



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	MgB2 多結晶バルク体の力学特性
Author(s)	大橋, 徹也; 波多, 聡; 池田, 賢一 他
Citation	低温工学, 43(8), 342-348 https://doi.org/10.2221/jcsj.43.342
Issue Date	2008-08
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/75355
Type	journal article
File Information	teionkougaku43_342.pdf



研究論文

MgB₂多結晶バルク体の力学特性

大橋 徹也^{*1,†}, 波多 聡^{*2}, 池田 賢一^{*2}, 中島 英治^{*2}
山本 明保^{*3}, 下山 淳一^{*3}, 堀井 滋^{*3}, 岸尾 光二^{*3}

Mechanical Properties of Polycrystalline MgB₂ Bulk

Tetsuya OHASHI^{*1,†}, Satoshi HATA^{*2}, Ken-ichi IKEDA^{*2}, Hideharu NAKASHIMA^{*2}
Akiyasu YAMAMOTO^{*3}, Jun-ichi SHIMOYAMA^{*3}, Shigeru HORII^{*3}, Kohji KISHIO^{*3}

Synopsis: Mechanical properties of superconducting MgB₂ materials are important for their practical uses. This paper reports relationships between mechanical properties (Vickers hardness and fracture toughness) and the microstructure in MgB₂ bulk materials. MgB₂ bulk specimens were prepared by a Premix-PICT (powder in closed tube)-diffusion method. It was found that Vickers hardness and fracture toughness were improved up to about 1.5 times by co-doping with SiC and C₁₀H₈. It is interpreted that (i) the improvement of Vickers hardness by the co-doping is mainly due to reducing the MgB₂ grain size, and (ii) the improvement of fracture toughness by the co-doping is mainly due to decreasing the amount of amorphous phases.

Keywords: MgB₂ bulk, SiC, C₁₀H₈, mechanical properties, microstructure

1. はじめに

2001年に発見された超伝導体 MgB₂ は、金属系超伝導体の中で最も高い超伝導転移温度（～39 K）を有する¹⁾ため、液体ヘリウムを必要としない超伝導応用に有望な材料として期待されている。また、安価で軽量の二元系化合物で、六方晶構造（AlB₂構造）ではあるが弱異方性である、といった長所を有するため、線材や薄膜などへの実用化を目指した研究開発が盛んに行われている²⁻⁹⁾。

MgB₂超伝導体の磁気浮上列車や磁気共鳴断層撮影装置（MRI：Magnetic Resonance Imaging）などへの応用を想定すると、長軸化（線材化）は重要である。更に、実用機器においては線材を巻いたり曲げたりなど、適した形状に成形できることが重要となるため、成形性の向上も長軸化と同様に不可欠である。このように、MgB₂の実用化のため

には力学特性に関する知見を得ることも必要であると考えられる。しかし、これまでの MgB₂の研究は超伝導特性の向上を目的とするものがほとんどであり¹⁰⁻¹⁵⁾、力学特性に関する報告例は少ないのが現状である。

本研究では、Premix-PICT(Powder In Closed Tube) Diffusion 法¹⁶⁾を用いて高密度、高 J_c 値の大容量電流リードへの応用を想定し作製した MgB₂多結晶バルク体について、ビッカース硬度試験による硬さ測定と破壊靱性値の評価を行った。材料の脆さの指標となる破壊靱性値は、臨界応力拡大係数とも呼ばれ、破壊に到る際の亀裂先端部の応力の度合いを示す。特に、MgB₂のような脆性材料にとって破壊靱性値の評価は重要であり、この値が 10 MPam^{1/2}以上であれば脆性材料の中でも高靱性な材料と見なせる。これらの力学特性評価に加えて、本研究では微細組織の観察を行い、力学特性との関係を考察した。

2. 実験方法

2.1 バルク試料作製

Premix-PICT-Diffusion 法による無添加 MgB₂ バルク材（以下、無添加材）および SiC と C₁₀H₈（ナフタレン）を共添加した MgB₂ バルク材（以下、共添加材）の作製手順を以下に述べる。無添加材の作製では、MgB₂（粒径約 1 μm, 純度 99.0%）とアモルファス B（0.3 μm, 99.95%）を混合した粉末と、Mg（150 μm, 99.9%）粉末を、Nb 管（3.0/2.6 mmφ）内で隣り合うように充填した。各粉末の量はモル比で Mg : B : MgB₂ = 1.2 : 2 : 0.5 とした。Nb

Received June 13, 2008

^{*1} 九州大学大学院総合理工学府

〒816-8580 福岡県春日市春日公園 6-1

Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences,

Kyushu University, 6-1 Kasugakoen, Kasuga, Fukuoka

816-8580, Japan

^{*2} 九州大学大学院総合理工学研究院

〒816-8580 福岡県春日市春日公園 6-1

Department of Engineering Sciences for Electronics and Materials,

Kyushu University, 6-1 Kasugakoen, Kasuga, Fukuoka

816-8580, Japan

^{*3} 東京大学大学院工学系研究科

〒113-0033 東京都文京区本郷 7-3-1

Department of Applied Chemistry, University of Tokyo,

7-3-1 Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113-0033, Japan

† E-mail: ohashi@mm.kyushu-u.ac.jp

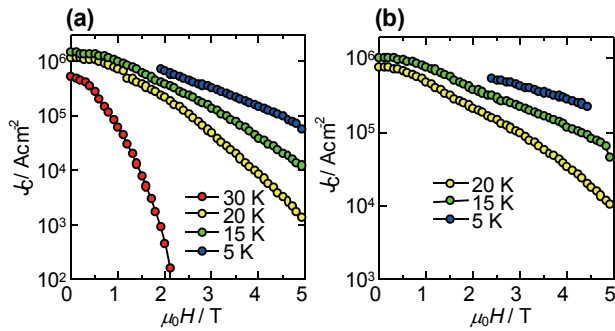


Fig. 1 J_c - H properties of (a) non-doped and (b) SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens.

