

文章编号: 1004 - 0609(2006)10 - 1698 - 07

非原位 MgB_2/Fe 单芯超导带相成分及其不均匀性^①

索红莉, 王 颖, 马红霞, 刘 敏, 赵 跃,

马 麟, 李亚明, 张子立, 周美玲

(北京工业大学 材料科学与工程学院 国家教育部功能材料重点实验室, 北京 100022)

摘 要: 采用非原位粉末套管法制备 MgB_2/Fe 单芯超导带, 并通过 X 射线衍射拟合分析、差热分析对退火前后的 MgB_2/Fe 带超导芯进行了相成分及不均匀性研究。结果表明: 所有的超导芯中均含有一定量的 MgO , 在高温退火样品中靠近铁套管处 MgO 含量最多; 在 MgB_2 超导芯内部检测到少量的 MgB_4 , 这是由 MgB_2 分解所得; 在 MgB_2/Fe 之间的界面处存在反应层 Fe_2B , 该相是由 Fe_{23}B_6 分解所得到的。 MgB_2 超导芯与铁套管之间的反应以及超导芯中氧的存在限制了这种非原位法制备的 MgB_2/Fe 带中超导相的含量、纯度和均匀性。

关键词: 非原位 MgB_2/Fe 超导带; X 射线衍射拟合分析; 差热分析; 相成分分析

中图分类号: TM 26

文献标识码: A

Phases and inhomogeneity in ex-situ PIT MgB_2/Fe monofilamentary tapes

SUO Hong-li, WANG Ying, MA Hong-xia, LIU Min, ZHAO Yue,

MA Lin, LI Ya-ming, ZHANG Zhi-li, ZHOU Mei-ling

(The Key Laboratory of Advanced Functional Materials, Ministry of Education

Department of Materials Science and Engineering,

Beijing University of Technology, Beijing 100022, China)

Abstract: The monofilamentary MgB_2/Fe superconducting tapes were fabricated by an ex-situ PIT method. The quantitative phase analysis was carried out using X-ray diffraction and differential thermal analysis on short samples heat-treated at 700, 850 and 920 °C in vacuum, respectively. The reaction mechanism of MgB_2 core during the process of the heat treatment was discussed. The impurity phase of MgO was found in all MgB_2 cores and the largest amount was detected near the Fe sheath of the sample annealed at the highest temperature. MgB_4 appears in the inner part of MgB_2 core, which is possibly formed by the decomposition of MgB_2 . A reaction layer (Fe_2B) is observed between MgB_2 core and Fe sheath, which is decomposed by Fe_{23}B_6 . The result indicates that the presence of the oxygen inside sheath material is the main obstacle to the further improvement of the phase purity and homogeneity of the ex-situ PIT MgB_2/Fe tapes.

Key words: ex-situ MgB_2/Fe superconducting tape; X-ray diffraction refinement; differential thermal analysis; phase composition analysis

MgB_2 是 2001 年由日本科学家发现的一种简单的二元化合物超导材料^[1], 相对于高温氧化物超导体, 它具有结构简单、相干长度较大、不存在弱

连接现象、制备方法简单以及成本低廉等优点, 同时 MgB_2 的临界超导转变温度为 39 K, 是迄今为止所发现的临界超导转变温度最高的非铜氧化物超导

① 基金项目: 国家教委全国百篇优秀博士论文专项资金资助项目(200331)

收稿日期: 2006 - 02 - 13; 修订日期: 2006 - 08 - 01

通讯作者: 索红莉, 教授; 电话: 010 - 67392947; E-mail: Honglisuo@bjut.edu.cn

材料。与传统的 Nb_3Sn 等低温超导体需在液氮温度下工作相比, MgB_2 可制备在 20~30 K 温度范围内工作的超导器件, 而此温区可用制冷机达到, 所以它极具经济优势, 在核磁共振成像、超导变压器、限流器以及超导储能等方面具有代替传统低温超导体的应用潜力。

