A/mm² 弱であり、線径を細くしても顕著な J_c の向上は見られなかった。剪断変形箇所からフィラメントが Cu に汚染されたためと考えられる。

別の予備実験として、急熱急冷用として作製された Nb マトリクス線材と同じく 800°C で低温拡散熱処理し、線径 (Al 層厚) に対する特性の変化を調べた。この試料の J_c 特性についても Fig. 2 に含めた。Al 層厚が 170 nm では先の Cu マトリクス線材と同等の J_c 特性であったが、CRD により線径を縮径し Al 層厚 60 nm 程度にすると、J_c 特性は 12 T で 800 A/mm² 以上に大幅に改善する結果が得られた。これらの結果から、Al 層厚を均一に縮小することが J_c 向上のキーになり得ることが示唆される。今後併せて Mg 添加等の効果も研究する予定である。

- [1] K. Watanabe et al., IEEE TMAG **25** (1989), 1984
- [2] K. Inoue et al., Appl. Phys. Lett. **50** (1988), 1724
- [3] S. Saito et al., J. Japan Inst. Metals **53** (1989), 458
- [4] N. Ayai et al., IEEE TASC **5** (1995), 893
- [5] F. Hosono et al., IEEE TASC **11** (2001), 1855
- [6] N. Koizumi et al., TEION KOGAKU **38** (2003), 391
- [7] T. Takeuchi et al., Appl. Phys. Lett. **53** (1988), 2444 など

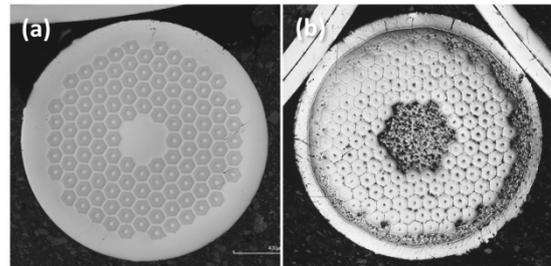


Fig. 1. Cross-section of precursor wires: (a) Cu matrix (Ø1.16 mm, Al thickness: 130 nm), (b) Nb matrix wire which was designed for RHQT (Ø1.35 mm, Al thickness: 170 nm).

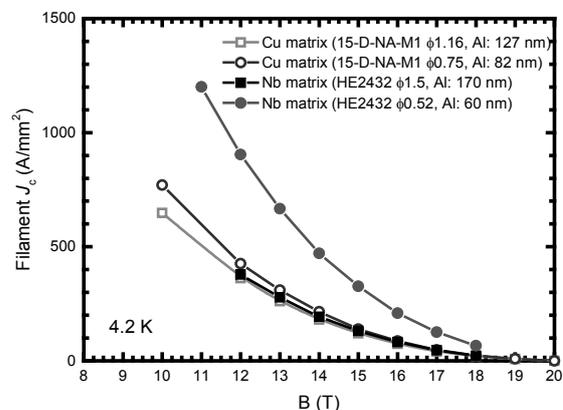


Fig. 2. Filament J_c of Cu matrix wires and Nb matrix wires after low temperature diffusion process at 800°C for 10 h.

フィラメント間バリアを合金化した RHQT 法 Nb₃Al 線材の作製

Fabrication of RHQT-processed Nb₃Al wires with filament barrier alloying

菊池 章弘, 飯嶋 安男, 平田 和人 (NIMS); 土屋 清澄 (KEK)
 KIKUCHI Akihiro, IIJIMA Yasuo, HIRATA Kazuto (NIMS); TSUCHIYA Kiyosumi (KEK)
 E-mail: KIKUCHI.Akihiro@nims.go.jp

1. はじめに

RHQT (Rapid-Heating/Quenching and Transformation) 法 Nb₃Al 線材では、フィラメント間バリア並びに母材として、高融点金属の純ニオブあるいは純タンタルが使用される[1]。フィラメント間バリア材には、線材製造・応用順に以下の点が求められる。

1. Nb/Al ジェリーロールフィラメント部とバランス良く冷間塑性加工ができ、フィラメントが異常変形しないこと。
2. 約 2,000°C の RHQ 処理中でも機械的強度を保ち、構造体としての機能を果たすこと。
3. 約 2,000°C の RHQ 処理を行った際に、Nb/Al ジェリーロールフィラメント部と反応しないこと。
4. RHQ 処理後に生成した Nb-Al 過飽和過飽和固溶体フィラメントとバランス良く冷間塑性加工ができ、フィラメントが異常変形しないこと。
5. 線材使用温度においてフィラメント結合を生じさせず、磁氣的安定性が確保できること。
6. 願わくは、高強度の補強材として素線の高強度化に貢献する機能を有すること。
7. 願わくは、何らかの方法によりフィラメントを分割露出させて超伝導接続が可能となる材質であること。
8. 願わくは、加速器や核融合マグネットにおける中性子照射による影響が少ない(ない)材質であること。

上記の条件をすべて満たすフィラメント間バリア材の実現は、極めてハードルが高い。しかし最近の我々が検討しているアプローチであれば、かなり多くの条件をクリアできる可能性がある。我々の新しいアプローチは、ニオブ箔かタンタル箔をバリア母材のベースとし、そこに強磁性金属箔を巻き込んで RHQ 処理後にバリア部を合金化させるというユニークなものである[2, 3]。現在のところ、これまでの実験結果から確認される主たる効果・特徴は以下の3点である。

1. アブリコソフーゴルコフ理論に基づいた不純物効果によりニオブあるいはタンタルの超伝導特性を劣化(消失)させ、フィラメント結合を抑制する。
2. 合金化により、バリア部の硬度を上昇させて Nb-Al 過飽和過飽和固溶体フィラメントとの硬度バランスを保ち、フィラメントの異常変形を抑制する。
3. 過飽和過飽和固溶体から Nb₃Al 相への変態熱処理後も、合金バリア材は高強度のハニカム構造を保って線材強度を向上させる。

今回、新たなバリア材の構成(①純ニオブ/純ニッケル、②純ニオブ/汎用アルミ合金、③純タンタル/純ニッケル)で線材試作を行った。

2. 試作線材の結果

Fig. 1は、純ニオブ/純ニッケルの組合せのバリア構造とした前駆体線材の加工直後の断面写真である。外径は約1.0 mmであり、Nb/Alジェリーロールフィラメントも、ビレット組込み時のきれいな六角形状を保持しており異常変形していない。

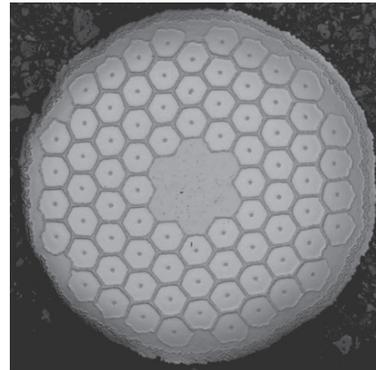


Fig. 1 Jelly-Rolled multi-filament precursor with pure niobium and pure nickel lamination barrier.

Fig. 2は、RHQ処理を施した上記線材に対して、フィラメントバリア部を拡大して測定したEPMA元素マッピングである。バリア部のみにニッケルが観察される。

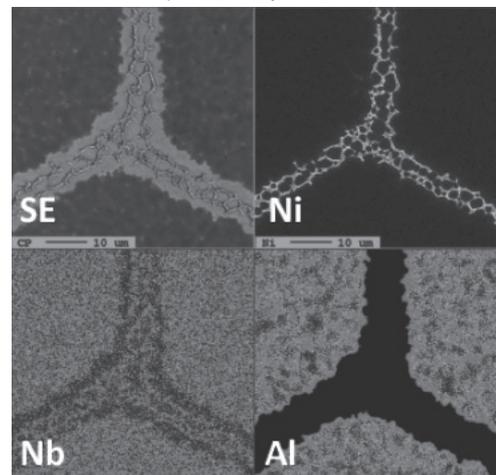


Fig. 2 EPMA mapping of filament barrier region after RHQ treatment.

参考文献

1. A. Kikuchi, et al.: "Cu Stabilized Nb₃Al Strands for the High Field Accelerator Magnet", IEEE Trans. Appl. Supercond. **18** (2008) 1026-1030.
2. 菊池章弘等:「新しい Nb/Al ジェリーロール前駆体線材」, 第 91 回 2015 年春季低温工学・超電導学会概要集, p. 94.
3. 菊池章弘等:「新しい合金バリア Nb₃Al 線材の組織と臨界電流密度」, 第 92 回 2015 年秋季低温工学・超電導学会概要集, p. 230.

