研究成果報告書

研 究 是	 国	省エネルギー型μMRI への応用を目指した 高性能超電導接合の開発	実 施 年 度 2023-24 年度
	所属	米子工業高等専門学校 総合工学科 (電気電子部門)	
代表研究者	氏名	田中博美	印

1. 研究の目的・背景

【研究の学術的背景・特色】

省エネルギー μ MRIは関節リウマチの早期発見や食品異物検査など、幅広い分野での利用が可能であり世界中で研究が進められている。特に分解能 100μ m以上の高精度な1.5T- μ MRIは、線材への加工性に優れ、高い T_c (39K)と磁場安定性を有する MgB_2 超電導線材をコイル状に巻いて作製されている。作製した μ MRIは、液体水素温度(20K)での動作が可能で、脱液体へリウムにつながると期待されている。一方で、MRIコイルの両端間は、高い臨界電流値(I_c)を有する超電導接合でつなぐ必要がある。

現状の MgB_2 超電導接合の作製法は、高磁場下での I_c を高めるために Mg 融点以下での低温加熱(600° C)が採用される。一方、低温加熱では接合のバルク中間層に非超電導相・空隙が多く残存し、 I_c が 100A 以下(線材 I_c の 1/5 以下)と非常に低い。そのため MRI システム全体の I_c が低く、応用範囲が限定されている。そこで、 MgB_2 超電導接合の I_c 特性を改善するための研究を行う。

【研究の目的】

本研究では仲介用バルクの高密度化を実現することで I_c の改善を試みる。最近の研究結果から、 MgB_2 超伝導接合においては、接合試料で引加した圧力が、加熱時に低下しており、接合内部のバルク密度低下の原因になっていること明らかとなってきた。実際、加熱処理後の MgB_2 超伝導接合の断面を走査型電子顕微鏡(SEM)等で観察すると、バルク内部に空隙が多数確認された。そこで本研究では、この空隙を低減し、超伝導電流を流せる面積の増加を試みた。

具体的には、 MgB_2 超伝導接合部に圧力印可しながら加熱を行う"ホットプレス法"を導入した。一方で、ホットプレス法に必要な設備を所有していなかったため、装置の設計・製作を行った。また、構築したホットプレスのシステムを用いて MgB_2 超伝導接合の作製を行い、効果を検証した。

2. 研究成果及び考察(申請時の計画に対する達成度合を織込む)

《研究成果》

多重加熱法で MgB₂ 超電導接合の作製を行った。局所加熱温度を 680~750℃まで昇温 し、超電導相割合の変化を調べた。加えて接合作製時 (加熱前)のプレス圧力も~50MPa の範囲で増加させた。そして、接合バルク中間層の充填率の改善も試みる。

多重加熱法を用いて、超電導接合部分の加熱温度 $600\sim700^\circ$ Cと変化させて MgB_2 超電導接合を作製し臨界電流値(I_c)を評価した。その結果加熱温度が 650° C以上になると、 I_c が数 A から最大で 500A にまで改善していることが分かった。特に、接合部の局所加熱温度を Mg 融点(650° C)から一層増加させた 700° Cにすると、 600° Cで作製した接合試料に比べて超電導相割合が改善することが明らかとなった。一方、接合作製時 (加熱前)のプレス圧力を ~50 MPa の範囲で増加させたが、接合バルク中間層の充填率はほとんど変化しなかった。そこで、加熱中の圧力開放を抑制するため、接合に圧力引加しながら加熱処理ができるホットプレス装置を独自で作製した。また、構築したホットプレスのシステムを用いて MgB_2 超伝導接合の作製を行い、効果を検証した。