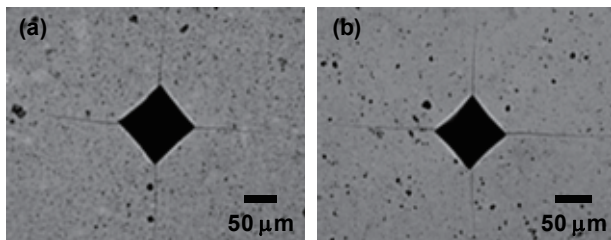


Fig. 2 Optical micrographs around Vickers indentations in (a) non-doped and (b) SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens.

管の両端を一軸プレスで封じた後、石英管に真空封入し、 800°C -180 h の熱処理を施して MgB_2 バルク体を得た。共添加材の作製では、 MgB_2 +B 混合粉末に SiC 粉末を加え、Mg 粉末、 $C_{10}H_8$ と共に Nb 管に充填、封入した。各原料の量比は $Mg : B : MgB_2 : SiC : C_{10}H_8 = 1.2 : 1.9 : 0.5 : 0.05 : 0.005$ 、熱処理条件は真空中 800°C -72 h とした。

2.2 J_c 特性測定

各 MgB_2 バルク試料について、5 K, 15 K, 20 K, 30 K での臨界電流密度 (J_c) の磁場依存性を超伝導量子干渉素子 (SQUID : Superconducting Quantum Interference Devices) 磁束計 (Quantum Design MPMS-XL5s) で測定した。

2.3 力学試験方法

バルク試料表面に、エタノールを用いた湿式研磨を施した後、ダイヤモンドペースト (ダイヤモンド粒径 : 3.0 μm , 1.0 μm , 0.3 μm) を用いてバフ研磨し、ビッカース硬度試験および IF (Indentation Fracture) 法による破壊靱性値評価を行った。試験条件は、押し込み荷重 2.94 N, 4.90 N, 9.80 N, 19.6 N, 49.0 N、押し込み時間 15 s とした。これらの条件で得たビッカース圧痕の表面積から、式(1)を用いてビッカース硬さ H_V [-] を算出した。

$$H_V = 0.1891 \frac{P}{(2a)^2} \quad (1)$$

ここで、 P は押し込み荷重[N]、 $2a$ は圧痕の対角線長さ[m]である。次に、ビッカース圧痕の対角線長さと、圧痕から導入される亀裂の長さを用いて、式(2)から破壊靱性値 K_{IC}

Table 1 Mechanical properties of non-doped and SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens.

Sample	Vickers Hardness [-]	Fracture Toughness [$\text{MPam}^{1/2}$]
Non-doped MgB_2 bulk specimens	643	4.47
SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens	925	7.76

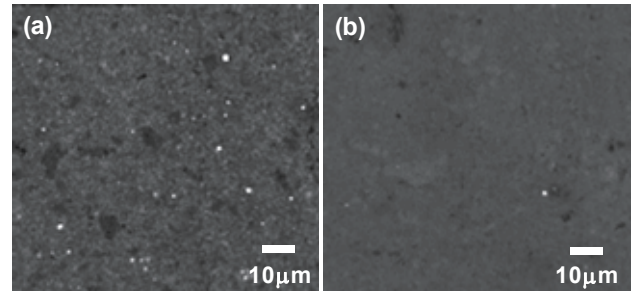


Fig. 3 SEM micrographs of (a) non-doped and (b) SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens.

[$\text{MPam}^{1/2}$] を算出した。

$$K_{IC} = 0.026 \frac{E^{1/2} P^{1/2} a}{c^{2/3}} \quad (2)$$

ここで E はヤング率[Pa]、 c は亀裂長さの 1/2 の値[m] である。前述の 5 通りの荷重で 1 回ずつ測定した H_V と K_{IC} の各平均値を実験値とした。ヤング率 E の値には、文献より 224 GPa¹⁸⁻¹⁹⁾を用いた。

2.4 微細組織観察

走査電子顕微鏡 (SEM : Scanning Electron Microscope) 観察 (日立 S-3000H, 加速電圧 25kV) のための試料には、ビッカース硬さ試験のときと同様に、エタノール湿式研磨とダイヤモンドペーストによるバフ研磨を施した。

透過電子顕微鏡 (TEM : Transmission Electron Microscope) 観察用の試料作製には、集束イオンビーム (FIB : Focused Ion Beam) マイクロサンプリング法¹⁷⁾ (日立 FB-2000K, 加速電圧 30 kV) を採用した。FIB マイクロサンプリング法では、走査イオン顕微鏡 (SIM : Scanning Ion Microscope) 像を見ながら、幅 15 μm 、縦 5 μm 、深さ 8 μm の微小試料片をサンプリングした後、直径 3 mm の Mo 製半円形メッシュに固定し、さらに試料厚みを 200 nm 以下にまで FIB 加工した。

