

2B-9 噴霧熱分解法による酸化物超伝導体 超微粒子の作製

池部研究室 工藤優一

1. 序論

酸化物超伝導体微粒子は、焼結体、線材等へ応用されるため、高純度化、粒径の均一化が必要である。噴霧熱分解法では、他の微粒子作製法と比べ粒径分布が狭く、 $1\mu\text{m}$ 以下の微粒子を作製することができる。本研究では、この方法を用いて、Bi系酸化物超伝導体の微粒子を作製し、作製条件と微粒子の特性の関係を調べた。

2. 試料作製

図1に、本研究で使用した装置の概念図を示す。原料溶液を超音波振動子を用いて霧化し、それをキャリアガス (N_2 , O_2) で電気炉内に導く。ここで脱水、熱分解をし、生成した微粒子を捕集管に集めた。今回、原料溶液として、 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} : \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 : \text{Sr}(\text{NO}_3)_2 : \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} : \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 1.84 : 0.34 : 1.91 : 2.03 : 3.06$ の比で秤量し、濃度 0.01mol/l 、 0.001mol/l の2種類の水溶液を用いた。キャリアガスは、 $\text{N}_2 : \text{O}_2 = 4 : 1$, $10 : 1$ の2種類について行い、炉温度は、 $800^\circ\text{C} \sim 920^\circ\text{C}$ の間で行った。

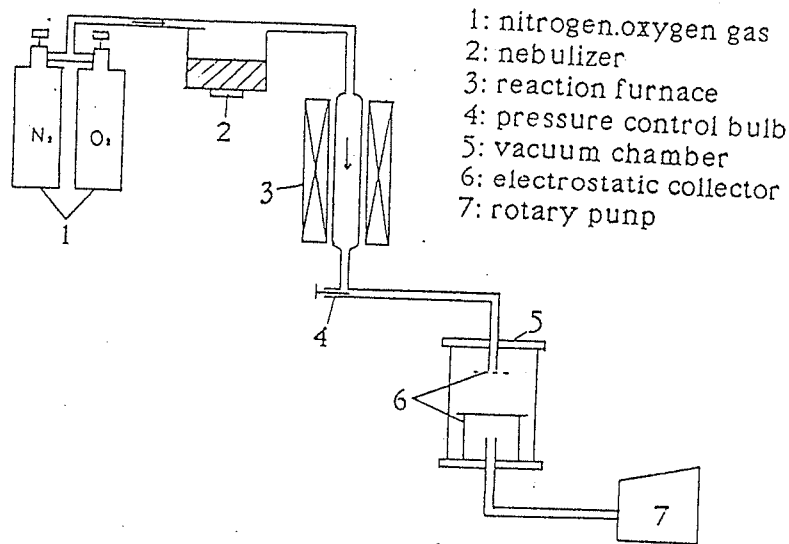


図1



約50μH
1F
1F

手え
三満
リガ
ラト
いた
ト
ある。
与
イズ
ら

3. 試料の評価

図2に、濃度 (0.01mol/l, 0.001mol/l), $N_2 : O_2 = 4 : 1$, $860^\circ C$ の条件で作製された試料の粒径分布を示す。0.01mol/lでは平均 $0.4\mu m$ 程度、0.001mol/lでは平均 $0.34\mu m$ 程度の微粒子が生成していることがわかる。図2の濃度0.01mol/lで作製された試料のX線回折パターンを図3に示す。各相の生成割合を定量化するために、図3中でa : 10K相 (2201) は $2\theta = 33^\circ$ { (008) 面}, b : 80K相 (2212) は $2\theta = 27^\circ$ { (008) 面}, c : 110K相 (2223) は $2\theta = 29^\circ$ { (0012) 面} を各相の代表として選び、それぞれのX線回折強度をA, B, Cとし、作製温度 $800^\circ C \sim 920^\circ C$ での $A / (A+B+C)$, $B / (A+B+C)$, $C / (A+B+C)$ の関係を図4に示す。 $860^\circ C$ 付近で80K相、110K相がより多く生成されていることがわかる。濃度0.001mol/lの場合も同様の検討を行ったが、110K相は認められなかった。

$N_2 : O_2 = 10 : 1$ の場合も、同様の検討を行った。この場合には、粒径分布はほぼ同じで、X線回折パターンは、 $860^\circ C$ では、 $N_2 : O_2 = 4 : 1$ の場合存在した10K相は認められなかった。

4. 結論

今回の実験で、平均 $0.34\mu m$ 、 $0.4\mu m$ のBi系酸化物の微粒子が得られた。現在までの検討の結果、80K相、110K相がより多く生成される条件は、平均 $0.4\mu m$ の微粒子では、 $N_2 : O_2 = 10 : 1$, 作製温度 $860^\circ C$ としたときであるが、まだ110K単相の条件は確立されていない。

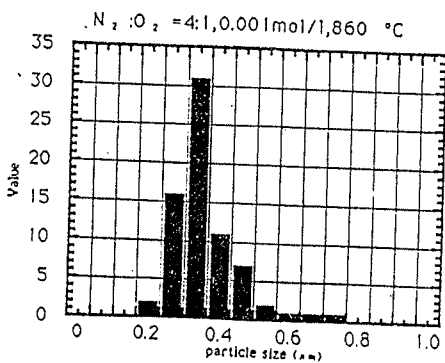
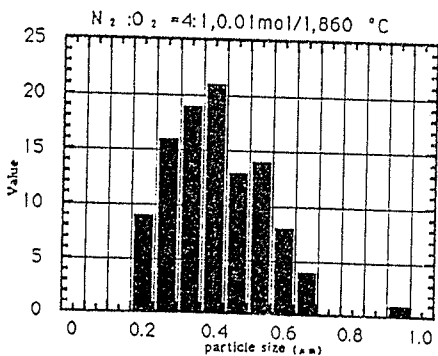


図2

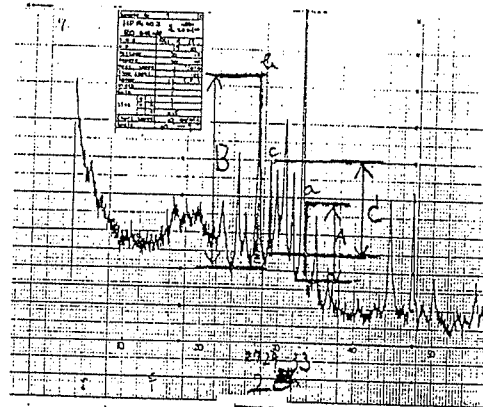


図3

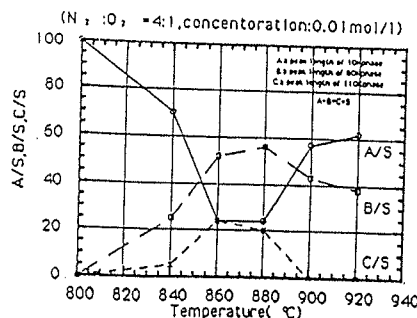


図4

2 B
1.
1
- O
の T
れ、
に作
今
した
これ
した
X線
2
試
Sr
Bi
様に
炉へ
にし
(2
3
1)
よっ
電流
結し
たも
よる
時間
合、
らな
2)
間2
相を
の試