Gaドープ Y123 溶融凝固バルクの微細組織制御

Control on microstructure of Ga-doped Y123 melt-solidified bulks

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

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

1. はじめに

REBa₂Cu₃O₇(RE123)溶融凝固バルクの強力な超伝導磁石としての応用では液体窒素温度より低温での運転が想定されているが、これまでの研究では主に 77 K において J_c - H 特性の最適化が行われてきた。77 K で最も良い特性を示す作製条件が、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 - H の最適化が必要である。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た^[2]。さらに最近、17 mmφ のバルク中にも、40 K、12 T まで 5×10^5 A cm⁻² 以上の J_c を維持する領域があることがわかったが、このバルクでは J_c の位置依存性が大きかった。Pt 無添加バルクでは磁場中の J_c は向上する一方で Y211 が粗大化する傾向がみられており、これを微細化することで J_c の向上ができると考えられる。また、RE₂O₃ を原料として用いる Infiltration growth 法によって、バルク中の RE211 の微細化、均一化が図れることが報告されている^[3]。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 溶融凝固バルクを作製し、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

Infiltration growth 法により Ag 添加、Gaドープ Y123 バルクを作製した。原料は 2 つのペレットからなり、上側のペレットは Y₂O₃, BaCuO₂ をモル比 1 : 1.2 で混合し、Ag₂O をバルク全体の 10 wt% 加えて作製した。下側のペレットは Y₂O₃, BaCuO₂, CuO をモル比 1 : 10 : 6 で混合し作製した。BaCuO₂ は BaCuO, CuO を 910°C, 48 h 焼成して作製し、CuO 鎖に対して 0.5-1.4% の Ga がドープされるよう Ga₂O₃ を加えている。

Nd123 単結晶を種結晶としてペレット上面に設置し、底面加熱方式の電気炉にて空气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

種結晶から動径方向の距離を L_a 、下方への距離を L_c とする。Infiltration growth 法(左)、および通常の TSMG (Top seeded melt-growth) 法(右)により作製した Pt 無添加バルクの研磨面の二次電子像を Fig. 1 に示す。TSMG 法で作製したバルクと比較し Infiltration growth により作製したバルクでは種結晶直下での Y211 が多く存在することがわかる。40 K における J_c の磁場依存性を Fig. 2 に示す。今回作製した Infiltration growth 法によるバルクでは J_c の位置依存性が小さい傾向にあることがわかった。

講演では、溶融凝固時の温度パターンと微細組織、 J_c の関係についても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.
 [3] M. Wang *et al.*, *Physica C* **492** (2013) 129-132.

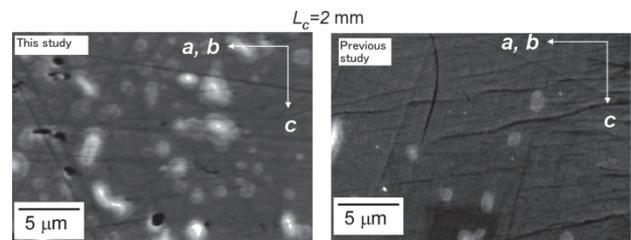


Fig. 1 Secondary electron images of the Y123 bulks synthesized by infiltration growth method (left) and TSMG method (right).

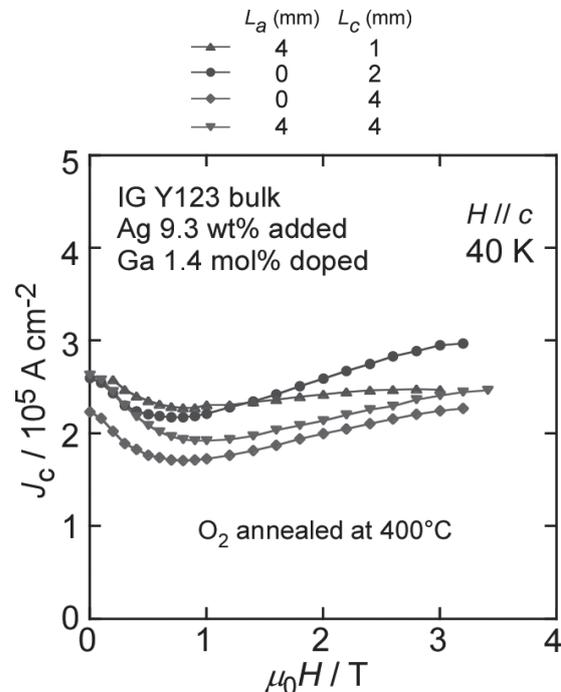


Fig. 2 Magnetic field dependence of J_c at 40 K for small pieces cut from the Ga-doped Y123 melt-solidified bulk fabricated by infiltration growth method.

Ag 添加 RE 混合 REBCO 溶融凝固バルクの臨界電流特性

Critical current properties of Ag-added and RE-mixed REBCO melt-solidified bulks

瀬戸山 結衣, 松本 和也, 岸尾 光二(東大院工); 佐藤 巧望, 下山 淳一(青学大院理工)

SETOYAMA Yui, MATSUMOTO Kazuya, KISHIO Kohji (the Univ. of Tokyo);

SATO Takumi, SHIMOYAMA Jun-ichi (Aoyama Gakuin Univ.)

E-mail: 6071721904@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

1. 緒言

REBa₂Cu₃O_y (REBCO, RE123)溶融凝固バルク磁石の捕捉磁場向上にはバルク内部を流れる臨界電流密度 J_c の向上が有効である。我々はこれまで、複数の RE 元素を用いて作製した RE 混合 REBCO バルクが優れた J_c - H 特性を示すことを報告してきた[1]。REBCO バルクの代表的なピンニングセンターの一つである Ba サイトの RE の部分固溶(RE/Ba 固溶)領域は RE のイオン半径が大きいほど生じやすいが、RE 混合によりその固溶量を精密に制御でき、母相の超伝導凝縮エネルギーの低下を抑制できたためであると考えられる。

一方、REBCO バルクは着磁の際に、高い J_c による大きな電磁力がかかり、バルクに残存したボイドなどを起点に破壊が起こりやすいことから機械的強度の改善も強力バルク磁石開発では重要となる。本研究では、代表的な機械的強度改善手法である銀の添加によりボイドを埋めた RE 混合バルクの育成条件を確立した。また、それぞれの銀添加試料に対して酸素アニールの温度を最適化し、その超伝導特性を評価した。

2. 実験方法

RE₂O₃ (RE = Gd, Dy, Y, Er), BaCO₃, CuO の原料粉末を混合し、固相反応法により RE'123 粉末と RE''211 粉末を合成した。これらを RE'123 : RE''211 = 7 : 3 (モル比) + 0.1 wt% Pt + 10 wt% Ag₂O となるように混合し 20 mmφ に成型した前駆体から種結晶(Nd123 単結晶)を用いて大気中で育成した溶融凝固バルクを(RE',RE'')BCO と表記する。動径方向の α -growth 領域、種結晶直下の c -growth 領域から ~ 2 mm \times 2 mm \times 1 mm^{1/c} の小片試料を切り出し、酸素気流中で所定温度にて 100 h 以上アニールを行った。 J_c は SQUID による磁化測定から拡張 Bean モデルを用いて算出した。以下では、 c -growth 領域の試料を切り出した位置を種結晶からの距離 L で表す。

3. 結果と考察

Ag を添加しない試料に比べて全体的に $\sim 20^\circ\text{C}$ 低い温度パターンで溶融凝固を行うことで、9 種類の Ag 添加試料について、シングルドメインのバルクの育成に成功した。微細組織観察の結果、 $L = 2$ mm の位置では Ag が析出し、目立ったボイドは見られなかった。一方、 $L = 5$ mm の位置では Ag で埋めきれなかったと考えられるボイドが見られた。種結晶から離れた位置のボイドも埋めるためには、Ag₂O の最適添加量は 10 wt% よりも多い可能性がある。

$L = 3$ mm の小片試料について、温度を変えて酸素アニールを 100 h 以上行い、その度に J_c - H 特性を評価した。酸素アニールは高い温度から順に 25°C 間隔で行った。その結果、最高のピン力を示すために最適な酸素アニール温度は、Ag 添加試料では添加しなかった試料と比較すると $\sim 50^\circ\text{C}$ 低くなった。また、Fig. 1 に示した(Gd,Dy)BCO のように、Ag 添加により J_c が向上した試料も存在した。これは Ag の一部が Cu-O 鎖の Cu サイトに置換し、その領域が磁場中で有効なピンニングセンターとして働いたためと考えられる[2]。

Fig. 2 に 9 種類の Ag 添加試料の $L = 3$ mm での 60 K における J_c の磁場依存性を示す。本研究で作製した試料の中では、(Y,Er)BCO、(Dy,Y)BCO、(Gd,Dy)BCO が 3 T 以上の

磁場中で特に高い J_c を示した。例えば(Y,Er)BCO の J_c は 60 K, 3 T で $\sim 1.8 \times 10^5$ A cm⁻² であった。これら高 J_c を達成した試料は全て RE 混合バルク(RE' \neq RE'')であり、RE123 相の包晶温度 T_p の大小関係が $T_p(\text{RE}') = T_p(\text{RE}'') + 10 \sim 20^\circ\text{C}$ であった。 $T_p(\text{RE}') > T_p(\text{RE}'')$ であることが高 J_c に繋がった原因は最終組織中の RE211 相粒子の粗大化が抑制されたためであると考えられる[3]。また、 T_p 間の差が $10 \sim 20^\circ\text{C}$ よりも大きくなると、部分溶融状態の液相中の不均一な RE 分布が生じやすくなることが考えられる。今後はこの指針を踏まえたうえで、RE123 バルクのさらなる高 J_c 化を進め、捕捉磁場向上を目指す。

参考文献

1. Y. Setoyama et al., *Supercond. Sci. Technol.* **28** (2015) 015014
2. T. Nakashima et al., *J. Phys. Conf. Ser.* **97** (2008) 012007.
3. Y. Setoyama et al., *Abstracts of CSSJ Conference* **92** (2015) 41.