TEM 観察 (FEI TECNAI-F20, 加速電圧 200 kV) では、明視野法、暗視野法、制限視野電子回折法を用いた微細組織観察、および走査透過電子顕微鏡法 (STEM : Scanning Transmission Electron Microscopy) とエネルギー分散型 X

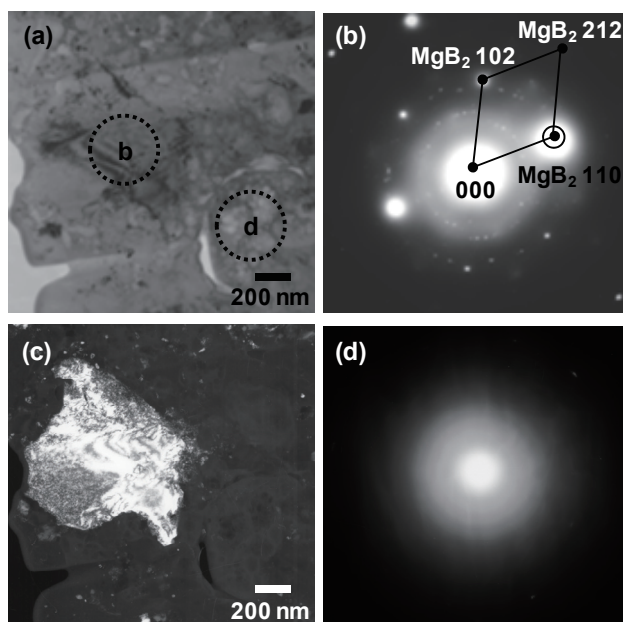


Fig. 4 Results of TEM observation for non-doped MgB_2 bulk specimens. (a) Bright-field image; (b) electron diffraction pattern in an encircled area ‘b’ denoted in (a); (c) dark-field image using 110_{MgB_2} reflection depicted with a small open circle in (b); (d) electron diffraction pattern in an encircled area ‘d’ denoted in (a).

線分光法 (EDXS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) を併用した元素マッピングを実施した。炭化水素等による試料表面の汚染の影響を防ぐために、TEM/STEM 観察の直前にプラズマクリーナー (ULVAC PLASMA CUBE C50-MK、出力 5W、処理時間 10 min) によるアルゴンプラズマ表面処理を行った。

3. 実験結果

3.1 J_c 特性評価

Fig. 1 に各温度 (5 K, 15 K, 20 K, 30 K) における無添加材 (a) と共添加材 (b) の J_c 値の磁場依存性を示す。SiC と C_{10}H_8 を共添加することで、高磁場側 (5 T) での J_c 値が 10 倍程度向上している。また、SiC と C_{10}H_8 を共添加しても、自己磁場 (0 T) での J_c 値はほとんど低下しないことから、共添加による電流パスの減少の影響は小さいことがわかる。

3.2 力学特性評価

Fig. 2 に、押し込み荷重 49.0 N、押し込み時間 15 s でビッカース硬さ試験を行った後の、無添加材 (a) と共添加材 (b) の圧痕周りの光学顕微鏡像を示す。圧痕は、試料が弾性回復したことを示す、ふちが内側に湾曲した形状を示しており、圧痕から出る亀裂はほぼ直線的に導入されている。これらの像から測定した圧痕の表面積と亀裂長さより、 H_V と K_{IC} を求めた結果を **Table 1** に示す。SiC と

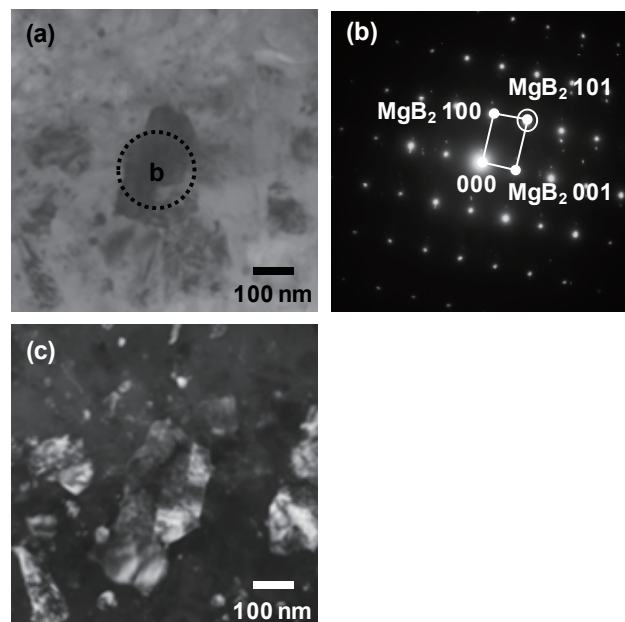


Fig. 5 Results of TEM observation for non-doped MgB_2 bulk specimens. (a) Bright-field image; (b) electron diffraction pattern in an encircled area ‘b’ denoted in (a); (c) dark-field image using 101_{MgB_2} reflection depicted with a small open circle in (b).