自 MgB_2 的超导电性发现以来, 人们对 MgB_2 的制备技术以及物理特性和传输特性等方面展开了全面的研究。在 MgB_2 线带材的制备方法中粉末套管(简称 PIT)法最为常用, 根据原始粉末的不同, 目前 PIT 方法可分为原位和非原位两种。非原位技术是直接将 MgB_2 粉末装入套管后制备成线带材^[275], 然后通过再结晶退火释放形变应力; 而原位技术是采用镁粉和硼粉作为原始粉末, 装管后在烧结过程中合成 MgB_2 超导体^[69]。目前 MgB_2 线带材的研究集中在提高 MgB_2 的上临界磁场和不可逆场上, 具体研究包括细化原始粉末粒度^[10, 11]、采用 MgH_2 粉末替代镁粉^[12]以减小氧化程度、优化热处理工艺^[13-15]、通过添加纳米颗粒^[9, 12, 16-18]增加钉扎效果、试验各种套管材料 Fe ^[36]、 Cu ^[7, 8]、 Ni ^[2]等或采用复合套管以增加超导线带材的热稳定性等方面。但目前还没有关于退火过程中 MgB_2 超导芯内部、表层及套管内壁的反应相成分及其均匀性方面的研究报道。

为进一步改进超导体的传输特性^[10], 制备高临界电流密度的超导线带材, 需要对所制备样品的微观结构和成分进行研究。本文作者对非原位 MgB_2/Fe 带样品的相成分组成进行了较系统的研究, 采用粉末 X 射线衍射拟合计算、差热分析和扫描电镜等方法对不同温度下退火的非原位 MgB_2/Fe 带中超导芯的各部位进行了相成分分析和微观形貌观察, 以便为进一步制备高性能 MgB_2 超导带提供指导。

1 实验

1.1 样品制备

采用 PIT 方法制备 MgB_2/Fe 带材^[19]。选用 Alfa 公司生产的 MgB_2 粉(纯度 98%), 将粉末装入铁管(纯度 99.5%, 外径 8 mm, 壁厚 1.5 mm)后, 经过旋锻、拉伸、轧制等工艺的形变过程, 得到长 2~3 m 的带材。带材样品的横截面尺寸为 4 mm × 0.4 mm(MgB_2 超导芯厚度约 200 μm)。从长带中截取 40 mm 长的短样品, 在真空度为 10^{-3} Pa 的气氛中进行不同温度(700, 850, 920 $^{\circ}\text{C}$)的退火处理,

此过程可以使非原位方法制备的 MgB_2 芯密实化, 改善晶粒间连接性, 同时去除应力, 使超导转变宽度变小。

在流动氩气气氛条件下对原始粉末进行了差热和热重分析, 升温速率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$; 利用扫描电镜观察超导带材横截面的微观形貌及反应层厚度。将退火后的样品剥离铁包套后进行 X 射线衍射和拟合计算, 分析相组成和各相含量。

1.2 X 射线拟合分析方法

为研究超导芯及铁套管在再结晶退火中的热力学、化学反应过程, 在真空条件下分别将带材在 700, 850, 920 $^{\circ}\text{C}$ 进行退火处理, 随后剥离带材的 Fe 套管, 对 MgB_2 超导芯表面及 Fe 套管内壁进行 X 射线衍射分析, XRD 参数如下: 对超导芯与铁包套分别采用 $\text{Cu K}\alpha$ 靶(2θ : 30 $^{\circ}$ ~100 $^{\circ}$)与 $\text{Co K}\alpha$ 靶(2θ : 35 $^{\circ}$ ~100 $^{\circ}$)衍射, 步长为 0.025 $^{\circ}$ 。最后采用基于 Rietveld 方法的 Fullprof 程序拟合分析 X 射线衍射谱数据^[20, 21]。图 1 所示为 2 个典型样品的 X 射线衍射拟合曲线。

由衍射拟合结果可知选择合适的参数后, 所有衍射峰的测量值与拟合计算值相吻合, 相应的拟合结果列于表 1 和表 2。由图 1(a)可知在超导芯中存在 MgB_2 , MgO 和 MgB_4 3 个相, 而从图 1(b)可知在铁套管内壁中包括 Fe 和 Fe_2B 两个相。

2 结果与讨论

2.1 MgB_2 原始粉末的差热分析

对用于制备超导带材的 MgB_2 粉末进行差热分析(氩气气氛, 升温率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$)。图 2 所示为热重/热流-温度曲线。可见, 粉末中未出现相转变, 但粉末质量持续增加, 表明在加热过程中生成了 MgO 。而从 DTA 实验加热前后 MgB_2 原始粉末的 X 射线衍射谱中发现在商业 MgB_2 粉末中已含有少量的氧化镁, 在加热中 MgO 含量进一步增加, 这可能是由于氩气气氛中仍含有一定的氧, 在加热中与原始粉中的镁反应生成氧化镁。表 3 列出了 2 种条件下粉末中 MgB_2 和 MgO 的含量, 其中氧化镁含量在加热前为 3.8% (质量分数), 加热至 930 $^{\circ}\text{C}$ 后氧化镁含量增至 9.9% (这与热重分析一致)。实验中氧化物含量增加, 但未出现富硼的硼化物(MgB_4), 该结果与常压下 MgB_2 相图一致^[22]。