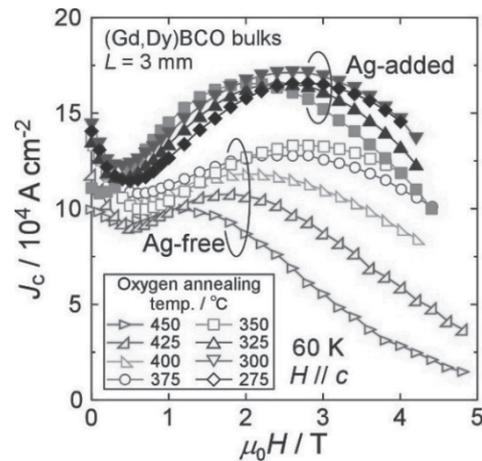


Fig. 1 J_c - H curves at 60 K for Ag-added and Ag-free (Gd,Dy)BCO melt-solidified bulks.

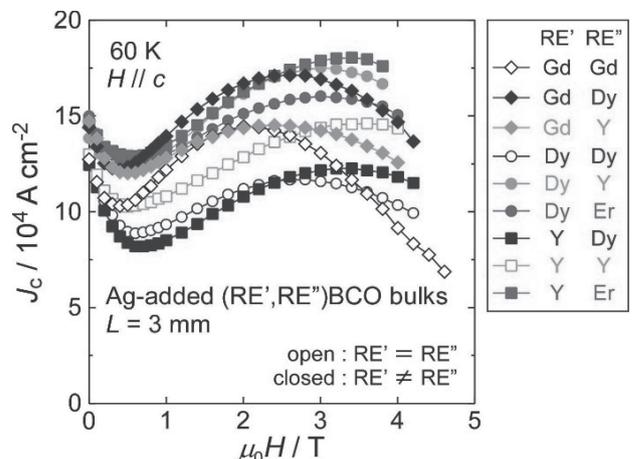


Fig. 2 J_c - H curves at 60 K for Ag-added (RE',RE'')BCO melt-solidified bulks.

バッファー層を用いた YBCO 超電導バルクの作製とその特性評価

Fabrication of YBCO superconducting bulk using buffer layer and evaluation of superconducting characteristics

稲垣 絵梨子, 藤代 博之, 内藤 智之(岩手大); Y-H. Shi, D A Cardwell (Cambridge 大)

INAGAKI Eriko, FUJISHIRO Hiroyuki, NAITO Tomoyuki (Iwate Univ.); Y-H. Shi, D A Cardwell (Univ. of Cambridge)

E-mail: t2215002@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

これまで我々の研究室では、TSMG (Top Seed Melting Growth)法による REBa₂Cu₃O_y(REBCO, RE123)超電導バルクの作製と超電導特性の評価を行ってきた。より応用に向けた超電導バルクの作製には、捕捉磁場や臨界電流密度などの向上が不可欠となる。またバルクの結晶成長では、種結晶はバルクを劈開して作製するので品質が一定でないという点から、再現性の問題がある。最近では、種結晶とペレットの間に挟むことで成長の助けとなるバッファー層を用いることにより REBCO 超電導バルクの再現性が向上することが報告されている[1]。そこで、本研究ではバッファー層を用いた YBCO 超電導バルクを作製しその特性評価を行い、特性の向上や微細組織への影響などバッファー層の有無が超電導特性にどのように影響するかを議論する。

2. 実験方法

YBCO 超電導バルクの原料粉には、原料粉 A(混合比 Y123:Y211=10:3+CeO₂0.5wt%)と原料粉 B(混合比 Y123:Y211=10:3.5+CeO₂0.5wt%)を 20 g 用い、それぞれバッファー層ありのバルクとバッファー層なしのバルクの合計4つを作製した。Y123 の仮焼き温度は、原料粉 A が 880°C で、原料粉 B は 900°C であった。Y211 の仮焼き温度は、どちらも 880°C であった。また、バルクの直径は 25 mm で厚さは 9 mm であった。バッファー層は直径 5 mm で、バルクと同様の原料粉 0.15 g をそれぞれ用いた。セッティングは、種結晶の ab 面がバッファー層の上になるようにした。温度パターンは、最初に 900 °C まで 100 °C/h で昇温し、50 °C/h で 1060 °C まで昇温、1 h 保持する。そして 50 °C/h で成長開始温度 1005 °C まで降温、0.8°C/h で 995°C まで降温、さらに 0.4°C/h で成長終了温度 975 °C まで降温し、100°C/h で室温まで降温した。バルク試料はすべて、酸素中(20 cc/min)で 450 °C で 3 日間、430°C で 7 日間アニール処理をした。特性評価は、液体窒素温度(77 K)での捕捉磁場測定(印加磁場 1 T)や捕捉磁場の温度依存性の測定(印加磁場 5 T)、SQUID 磁束計による臨界電流密度 J_c の測定、走査型電子顕微鏡により 211 粒子の分散と大きさを観察した。

3. 結果と考察

表 1 に作製した各試料名を示す。1 回目の結晶成長では、A1, B1 を作製した。どちらも端まで結晶成長したが、B1 にサブグレインが見られた。サブグレインがあると弱結合の問題によりバルクの特性が下がることが分かっている。サブグレインの原因は、B1 では Y123 の仮焼き温度が 900°C であり、粉末が硬く粒径が大きかったため、熔融に時間がかかったからであると考えられる。よって 2 回目の結晶成長 A2, B2 では、成長開始温度の 2 段階目を 995°C ではなく 1000°C とし成長時間が長くなるようにしたところ、どちらもサブグレインがなく端まで成長した。

図 1 に各試料の捕捉磁場の温度依存性と挿入図に 77 K での捕捉磁場のプロットを示す。B2 の捕捉磁場の温度依存性は、減磁の段階で試料が割れてしまい測定が出来なかった。最も値が高かったのは A2 であった。また、原料粉 A と B

で捕捉磁場に差があったのは、Y211 の割合の違いによると考えられる。Y211 の割合が多いと結晶成長自体は成功しやすくなるが、捕捉磁場などの特性が下がることが分かっている。よって Y211 の割合が多い原料粉 B を用いたバルクの捕捉磁場が低い結果となった。

今回の実験では、バッファー層の有無は捕捉磁場に大きく影響はしなかった。また、Y211 の割合が少ないほうが、捕捉磁場が向上した。Y123 の仮焼き温度が高いと粒径が大きくなり熔融に時間がかかってしまい、サブグレインの原因となる。Y123 の仮焼き温度は 880°C とし数回行った方がよい。講演当日は、臨界電流密度や 211 粒子の分散と併せてバッファー層の効果について議論する予定である。

Table.1 the trapped magnetic field at 77 K of each sample.

Sample name	trapped magnetic field at 77K (T)
powderA bulk (with buffer layer)	A1 0.540
powderA bulk (with no buffer layer)	A2 0.568
powderB bulk (with buffer layer)	B1 0.490
powderB bulk (with no buffer layer)	B2 0.472

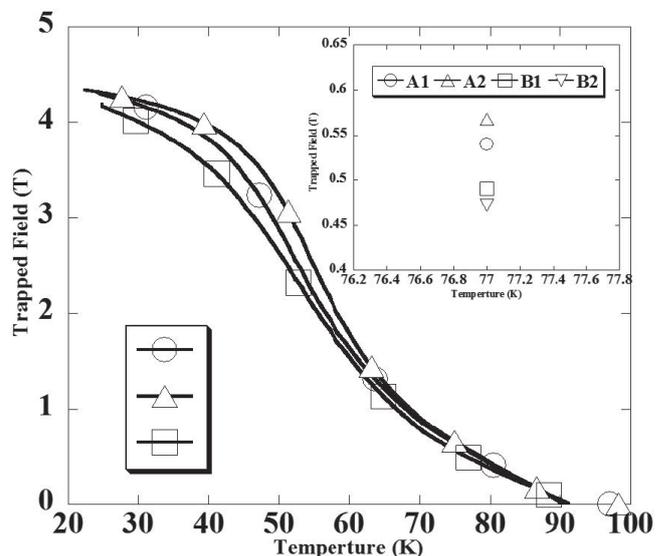


Fig.1 Temperature dependence of the trapped magnetic field and the trapped magnetic field at 77K of each sample.

