

池部研究室 堀切 祐仁

序論

セラミックスを焼結する場合、出発原料粉末の粒径により、セラミックスの機械的強度、物理、化学的特性が、大きく異なる。酸化物超伝導体においても、超伝導特性や、機械的特性に影響することが予想され、線材等への応用の際、重要な要因となる。本研究では、ボールミル粉碎法によって時間を変えて作製した粒径の異なる超伝導粉末を種々の焼結温度で焼結し電気的特性、結晶学的特性を評価した。

試料の作製

ボールミル粉碎法で作製した、3つの粒径の異なったY系超伝導粉末(平均粒径 $1.84\mu\text{m}$, $2.62\mu\text{m}$, $16.1\mu\text{m}$, 同和鉱業製)を $880^{\circ}\text{C}\sim 970^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で 15°C きざみで、7つの焼結温度で焼結した。焼結時間は、各々の焼結温度まで、約 $57^{\circ}\text{C}/\text{h}\sim 63^{\circ}\text{C}/\text{h}$ の割合で上昇させ、30時間焼結させる。その後、前と同じ割合で室温まで冷やす。焼結は空気中でおこなった。

試料の評価

(1) 臨界温度(T_c)の測定

図1に、Y系酸化物の粒径の違いによる、焼結温度と T_c の関係を示す。この図より平均粒径が小さいほど、低い焼結温度で超伝導特性を示す。また焼結温度が高くなると、粒径による T_c の差はなくなり、さらに高くなると、逆に、平均粒径が小さいほど、 T_c は低下する。

(2) 臨界電流密度(J_c)の測定

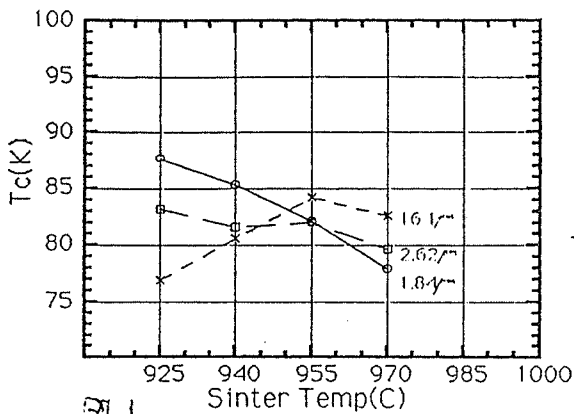
焼結温度 970°C , 955°C , 940°C の粒径の異なった試料の J_c を測定した。測定は 4.2K で $0\sim 15\text{T}$ の磁場を加えながら行い、また、 77K で零磁場でも測定を行った。図2(a), (b)に粒径の違いによる、磁場と J_c の関係(at 4.2K , 平均粒径 $1.84\mu\text{m}$, $2.62\mu\text{m}$)を示す。また、図3には粒径による零磁場での臨界電流密度と、焼結温度との関係(at 4.2K , 77K)を示す。図2より、焼結温度が高いほど、零磁場での J_c は、高くなる傾向にあるが、磁場を加えた場合は、必ずしもそうなるとは限らないということが分かる。図3より焼結温度が高いほど J_c が高くなるという傾向は、よりはつきりとし、また測定時の温度が 4.2K のときのほうが、より大きな J_c が得られた。

(3) X線回折測定 (XRD) と走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察

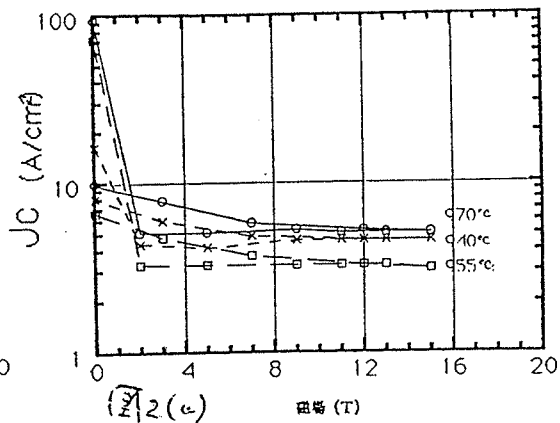
(1)、(2)で述べたような粒径の違いによる超伝導特性の原因を調べるために、XRDとSEMによる観察を行った。XRDの結果から粒径が小さいもの(1.84 μm , 2.62 μm)はそれぞれ焼結温度910°Cから(00n)回折が強くなり、表面に沿ってa,b面がより多く固相成長していくことが分かった。このことは、SEMによる観察からも明らかになり、 J_c の増大する原因と考えられる。

なお、磁場中臨界電流密度の測定は、東北大学金属材料研究所超電導施設に於て、測定して頂いた。

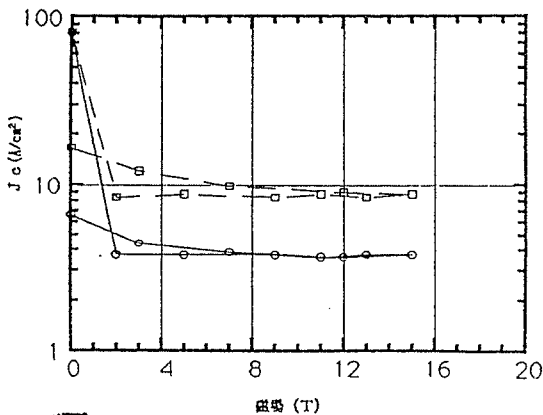
Y系酸化物の粒径による
臨界温度-焼結温度特性



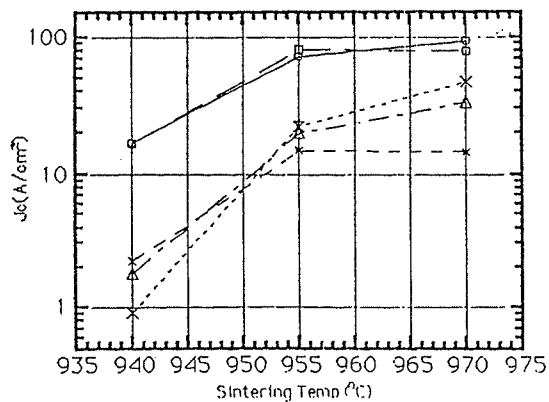
Y系酸化物の粒径による
臨界電流密度-磁場特性(at 4.2K, 平均粒径1.84 μm)



Y系酸化物の粒径による
臨界電流密度-磁場特性(at 4.2K, 平均粒径2.62 μm)



Y系酸化物の粒径による零磁場での
臨界電流密度-焼結温度特性(at 4.2K, 77K)



(図) 2 (b)

(図) 3

- 1.84 μm } 4.2K
- 2.62 μm } 4.2K
- × 16.1 μm } 4.2K
- × 1.84 μm } 77K
- △ 2.62 μm } 77K
- ▽ 16.1 μm } 77K