2.2 MgB_2 芯表面与 Fe 套管结合处的相分析

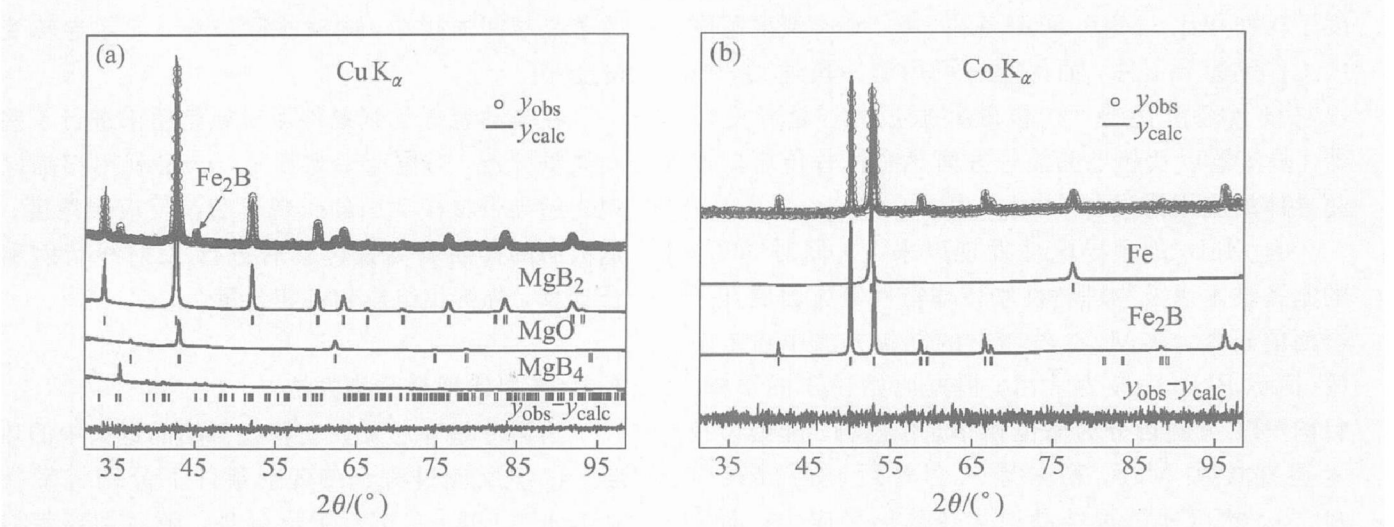


图 1 不同样品的 X 射线衍射谱的拟合曲线

Fig. 1 Refined XRD patterns of different samples using Fullprof program
(a) —MgB₂ filament; (b) —Fe sheath

表 1 MgB₂ 超导芯的 X 射线衍射谱的拟合参数及拟合结果

Table 1 Refinement parameters and results for patterns of MgB ₂ filament									
Wavelength/ nm	Reliability factor		Goodness of fit, <i>S</i>	Offset of 2θ zero point, 2θ/(°)	Phase	Space group	FWHM parameter		
	<i>R</i> _p	<i>R</i> _{wp}					<i>U</i>	<i>V</i>	<i>W</i>
0.154 06	2.56	3.45	1.8	0.195(2)	MgB ₂	P6/ mmm	0.221 09	0.057 46	0.005 72
0.154 44					MgO	Pnma	0.221 09	0.057 46	0.005 72
					MgB ₄	I4/ mcm	0.221 09	0.057 46	0.005 72
Cell parameter/ nm				Cell volume/ nm ³	Content, <i>w</i> / %	Reliability factor			
<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>R</i> _F			<i>R</i> _B			
0.308 28(0.2)	–	0.352 38(0.2)	0.029 002(0.003)	88.77(0.50)	6.12	5.25			
0.422 25(0.3)	–	–	0.075 29(0.001)	6.19(0.12)	6.83	9.67			
0.543 6(0.4)	0.439 3(0.3)	0.749 3(0.4)	0.178 90(0.002)	5.02(0.20)	33.5	26.1			