謝辞

本研究はJSPSの2国間共同研究の一環としてケンブリッジ大学のBulk Superconductivity Groupにご協力を頂いた。

参考文献

- Namburi Devendra Kumar, et al.: ACS Publications, Cryst. Growth Des. 2015, 15 p.1472-1480

Infiltration 法による MgB₂ バルクの作製条件の最適化Optimization of fabrication condition for MgB₂ bulks prepared 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も高い超電導転移温度 $T_c=39$ K を持つ。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、多結晶体で高い臨界電流密度を得ることができる。高い捕捉磁場の MgB₂ バルクを作製するための方法として、高圧下焼結による充填率の向上が挙げられるがコスト面で問題がある。そこで我々は、常圧下で高充填率を得られる Infiltration 法[1]を用い MgB₂ バルクを作製した。その結果、充填率 80-86% の MgB₂ バルクにおいて、捕捉磁場 2.4 T@15.9 K を実現した[2]。この値は高圧合成バルクに匹敵し、浸透法バルクとしては世界最高値である。しかし、バルクにはクラックや不純物である Mg₂B₂₅ が存在しており、それらを除去することでさらなる超電導特性の向上が期待できる。また、過去の研究で Albisettii らが Mg₂B₂₅ は MgB₂ 生成時の中間物であると報告している[3]。本研究では、様々な熱処理条件で作製した試料断面の観察及び組成分析から Mg 融液の浸透過程と MgB₂ 生成という反応過程を明らかにし、最適熱処理条件を確立することを目的とした。

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。最初に片側を閉じた SUS 管(外径 10 mm、内径 8 mm)に B 粉末を詰め、5 MPa で加圧した。次に Mg 粉末を詰め再度 5 MPa で加圧した後、アルゴン雰囲気中で密封し焼結した。Mg と B のモル比は 1.1:2、B ペレットの高さは 15 mm とした。熱処理温度は Mg の融点より高い 700、900°C、時間は 1、4、9 h とした。焼結後の試料は、表面観察のために縦断面を短冊状に切り出した。X 線回折を用いて各試料の組成とピーク強度を調べた。測定は短冊試料の底面を基準とし、2 mm 間隔で行った (Fig. 1 参照)。

3. 結果と考察

Fig. 1 に各浸透実験で得られた短冊試料の写真を示す。700°C-1 h と 700°C-4 h 試料内部に空間が見られる。これは、試料の切り出しの際の水の噴射により MgB₂ が生成していない脆い部分が流されたためだと考えられる。また、700°C-9 h の試料と 900°C で焼結した全ての試料では空間が存在しないことから、Mg 融液が SUS 管の底まで浸透していると考えられる。

Fig. 2 に各条件で作製した試料の中央における X 線回折の結果を示す。熱処理温度が 700°C の試料と 900°C の試料を比べると、900°C 試料の方が Mg₂B₂₅ のピークが弱いことが分かる。Fig. 3 に 700 °C で熱処理した試料における MgB₂(101)面の X 線のピーク強度の位置依存性のグラフを示す。なお、試料内部に空間がある箇所は値は記載していない。グラフより熱処理時間が長いほど、MgB₂ のピークが強くなっていることが分かる。

本研究では熱処理温度が高いほど Mg₂B₂₅ のピークが弱く、熱処理時間が長いほど MgB₂ のピークが強くなっていることから Mg₂B₂₅ は MgB₂ 生成の中間物であることが考えられ、Albisettii らの報告と一致した。

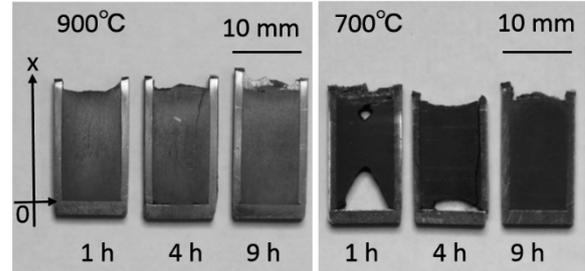


Fig.1 Images of MgB₂ samples fabricated by infiltration method in a closed stainless steel tube.

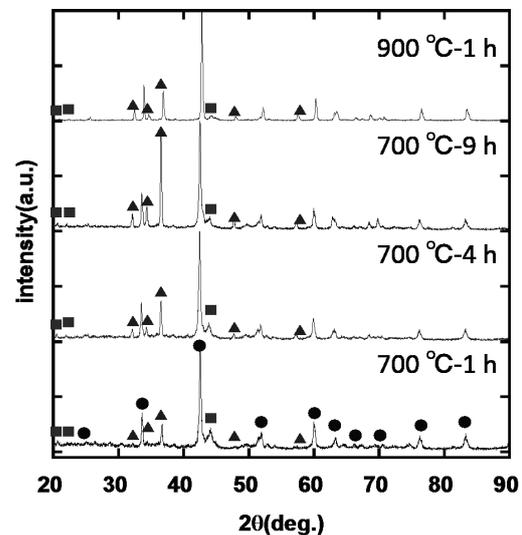


Fig.2 Normalized XRD patterns of MgB₂ samples fabricated by Infiltration method. ●MgB₂, ▲Mg, ■Mg₂B₂₅.

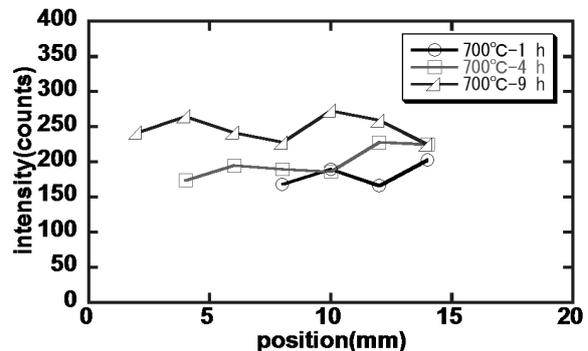


Fig.3 Position dependence of the peak intensity.

参考文献

- [1]G. Giunchi, Int. J. Mod. Phys. B 17 (2003) 453
- [2]荻野、他:2015 年第 92 回秋季低温工学・超電導学会概要集 92 (2015)1C-p06
- [3]A. Figini Albisettii et al : Solid State Sciences, Volume 14, Issue 11-12, p. 1632-1635.

チタン族元素を高ドーブした MgB₂ バルクの捕捉磁場特性

Trapped field properties of MgB₂ bulks highly doped with titanium group elements

高橋 裕平, 内藤 智之, 藤代 博之 (岩手大)

TAKAHASHI Yuhei, NAITO Tomoyuki, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.)

E-mail: t2216018@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

MgB₂ 超電導体は転移温度 T_c が 39 K と金属系超電導体の中で最も高い。また RE-Ba-Cu-O 系 (RE:希土類元素) 超電導体と比べてコヒーレンス長が長く電磁氣的異方性が小さいことから弱結合の問題がなく、多結晶体で高い臨界電流密度 J_c が得られる。しかし、磁場中で J_c が大きく減少するため、これまでの捕捉磁場の最高値は 5.4 T にとどまっている[1]。MgB₂ の磁束ピン止め特性の向上には、結晶粒微細化やチタン族元素[2,3]、C[4]などの不純物添加が有効である。我々も Tiドーブによって MgB₂ バルクの捕捉磁場が大きく向上するし、ドーブ量 5-20%の広範囲で捕捉磁場がほとんど変化しないことを報告した[5]。また、Goto 等は Zr および Hfドーブの場合、ドーブ量 10%以上で更に J_c 特性が向上する可能性や不可逆磁場が Tiドーブの場合よりも高くなることを示した[3]。そこで、本研究では MgB₂ バルクの捕捉磁場特性に対するチタン族元素ドーブ効果の詳細を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

Mg、アモルファス B およびチタン族元素 (TGE: Ti, Zr, Hf) の粉末を Mg_{1-x}B₂TGE_x ($x = 0.01 - 0.5$) となるように秤量して混練したものを常圧焼結してチタン族元素がドーブされた MgB₂ 粉末を得た。得られた粉末を 200-400 rpm で 1 h 遊星ボールミルによって微細化したものを出発原料粉末とし、SPS 法を用いてバルク試料を作製した。SPS 焼結は 10-100 Pa の真空中において 950-1050°C で 5-15 min 行った。最大印加電流は 1000 A、印加圧力は 50 MPa とした。試料の直径は約 20 mm で厚さは 7-11 mm であった。結晶構造は X 線回折 (XRD) 法により評価した。捕捉磁場は伝導冷却型超電導マグネットを用いて 5 T の磁場を印加した後、試料を T_c 以下に冷却して印加磁場を取り除く FCM (Field Cooled Magnetization) で捕捉させた磁場をバルク表面中心に設置した極低温用ホール素子により測定した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に TGEs を 5%ドーブしたバルク表面の XRD パターンを示す。Zr と Hfドーブ試料では Tiドーブ試料に比べて二ホウ化物のピーク強度は大きく、MgB₂ のピーク強度は小さくなっている。Ti に比べて Zr および Hf と B の反応性が高い可能性が考えられる。また、いずれのバルクでも出発原料粉末より SPS 後のバルクの方が MgO や MgB₄ などの不純物が増大した。MgB₄ は MgB₂ の分解によって生成し、MgO は余剰となった Mg が炉内の残留酸素と反応して生成したと考えられる。

