

Cold High Pressure Densification プロセスによる MgB₂ 線材の作製 -Mg 粒径依存性-

In situ MgB₂ wires fabricated by Cold High Pressure Densification -Mg particle size dependence-

○兼田貴洋¹, 前田穂², Jung Ho Kim³, 渡辺忠孝², 高瀬浩一², 高野良紀²

*Takahiro Kaneda¹, Minoru Maeda², Jung Ho Kim³, Tadataka Watanabe², Koichi Takase², Yoshiki Takano²

Abstract: Voids are known to be formed in the core of *in situ* powder-in-tube MgB₂ wires by chemical reaction of magnesium and boron, and the transport critical current density is limited by the porous structure. Here, we report on the magnesium particle size dependence of critical current density for *in situ* processed MgB₂ wires. The results obtained by scanning electron microscopy observation clearly show that the size and shape of voids can be controlled by using the starting magnesium powders with different particle sizes. The core densification by further applying the cold high pressure densification results in improvement of the transport critical current density.

1. はじめに

2001年に発見されたMgB₂超伝導体は、39 Kの超伝導転移温度(T_c)を示す^[1]. この高い T_c のため、冷凍機で比較的容易に到達できる温度(約20 K)での使用が可能となり、次世代のMRIマグネット応用への期待が持たれている。

*In situ*法でMgB₂線材を作製する際、MgとBの化学反応によってその線材コア中に多数の空隙が形成される。この空隙の形成により輸送臨界電流特性の著しい低下を招く。そこで我々は、空隙の形や大きさを制御するために異なる粒径のMg粉末を用いた。さらに空隙の排除を行うためにCold High Pressure Densification^{[2][3]} (CHPD)を導入し、臨界電流密度(J_c)の向上を目指した。

2. 実験

使用した試薬は、結晶性ホウ素粉末 (97%, 1 μ m)とマグネシウム粉末 (99%, 20-50 mesh, 100 mesh, 325 mesh)である。化学量論比が Mg:B=1:2になるように秤量し、Ar中で40分間混合した。混合粉を金型に入れ、4 ton、10分間の加重を加え圧粉体を成型し、長さ40 mm、内径(I.D.) ϕ 5.5、外径(O.D.) ϕ 10のFeシースに詰め、溝ロールでO.D. ϕ 3.5となるまで圧延加工した。この複合体の最外層にO.D. ϕ 6.5, I.D. ϕ 3.5のMonelシースを挿入し、再度溝ロールでO.D. ϕ 3.5まで圧延加工した。その後、ダイスを用いてコア断面積 $4.99 \times 10^{-4} \text{ cm}^2$ まで加工した。また比較のために、ダイスを用いてO.D. ϕ 1.0に加工した線材にCHPDを適用し、断面積 $5.62 \times 10^{-4} \text{ cm}^2$ まで加工した。CHPDは、室温でアンビルを用いて線材に4方向から加圧する仕組みであり、その

概略図を、Fig. 1.に示す。Ar中で650 $^{\circ}$ C、0.5 - 16時間の熱処理により、線材試料を得た。試料の緒元をTable 1.に示す。

試料の臨界電流(I_c)は、温度4.2 Kで超伝導マグネットを用いて、最大10 Tまでの磁場中で測定した。 I_c は試料に1 μ V/cmの電場が発生した電流で定義をし、 J_c は I_c を試料のコア断面積で割って求めた。また、試料表面を観察するため走査電子顕微鏡(SEM)を用いた。

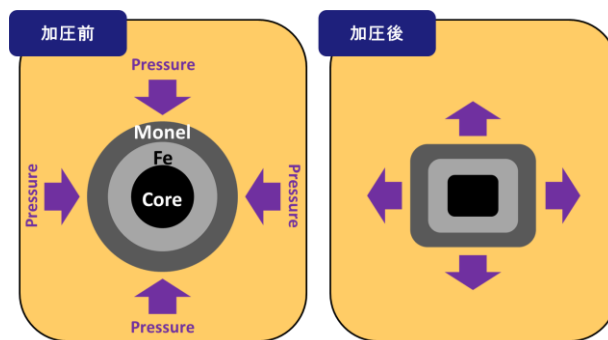


Fig. 1. Schematic of CHPD.

Tabel 1. Specification of samples.

Sample	Mg Size (μ m)	Core Size ($\times 10^{-4} \text{ cm}^2$)	Pressure (GPa)
N005	325	4.99	0
N006	100	4.99	0
N007	20-50	4.99	0
N005C	325	5.62	1.5
N006C	100	5.62	1.5
N007C	20-50	5.62	1.5

3. 結果及び考察

Fig. 2. に線材コア断面の 2 次電子像を示す. N005 のコア断面には大きな空隙は見られない. しかし N007 では, 大きな空隙が存在することがわかる. この原因は原材料に粉末粒径の大きい Mg を用いたためと考えられる. また, CHPD を適用すると N005C では N005 と比べ空隙に大きな変化は見られないが, N007C では N007 と比べると大きな空隙が排除されている. CHPD を適用する事によってコアは密になることがわかる.