表 2 Fe 包套内壁 X 射线衍射谱的拟合参数及结果

Table 2 Refinement parameters and results for patterns of Fe sheath

Wavelength/ nm	Reliability factor		Goodness of fit, <i>S</i>	Offset of 2θ zero point, 2θ/ (°)	Phase	Space group	FWHM parameter		
	<i>R</i> _p	<i>R</i> _{wp}					<i>U</i>	<i>V</i>	<i>W</i>
0.178 897 0.179 285	2.97	3.95	1.4	0.207(6)	Fe Fe ₂ B	Im $\bar{3}$ m I4/ mcm	0.060 51 0.060 51	0.087 51 0.087 51	− 0.019 04 − 0.019 04
Cell parameter/ nm				Cell volume/ nm ³	Content, <i>w</i> / %	Reliability factor			
<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>R</i> _F			<i>R</i> _B			
0.286 86(0.3)	—	—		0.023 606(0.004)		43.22(0.64)	5.74	5.84	
0.511 39(0.5)	—	0.424 73(0.5)		0.111 08(0.002)		56.78(0.73)	8.87	8.89	

分别对未退火样品和在真空中退火后样品的 MgB₂ 超导芯表面进行 X 射线衍射分析(见图 3), 将各衍射谱进行拟合分析。结果表明在所有的样品中主相均为六方 A₁B₂ 型的 MgB₂, 均含有立方

NaCl 型结构的 MgO。另外, 在 920 ℃退火的带材中还有: 斜方晶系的 MgB₄ 和四方 Al₂Cu 型结构的 Fe₂B。表 4 列出由衍射拟合结果所得到的各温度(700, 850, 920 ℃)退火样品中组成相的质量分数。

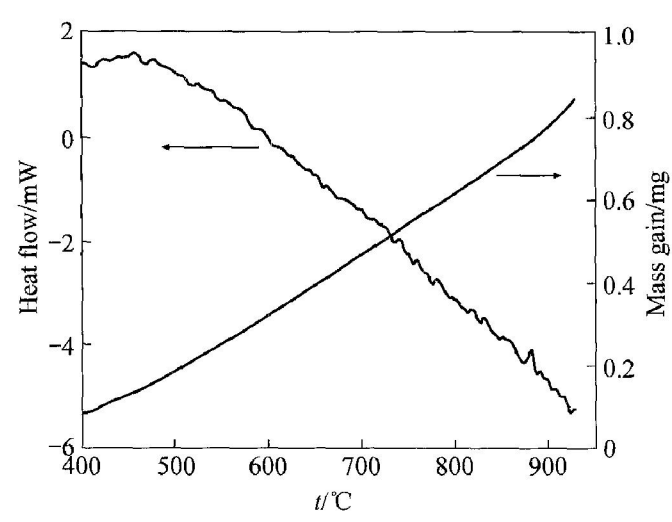


图 2 MgB₂ 原始粉末热重/热流—温度曲线

Fig. 2 Mass gain/heat flow—temperature curves of starting powder MgB₂

表 3 MgB₂ 原始粉加热前后
粉末中各相的含量

Table 3 Phase contents as calculated by XRD patterns of starting powder and of powder sample extracted after DTA measurement(mass fraction, %)		
Sample	MgB ₂	MgO
Commercial MgB ₂ powder	96. 20(0. 56)	3. 80(0. 31)
Powder after DTA at 930 °C	90. 11(0. 72)	9. 89(0. 20)

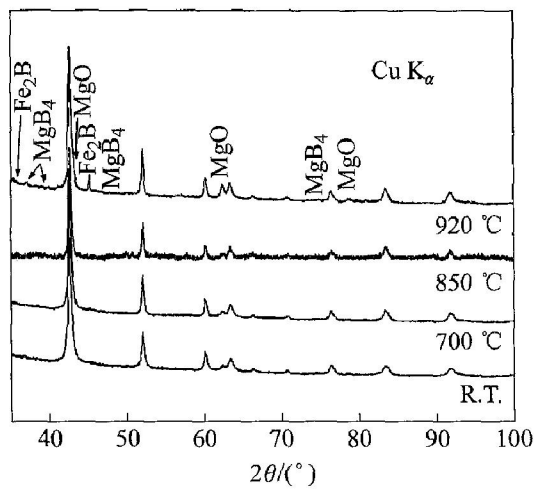


图 3 不同温度退火样品的
MgB₂ 超导芯表面的 X 射线衍射谱

Fig. 3 XRD patterns taken from MgB₂ core surfaces of samples annealed at different temperatures (extracted from tapes after mechanical removal of Fe sheath)

