

Generic Seed を用いた超伝導バルクの結晶成長

22210038 藤代研究室 半田拓也

1.序章

RE-Ba-Cu-O (REBCO)超伝導バルクは超伝導体 $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ (RE123)と常伝導体 $\text{RE}_2\text{BaCuO}_5$ (RE211)からなる複合材料である。REBCO バルクの成長には一般的に Top Seeded Melt Growth (TSMG)法が用いられ、性能の高い超伝導バルク結晶成長に種結晶を用いることで、超伝導を担う CuO_2 面を c 軸配向させることができる。本研究室では TSMG 法によって REBCO バルクの作製を行ってきたが、結晶性の再現性は高くなかった。この主な原因は種結晶の結晶性にばらつきがあると考えた。Shi らは MgO を添加した NdBCO バルクは NdBCO バルクに比べて約 20°C 融点が上昇すると報告した [1]。このバルクは種結晶として使用している NdBCO を含む、どの REBCO にも一般的に使用できる種結晶であることから「Generic Seed」と名づけられた。高品質な Generic Seed を種結晶として NdBCO バルクを作製し、結晶面に平行に切り出すことで結晶性の高い NdBCO 種結晶を数多く作製することが可能であり、この種結晶を使用して DyBCO バルクを成長すれば歩留まりの高い結晶成長が可能であると考えた。

本研究では、結晶性の高い NdBCO バルクを種結晶として使用するために、Shi らの実験の検証を行い、高品質な NdBCO である Generic Seed の成長と、それを種結晶としての NdBCO バルクの成長、および NdBCO バルクを種結晶に用いた DyBCO バルクの結晶性の評価を行った。

2.実験方法

Generic Seed は $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ (Nd123)と $\text{Nd}_5\text{Ba}_2\text{Cu}_2\text{O}_{10}$ (Nd422)を 1:0.3 のモル比で混合し、x wt.% の MgO (x=0,1,2,3,5,10)を添加した。NdBCO バルクは Nd123 と Nd422 を 1:0.3 のモル比で混合し、Nd211 の微細化のために 0.5wt.% CeO_2 を添加した。DyBCO バルクは $\text{DyBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$ (Dy123)と $\text{Dy}_2\text{BaCuO}_5$ (Dy211)を 1:0.3 のモル比で混合し、0.5wt.% CeO_2 と機械的強度上昇のために 10wt.% Ag_2O を添加した。各々、一軸加圧によってペレット状に形成した。Generic Seed は溶融法によって作製し、乳鉢で碎き、劈開面を種結晶として使用した。NdBCO バルクは Generic Seed の劈開面がペレット上面に接するように設置し、TSMG 法で結晶成長を行った。作製した NdBCO バルクは ab 面に平行に切り出し、種結晶として使用した。DyBCO バルクは NdBCO 種結晶の結晶面がペレット上面に接するように設置し、TSMG 法で結晶成長を行った。融点の決定は示差熱分析 (DTA)、結晶性の評価は(0 0 6)面でのロックングカーブ法を用いた。

3.結果と考察

3-1.Generic Seed

Figure.1 は作製した Generic Seed の融点を示す。Generic Seed の融点は 1wt.%の添加で約 5°C 、2wt.%の添加で約 10°C 上昇した。3wt.%以上の添加で融点は約 20°C 上昇し、それ以上の上昇は見られなかった。報告された Generic Seed の融点の上昇は 0.5wt.%以上の MgO を添加すると約 20°C 上昇したとされており、3wt.%以上添加した Generic Seed は報告通りの結果となった。しかし、1wt.%、2wt.%の添加による融点の上昇は低かったが、本研究の目的である NdBCO バルクの成長に用いる種結晶としては融点が増しているため使用が可能である。作製した Generic Seed から劈開面が見られるものを選別し、XRD を測定した。その結果、劈開面からは Nd123 の(0 0 n)面の

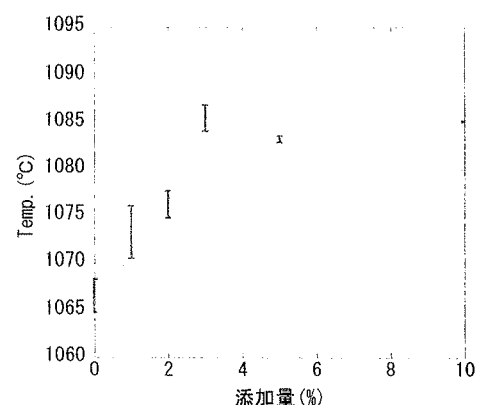


Figure.1 MgO を含む Nd-Ba-Cu-O の融点

み観測されたため、c 軸配向していることがわかる。

3-2. Nd-Ba-Cu-O バルク

NdBCO バルクの作製には 2wt.%MgO を添加した Generic Seed を種結晶として使用した。これは 2wt.%以下の添加した Generic Seed の使用はバルクの超伝導転移温度の低下がないと報告されているためである [1]。Figure.2(A)、(B)、(C)は異なる Generic Seed A,B,C を種結晶に成長させた NdBCO バルク A、B、C のロッキングカーブの測定結果であり、(C)-1、(C)-2、(C)-3 は NdBCO バルク C から切り出した 3 つの小片の結果を示す。ロッキングカーブの測定には Generic Seed の劈開面と NdBCO バルクの種下 1mm を ab 面平行に切り出した小片を使用した。Generic Seed と NdBCO バルクの XRD の測定により c 軸配向が観測された。(A)、(B)の結果から、種結晶の結晶性の良し悪しがバルクの結晶性に大きく影響を与えることが確認できた。また、(C)の結果から、同じバルクから切り出した小片の結晶面は大きな変化は見られなかった。