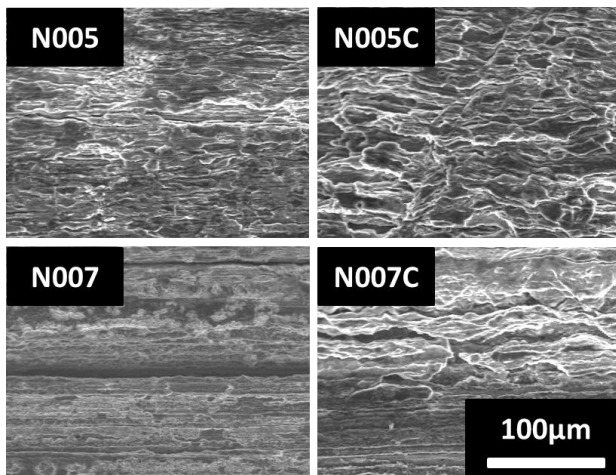


Fig. 2. SEM Images

Fig. 3. に 4.2 K での I_c 磁場依存性を示す. CHPD を適用する前の線材では, Mg 粉末粒径の大きい線材の方が Mg 粉末粒径の小さい線材に比べ I_c が低い. これは線材コア内に, 大きな空隙が存在するためである. CHPD を適用した後では, すべての線材に I_c の向上が見られた. N007C のコア断面積は N007 の約 1.1 倍であるが, I_c は約 8.7 倍も増大した. これは SEM の結果が示すように, コアが密になったためと考えられる.

Fig. 4. に 4.2 K での J_c 磁場依存性を示す. I_c の結果と同様に, CHPD を適用する前の線材では, Mg 粉末粒径の大きい線材の方が Mg 粉末粒径の小さい線材に比べ J_c が低い. CHPD を適用した後では, すべての線材に J_c の向上が見られた. 特に 8 T での J_c において, N007 では 1.0×10^3 A/cm² の値を示すが, N007C では 8.5×10^3 A/cm² の値となり, 約 8.5 倍も増大した.

以上の結果から, 異なる粉末粒径の Mg 粉末を用いることで MgB₂ 線材コアの空隙の形や大きさが変化し, さらに CHPD を用いて加圧する事で密になり, J_c が増大することがわかる.

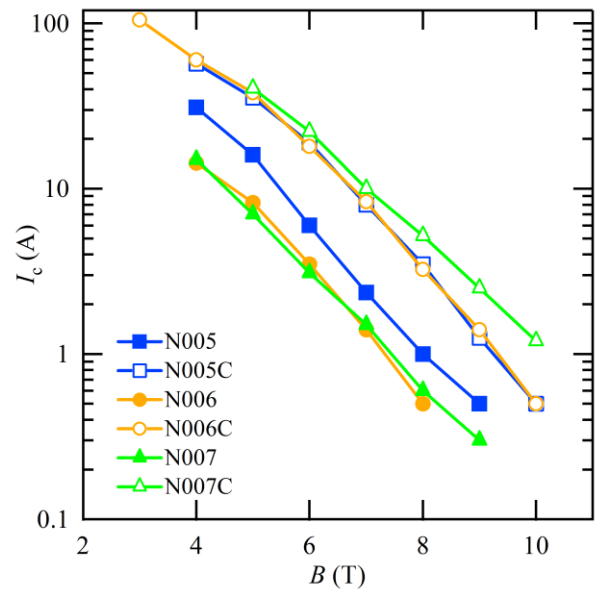


Fig.3. $I_c - B$ curves at 4.2 K for all wires.

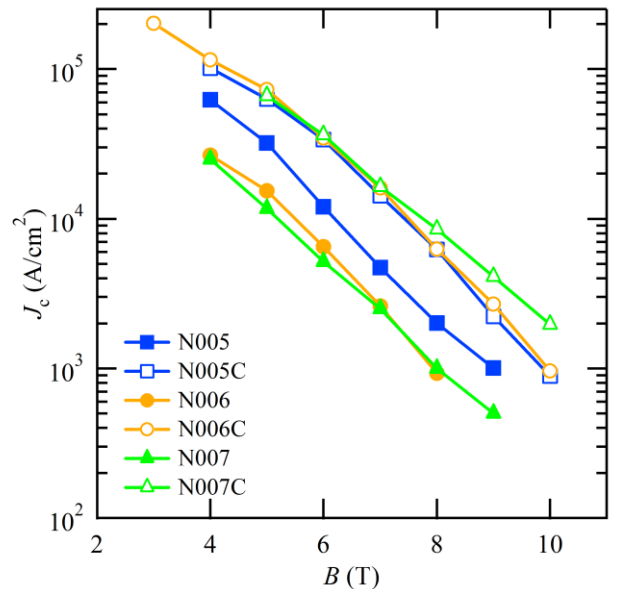


Fig.4. $J_c - B$ curves at 4.2 K for all wires.

4. 謝辞

本研究は JSPS 科研費 24760259 の助成を受け, 実施したものである.

5. 参考文献

[1] J. Nagamatsu *et al.*: Nature. (London) **410**, 63 (2001)
 [2] R. Flukiger *et al.*: Supercond. Sci. Technol. **22** (2009) 085002 (7pp)
 [3] Y. Nakayama *et al.*: Abstracts of CSSJ Conference. **85** (2011) 108