由表 4 可知在未退火的样品 MgB₂ 超导芯表面氧化镁含量为 5.37%，包括原始粉末中已有的 MgO 和由于制备带材过程中引起氧化程度增大(形变过程中引入的氧或粉末表面吸附的氧)所生成的氧化镁。而热处理后 MgB₂ 超导芯表面氧化物含量进一步增加，并且退火温度越高氧化程度越明显。在高真空条件下热处理时氧化镁的含量仍比较多，这是因为超导芯的颗粒特性(吸附颗粒间的氧)使得颗粒间存留的氧在形变和退火阶段与 Mg 反应形成氧化镁。另外，带材的几何结构也促使吸附在颗粒间的氧在退火中使镁氧化。在 920 °C 退火时 MgB₂ 超导芯表面 MgB₄ 含量为 3.5%，920 °C 以下退火时 MgB₄ 的含量可忽略。从 X 射线衍射谱中亦可观察到界面处的反应生成相，即金属间化合物 Fe₂B。

2.3 MgB₂ 超导芯中心部位的相分析

从上述讨论可知，只有在 920 °C 退火的 MgB₂ 超导芯表面层出现了 MgB₄ 相(见表 4)，但在低温退火样品超导芯的内部是否存在该相呢？因此需对样品超导芯内部进行 X 射线衍射分析检测才可全面了解超导芯各部位的相组成。由于 X 射线衍射仅穿透样品表层约 10 μm，不足以到达超导芯内部(MgB₂ 芯约厚 200 μm)，为此采用机械抛光的方式除去 MgB₂ 芯的表层后，对 MgB₂ 芯的中心部位进行 X 射线衍射分析。图 4 所示为不同温度退火后

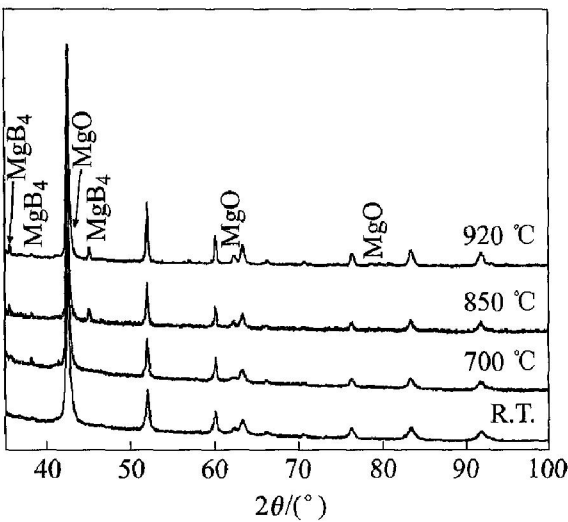


图 4 不同温度退火样品的
MgB₂ 芯内层中心部位的 X 射线衍射谱

Fig. 4 XRD patterns taken from centre of MgB₂ core of samples annealed at different temperatures (extracted after removal of Fe sheath and mechanical polishing of tapes)

表 4 未退火样品与各温度退火样品中 MgB_2 超导芯表面及中心部位各相含量的 X 射线衍射谱拟合计算结果

Annealing temperature/ $^{\circ}\text{C}$	At surface of filament			At center of filament		
	MgB_2	MgO	MgB_4	MgB_2	MgO	MgB_4
Room temperature	94.27(0.73)	5.37(0.26)		94.96(2.38)	5.04(0.20)	
700	91.40(0.63)	8.60(0.30)		91.38(0.90)	6.41(0.29)	2.21(0.07)
850	90.11(2.12)	9.88(0.38)		89.07(0.85)	6.68(0.24)	4.24(0.56)
920	84.22(0.74)	12.25(0.19)	3.53(0.61)	88.77(0.50)	6.19(0.12)	5.02(0.20)

The calculation of phase content is subject to statistical error which is shown in parenthesis for each phase.

MgB_2 芯内部的 X 射线衍射谱。通过 X 射线衍射拟合分析得出在各退火温度下 MgB_2 芯内部各种相的相含量。由表 4 可知在高于 700 $^{\circ}\text{C}$ 退火时, 样品超导芯的中心部位就已经出现了少量的 MgB_4 , 700 $^{\circ}\text{C}$ 退火样品中含有 2.2% MgB_4 , 而 920 $^{\circ}\text{C}$ 退火样品中 MgB_2 芯内部的 MgB_4 含量达到 5%。这说明 MgB_4 的形核可能与热处理时的压力有关, 在低压下, MgB_4 的生成温度会更低, 文献[22]中曾报道在低温低压下压下就可形成 MgB_4 。根据相图^[22]可知, 在 10^{-5} mbar 下退火会生成 MgB_7 , 然而由于样品铁包套的特殊几何结构和高的镁蒸气压, 使得铁套内的超导芯承受着较高的局部压强, 故没有出现 MgB_7 。另外, 比较表 4、图 3 和 4 后发现退火后 MgB_2 芯内部的氧化镁含量从 5% 增至约 6.4% (700 $^{\circ}\text{C}$ 退火), 而在超导芯表面氧化镁含量从 5.37% 增至约 8.6% (700 $^{\circ}\text{C}$ 退火), 即在超导芯的中心部位氧化镁含量随退火温度的变化量不如表面大, 这可能是由于退火过程中 Mg 迁移到超导芯表面而形成大量 MgO 所致。