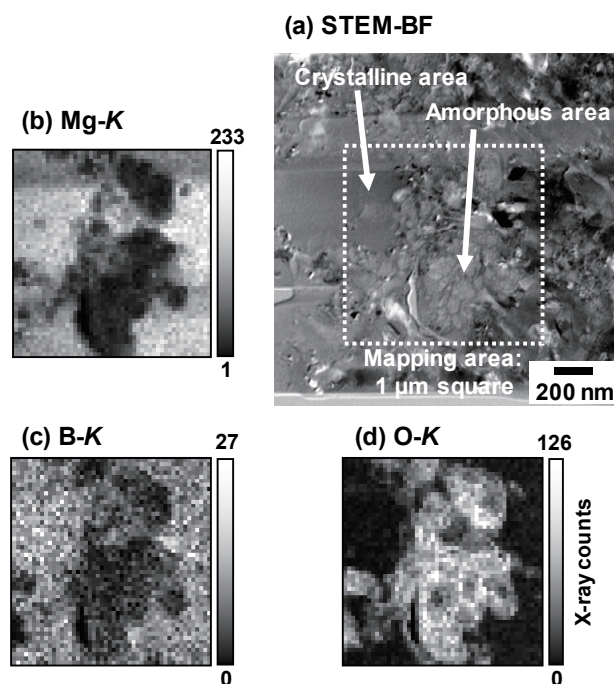


Fig. 6 STEM-EDXS elemental mapping for non-doped MgB_2 bulk specimens. (a) Bright-field STEM image, (b) Mg-K map, (c) B-K map and (d) O-K map.

C_{10}H_8 を共添加することで、 H_V , K_{IC} ともに約 1.5 倍に向上している。Fig. 2 では、無添加材 (a) と共添加材 (b) ともに 5~10 μm 程度のボイド (黒いコントラスト) が観察される。また、無添加材 (a) で観察される 1~5 μm 程度の

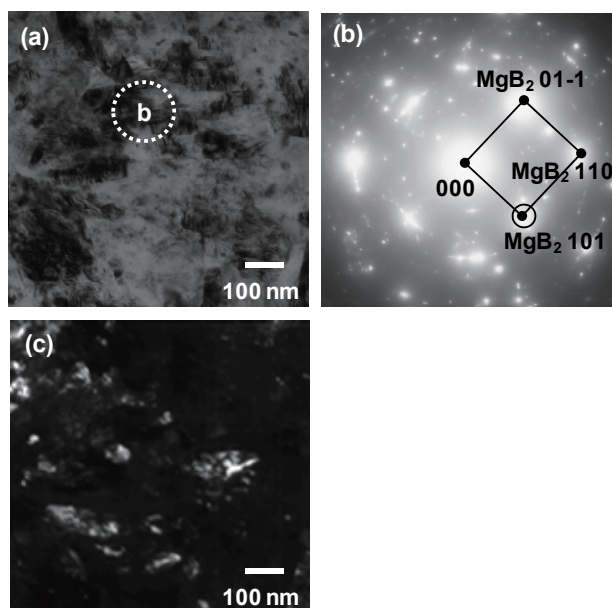


Fig. 7 Results of TEM observation for SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens. (a) Bright-field image; (b) electron diffraction pattern in an encircled area 'b' denoted in (a); (c) dark-field image using 101_{MgB_2} reflection depicted with a small open circle in (b).

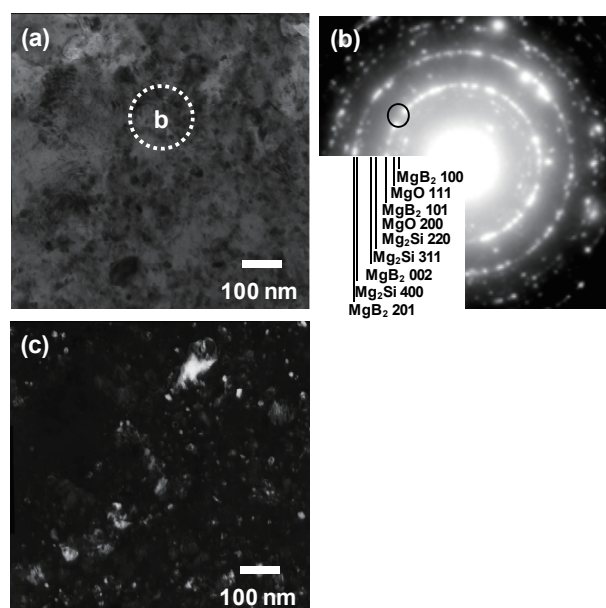


Fig. 8 Results of TEM observation for SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens. (a) Bright-field image; (b) electron diffraction pattern in an encircled area 'b' denoted in (a); (c) dark-field image using diffraction intensities depicted with a small open circle in (b).

微細な斑点状のコントラストは、共添加材 (b) では観察されない。

3.3 微細組織評価

3.3.1 SEM 観察

Fig. 3 に、無添加材 (a) と共添加材 (b) の SEM 2 次電子像を示す。Fig. 2 の光学顕微鏡像で観察されたように、無添加材 (a) では、 $1\sim 5\ \mu m$ の大きさを有する斑点状のコントラストが観察される。共添加材 (b) では、そのような斑点状コントラストはなく、均一なマクロ組織となっている。

3.3.2 無添加材の TEM 観察

Fig. 4 は、無添加材の TEM 観察結果である。Fig. 4(a) の明視野像中の点線で囲んだ箇所 b と d から得られた電子回折図形をそれぞれ Fig. 4(b)と(d)に、 $hkl = 110_{MgB_2}$ の回折波 (Fig. 4 (b)の○印で囲んだ箇所) を対物絞りで選択して結像した暗視野像を Fig. 4(c)に示している。暗視野像(c)と電子回折図形(b)から、領域 b には結晶粒径 $1\ \mu m$ 程度の粗大な MgB_2 結晶が存在していることがわかる。これは、 MgB_2 初期粉末と同程度の粒径であることから、熱処理前から存在している MgB_2 初期粉末と考えられる。一方、Fig. 4(d)の回折図形より、領域 d には非晶質領域が存在していることがわかる。このような非晶質領域は無添加材に多く観察され、Fig. 2 の光学顕微鏡像と Fig. 3 の SEM 2 次電子像で観察された斑点状コントラストの領域は、この非晶質領域である可能性が示唆される。

