

3B-2 Bi系酸化物超伝導体厚膜に関する研究

池部研究室 日下 和彦

§ 1. 序論

酸化物高温超伝導体の発見以後、その実用化に向けて、様々な手法による薄膜化、厚膜化が試みられている。本研究において我々は、水溶液を用いて $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ 酸化物超伝導体厚膜を試作し、その特性の向上を目指した。

Bi系2212相の結晶は異方性をもち、高度にC軸配向したものは、高い臨界電流密度 $J_c$ を得る事ができる。またこの2212相は、比較的安定であるため、溶融化が可能である。よって、部分溶融徐冷処理を用いて、配向した多結晶体の厚膜の作製が可能である。

§ 2. 試料の作製及び評価

Bi、Sr、Ca、Cuの各硝酸塩を、2:2:1:2のモル比になるように秤量し、水溶液化した。その水溶液を、ホットプレート上(約 $80^\circ\text{C}\sim 150^\circ\text{C}$ )で熱した基板(アルミナ、イットリア部分安定化ジルコニア(YSZ))へ均一になるように滴下し、水分を蒸発させ乾燥させる。乾燥した試料に対して、温度、時間を各パラメータとした熱処理をした。熱処理温度は、水溶液を乾燥させてできた粉を、示差熱分析(DTA)で調べたときに吸熱反応がみられた $830^\circ\text{C}\sim 860^\circ\text{C}$ の間で各 $10^\circ\text{C}$ おきに設定した。膜厚は、約 $150\sim 200\mu\text{m}$ となった。また、焼結した試料に対して垂直に加圧し高密度化を行うことにより膜質を向上させることが可能かどうかを調べた。最後に部分溶融徐冷処理を行い、より高度に配向したBi系2212超伝導体厚膜を目指した。Fig. 1に試料作成のフローチャートを示す。

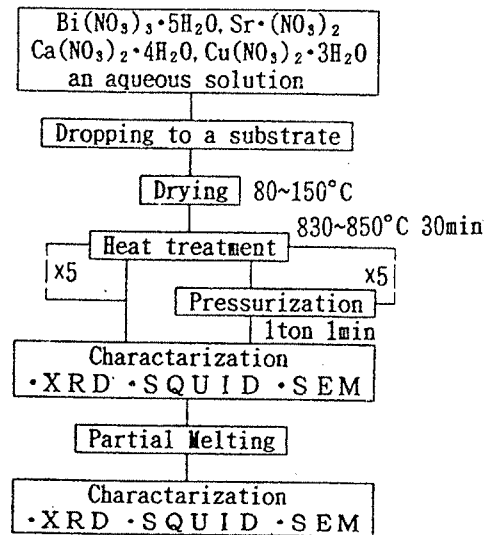


Fig.1 Flow chart for thick films processing

§ 3. 結果

基板に、水溶液を滴下し乾燥した試料に対して、 $830^\circ\text{C}\sim 860^\circ\text{C}$ の間の各 $10^\circ\text{C}$ おきに熱処理した。熱処理時間は、30分を一単位としそれぞれの温度で5回繰り返した。各温度での熱処理単位ごとにX線回折(XRD)で調べた。XRDの結果から、膜の構造は80K相と10K相が混在していることがわかった。80K相と10K相の115面のX線強度の比をとりFig. 2に示す。Fig. 2より、炉の設定温度を $850^\circ\text{C}$

にすれば 80K相の单相化がより進むことがわかる。次に850°Cで、さらに熱処理を繰り返した。熱処理を繰り返すことにより单相化が進む傾向がみられるが、熱処理を繰り返すごとに蒸発や拡散の影響が大きくなるため熱処理は5回程度がよいことがわかった。

次に、膜を加圧(1ton, 1min)し高密度化を行うことによる膜質の影響を調べた。二つの試料 (A. (熱処理30分+加圧)×5回, B. 熱処理30分×5回+加圧×1回) を作製しXRDで調べた。Fig. 3は、それぞれの試料の80K相の008面と115面のX線強度の比をとったものである。Fig. 3より、加圧による配向性の向上の効果がわかる。膜厚も約50μmとなり、膜厚の減少にもつながった。また、光学顕微鏡で表面を観察したところ拡散や蒸発を押さえる効果もみられた。

その後、(熱処理30分+加圧)×5回を終えた厚膜に部分熔融徐冷処理をし配向性が高まるかを調べた。

#### § 4. まとめ

本実験により以下のことがわかった。

- Bi: Sr: Ca: Cu=2: 2: 1: 2のモル比になった水溶液を用いて、Bi系(2212)超伝導厚膜の作製が可能である。

- 膜の熱処理温度は、850°Cが適している。熱処理時間は、時間が長いほど 80K相の单相化が進む傾向があるが、それにつれ、蒸発や拡散の影響も大きくなるため最適な熱処理時間が必要である。

- 圧縮により、配向性の向上と拡散や蒸発を押さえる効果が得られた。

発表では、部分熔融徐冷処理の結果とともに超伝導量子干渉素子(SQUID)による試料の評価や、走査型電子顕微鏡(SEM)による表面観察も報告する予定である。

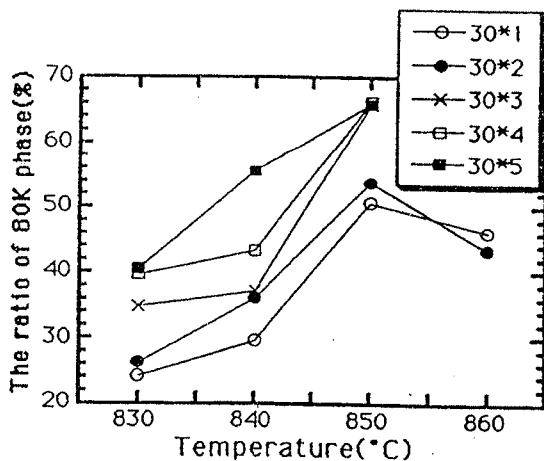


Fig. 2 The ratio of 80Kphase:10Kphase vs. temperature for various time.

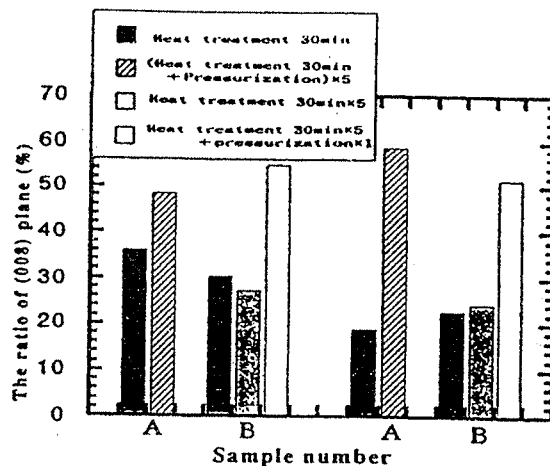


Fig. 3 The ratio of (008)plane:(115)plan for pressurization.