Fig. 2 に Pristine バルクと TGEs を 5%ドーブした MgB₂ バルクの捕捉磁場の温度依存性を示す。いずれの TGEs ドープバルクでも捕捉磁場がわずかに低下した。これは in-situ HIP 法で作製したバルクとは大きく異なる (Ti5%ドーブバルクで捕捉磁場は 1.3 倍向上) [5]。チタン族元素ドーブによる J_c 向上は (TGE)B₂ 生成による MgB₂ の粒成長抑制および緻密化に起因する。従って、今回用いたバルク作製プロセスではこのメカニズムが有効に働かなかった可能性がある。その原因については現在考察中である。

参考文献

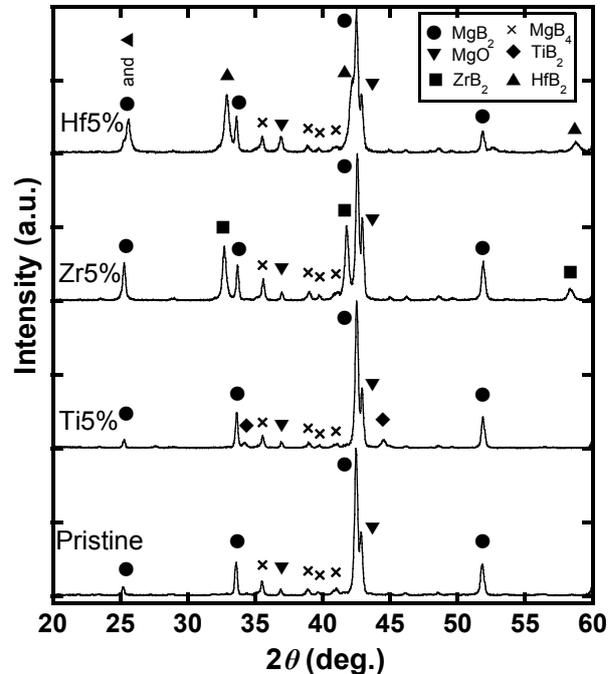
1. Fuchs *et al.*, Supercond. Sci. Technol., **26** (2014) 122002

Fig. 1 XRD patterns of the pristine and titanium group elements (Ti, Zr, Hf) 5%-doped MgB₂ bulks fabricated by SPS method.

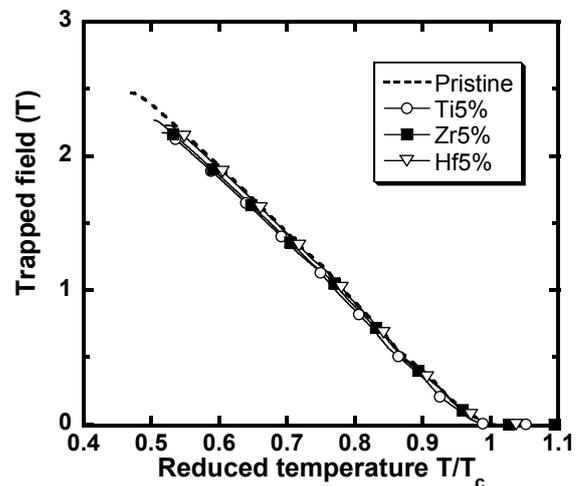


Fig. 2 Reduced temperature dependence of the trapped field for the pristine and titanium group elements (Ti, Zr, Hf) 5%-doped MgB₂ bulks fabricated by SPS method.

2. Y. Zhao *et al.*, Appl. Phys. Lett. **79** (2001) 1154.
3. D. Goto *et al.*, Physica C **392-396** (2003) 272.
4. S. X. Dou *et al.*, Appl. Phys. Lett. **81** (2002) 3419.
5. T. Naito *et al.*, Supercond. Sci. Technol. **28** (2015) 095009

HTS バルク磁石への複数回パルス着磁;去における残留磁場分布形状に対する磁束侵入

Magnetic flux invasion in HTS bulk magnets with varying the shapes of remaining flux distributions in multiple-Pulsed Field Magnetization processes

岡徹雄, 原健介, 小川純, 福井聡, 佐藤孝雄(新潟大学); 横山和哉(足利工大); 村上明(一関高専)

OKA Tetsuo, HARA Kensuke, OGAWA Jun, FUKUI Satoshi, SATO Takao (Niigata Univ.); YOKOYAMA Kazuya (Ashikaga IT);

MURAKAMI Akira (Ichinoseki NCT)

E-mail: okat@eng.niigata-u.ac.jp

1. はじめに

その微細組織にピン止め点が導入された超伝導バルク磁石(以後バルク磁石)は優れた磁場捕捉性能をもつ。簡便にこのバルク磁石を磁化する方法にパルス着磁法があるが、その過程で、すでに磁化された試料のもつ磁場分布が、続いて印加されるパルス磁場の侵入に強く影響することはすでに知られている。本研究では、複数回着磁において磁場印加前に捕捉されている様々な形状の磁場分布が、最終的な捕捉磁場とその分布にどのように影響するかを実験的に調査した。捕捉磁場の形状と続く磁場印加による発熱との関係を明らかにしてさらなる捕捉磁場性能の向上をねらう。

2. 実験方法

酸素中で合成して緻密に作成した Dy 123 系と、空気中で作成し磁場捕捉性能の高い Gd123 系バルク磁石(共に ϕ 30mm \times t10mm 新日本製鐵)が実験に用いられた。これを GM 冷凍機(AISIN 製 GD101S)で 30K まで冷却し、120mF のパルス電源から 114 ターンのパルスコイルを用いて、種々の磁場捕捉形状になるよう磁場を印加した。次いで最終の 7T の磁場を試料に印加して、磁場捕捉の振る舞いを評価した。パルス印加中および印加後の磁場計測は結晶成長領域 GSR 上でホール素子(F.W.Bell 製, BHT921T)によって行い、その位置は中心から $r=0, 3, 6, 9$ mm であった。印加磁場は順に 5-7 T、5-5-7 T である。7 T 印加の前にはどちらも M 字型の磁場分布を形成している。

3. 実験結果と討論

Fig. 2 に最後の 7T の磁場印加前の磁場形状を示す。縦軸が磁束密度 B (T)、横軸がバルク中心からの距離 r mm である。Gd 系より J_c が低い Dy 系では、周辺が同等で中心が異なる捕捉磁場を形成したが、この分布に 7 T を印加すると、中央部が弱い M 字となる 5-5-7 T 印加の方が、Fig. 3 のように、中央部での侵入磁場の増加速度が他に比べて大きいことがわかる。

一方の Gd 系では、周辺部の磁場分布を変化させた M 字分布 (Fig. 3) に対して最後に 7 T を印加すると、単一パルスの場合に比べて磁束侵入量が増加した。しかし Fig. 4 に示すように、磁場侵入の増加速度に大きな差はなかった。これらの結果から、M 字分布の形状に依存して、続く磁場印加での磁束侵入挙動は変化し、これは J_c に依存すると予想できる。

4. まとめ

予め磁場を捕捉させた J_c の異なる Dy 系と Gd 系のバルク磁石への磁場印加の際の磁束侵入の挙動を印加前の磁場分布形状に関して実験的に調査した。試料周辺部が強く磁化された M 字分布の場合には Dy 系では中央部の強い磁場捕捉が見られたが、Gd 系ではその高い J_c のために中央での磁場捕捉は制限された。その結果、続く 7 T の磁場印加に磁束侵入が促進され、試料中央部に 3.4 T の高い捕捉磁場が得られた。

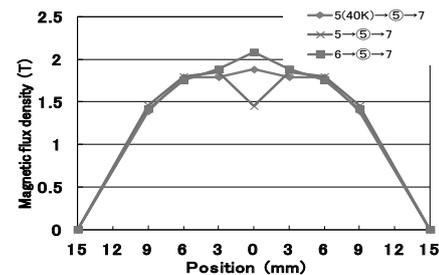


Fig.1 Pre-shaped distributions in Dy123 before 7-T application

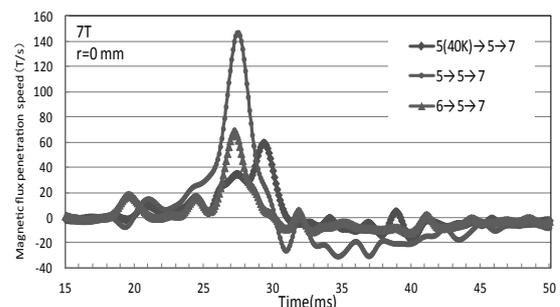


Fig.2 Flux penetration speed in Dy123 at 7-T application after various pre-shaped distributions