図 1(a)に示すように、ホットプレス実験に必要な設備の設計を行った。特にホットプレス機を簡易的に作製するため、市販のプレス機(KIKAIYA 製、油圧プレス~50kN)と開閉型管状炉(アサヒ理化製作所製、ARF-50MC、温度範囲:~1000°C)を組み合わせた。その際に、市販プレス機のシリンダ部分を改造して、超伝導接合の加圧に適した細長いSUS 製ロッド($\Phi60$ mm、L=500mm)を接続した。また、接続に必要な部品は CAD で設計し、加工を行った。最終的には、各部品を組み上げすることで、装置を完成させることができた(図 1(b))。次に作製した装置を用いてホットプレスによる MgB_2 超伝導接合の作製を試みた。作製条件は次の通りである。印可圧力:30kN、温度:600°C、加熱時間:20時間。

図2にホットプレス装置を用いてMgB2超伝導接合を作製した際の、印可圧力の変化(加

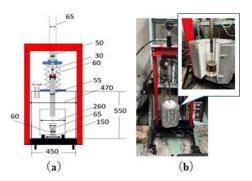


図1 自作ホットプレス装置

[(a) 設計図 (組み立て図)、(b) 光学写真]

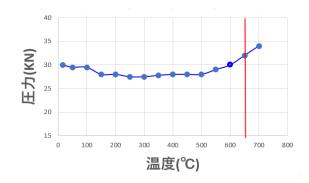


図 2 ホットプレス装置を用いて、MgB₂超伝 導接合を作製時の印可圧力変化(加熱温度依存 性)(初期印可圧力:30kN)

熱温度依存性)を示す。ここで、室温での初期印可圧力は30kNとした。図から、良質な接合作製に必要な温度である700℃までの範囲において、印可圧力は減少することなく、接合バルク部分に引加する圧力を維持できていることが分かる。なお、加熱温度550℃以上での僅かな圧力上昇は、SUS容器やプレス用ロッド等の熱膨張に起因するものであると考えられる。700℃においてプレス機の圧力計は最終的に34kNまで上昇した。また、空隙が発生し始めると予想される温度が650℃以上(Mgの融点以上)である。図から、加熱温度が650℃以上になっても引加圧力は低下していないことが分かる。そのため、本システムを用いることで、加熱時における試料の内部圧力を初期引加圧力である30kN以上に維持できることが確認された。

次に、本システムで作製した接合試料の断面を観察するため、ワーヤーソー等で試料の切断を行った。また、切断後に走査型電子顕微鏡(SEM)による観察およびエネルギー分散型 X線分光法(EDX)での組成分析を行った。ホットプレス法を用いて 700℃で作製した MgB_2 超伝導接合試料において断面 SEM 観察を行った。その結果、加熱温度 700℃でホットプレス法を用いた場合、接合内部は MgB_2 バルクで充填されており、空隙が低減されていることが分かった。また、線材とバルクの界面付近においても、亀裂や粒界などの欠陥は観察されておらず、電流経路の阻害要因は少ないと期待される。また、EDX 組成分析の結果から試料の接合界面では、 MgB_2 超伝導線材内部と同一の組成比を示しており、 MgB_2 が生成されていることが示唆された。

以上のことから、ホットプレス法を導入することで、接合に用いる仲介用バルクの高密度化を実現できたと考えられる。また、*I*cの改善についても期待されるため、電気輸送特性の評価等についても引き続き行う必要がある。

《考察》

多重加熱法を用いて接合加熱温度を650[°]C以上にすると、 I_c が数 A から最大で500A にまで改善した。これは、加熱温度が Mg 融点(650[°]C)より高くなり、接合部分における MgB₂の形成が促進されたためであると考えられる。実際、X 線回折法を用いて、接合界面付近の結晶構造を調べた結果、加熱温度が650[°]C以上の場合に、非超伝導相である MgO 相が減少した。一方で、MgB₂結晶構造由来の相が増大していることが確認された。

3. 経費の使用状況 (申請時の計画に対する実績を記述)

	計画	実績	(単位:千円)
設備備品費	520	828	
消耗品費	270	172	
・試薬	120	91	
・試薬以外	150	81	
旅費	210	0	
その他	300	300	
・間接経費	300	300	
計	1,300	1,300	

