

池部研究室 斎藤道明

1. 序論

酸化物超伝導体が発見されてからこれまで酸化物の基礎物性、結晶構造、合成法等に関して多くの研究がなされてきた。超伝導体の精密な物性測定、構造決定には大型の高品質単結晶が要求されている。

本研究では、熱振動法を用いた液相成長によるYBa₂Cu₃O_{7-x} (YBCO) 単結晶の作製を試み、また、結晶を大きくするために様々な条件下で実験及び評価を行った。

2. 試料作製

Y₂O₃, BaCO₃, CuO原料を、Y:Ba:Cuがそれぞれ

(1) 1:2:5, (2) 1:4:10, (3) 1:29:64.5, の3種類の組成になるように混合し、アルミナボートに入れ熔融する。その後、徐冷することにより結晶成長を行った。その際に、結晶を大きくするために、(1) ボートの位置による温度勾配の大小, (2) 熱振動の有無及び回数, (3) 冷却速度, 以上3つの条件を変えて試料を作製した。

図1に熱振動法の概念図を示す。

3. 試料の評価

(a) SEM (走査型電子顕微鏡) による観察

図2に実験で得られた結晶の一般的なSEM写真を示す。

約500μm角の単結晶ができており、それが積層しているのが分かる。

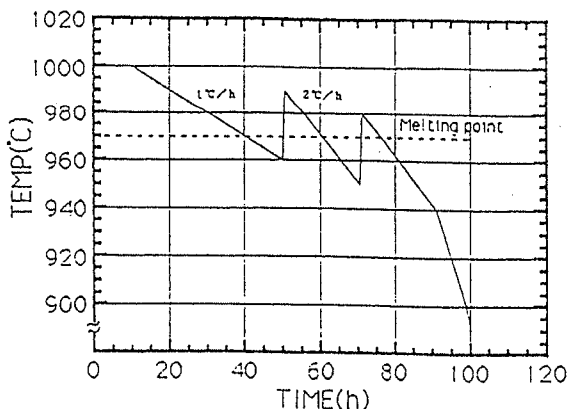


図1

熱振動法の概念図

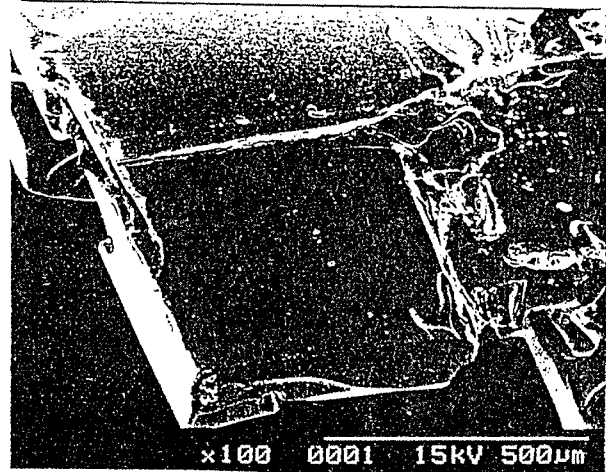


図2 実験で得られた結晶の代表的なSEM写真

-56- (b) X線回折

図3に実験で得られた結晶の一般的なX線回折パターンを示す。

(0, 0, n)面からの回折が表れており、成長面が(ab)面である単結晶になっていることが分かる。また、液相成長によってできる単結晶は、このままでは酸素欠損が大きすぎて超伝導性を示さない場合が多いので、空气中、450°Cで熱処理を行った。図4に熱処理時間と結晶のC軸長の関係を示す。

尚、C軸長は酸素量により変化するので、P. Meuffels等のデータを用いてC軸長を酸素量に換算した。図4より、熱処理時間が長くなるにつれてC軸長は短くなり、酸素量は増加することが分かる。熱処理時間が360時間での結晶の酸素量は、6.6から6.7程度である。

4. 結論

今回の実験により、約500 μm角程度の単結晶が得られた。

現在までの検討の結果、最も大きな結晶が得られる条件は、以下の条件であることが分かった。

- (1) Y_2O_3 , $BaCO_3$, CuO を $Y : Ba : Cu = 1 : 4 : 10$ の組成になるように混合。
- (2) ポートの位置による温度勾配を $2^\circ C/cm$ にする。
- (3) 徐冷中に熱振動を2回与える。
- (4) 冷却速度を $1^\circ C/h$ にする。

また、試料を熱処理することによって試料に含まれる酸素量が増加していることが分かった。

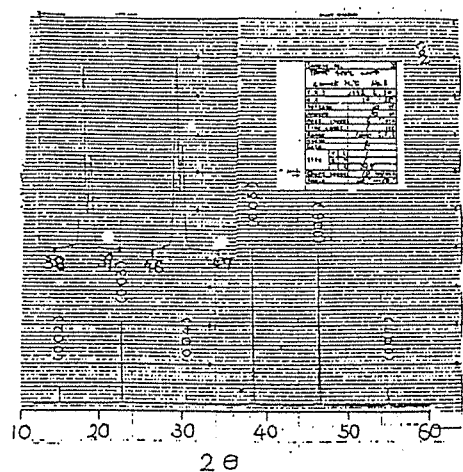


図3 実験で得られた結晶の代表的なX線回折パターン

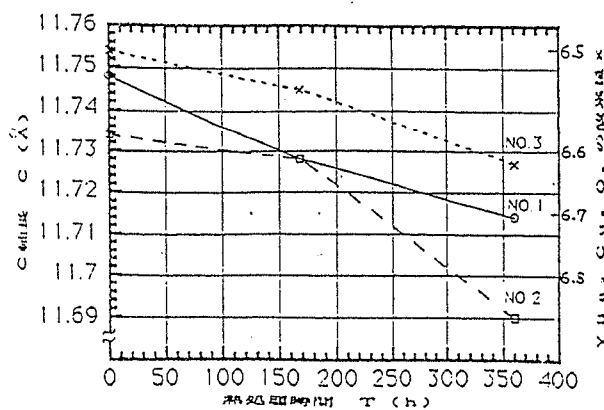


図4 熱処理時間と結晶のC軸長の関係