2.4 Fe 套管内壁相分析

热处理后采用机械方式将套管剥离, 在铁套管与超导芯的界面处检测到 Fe_2B , 这说明 MgB_2 与 Fe 之间存在一定的反应, 且从 XRD 结果可知在套管剥离后, 反应层的大部分残留在铁套管内壁上, 超导芯的表面 Fe_2B 含量较少。从图 5 所示各温度退火样品反应层的 SEM 像可以看到, 退火温度越高, 反应层厚度越大, 在 920 $^{\circ}\text{C}$ 退火时已超过 10 μm 。图 6 所示为退火后带材样品截面各组成相的分布。

结合表 4 和 3.2, 3.3 节的分析, 在比较超导芯表层和内部的各相含量后, 提出如下的反应过程:

在 MgB_2 芯的中心部位 MgB_2 分解成 MgB_4 和 Mg, 随后 Mg 与颗粒间存在的氧反应生成 MgO ,

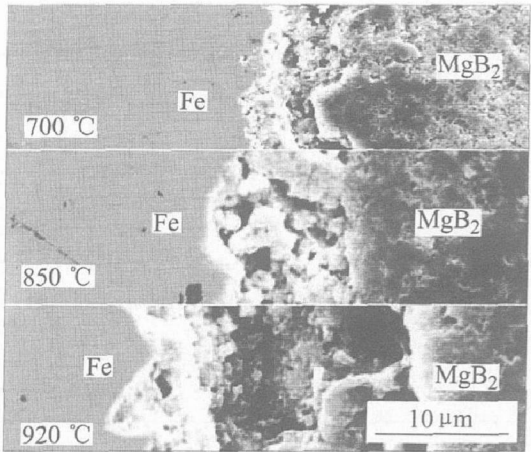


图 5 各退火温度下样品反应层的 SEM 像

Fig. 5 SEM images of reaction layer after annealing at different temperatures

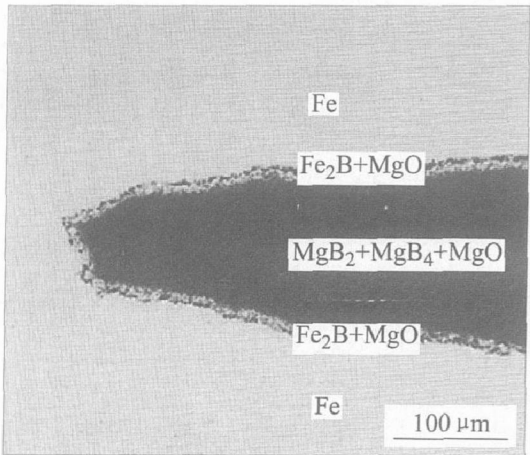


图 6 920 $^{\circ}\text{C}$ 退火的 MgB_2/Fe 带材横截面相分布

Fig. 6 Phase distributions in cross section of tape annealed at 920 $^{\circ}\text{C}$

反应式为: $4\text{MgB}_2 + \text{O}_2 \longrightarrow 2\text{MgB}_4 + 2\text{MgO}$ 。在 MgB_2 超导芯与 Fe 包套的界面处 MgB_2 与 Fe 反

应, 即: $2\text{MgB}_2 + 8\text{Fe} + \text{O}_2 \longrightarrow 4\text{Fe}_2\text{B} + 2\text{MgO}$, 且随退火温度的提高氧化物含量增加。认为样品中的氧化镁主要是经以上两种化学反应过程生成的。

对于氧聚集在 MgB_2 粉末与 Fe 套管之间的原因, 目前尚无确切的解释, 但正如上述分析, 可能是在装粉过程中氧挤在了 Fe 和 MgB_2 之间, 但这一推测又与旋锻、拉伸过程中氧原子会在套管内趋于均一分布相矛盾, 这方面的研究有待进一步深入。