Fig. 5 に、無添加材の他の領域での TEM 観察結果を示す。Fig. 5(a)の明視野像中の領域 b から得た電子回折図形

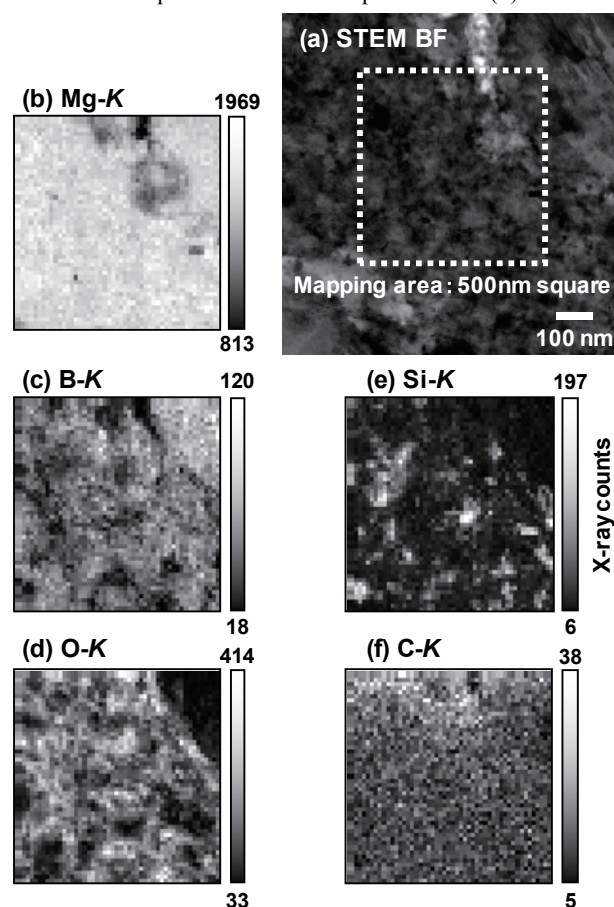


Fig. 9 STEM-EDXS elemental mapping for SiC and $C_{10}H_8$ co-doped MgB_2 bulk specimens. (a) STEM Bright-field image, (b) Mg-K map, (c) B-K map, (d) O-K map, (e) Si-K map and (f) C-K map.

Fig. 5(b)と、 $hkl = 101_{\text{MgB}_2}$ の回折波 (Fig. 5(b)の○印) で結像した暗視野像 Fig. 5(c)から、この領域の MgB_2 結晶粒径は 50~200 nm であることがわかる。Fig. 4 に示した粗大な結晶粒 (初期粉末) よりも結晶粒径が明らかに微細であり、これらは熱処理中に反応生成した MgB_2 結晶であると考えられる。

Fig. 6 は、Fig. 4 の観察領域を含む STEM 明視野像と、その中の点線で囲んだ領域の EDXS 元素マッピング結果である。非晶質領域は主として未反応 B と酸素からなることがわかる。これより、無添加材に多く存在する非晶質領域は、Mg と反応しきれずに試料内に残留した未反応アモルファス B であると判定される。

3.3.3 SiC, C_{10}H_8 共添加材の TEM 観察

共添加材では、無添加材と同様に、熱処理前から存在する結晶粒径 1 μm 程度の粗大な MgB_2 結晶が存在していた。また、無添加材に比べて Fig. 4 に示したような非晶質領域がほとんどないことも明らかとなった。

Fig. 7 に、共添加材の TEM 観察結果を示す。Fig. 7(a)の明視野像中の領域 b から得た電子回折図形 Fig. 7(b)と、 $hkl = 101_{\text{MgB}_2}$ 近傍 (Fig. 7(b)の○印) で結像した暗視野像 Fig. 7(c)から、この領域には 50~100 nm の大きさを持つ MgB_2 結晶が存在することがわかる。これらは、熱処理過程で反応生成した MgB_2 結晶であると考えられるが、その結晶粒径は無添加材と比較して半分程度である。

Fig. 8 は、共添加材における別の領域の TEM 観察結果である。 MgB_2 に加えて MgO や Mg_2Si の存在が、Fig. 8(a)の明視野像中の領域 b から得られた電子回折図形 Fig. 8(b)からわかる。更に、これらの結晶は 10~100 nm の微細なナノ結晶であることが、 $hkl = 101_{\text{MgB}_2}$, 200_{MgO} , $220_{\text{Mg}_2\text{Si}}$ の回折波 (Fig. 8 (b)の○印) で結像した暗視野像 Fig. 8(c)に示されている。

Fig. 9 は、共添加材における STEM 明視野像と点線で囲んだ領域の EDXS 元素マッピング結果である。Mg が一様に分布し、B, O, Si はそれぞれ微細に分散していることから、Fig. 8, 9 のような微細粒領域では、 MgB_2 , MgO , Mg_2Si が微細分散していることがわかる。