(※) 研究を進める過程で、試料作製装置の冷却および位置調整を行う必要が出てきた。 そのため、チラーおよびリフターが必要となった。従って、消耗品費および旅費の一部 をこれらの設備備品費に充てた。なお当初、予定していた消耗品費および出張旅費は別 予算を活用した。

4. 将来展望(今後の発展性、実用化の見込み等について記述)

本研究では MgB_2 超電導接合の I_c を改善する方法について検討した。その結果、重加熱法を用いて、超電導接合部分の加熱温度 $650\sim700^\circ$ Cと変化させて MgB_2 超電導接合を作製すると、 I_c が数 A から最大で 500A にまで改善することが分かった。

また、ホットプレス法を導入することで、接合に用いる仲介用バルクの高密 度化を実現できたことから、省エネルギーμ MRI のへの応用が可能となった。

今後は、開発した高 I_c - MgB_2 超電導接合の電気輸送特性の評価等についても引き続き行う。実用レベルの MgB_2 超電導接合を実現することより、省エネルギー μ MRI の普及に貢献でき、エネルギー分野において幅広い貢献が見込めると期待される。

5. 成果の発表(学会での発表、学術誌への投稿等を記載。予定を含む)

<原著論文>(査読有)

- 1) Ryo Matsumoto, Sayaka Yamamoto, Shintaro Adachi, Hiromi Tanaka, Toru Shinmei, Tetsuo Irifune and Yoshihiko Takano;
- "Exploration of pressure-induced superconductivity in CuSe-based compounds under high pressure": The European Physical Journal B (accepted)
- 2) Ryo Murakami, Yoshitomo Harada, Yutaka Sonobayashi, Hiroshi Oji, Hisao Makino, <u>Hiromi Tanaka</u>, Hideyuki Taguchi, Takanori Sakamoto, Haruka Morita, Akihiko Wakamori, Naoko Kibe, Shinsuke Nishida, Kenji Nagata, Hiroshi Shinotsuka, Hayaru Shouno, Hideki Yoshikawa;
- "Correlation analysis with measurement conditions and peak structures in XPS spectral roundrobin tests on MnO powder sample":

Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena 264, 147298-147298 (2023).

<学会発表>

- 1) Hiromi Tanaka, Kojirou Yamamoto, and Eiji Hitsuda;
- "Novel method to Fabricate μ-MRI by independent heating system": International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT2025), Abstracts,
- International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT2025), Abstracts, (2025).
- 2) 田中博美、山本 虎次郎、櫃田 英治; "MgB₂超伝導接合の作製と評価": 超伝導会合 SCF2025 (**招待講演**).
- 3) Hiromi Tanaka, Eiji Hitsuda, and Kojirou Yamamoto;
- "Fabrication of Intrinsic Josephson Junction Devices using Hydrogen-Atmosphere Treatment": 29th International Cyrogenic Engineering Conference International Cryogenic Material Conference, Abstracts, (2024).
- 4) 米田 駿一、村上 諒、永田 賢二、篠塚 寛志、<u>田中 博美</u>、田沼 繁夫、吉川 英樹; "XPS スペクトルシミュレータ SESSA を活用した試料内部の層構造の自動推定とその高速化": 2024 年度 第 62 回表面分析研究会**(招待講演)**, Abstracts, (2024).
- 5) 米田 駿一、村上 諒、永田 賢二、篠塚 寛志、吉川 英樹、田中 博美、田沼 繁夫; "電子分光シミュレータを活用した XPS 基底関数の抽出と試料構造推定": 2024 年第 71 回応用物理学会春季学術講演会,講演予稿集,(2024).
- 6) Hiromi Tanaka, Kenta Tanaka, Ryo Matsumoto and Satoru Kishida;
- "Novel Method to Fabricate Ultra-high Sensitive Magnetic Sensor by Using Water-treatment Process": MRM2023/IUMRS-ICA2023 Grand Meeting, Abstracts, (2023).