将 MgB_2 带的铁包套剥离后, 大部分的反应层残留在铁包套内壁上, 图 7 所示为 920°C 和 700°C 退火带材铁套内壁的 X 射线衍射谱。由图可知反应层主要由 Fe_2B 相组成, 另外在 MgB_2 芯的外部也附着一部分 Fe_2B 反应层, 并且反应层厚度随退火温度的增加而增大, 在 920°C 退火时已超过 $10\text{ }\mu\text{m}$ (图 5)。

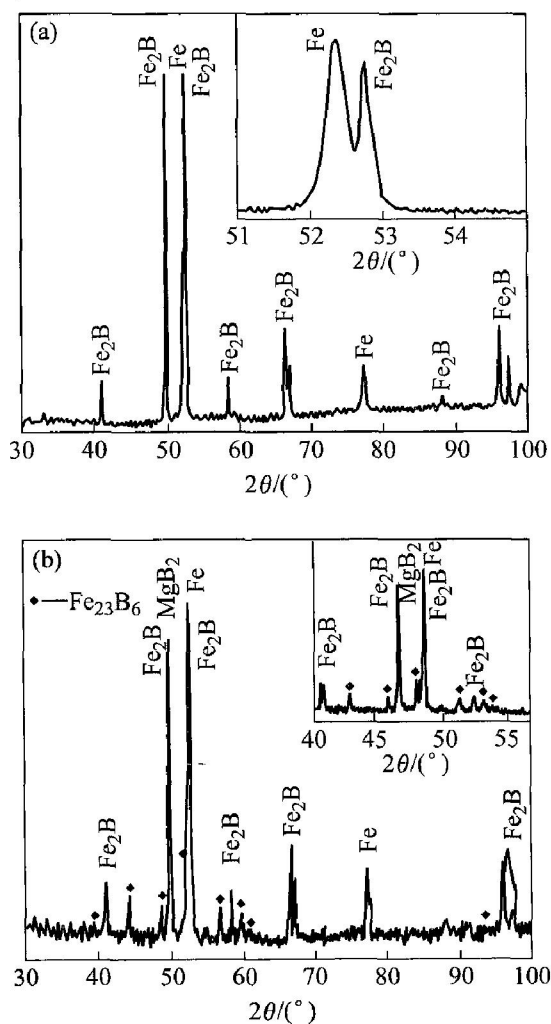


图 7 不同温度下退火带材铁套内壁的 X 射线衍射谱

Fig. 7 XRD patterns of Fe sheath in contact with MgB_2 powder for sample annealed at different temperatures
(a) 920°C ; (b) 700°C

另外, 在 700°C 退火带材的铁套内壁中观察到亚稳相 Fe_{23}B_6 , 呈立方 Cr_{23}C_6 型 $\bar{F}$ 碳化物结构, 空间群 $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$, $a = 1.0628\text{ nm}$ (图 7(b))。由于该相从 700°C 起就开始分解: $\text{Fe}_{23}\text{B}_6 \longrightarrow 11\text{Fe} + 6\text{Fe}_2\text{B}$, 故在高于 700°C 退火的带中检测不到 Fe_{23}B_6 (图 7(a)), 920°C 退火带材铁套内壁 X 射线衍射谱中未出现 Fe_{23}B_6 相。当有足够的硼时富铁的亚稳化合物 Fe_{23}B_6 将逐渐转变成 Fe_2B , 这亦可解释界面处氧化镁的聚集, 即铁和硼的反应使最初的镁硼配比失衡, 导致镁在界面处富余, 多余的镁在高温下和包套中附着的氧反应生成氧化镁。

3 结论

通过 XRD, DTA 和 SEM 对真空条件下不同温度退火的非原位 MgB_2/Fe 带进行相分析发现, MgO 是由如下两个化学反应生成, 即在 MgB_2 芯的中心部位发生反应: $4\text{MgB}_2 + \text{O}_2 \longrightarrow 2\text{MgB}_4 + 2\text{MgO}$; 而在 MgB_2/Fe 的界面处存在反应: $2\text{MgB}_2 + 8\text{Fe} + \text{O}_2 \longrightarrow 4\text{Fe}_2\text{B} + 2\text{MgO}$ 。反应层 Fe_2B 的出现使得超导相比比例减小, 这将降低样品的超导传输性能。由于在 700°C 就有铁的硼化物生成, 因此在采用原位技术制备 MgB_2 过程中需考虑热处理温度的选择以防止硼的损失和反应层厚度的增大, 为防止反应层的生成, 可在铁套管和超导芯之间插入一隔离层, 但这同时会增加制备费用以及增大形变过程中的难度, 关于这方面的研究正在进行中。