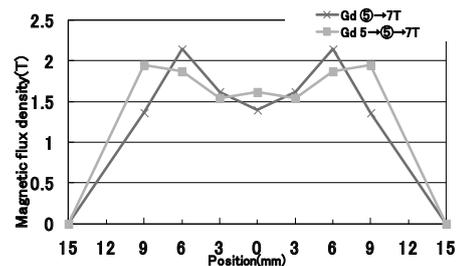


Fig.3 Pre-shaped field distributions in Gd123 before 7-T application

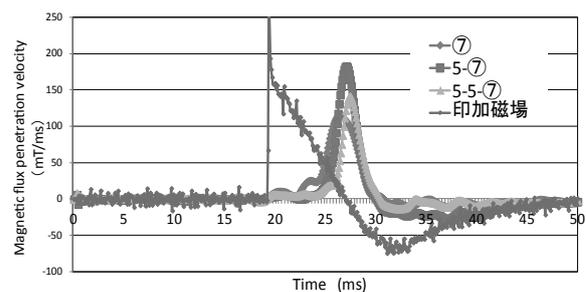


Fig.4 Flux penetration behaviors in Gd123 during 7-T application

φ 60 mm バルク体を用いた卓上型超伝導バルク磁石の特性評価

Estimation of basic characteristics of a desktop type superconducting bulk magnet using φ 60 mm bulk sample

横山 和哉, クラワンシャ エランダ, 趙 元鼎, 香月 淳, 三浦 敦郎 (足利工大); 岡 徹雄 (新潟大)
 YOKOYAMA Kazuya, ERANDA Kulawansha, ZHAO Yuanding, KATSUKI Atsushi, MIURA Atsuro (A.I.T.);
 OKA Tetsuo (Niigata Univ.)
 E-mail: k-yokoyama@ashitech.ac.jp

1. はじめに

小型強力磁石装置としての超伝導バルク磁石の産業応用を目指して、スターリング冷凍機を用いた卓上型超伝導バルク磁石装置を開発した。これまではφ45×15 mmのGdBCOバルク体を用いた冷却及びパルス着磁実験を行い、53 Kの最低到達温度と2.8 Tの捕捉磁場を確認した[1]。本文は総磁束量の増大を目指してφ60×20 mmの大型試料を取り付けるように装置を改造し、基礎的な性能試験を行った結果を報告する。

2. 実験方法

φ60×20 mmのGdBCOバルク体(新日鉄住金製)をスターリング冷凍機(CryoTel CT, SUNPOWER, 冷却能力:8W@77K)のコールドヘッドに接続したサンプルステージに取り付ける。真空チャンバを取り付けて真空断熱した後、最低到達温度まで冷却した。この時、10分毎にサンプルステージの温度を測定した。着磁コイルを取り付けて3.1~6.2 Tのパルス磁場(立ち上がり時間:10 ms)を1回印加し、試料表面中央に取り付けたホールセンサにより、着磁中の磁束密度の時間変化を測定した。その後コイルを取り外し、三次元ホールセンサを用いて磁極表面(試料表面から4 mm)の磁束密度分布を測定した。

3. 結果及び考察

Fig. 1 にバルク体を室温から冷却した時のコールドステージにおける温度の時間変化を示す。φ45 mmの試料の場合、約4時間で51.3 Kの最低温度に到達したのに対して、φ60 mmの試料の場合、約6時間30分で最低到達温度は55.6 Kであった。これは、体積が2.4倍になっていることが影響していると考えられる。

Fig. 2 に総磁束量及び磁極表面における最大磁束密度、試料表面の中央部における磁束密度と印加磁場の大きさの関係を示す。折れ線グラフが磁束密度(左軸)、棒グラフが総磁束量(右軸)の結果を、丸シンボルがφ60 mmの試料、四角シンボルがφ45 mmの試料の結果をそれぞれ示している。ここで、白抜きシンボルで示した試料表面中央の磁束密度は磁場印加後1分後の値となっている。4.6 T以上の印加磁場で試料表面中央の磁束密度が大きく増加しており、φ45 mmの試料と比較してφ60 mmの試料は1.4~2.5倍の値となっている。また、総磁束量の結果において、3.1及び3.9 Tの印加磁場では両試料の値に大きな差はないが、4.6 Tの場合1.7倍に大きく増加している。これは試料が大型化したことによる大きなメリットである。一方、5.4 T以上の印加磁場において、磁場印加後の発熱が大きくなり、5.4 Tでは最大90.4 K、6.2 Tでは92.9 Kに達し、捕捉磁場はほぼ0となった。これは、試料の大型化による大きなデメリットである。さらに、最高温度に到達するまで30分以上経過しており、φ45 mmの試料を用いた場合やGM冷凍機でφ60 mmの試料を冷却した場合で

はこのような現象は見られず、スターリング冷凍機の冷却性能でこの発熱を吸収することが難しいことを示している。今後、更なる着磁方法の検討が必要である。

4. まとめ

本文はスターリング冷凍機を用いた卓上型バルク磁石において、φ60 mmの大型試料を用いた場合の冷却及び単一パルス磁場を印加する基礎的な性能試験を行った。これまで用いてきたφ45 mmの試料の場合と比較して最低到達温度に大きな差はないが、冷却時間が1.6倍になってしまった。また、印加磁場4.6 Tで総磁束量が大きく増加したものの、5.4 T以上の印加磁場で臨界温度近くまでの温度上昇を観測した。今後、最適な印加磁場の検討や、細孔バルク体を用いた発熱の抑制などを検討し、大型試料における捕捉磁場の増大を目指したい。

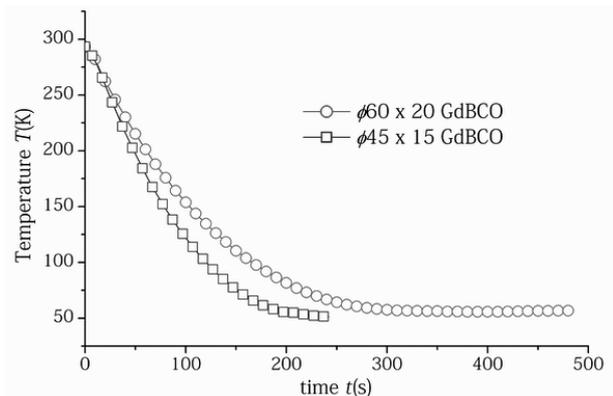


Fig. 1. Result of cooling test

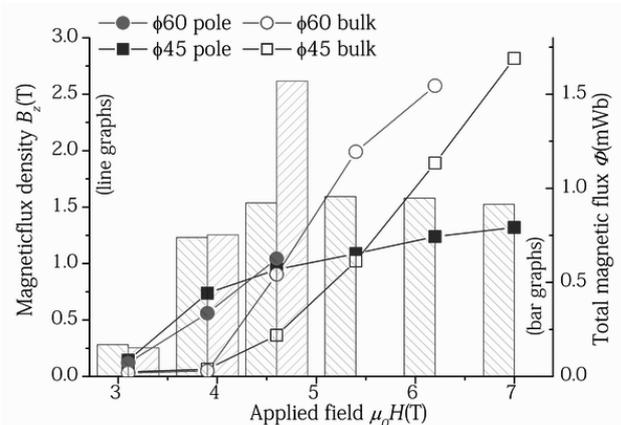


Fig. 2. Comparison of magnetic flux density at pole surface and bulk surface and total magnetic flux

参考文献

1. K. Yokoyama, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 90 (2014) p.187

ソレノイド型とスプリット型コイルを用いた超電導バルクの パルス着磁とシミュレーション

Pulsed field magnetizing characteristics of rectangular-shaped GdBaCuO bulk using solenoid- and split-type coils

高橋 圭太, 藤代 博之(岩手大); Mark Ainslie (Cambridge 大); 内藤 智之(岩手大)

TAKAHASHI Keita, FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate Univ.); MARK Ainslie (Univ. of Cam); NAITO Tomoyuki (Iwate Univ.)

E-mail: t2216017@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

強力な磁場発生源としての RE-Ba-Cu-O 系超電導バルク磁石の実用化のために、バルクの作製技術と同時にその着磁技術が求められている。静磁場を印加して着磁を行う磁場中冷却着磁 (FCM) に対し、パルス着磁 (PFM) では瞬間的な磁束運動に伴う発熱により、捕捉磁場は FCM 法に及ばない。当研究室では、ソレノイド型コイルを用いたマルチパルス着磁は発熱の抑制に有効であるとして、2005年に直径 45 mm の Gd 系バルクに対して PFM では最高となる 5.20 T (30 K) を達成した[1]。この他、バルクの上下に設置する新しい形のスプリット型及びボルテックス型コイルの利用により捕捉磁場の向上が報告されているが[2]、両装置において同一のバルクを用いた統一的な比較は行われていない。

本研究では、典型的な円盤形バルクに比べ隙間なく敷設できるという利点がある四角形 Gd 系バルクに対し捕捉磁場向上のメカニズムを明らかにするため、ソレノイド及びヨークを挿入したスプリット型コイルを用いて両装置におけるパルス着磁特性の比較を実験的また解析的に行った。

2. 実験方法

試料は改良型 QMG 法[3]により作製された四角形バルク (33×33×15 mm³, 新日鐵製) を使用した。Fig. 1 に着磁装置の概略図を示す。捕捉磁場はバルク表面中心に設置したホールセンサーにより測定し、磁場分布測定の際にはこれを 2 mm 上方で走査し測定した。温度は CERNOX 温度計により各装置の治具側面で測定した。また、PFM 中の電磁場-熱伝導シミュレーションには PHOTO-series (フoton(株)) を用い、実験環境を再現するように 3次元有限要素モデルを構築し解析を行った。シミュレーションにおいて、ヨークは飽和磁化を 1.61 T とし、典型的な純鉄系の電磁軟鉄を参考とした。

