

Ball-Mill で微細化された B を用いた MgB_2 バルクの作製と超伝導特性

— ヘキサン中 —

Fabrication and superconducting properties of MgB_2 bulks prepared from ball-milled Boron powder

- In Hexane -

○三浦悠太¹, 中山佳威², 鈴木将友¹, 笠原清太郎¹, 久保田洋二³* Yuta Miura¹, Yoshitake Nakayama², Masatomo Suzuki¹, Seitaro Kasahara¹, Yoji Kubota³

We investigated the influence of ball-milled Boron (B) powders on superconducting properties of MgB_2 superconductor. All samples were prepared from Mg powder (150 μ m), Mg lumps (3-5mm), B powder (45 μ m), and ball milled B powder. The ball milling process for making fine B powder was performed in hexane under Ar atmosphere. The rotating speed of 100rpm was used in the process. The mixed Mg and B powders were pressed into a pellet. The compacted mixture and Mg lumps were placed in a Ta tube. Both ends of the Ta tube were sealed by an arc-welding method in a glove box filled with high purity Ar gas. The sealed Ta tube was then vacuum-sealed in a quartz tube and then sintered at 1100 degrees C for 5 minutes first, followed by the second sintering conditions, namely, 710 °C for 14 - 24 hours. The phase composites, morphology and magnetization loops were examined by X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy and Quantum Design MPMS system, respectively. Critical current densities were estimated from the width of the magnetization loop using Bean model. Ball-milled B powders were found to be smaller MgB_2 grain size, resulting in the improvement of critical current densities for MgB_2 materials.

1. はじめに

金属系伝導体の中で最も高い臨界温度 T_C を持つと知られているのは、21世紀初頭に発見された MgB_2 である。それまで、高い T_C で知られていた Nb_3Ge の $T_C = 29K$ よりも、 MgB_2 は高い $T_C = 39K$ を示す。この温度は安価な冷凍機でも到達可能である。しかし、 MgB_2 は高磁場での臨界電流密度 J_C が低いので、 J_C を上げるために添加剤を加えるなどの方法がある。

私達は Ball-Mill によって微細化した B を用い、 MgB_2 バルクを作製するときの熱処理条件を変えることで、 J_C の向上を試みた。

1. 実験

試料作製で用いる B(45 μ m, 2N, フルウチ) に Hexane (liquid, 60%, showa) を加え、Ar ガス中で Ball-Mill を回転数 100rpm に設定し、15, 30, 45, 60min の間 B を粉砕する。試料 B と Mg の mol 比を 1:1 にする。これは、B と Mg の結合を促すためである。 MgB_2 に対して 6wt.% の Mg(150 μ m, 3N, レアメタリック) の粉末と B を Ar ガス中で混合し、短冊状のプレス型に入れ 9t, 10min の加重で圧粉体を作製する。圧粉体の B と mol 比で 1:1 になるような Mg(3-5mm, 4Nm, レアメタリック) を、この圧粉体とともに Ar ガス中で Ta 管に入れる。その Ta 管をアーク溶接で密封した後、石英管にへ真空封入し、1100°C-5min, さらに 710°C で 14h, 24h 熱処理をし

て急冷した。その後、石英管から取り出した Ta 管の片側を開けた後、再び石英管中に真空封入し、695°C -30min で熱処理を行い焼結体から残留 Mg を取り除いた。

試料の組成の同定は粉末 X 線分析装置 (XRD)、超伝導特性は超伝導量子磁束干渉装置 (SQUID) を用いて測定をした。 J_C は磁化曲線から拡張 Bean モデルを用いて算出した。このモデルでは、作製した MgB_2 バルクの大きさを $2a$, $2b$, $2c(a < c < b)$ 、磁場の上昇と下降の差を ΔM としたとき、 J_C は

$$J_C = \frac{\Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b} \right)} \quad (1)$$

と与えられる。また、この場合直流磁場は $2a \times 2b$ 平面に垂直に印加される。

3. 結果と考察

試料の諸元を Table 1 に示す。Fig.1, Fig.2 は、それぞれ Ball-Mill を用いて同じ条件で微細化した B を使用し、710°C の熱処理を 14h, 24h した試料の臨界電流密度 J_C 対外部磁場 B_{ex} のグラフである。710°C の熱処理時間 14h では、Ball-Milling-time が 30min の試料#3 は全磁場領域で J_C が一番高く、 B_{ex} が 1 T は約 $2.4 \times 10^5 A/cm^2$ 、3 T は約 $1.3 \times 10^4 A/cm^2$ を示した。熱処理時間 24h では

1 : 日大理工・学部・物理 2 : 日大理工・院・物理 3 : 日大理工・教員・物理

Table 1 Specifications of sample

sample	Ball-Milling-time	Heat treatment time
	[min]	[h]
#1	0	14
#2	15	14
#3	30	14
#4	45	14
#5	0	24
#6	15	24
#7	30	24
#8	45	24
#9	60	24

