PIT 法 MgB_2 線材における充填粉末の予備熱処理の効果Pre-heating effect of precursor powder in PIT processed MgB_2 tapes物材機構¹, 筑波大² ○熊倉浩明^{1,2}, 高橋雅也²NIMS¹, Tsukuba Univ². ○Hiroaki Kumakura^{1,2}, Masaya Takahashi²

E-mail: KUMAKURA.Hiroaki@nims.go.jp

【諸言】 *in situ* PIT 法線材においては B と Mg の混合粉末を使用するが、一般的に市販の B 粉末の表面は酸化して B_2O_3 が生成している場合が多く、この酸化物が B と Mg の反応を阻害して MgB_2 の生成を遅らせると考えられている。そこで本研究では、この混合粉末における B 酸化物を取り除くために、Mg と B の前駆体混合粉末への予備熱処理の効果調べた。

【実験方法】 市販の Mg 粉末と B 粉末(H.C. Starck GmbH)の混合体に対して 8 時間のボールミルを行った後、400-650°C で 1-10 時間予備熱処理を行った。予備熱処理はアルゴンで満たされたグローブボックス内に設置した熱処理炉で行い、グローブボックス内の酸素分圧は 1ppm 以下に保った。この予備熱処理した粉末を乳鉢にて粉砕した後、鉄管に充填して通常の PIT 法により幅 4mm、厚さ 0.5mm の単芯テープ線材を作製した。 MgB_2 を生成させる本熱処理は 660°C で 1 時間行った。予備熱処理前後の混合粉末、ならびに本熱処理後のテープから取り出した MgB_2 コアの組織を X 線回折ならびに透過電顕にて観察した。線材の臨界電流密度 J_c は通常の実験法により、4.2K、12T までの磁界中で測定した。磁界はテープ面に垂直にかけた。

【結果】 図 1 に 500°C で 10 時間予備熱処理した場合、ならびに予備熱処理無しの混合粉末の TEM-EDX 像を示す。予備熱処理を行っていない混合粉末では B 粒子周囲の酸素濃度が高く、 B_2O_3 が形成されていると考えられるが、予備熱処理後にさらに混合・粉砕を施した粉末では酸素が分散していることから、この B 酸化物が Mg によって還元されて MgO が形成され、これが細かく Mg マトリックス中に分散していると考えられる。この予備熱処理による MgO の生成は、X 線回折によっても確認できた。さらにこの微細な MgO は MgB_2 を生成させる本熱処理の後の MgB_2 コアの中にも認められた。また、この予備熱処理と混合・粉砕によって B 粒子の表面の酸化物が取り除かれるために、予備熱処理をしない場合に比べて MgB_2 の反応が促進されることも分かった。図 2 に、4.2K、10T における MgB_2 層あたりの J_c の予備熱処理温度依存性を示す。予備熱処理温度が 450°C を越えると J_c が上昇し始め、500°C 以上で高い J_c を示し、600°C を越えると J_c が低下することが分かった。 J_c の向上は MgB_2 コア内に微細に分散した MgO によるピンニングの効果、ならびに MgB_2 体積率の向上によると考えられる。

図 1 混合粉末の TEM-EDX 写真。上)予備熱処理なし。下)予備熱処理+混合・粉砕後。

図 2 4.2K、10T における J_c の予備熱処理温度依存性。