3. 結果と考察

Fig. 2(a) は両装置に対し各初期温度 ($T_s = 65$ K, 40 K) における捕捉磁場の印加磁場依存性を示す。バルク表面中心の最大捕捉磁場は、40 K においてスプリット型装置で 3.09 T であった。いずれの初期温度でも、スプリット型ではソレノイド型より高い捕捉磁場が得られた。この結果から、着磁コイルの違い及びヨークの存在がパルス着磁特性に影響していると考えられる。

着磁シミュレーションの解析結果を述べる。Fig. 2(b) は両装置に対し捕捉磁場の印加磁場依存性を示す。Fig. 2(a) と同様にスプリット型装置の捕捉磁場はソレノイド型より高い値を示した。熱伝導率の良好なバルクの ab 面からの冷却が可能であるスプリット型では温度上昇の抑制が期待できる。ところが、ヨークを用いない場合にはソレノイド型と同等の捕捉磁場を示しており、温度上昇の抑制が捕捉磁場に与える影響は小さいと言える。従って、ヨークの存在は捕捉磁場の向上における重要な要因である。

Fig. 3 は規格化したバルク表面における捕捉磁場分布のシミュレーション結果を示す。ヨークを用いたスプリット型の捕捉磁場分布は、ヨークがない場合やソレノイド型と比較して、

Fig. 2 に示すように磁場強度が向上するだけでなく、その均一性を増している。これはバルクに侵入した磁束が、磁化されたヨークに引き付けられることで z 軸方向に安定して捕捉されたためであると考えられる。

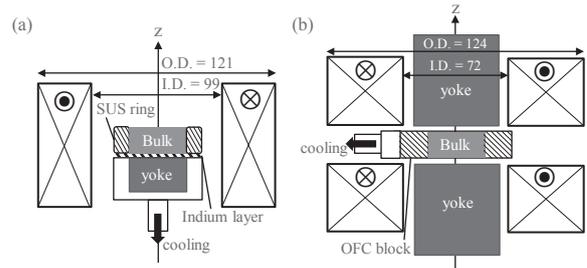


Fig.1 Experimental setup of two kinds of apparatuses for PFM and the magnetizing coil, (a) solenoid type and (b) split type.

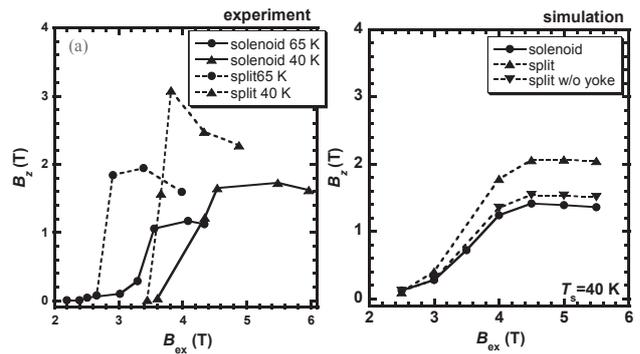


Fig.2 (a) Experimental and (b) analytical results of the trapped field B_z ($r = 0$) at the center of the bulk surface as a function of the applied field B_{ex} using the solenoid- and split-coil.

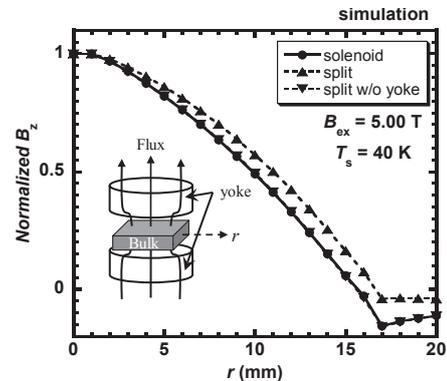


Fig.3 Normalized B_z profiles on the bulk surface for $B_{ex} = 5.00$ T using the solenoid- and split-coil.

参考文献

- [1] H. Fujishiro *et al.* Physica C 445-448 (2006) 334
- [2] T. Ida *et al.* Physica C 412-414 (2004) 638
- [3] M. Morita *et al.* Physica C 235-240 (1994) 209-212

スプリットコイルを用いた MgB_2 バルクのパルス着磁による捕捉磁場 1.1 T の実現

Trapped field of 1.1 Tesla without flux jumps in an MgB_2 bulk during pulsed field magnetization using a split coil with a soft iron yoke

藤代 博之, 望月 豪彦(岩手大); Mark Ainslie(Cambridge 大); 内藤 智之(岩手大)

FUJISHIRO Hiroyuki, MOCHIZUKI Hidehiko (Iwate Univ.); Mark Ainslie (Univ. of Cambridge); NAITO Tomoyuki (Iwate Univ.)
E-mail: fujishiro@iwate-u.ac.jp

1. はじめに

MgB_2 バルクのパルス着磁(PFM)において flux jump が捕捉磁場を低減することは大きな問題であり、これまでの最大の捕捉磁場は、ソレノイド型コイルを用いて $T_s=14$ K で $B_z=0.80$ T であった[1]。本研究では Flux jump の回避と捕捉磁場の増大を目的に、スプリット型コイルを用いた PFM 着磁を行い、ソレノイド型コイルを用いた着磁と比較した。その結果、flux jump は高磁場まで発生せず、さらに軟磁鉄ヨークの挿入により捕捉磁場が大きく向上し、 $T_s=13$ K で $B_z=1.1$ T を実現した。この結果は MgB_2 バルクの PFM による捕捉磁場の最高値である。

2. 実験・解析方法

HIP 法で作製した Ti-doped MgB_2 バルク(直径 22 mm, 厚さ 15 mm, 磁場中冷却着磁(FCM)での $B_z=2.23$ T at 16 K)を図1のように Cu 製ホルダーにマウントし、冷凍機を用いて 20 K 以下に冷却した。液体窒素冷却したスプリット型コイル(内径 72 mm, 外径 124 mm, 厚さ 35 mm)のボアには一対の軟磁鉄ヨーク(直径 60 mm, 厚さ 65 mm, 飽和磁化 1.6 T)を挿入し、コンデンサバンクからパルス電流を流して最大 3 T の磁場を印加した。バルク表面のホール素子により、捕捉磁場 B_z と磁場の時間変化 $B_z(t)$ 、及び Cu 製ホルダーに貼り付けた温度計により温度の時間変化 $T(t)$ を測定した。また、有限要素法により捕捉磁場と温度変化のシミュレーションを行った[2]。

3. 実験・解析結果

図2にスプリット型コイルを用いて $T_s=13$ K, 20 K での印加磁場 B_{ex} と捕捉磁場 B_z の関係を示す。20 K では軟磁鉄ヨークが無い場合とバルク底面に1つのヨークが存在するソレノイド型コイルを用いた結果[1]も示す。ヨークが無いスプリット型コイルとソレノイド型コイルでは、磁束がバルク中心に捕捉され始める印加磁場は異なるが、最大捕捉磁場はほぼ等しい。しかし、ソレノイド型コイルでは高磁場印加($B_{ex}=2.2$ T)で flux jump が起こり、捕捉磁場が急激に減少するが、スプリット型コイルでは 3 T までの印加磁場で flux jump は発生しなかった。ヨークを挿入したスプリット型コイルでは捕捉磁場が増大し、最大捕捉磁場は 20 K では 1.0 T, 13 K では 1.1 T となり、この結果は MgB_2 バルクの PFM による捕捉磁場の最高値である。

図3にバルク底面に1つのヨークが存在するソレノイド型コイルとヨークを挿入したスプリット型コイルの代表的な印加磁場 $B_{ex}(t)$ とバルク表面の磁場 $B_z(t)$ の時間依存性を示す。 $B_{ex}(t)$ とバルクへの磁束の侵入挙動 $B_z(t)$ は2つのコイル系で異なり、ヨークを挿入したスプリット型コイルでは $B_{ex}(t)$ がゆっくりと立ち下がり、 $B_z(t)$ の最大値は $B_{ex}(t)$ とほぼ等しく、磁束のバルクへの侵入挙動がかなり異なることが分かる。これらの実験的な振る舞いは、有限要素法によるシミュレーションにおいても再現されており、軟磁鉄ヨークを挿入したスプリット型コイルによる PFM 着磁は MgB_2 バルクの着磁に非常に有効である。

参考文献

- H. Fujishiro, T. Ujiie, H. Mochizuki, T. Yoshida and T. Naito, IEEE Trans. Appl. Supercond., **25**, 6800104 (2015).
- H. Fujishiro, T. Naito and T. Yoshida, Supercond. Sci. Technol., **27**, 065019 (2014).