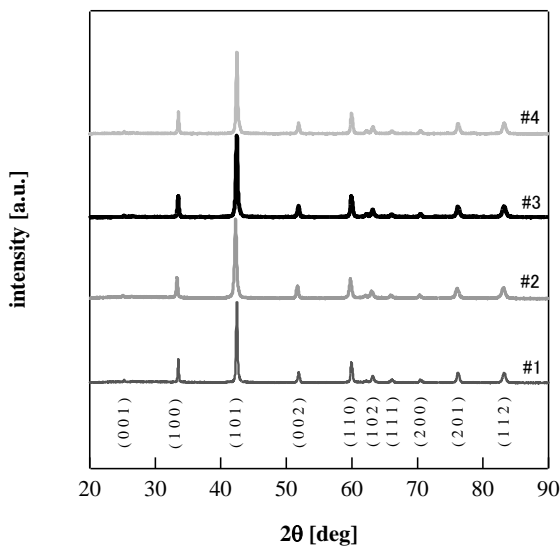


Fig.1 The XRD patterns for MgB₂ bulk

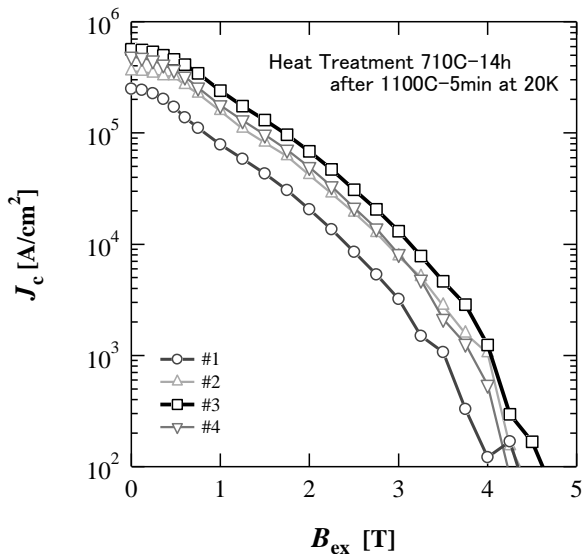


Fig.2 J_c vs B_{ex}

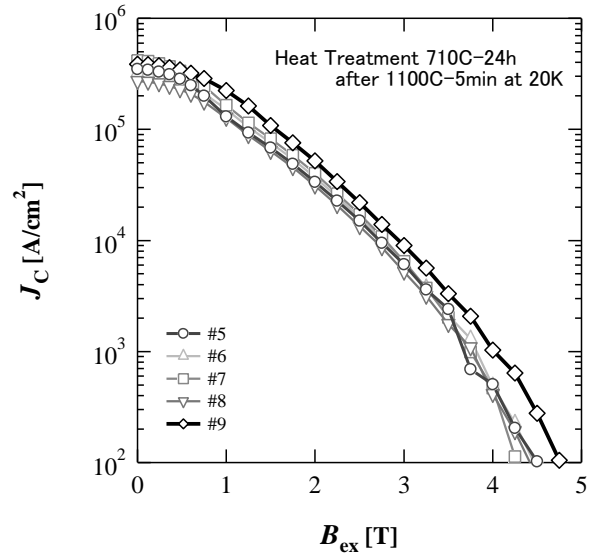


Fig.3 J_c vs B_{ex}

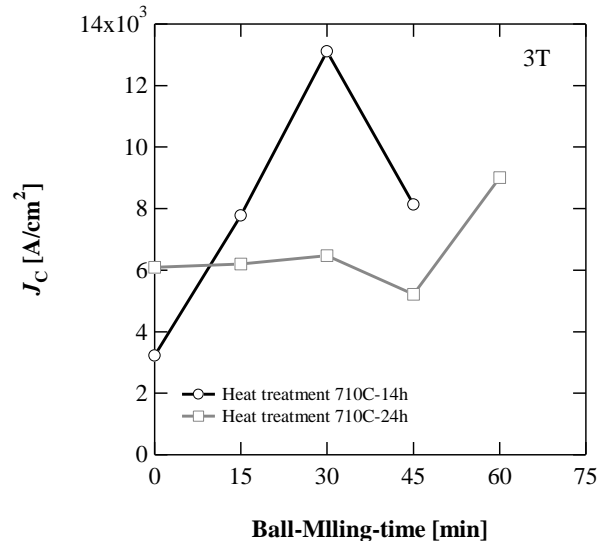


Fig.4 J_c vs Ball-Milling-time

Ball-Milling-time が 60min の試料#9 は磁場 1T 以上で J_c が一番高く、1T は約 2.2×10^5 A/cm²、3T は約 9.0×10^3 A/cm² を示した。したがって、熱処理時間は 14h の試料 #3 の J_c は、24h の試料#9 より大きく、B を微細化していない試料よりも高くなった。

格子定数は軸 a では 3.082Å、軸 c では 3.522Å となった。

今後は 710°C で 6h の熱処理時間を試し、Ball-Mill の回転数も変えて J_c の向上を試みる。さらに走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて微細化した B の粒の面積を測定し、その粒を円とみだててそこから粒径を求め、 J_c の粒径依存性も調べていくつもりである。