3-3. Dy-Ba-Cu-O バルク

Figure.3(A)、(B)、(C)はバルク C-1、C-2、C-3 を種結晶として作製した DyBCO バルクのロッキングカーブの測定結果を示す。DyBCO バルクは種下 1.5mm を ab 面平行に切り出した小片を使用した。XRD 結果から Dy123 の(0 0 n)面のみ観測され、ロッキングカーブの測定は X 線回折強度の高い(0 0 6)面を使用した。種結晶の結晶性が DyBCO バルクの結晶性に影響を与えているが、単一ピークではなく、単一粒ではなかった。

Figure.4 は DyBCO バルク A,B,C の写真と 77K での捕捉磁場分布を示す。全面に渡って成長したバルクの捕捉磁場はきれいな円錐型になるが、作製した DyBCO バルクは四角錐型となったため、成長が不十分であった。この問題はバルク作製における電気炉内の温度不均一が原因であると考えられる。

4. まとめ

本研究は歩留まりの高い REBCO バルクを作製するために、Generic Seed の作製と、それを種結晶として NdBCO バルクの作製と結晶性の評価を行った。Generic Seed の融点は MgO を 1wt.%添加で約 5°C、2wt.%添加で約 10°C、3wt.%以上の添加で約 20°Cの上昇を確認し、NdBCO バルクの種結晶として使用することが可能である。種結晶の結晶性はバルクの結晶性に影響されることがわかった。ロッキングカーブを用いて結晶性の良い Generic Seed を選別し、それを種結晶として NdBCO バルクを作製することで、良質な NdBCO 種結晶を数多く得ることができる。また、歩留まりの高い REBCO バルクの作製は種結晶の結晶性だけでなく、使用する電気炉の温度不均一を無くすことも重要となる。

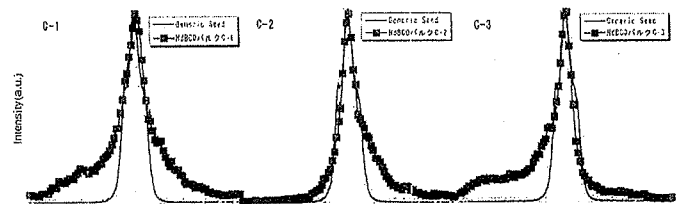
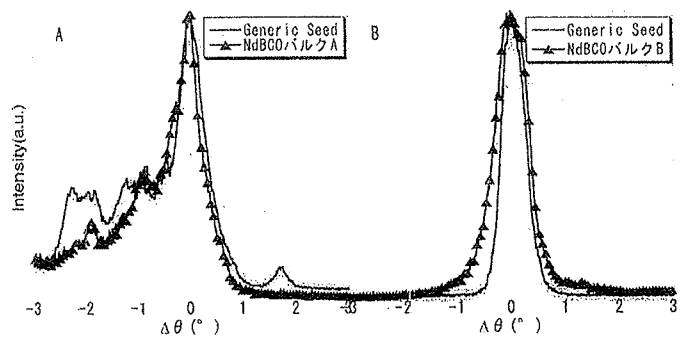


Figure.2 Generic Seed と NdBCO バルクのロッキングカーブ

(A)バルク A (B)バルク B (C)バルク C

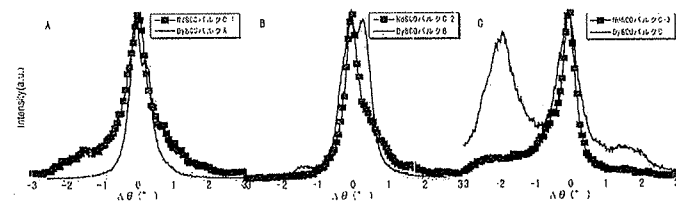


Figure.3 DyBCO バルクと NdBCO 種結晶のロッキングカーブ

(A)バルク A (B)バルク B (C)バルク C

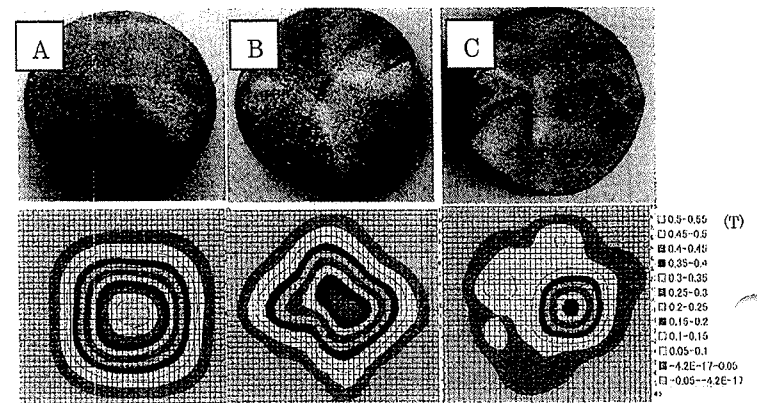


Figure.4 DyBACO バルク A、B、C 写真と 77K での捕捉磁場