REFERENCES

- [1] Nagamatzu J, Nakagawa N, Muranka T, et al. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride[J]. Nature, 2001, 410: 63 - 64.
- [2] Musenich R, Bricatore P, Farinon S, et al. Behavior of MgB_2 react & wind coils above 10 K[J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15 (2): 1452 - 1456.
- [3] Balamurugan S, Nakamura T, Osamura K, et al. Structural and superconducting properties of PIT processed sintered MgB_2/Fe wires[J]. Physica C, 2004, 412 - 414: 1184 - 1188.
- [4] Yamamoto K, Osamura K, Balamurugan S, et al. Mechanical and superconducting properties of PIT-processed MgB_2 wire after heat treatment[J]. Supercond Sci Technol, 2003, 16: 1052 - 1058.
- [5] Lezza P, Gladyshevskii R, Senatore C, et al. Anisot-

- ropy of J_c in ex-situ MgB_2/Fe monofilamentary tapes [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2): 3196 - 3199.
- [6] Tanaka K, Kitaguchi H, Kumakura H, et al. Fabrication and transport properties of MgB_2 mono-core wire and solenoid coil [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2), 3180 - 3183.
- [7] Sumption M D, Bhatia M, Wu X. Multifilamentary, in situ route, Cu-stabilized MgB_2 strands [J]. Supercond Sci Technol, 2005, 18: 730 - 734.
- [8] Fang H, Gijavanekar P, Zhou Y X, et al. High critical current of Cu-sheathed MgB_2 wire at 20 K [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2): 3215 - 3218.
- [9] Soltanian S, Wang X L, Horvat J, et al. High transport critical current density and large H_{c_2} and H_{irr} in nanoscale SiC doped MgB_2 wires sintered at low temperature [J]. Supercond Sci Technol, 2005, 18: 658 - 666.
- [10] Lezza P, Abacherli V, Clayton N, et al. Transport properties and exponential n -values of Fe/ MgB_2 tapes with various MgB_2 particle sizes [J]. Physica C, 2004, 401: 305 - 309.
- [11] Yamada H, Hirakawa M, Kumakura H. Superconducting properties of powder-in-tube MgB_2 tapes prepared with fine powders [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2): 3337 - 3340.
- [12] Jiang C H, Hatakeyama H, Kumakura H. Effect of nanometer MgO addition on the in situ PIT processed MgB_2 -Fe tapes [J]. Physica C, 2005, 423: 45 - 50.
- [13] Bhatia M, Sumption M D, Tomsic M, et al. Influence of heat-treatment schedules on the transport current densities of long and short segments of superconducting MgB_2 wire [J]. Physica C, 2004, 407: 153 - 159.
- [14] Xu H L, Feng Y, Xu Z, et al. Effect of sintering temperature on properties of MgB_2 wire sheathed by low carbon steel tube [J]. Physica C, 2005, 419: 94 - 100.
- [15] Braccini V, Nardelli D, Malagoli A, et al. MgB_2 tapes with non-magnetic sheath effect of the sintering temperature on the superconducting properties [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2): 3211 - 3214.
- [16] Flükiger R, Suo H L, Musolino N, et al. Superconducting properties of MgB_2 tapes and wires [J]. Physica C, 2003, 385: 286 - 305.
- [17] Jiang C H, Nakane T, Hatakeyama H, et al. Enhanced J_c property in nano-SiC doped thin MgB_2/Fe wires by a modified in situ PIT process [J]. Physica C, 2005, 422: 127 - 131.
- [18] Dou S X, Soltanian S, Yeoh W K, et al. Effect of nano-particle doping on the upper critical field and flux pinning in MgB_2 [J]. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2005, 15(2): 3219 - 3222.
- [19] Suo H L, Beneduce C, Dhall M, et al. Large transport critical currents in dense Fe- and Ni-clad MgB_2 superconducting tapes [J]. Appl Phys Lett, 2001, 79: 3116 - 3118.
- [20] Young R A. The Rietveld Method [M]. UK: Oxford University Press, 1993: 276 - 292.
- [21] Pecharsky V K, Zavalij P Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of the Materials [M]. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2003: 148.
- [22] Liu Z K, Schlom D G, Li Q, et al. Thermodynamics of the Mg-B system: Implications for the deposition of MgB_2 thin films [J]. Applied Physics Letters, 2001, 78(23): 3678 - 3680.

(编辑 陈爱华)