4. 考察

Fig. 10 に、本研究で用いた MgB_2 バルク体と他の代表的な超伝導体 ($\text{Nb}_3\text{Sn}^{20}$, YBCO^{21} , DBCO^{22} , 高压合成 MgB_2 バルク²³⁾) との H_V 値の比較を示す。本研究で用いた MgB_2 バルク材のビッカース硬さは、 Nb_3Sn (粒径約 100 nm) と同程度であり、銅酸化物系高温超伝導体の YBCO、DBCO と比較すると 3~4 倍高いことがわかる。これは、本研究で用いた MgB_2 バルク体が高密度かつ微細粒であることに起因すると考えられる。更に、高压合成法で作製された MgB_2 バルク²³⁾ が 2000 以上の H_V 値を示すことも同様の理由であると考えられる。

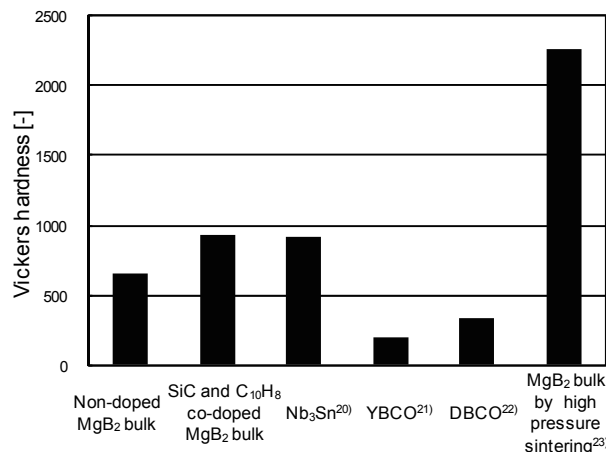


Fig. 10 Vickers hardness of various superconductors.

Fig. 2 では、無添加剤および共添加剤ともに 5~10 μm 程度の大きさのボイドが観察された。 MgB_2 のような脆性材料においては、応力集中を生じるボイドは破壊の起点となり得るため、ボイドの存在は H_V 値や K_{IC} を低下させる。すなわち、高い H_V 値と K_{IC} を得るためには、ボイドを減少させ高密度にすることが重要である。一般的に、密度が高くなると超伝導電流の電流パスが増加し J_C 値も向上する。そのため、 MgB_2 の材料設計においては、できる限り高密度にすることが不可欠であると考えられる。本研究で用いた無添加剤と共添加剤の密度は同程度 (85%以上) であり、ボイドの大きさも 5~10 μm とほぼ同じであるため、共添加による力学特性の向上の要因において、ボイドの影響は無視してよいと考えられる。

MgB_2 バルク材に SiC と C_{10}H_8 を共添加することで H_V 値は約 1.5 倍に向上した。同時に、SiC と C_{10}H_8 の共添加による MgO ナノ結晶や Mg_2Si ナノ結晶の微細分散が、反応生成した MgB_2 結晶粒の成長を抑制していた (Fig. 8, 9)。 H_V 値は、材料の硬さ、すなわち塑性変形のしにくさを示す値であるから、SiC と C_{10}H_8 の共添加効果は、以下の式(3)に示すホールペッチ則から理解される。

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (3)$$

ここで、 σ は降伏強度 [Pa]、 σ_0 は単結晶の場合の降伏強度 [Pa]、 k は定数、 d は結晶粒径 [m] である。すなわち、SiC と C_{10}H_8 の共添加による結晶粒径 d の微細化が σ 、ひいては H_V を増加させたものと定性的に理解できる。

K_{IC} においても、SiC と C_{10}H_8 を共添加することで約 1.5 倍に向上した。これは、無添加材との組織の違いから次のように考察される。 MgB_2 母相組織内にアモルファス B を主成分とする非晶質領域 (Fig. 2, 3) が存在すると、その領域には応力集中が生じ、亀裂はその部分を一気に進展する。このようなメカニズムで、非晶質領域の存在は K_{IC} を低下させている。従って、SiC と C_{10}H_8 の共添加により、

MgB₂ 結晶の反応生成が促進し、非晶質領域（未反応アモルファス B）が減少したことが K_{IC} の向上をもたらしたと考えられる。

5. まとめ

Premix-PICT diffusion 法で作製した無添加 MgB₂ バルク材および SiC, C₁₀H₈ 共添加 MgB₂ バルク材の力学特性 (H_V と K_{IC}) を評価した。その結果、SiC と C₁₀H₈ を共添加することで、 H_V , K_{IC} ともに約 1.5 倍に向上することが明らかとなった。これらの力学特性の変化を、各バルク材の微細組織から考察した結果、以下の結論を得た。

(1) H_V 値の向上は、SiC と C₁₀H₈ の共添加に伴う MgO と Mg₂Si の微細分散が反応生成 MgB₂ 結晶の粒成長を抑制し、無添加材に比べて微細化(50~100 nm)したことが主要因として挙げられる。

(2) K_{IC} の向上は、共添加した SiC と C₁₀H₈ が MgB₂ の生成反応を促進させたことで非晶質領域が減少し、組織が均一化したことが主要因として考えられる。