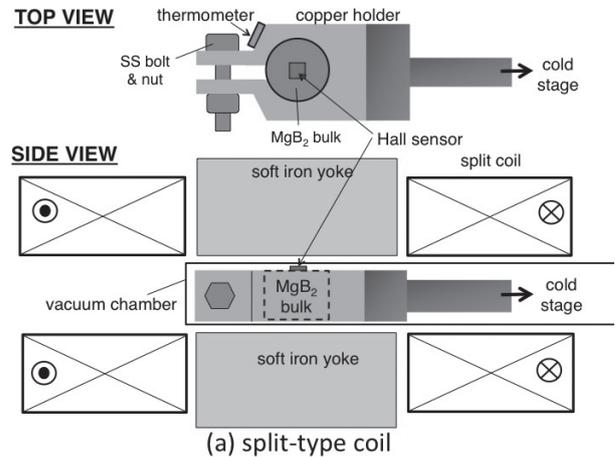


Fig. 1. Experimental setup for split coil with two yokes.

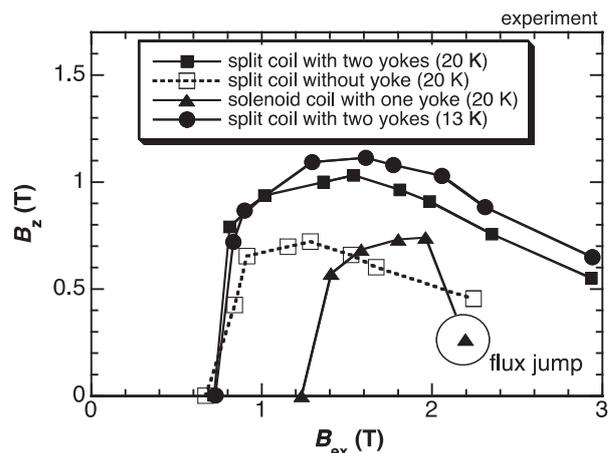


Fig. 2. Applied pulsed field, B_{ex} , dependence of the trapped field, B_z , at $T_s=20$ K using the split coil with two yokes, split coil without yoke and solenoid coil with one yoke. B_z , at $T_s=13$ K using the split coil with two yokes is also shown.

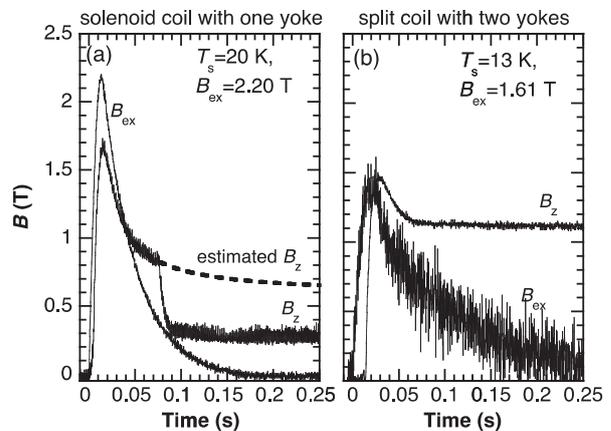


Fig. 3. Time dependence of local field, $B_z(t)$, at the center of the bulk surface and the applied field, $B_{ex}(t)$, (a) using the "solenoid coil with one yoke" at $T_s=20$ K and $B_{ex}=2.20$ T and (b) using the "split coil with two yokes" at $T_s=13$ K and $B_{ex}=1.61$ T.

小型QMG[®]リングの捕捉磁場および J_c の温度依存性

Temperature dependence of the trapped field and J_c properties on a small QMG[®] ring

森田 充, 手嶋 英一, 成木 紳也(新日鐵住金)

MORITA Mitsuru, TESHIMA Hidekazu, NARIKI Shinya(NSSMC)

E-mail: morita.d98.mitsuru@jp.nssmc.com

1. はじめに

優れた特性を有するQMG[®](単結晶状の123相中に211相が微細分散したバルク状酸化物超電導材料)は、1988年に初めて開発された[1-4]。その後、希土類元素(RE)を置換した種結晶を使用する単結晶育成技術により大型のQMG[®]が製造可能となり種々の応用開発が進められた[5-6]。バルクマグネット応用は、1989年に提案されRE置換種結晶技術によりその基本形が完成した[7-8]。最近では、特に低温・強磁場での着磁により数Tの磁場が捕捉可能となり、各種のバルクマグネット応用例が報告されている。

前回2015年度秋期の発表では、直径60mmの大型QMG[®]リングを用い10T着磁に成功したことを報告し、QMG[®]リングが種々の10T級の強磁場応用に耐え得ることを示した[9]。今回、QMG[®]の10T級応用設計の基礎データ取得のため、小型のQMG[®]リングを用い12K、10Tで着磁した後、捕捉磁場の温度依存性を測定することで $J_c(B)$ 特性の温度依存性に関する評価を試みたので報告する。

2. 実験方法

2-1 試料準備: Gd系Ag10wt%のQMG[®]から外径15mm, 内径7mm, 厚さ5mmの小型リング試料を作製し、リングの中央にホール素子を配置した。試料は下面を冷凍機のコールドヘッドにグリースで固定した。

2-2 着磁方法: 100Kで10Tの磁場を印加し12Kに冷却した後、0.05T/分で所定の磁場まで減磁した。各外部磁場中で0.5K/分で100Kまで昇温し、各外部磁場での試料中心位置の磁束密度の温度変化を記録した。

3. 実験結果・考察

各外部磁場中での試料中心の磁束密度の温度変化をFig. 1に示す。外部磁場ゼロの場合、小型ではあるものの約8.8Tの磁束密度を捕捉している。また、試料中心の磁束密度から外部磁束密度を差し引き、この捕捉磁場がゼロになる温度を T_c とすることで、 $T_c(8T)$ が73Kに低下していることが分かる。

縦軸に捕捉磁束密度、横軸に外部磁場を取り、フル着磁状態になっていると思われる領域に関し、各温度における捕捉磁束密度の外部磁場依存性をプロットすることでピーク効果が見られた。さらに、リング試料内がフル着状態になっており、かつ、均一な臨界電流密度の超電導電流が流れていると仮定したときの $J_c(B)$ の温度依存性をFig.2に示す。60Kでは、4T付近に緩やかなピーク効果が見られ、50K以下では 10^9 オーダの J_c が得られている。

このような J_c 評価法の特徴は、SQUID等の数mmの小片試料の磁化による評価法に対して、外径15mmのリング試料を用いていることから、比較的大きなループの超電導電流の平均値であること、および外部磁場条件として自己磁界の影響が大きいため、c軸相関ピンの影響が少なく、印加磁場の方位依存性に関しても平均化されていることがあげられる。

これらの点から、今回の評価法は、QMG[®]バルクマグネットの設計において、より実践的な評価法であると思われる。今後、このような評価法によるデータが種々の機器設計に役立てば幸いである。

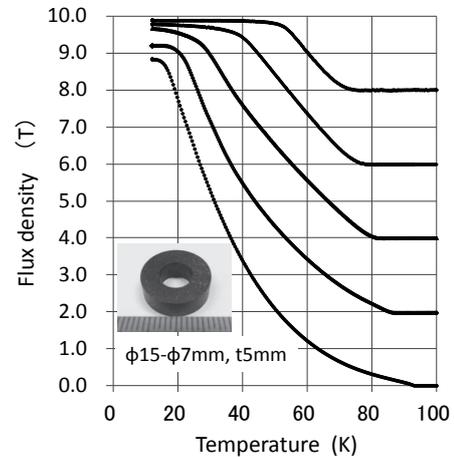


Fig. 1 Temperature dependence of the field at the center of the QMG[®] ring in each external field

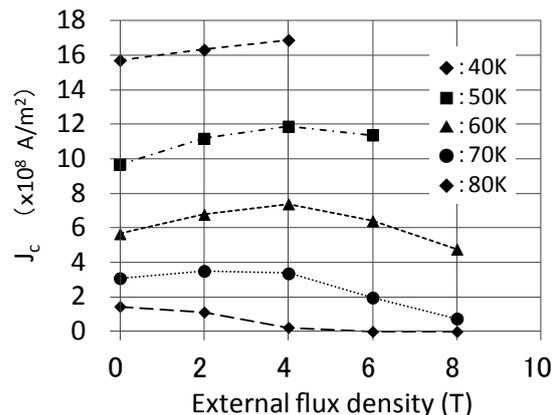


Fig. 2 Field dependence of the J_c at each temperature

参考文献

1. 森田 充, 松田 昭一: New Superconducting Materials Forum News, No.10 (1988) 15
2. M. Morita, et al.: Patent No. US-5508253, Priority date:06.06.1988.
3. M. Morita, et al.: Physica C 172(1990)383-387 [参考文献 1.の英訳]
4. 森田 充: 博士論文「溶融成長法による大型酸化物超伝導体の作製と高臨界電流密度化に関する研究」北海道大学学術成果コレクション(HUSACP) <http://eprints.lib.hokudai.ac.jp/statistics/statslist.php?staturl=fma3serq5o2379t>
5. 森田 充等: 特許登録番号:2556401
6. M. Morita et al.: Advances in Superconductivity III (1991)733
7. 森田 充: 特許登録番号:2055511
8. M. Morita, et al.: Abstracts of CSJ Conference, Vol. 41 (1989) p.14
9. M. Morita, et al.: Abstracts of CSSJ Conference, Vol. 91 (2015) p.210