

水蒸気含有酸素雰囲気下アニールによる REBCO 溶融凝固バルクにおける酸素拡散高速化機構の解明 Acceleration mechanism of oxygen diffusion in REBCO melt-solidified bulks by annealing under humid oxygen atmosphere

青学大理工¹, TEP² ○元木 貴則¹, 箭内 優¹, 布川 航太¹, 権藤 紳吉¹, 中村 新一², 下山淳一¹
Aoyama-Gakuin Univ.¹, TEP² ○Takanori Motoki¹, Yu Yanai¹, Kota Nunokawa¹,
Shinkichi Gondo¹, Shin-ichi Nakamura², Jun-ichi Shimoyama¹
E-mail: motoki@phys.aoyama.ac.jp

1. はじめに

REBCO 溶融凝固バルクは、強磁場を捕捉した強力超伝導磁石や超伝導電流リードとしての応用が進められている。REBCO 材料では優れた超伝導特性が実現するための不定比酸素量制御が不可欠であるが、大型擬似単結晶とみなせる溶融凝固バルクでは酸素拡散が遅く、その大型化に伴い酸素アニール時間が大幅に増大するため、大型バルクでは数百時間という長時間の酸素アニールが必要となる。これに対し我々は水蒸気含有酸素雰囲気中アニールによって通常の乾燥酸素雰囲気下と比べて REBCO 結晶中の酸素拡散が2倍以上速やかになることを見出した。本研究では、この REBCO 結晶中の高速酸素拡散機構の解明を目的とし、微細組織と超伝導特性の評価を系統的に行っている。

2. 実験方法

RE として Y を選択し、Pt を 0.1 wt%, Ag₂O を 10 wt% 添加した YBCO 溶融凝固バルクを Nd123 単結晶を種結晶とした top-seeded melt-growth 法によって2つ作製した。結晶育成後のバルクの大きさは $\sim 13 \text{ mm}\phi \times 11 \text{ mm}^l$ である。これらのバルクに対して水蒸気含有酸素雰囲気下($P_{\text{H}_2\text{O}} \sim 2 \text{ kPa}$)および乾燥酸素雰囲気下で 400°C において重量変化が見られなくなるまで、それぞれ約 250 h および 580 h アニールを行い、超伝導特性および微細組織を評価した。

3. 結果と考察

Fig.1 に種結晶近傍の *ac* 研磨面の二次電子像を示す。種結晶に近いバルク上部ではほとんどのボイドを Ag が埋めている様子が確認された。一般に Ag 添加バルクでは酸素拡散が遅くなるが、本研究でもボイドを介した拡散パスの少ない溶融凝固バルク体が得られたと考えられる。二次電子像からは、酸素アニール時の水蒸気含有の有無による微細組織の違いは見られなかった。

Fig.2 に乾燥酸素および水蒸気含有酸素雰囲気下でアニールした後の *ac* 面の TEM 像をそれぞれ示す。水蒸気含有アニールによって微細組織に大きな変化が表れた。乾燥酸素中アニール試料では欠陥は低密度である一方、水蒸気含有酸素中アニール試料では高密度の縞状のコントラストが観察された。特に、Ag や Y211 などの析出物の周囲には多数の *ab* 面に平行な積層欠陥が見られるとともに、バルク全体に *c* 軸に平行な双晶界面とみられるコントラストが観察された。これらの欠陥生成が水蒸気含有雰囲気下で促進され、有効な高速酸素拡散パスとなったことを強く示唆する結果である。当日は、超伝導特性と合わせて最適な酸素アニール条件についても考察する。

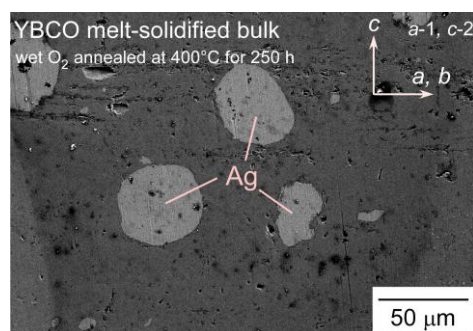


Fig.1. Secondary electron image of the polished surface of the YBCO melt-solidified bulk annealed under wet O₂ at 400°C for 250 h.

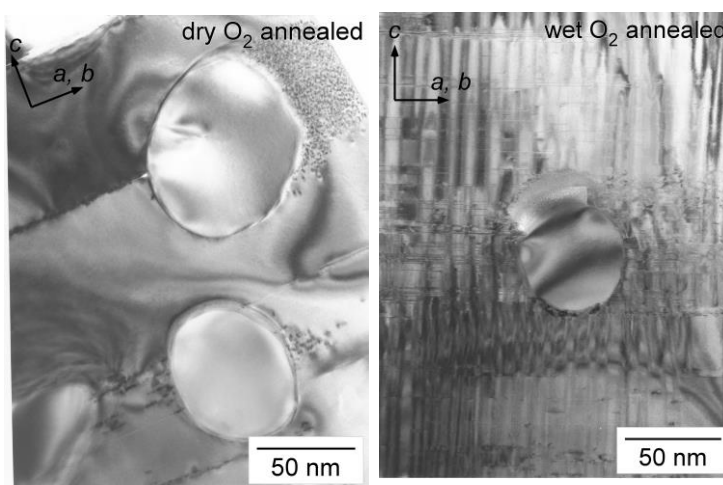


Fig.2. Cross-sectional TEM images of YBCO melt-solidified bulks annealed under dry O₂ (left) and wet O₂ (right).

謝辞 本研究の一部は、科研費基盤研究(C) 19K05006 の支援を受けたものである。