今後、MgB₂ の実用化を目指すためには、更なる K_{IC} の向上 (10 MPam^{1/2} 以上) が求められる。脆性材料の破壊靱性を向上させる方法の一つとして、一端入った亀裂を迂回させながら進展させる方法がある。結晶粒径が小さすぎると、一端入った亀裂はほぼ直線的に破壊エネルギーの小さい粒界を進展していく（粒界破壊）ため、 K_{IC} は低下する。逆に、結晶粒径が大きすぎる場合も亀裂が粒内（主に劈開面）を直線的に進展していき、 K_{IC} が低下してしまう。本研究で用いた MgB₂ バルクは 10~200 nm と結晶粒径が小さいため、前者であることが予想される (Fig. 2)。すなわち、更なる K_{IC} の向上のためには、高密度を保ったまま、亀裂が最も大きく迂回して進展していくような大きさまで結晶粒径を粗大化させることが有効であると考えられる。結晶粒径を粗大化させると、結晶粒界の数が減少し、磁束のピン止め点が減少するため、高磁界側での J_C 値は低下してしまう¹⁵⁾。そこで、成形性が必要な場合には K_{IC} が最大となるように結晶粒を粗大化させ、高磁界側での J_C 値を向上させたい場合にはできる限り結晶粒を微細化させるなど、用途に適した結晶粒径に制御することが重要である。

本研究で実施した微細組織観察において吉留健氏と杠直哉氏（九州大学大学院）に御協力いただきました。ここに感謝の意を表します。本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金(18681019) の支援を受けました。

参 考 文 献

1) J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani and J. Akimitsu: "Superconductivity at 39K in magnesium diboride," *Nature* **410** (2001) 63.

2) T. Doi, H. Kitaguchi, S. Hata, K. Fukuyama, K. Masuda, K. Takahashi, T. Yoshidome, Y. Hakuraku and N. Kuwano: "Monotonic decrease of T_C s with thinning of the superconducting MgB₂ layer in MgB₂/Ni and MgB₂/B alternately-layered thin films," *Supercond. Sci. Technol.* **20** (2007) 1223-1227.

3) T. Yoshidome, H. Sosiati, S. Hata, N. Kuwano, M. Matsumoto, H. Kitaguchi and H. Kumakura: "TEM analysis of microstructures in nano-sized SiC-doped MgB₂ tapes," *TEION KOGAKU* **41** (2006) 510-518 (in Japanese).

4) N. Yuzuriha, H. Sosiati, S. Hata, N. Kuwano, H. Yamada, N. Uchiyama, A. Matsumoto, H. Kitaguchi and H. Kumakura: "Transmission electron microscopy analysis of C₄H₄S-doped MgB₂ tapes," *J. Phys.: Conf. Ser.* **97** (2008) 012277.

5) H. Sosiati, S. Hata, N. Kuwano, Y. Tomokiyo, H. Kitaguchi, T. Doi, H. Yamamoto, A. Matsumoto, K. Saitoh and H. Kumakura: "Relationship between microstructure and J_C property in MgB₂/α-Al₂O₃ film fabricated by in situ electron beam evaporation," *Supercond. Sci. Technol.* **18** (2005) 1275-1279.

6) H. Sosiati, S. Hata, N. Kuwano, Y. Tomokiyo, A. Matsumoto, M. Fukutomi, H. Kitaguchi, K. Komori and H. Kumakura: "Electron microscopy of MgB₂ thin film on YSZ-buffered Hastelloy," *Physica C* **412-414** (2004) 1376-1382.

7) S. Hata, H. Sosiati, Y. Tomokiyo, N. Kuwano, A. Matsumoto, M. Fukutomi, H. Kitaguchi, K. Komori and H. Kumakura: "Microstructure of MgB₂ films deposited on YSZ/Hastelloy substrate," *J. Jpn. Inst. Metals* **68** (2004) 648.

8) S. Hata, H. Sosiati, N. Kuwano, Y. Tomokiyo, A. Matsumoto, M. Fukutomi, H. Kitaguchi, K. Komori and H. Kumakura: "Effects of heat treatment on microstructure formation in MgB₂/YSZ/Hastelloy film," *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **15** (2005) 3238-3241.

9) S. Hata, T. Yoshidome, H. Sosiati, Y. Tomokiyo, N. Kuwano, A. Matsumoto, H. Kitaguchi and H. Kumakura: "Microstructures of MgB₂/Fe tapes fabricated by an in situ powder-in-tube method using MgH₂ as a precursor powder," *Supercond. Sci. Technol.* **19** (2006) 161-168.

10) J. H. Kim, S. X. Dou, J. L. Wang, D. Q. Shi, X. Xu, M. S. A. Hossain, W. K. Yeoh, S. Choi and T. Kiyoshi: "The effect of sintering temperature on superconductivity in MgB₂/Fe wires," *Supercond. Sci. Technol.* **20** (2007) 448-451.

11) P. Kovac, I. Husek, V. Skakalova, J. Meyer, E. Dobrocka, M. Hirscher and S. Roth: "Transport current improvements of in situ MgB₂ tapes by the addition of carbon nanotubes, silicon carbide or graphite," *Supercond. Sci. Technol.* **20** (2007) 105-111.

12) P. Lezza, C. Senatore and R. Flukiger: "Improved critical current densities in B₄C doped MgB₂ based wire," *Supercond. Sci. Technol.* **19** (2006) 1030-1033.

13) W. Pachla, A. Morawski, P. Kovac, I. Husek, A. Mazur, T. Lada, R. Didusko, T. Melisek, V. Strbik and M. Kulczyk: "Properties of hydrostatically extruded in situ MgB₂ wires doped with SiC," *Supercond. Sci. Technol.* **19** (2006) 1-8.

14) E. Martínez, P. Mikheenko, M. Martínez-López, A. Millán, A. Bevan and J. S. Abell: "Flux pinning force in bulk MgB₂ with variable grain size," *Phys. Rev. B* **75** (2007) 134515.

