二軸磁場配向体を用いた $DyBa_2Cu_3O_y$ 焼結粉の双晶組織観察およびそのドメイン構造

Observation of twin-microstructures of Dy123 sintered powders using bi-axial aligned powder samples and their domain structures

京都先端科学大学･工 [1]，電中研 [2]
堀井滋 [1]，一瀬中 [2]，木村史子 [1]
Kyoto Univ. Adv. Sci.[1], CRIEPI [2]
S. Horii[1], A. Ichinose[2], F. Kimura[1]
Email: horii.shigeru@kuas.ac.jp

1. はじめに

$REBa_2Cu_3O_y$ (RE123, RE:希土類元素)は 90 K 級の臨界温度(T_c)と磁場中での高い臨界電流密度(J_c)を有する高温超伝導物質である。しかし、粒界弱結合のため、実用化には 2 軸結晶配向制御が必要となる。我々は RE123 の結晶磁気異方性を利用した回転変調磁場(MRF)[1] による 3 次元結晶配向を進めている。一方で、RE123 は酸素不定比性を有する。斜方晶-正方晶転移により、超伝導相である斜方晶 RE123 に双晶組織が京成されることが知られている。双晶構造は2次元超伝導 CuO_2 面(//*ab*)内に形成され、双晶構造を有する RE123 粒子の結晶粒レベルの面内磁気異方性が低下(もしくは消失)することが容易に予想される。

Fig. 1(a)に、MRF のうち間欠回転磁場の概念図を示す。エポキシ樹脂中に RE123 粉末を分散させたのち、間欠回転磁場を印加しながら硬化させる方法で二軸配向体を作製しているが、面内磁気異方性が低下・消失の可能性がある RE123 粒子でも二軸配向する[1]ことがわかっている。RE123 粒子の二軸配向条件を理解するには、双晶構造の理解が不可欠である。

本研究では、配向体作製で実際に使用する RE123 焼結粉の双晶構造を走査透過型電子顕微鏡(STEM)により明らかにした。但し、超伝導 CuO_2 面内に生じる双晶構造を観察するには特定の方位(*c* 軸)から電子線を照射する必要がある。そこで、これを効率的に行うため、エポキシ樹脂中・間欠回転磁場で 2 軸配向した $DyBa_2Cu_3O_y$ (Dy123)粉末配向体を作製し、これを Focused Ion Beam(FIB)で切り出し、*c* 軸方向から観察する方法を採用した。

2. 実験方法

Dy123 焼結粉(TEP 社製)とエポキシ樹脂を 1: 5 の重量比で混合したものを 10 T の間欠回転磁場・室温にて硬化させ、2 軸配向体を得た。ここで、直方体試料の互いに直交する各側面をα, β, γ 面とする. 得られた配向体について、α, β, γ 各面の XRD パターンから磁化軸(第 1 磁化容易軸$\chi_1 \perp \alpha$、第 2 磁化容易軸$\chi_2 \perp \beta$、磁化困難軸$\chi_3 \perp \gamma$) を決定した。また、磁場印加方向を確認しながら、α面垂直方向が極薄となるように FIB により磁場配向体を切り出した。この試料片を STEM でα面垂直方向(c 軸方向)から電子線を照射することで 2 軸配向 Dy123 粒子の双晶組織を観察した。

3. 結果と考察

回転変調磁場では、Dy123 粒子は原理的に$\chi_1 = \chi_c$がα面の、$\chi_2 = \chi_a$がβ 面の、$\chi_3 = \chi_b$がγ 面の垂直方向に向く(*a, b, c* は結晶軸を表す)。しかし、Dy123 配向体の XRD パターンには、α面を測定面としたとき、(00*l*)面のみが現れるが、β 面およびγ 面を測定面としたとき、(*h*00)ピークと(0*k*0)ピークが共存する特徴をもつ。また、(103)極点図では、斜方晶物質であるにもかかわらず、4 回対称性のスポットが現れる。これらの結果[1]は、双晶を含む Dy123 粒子の三次元結晶配向として矛盾なく説明できる。

Fig. 1(b)に、磁場配向体から切り出した試料片から得た Dy123 焼結粉の *ab* 面内の STEM 像を示す。なお、対応する磁場配向体の面を挿入図に併せて示した。原理的には、"γ-plane"の垂直方向に磁化困難軸が配向する。ストライプ状の組織が見られ双晶組織の形成が認められ、β 面およびγ 面に対する双晶界面の角度はおおよそ45度であった。さらに、制限視野電子線回折像により、2種類のドメインが存在し、一方はγ 面//*b* 軸であるドメイン、他方はγ 面//*a* 軸であるドメインであることがわかった。なお、視野 5、6、7 を含むドメインはいずれもγ 面//*b* 軸であった。当日は、これらのドメイン比および双晶組織を持つ Dy123 粒子の二軸磁場配向メカニズムについて報告する。

謝辞 本研究は、科学研究費助成事業(17H03235)の助成を受けて実施された。

参考文献

[1] Horii et al., Supercond. Sci. Technol. 29 (2016)124007.

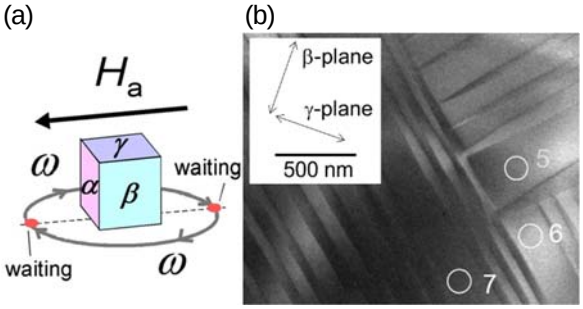

Fig. 1. (a)Experimental configuration in a modulated rotating magnetic field. (b) Twin microstructure of a Dy123 sintered powder.