15) P. Mikheenko, E. Martinez, A. Bevan, J. S. Abell and J. L. MacManus-Driscoll: "Grain boundaries and pinning in MgB₂ bulk," *Supercond. Sci. Technol.* **20** (2007) 264-270.

- 16) I. Iwayama, S. Ueda, A. Yamamoto, Y. Katsura, J. Shimoyama, S. Horii and K. Kishio: " J_c enhancement of high density MgB_2 bulk made by Premix-PICD-diffusion method," *Physica C* **460-462** (2007) 581-582.
- 17) T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi and T. Kamino: "Improvements in performance of focused ion beam cross-sectioning: aspects of ion-sample interaction," *J. Electron Microsc.* **53** (2004) 443.
- 18) E. Regalado and R. Escamilla: "Elastic properties of superconducting NbB_{2+x} obtained from first-principles calculation," *J. Phys.: Cond. Matter* **19** (2007) 376209.
- 19) V. Milman and M. C. Warren: "Elastic properties of TiB_2 and MgB_2 ," *J. Phys.: Cond. Matter* **13** (2001) 5585-5595.
- 20) Y. S. Cho and C. C. Koch: "Structural evolution in Nb_3Sn during mechanical attrition," *Mater. Sci. Eng.* **A141** (1991) 139-148.
- 21) O. Uzun, U. Kolemen, S. Celebi and N. Guclu: "Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic micro-indentation technique," *J. Eur. Ceram. Soc.* **25** (2005) pp.969-977.
- 22) H. Fujimoto, H. Shimada and S. Yoshizawa: "Mechanical properties of $DyBaCuO$ superconducting bulks," *Physica C* **463-465** (2007) 374-378.
- 23) Y. Takano, H. Takeya, H. Fujii, H. Kumakura, T. Hatano, K. Togano, H. Kito and H. Ihara: "Superconducting properties of MgB_2 bulk materials prepared by high-pressure sintering," *Appl. Phys. Lett.* **78** (2001) 2914-2916.

大橋 徹也



平成 19 年九州大学工学部エネルギー科学科卒業。同年より同大学大学院総合理工学府修士課程在学中。現在、電子顕微鏡による MgB_2 超伝導材料の微細組織の研究に従事。低温工学協会会員。

波多 聡



平成 6 年九州大学大学院総合理工学研究科修士課程修了。同年より同大学助手を経て、現在、同大学准教授。電子顕微鏡および金属、無機材料の微細組織に関する教育研究に従事。低温工学協会、日本金属学会、日本鉄鋼協会、日本顕微鏡学会、日本バイオマテリアル学会会員。博士（工学）。

池田 賢一



平成 13 年九州大学大学院総合理工学府博士後期課程修了。同年より同大学助手、平成 19 年 4 月より同大学助教。金属、無機材料の結晶粒界構造、再結晶、および集合組織に関する教育研究に従事。日本金属学会、軽金属学会、日本鉄鋼協会、日本セラミックス協会会員。博士（工学）。

中島 英治



昭和 59 年九州大学大学院総合理工学研究科修士課程修了。昭和 60 年より同大学助手、助教授を経て、現在、同大学教授。結晶性材料の高温変形機構と内部組織に関する教育研究に従事。日本金属学会、日本鉄鋼協会、日本機械学会、軽金属学会、日本セラミックス協会、日本顕微鏡学会、応用物理学会会員。工学博士。

山本 明保

昭和 55 年生。平成 15 年東京大学工学部応用化学科卒業。平成 20 年同大学院工学系研究科応用化学専攻博士課程修了。同年 4 月より米国国立強磁場研究所ポスドク研究員、日本学術振興会海外特別研究員。 MgB_2 、高温超伝導体の材料科学に関する研究に従事。低温工学協会、応用物理学会会員。博士（工学）。

下山 淳一

昭和 37 年生。昭和 61 年東京大学工学部工業化学科卒業。昭和 63 年同大学院化学エネルギー工学専攻修士課程修了。昭和 63 年旭硝子(株)中央研究所勤務。平成 3 年科学技術庁金属材料技術研究所に派遣。高温超伝導材料開発に従事。平成 5 年より東京大学工学部助手。講師を経て平成 11 年より助教授(19 年より准教授)。機能性層状酸化物、特に高温超伝導材料の候補物質設計、開発に従事。低温工学協会、応用物理学会、日本化学会、日本物理学会等会員。博士（工学）。

堀井 滋

昭和 46 年 9 月生。平成 6 年名古屋大学工学部応用物理学科卒業。平成 11 年同大学院工学研究科博士課程修了し、日本学術振興会特別研究員(東大物性研)。平成 12 年より東京大学工学系研究科助手、平成 19 年度 4 月より助教。現在に至る。この間、平成 16 年 4 月-6 月英国ブリストル大学客員研究員。主として超伝導材料及び新磁気科学の研究開発に従事。博士（工学）。

岸尾 光二

昭和 26 年生。昭和 49 年東京大学工学部工業化学科卒業。昭和 56 年ノースウェスタン大学材料科学工学博士課程修了。Ph. D. 同年東京大学工学部助手。講師、助教授を経て平成 8 年より教授。平成 15 年東京大学低温センター長。固体化学、超伝導体の現象論と材料科学に関する研究、教育に従事。低温工学協会、応用物理学会、電気化学会、日本化学会、日本セラミックス協会、日本物理学会、米国材料学会、米国物理学会等会員。