in situ X 線回折測定による変調回転磁場下の $DyBa_2Cu_3O_7$ 高温超伝導体微結晶の 2 軸磁場配向挙動の検討

Study on biaxial alignment of a high-temperature superconductor $DyBa_2Cu_3O_7$ using in situ X-ray diffraction measurements under modulated rotating magnetic fields

京都大学 [1]，京都先端科学大学 [2]　柏木勇人 [1]，°木村史子 [2]，堀井滋 [2]，川山巌 [1]　土井俊哉 [1]

Kyoto Univ. [1], Kyoto Univ. of Advanced Science [2], Hayato Kashiwagi [1], Fumiko Kimura [2], Shigeru Horii [2], Iwao Kawayama[1], Toshiya Doi [1]

E-mail: Kimura.Fumiko@kuas.ac.jp

1. はじめに

高い臨界温度を有する超伝導セラミックスである $REBa_2Cu_3O_y$（RE123）の結晶系は直方晶であるので磁場による 2 軸配向が可能である．RE123 の磁場下での 2 軸配向達成条件を検討すれば，配向材料として応用に耐えうる材料が開発できる．今回，Dy123 微結晶の懸濁液に，回転速度を変化させた変調回転磁場を印加しつつ in situ X 線回折測定を行い，配向の様子を検討したので報告する．

2. 実験方法

市販の Dy123（ティーイーピ㈱社製）の微結晶をそのまま用いた．10 wt/wt %になるように微結晶を XVL-14(協立化学産業㈱製，粘度 12 Pa s)に懸濁させ懸濁液を調製した．変調磁場は 90°毎に低速 ω_{slow} 及び高速 ω_{fast} 回転する変調回転磁場（速度比 $r = \omega_{fast}/\omega_{slow} = 2$ で固定）を用いた．実際は，静磁場中で試料を変調回転させることで変調回転磁場を発生させた．コリメータと試料の間にチョッパー（180°毎に 10°のスリットを有する）を入れ，試料回転と同期させて回転させ，試料の特定の位置での回折像を得るようにした．各 ω_{fast} で 10°毎の回折像を合わせて 21 枚得た．ω_{fast} は 0.3 から 96 rpm まで変化させた．得られた回折像を 2DP ソフトウエア(リガク社製)を用いて，方位角 β に対する回折強度パターンを得た．目的とする回折ピークを igor ソフトウエアを用いて，ローレンツ関数でフィッティングし，ピーク強度及び半値幅を算出した．また同様に 2DP ソフトウエアを用いて，2θ に対する回折強度パターンを得て，回折ピークの同定を行った．

3. 結果と考察

Dy123 は直方晶でその結晶パラメータは a=3.82 Å, b=3.89 Å, c=11.69Å である．また，磁化軸と結晶軸の関係は a 軸が χ_2 軸，b 軸が χ_3 軸に c 軸が χ_1 軸である．但しここでそれぞれの磁化軸の主値の大きさを $\chi_1 > \chi_2 > \chi_3$ と定義した．

Fig. 1 の左に ω_{fast} 7.6 rpm, ω_{slow} 3.8 rpm で得られた回折像の一例を，右に ω_{fast} 21 rpm, ω_{slow} 10.5 rpm の測定で得られた回折像の一例を示した．赤い丸と青い丸で示した回折点の位置は 2θ=約 21°，方位角 β=90°及び β=270°である．ところで，(200)の回折は 2θ=21.0°，(020)は 2θ=21.1°，(006)は 2θ=21.4°付近にピークを持つ．ω_{fast} 7.6 rpm の赤丸の回折点は 2θ は=20.9°にピークトップが現れ

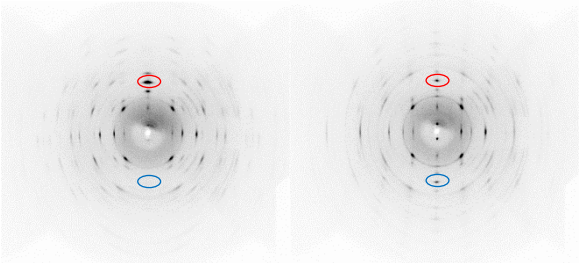

Fig. 1 Typical diffraction images obtained at fast rotational speed ω_{fast}'s of 7.6 rpm (left) and 21 rpm (right). The diffraction spots enclosed in the red: 2θ = ca. 21 ° and azimuthal angle β= 90 ° and those enclosed in blue: 2θ = ca. 21 ° and β = 270 °.

(006)に帰属できる．しかし，青丸の位置には回折点は観測できない．このことから，ω_{fast} 7.6 rpm では，χ_1 軸（磁化容易軸）の配向を示した．しかし，磁石の磁力線に平行には配向していない．これは，懸濁媒体の回転のため，鉛直線に対してやや傾いた配向となっている．ω_{fast} 9.6 rpm でも同様な結果が得られた．一方，ω_{fast} 21 rpm の場合は赤丸と青丸に回折点が存在しているので懸濁液と一緒に微結晶が回転している．ω_{fast} 10.8 rpm でも赤丸と青丸の位置に回折点が生じ，その強度を懸濁液の位置に対してプロットすると，(006)と(200)の回折点を区別できた．以上のことから，9.6 rpm < ω_{fast} <10.8 rpm の ω_{fast} で静磁場配向から変調回転配向に転移すること分かった．ω_{fast} 10.8 rpm では，(006)と(200)のピークは大きくオーバーラップしていた．それ故，完全な2軸配向が達成されていないことがわかった．$\omega_{fast} \geq 45$ rpm では(006)と(200)の回折点が90°毎に観測され2軸配向が達成されていた．以上のことから，粘度 12 Pa s の媒体では，2 軸配向には $\omega_{fast} \geq 45$ rpm の回転速度が必要である．得られた結果から，媒体の粘度が分かれば ω_{fast} をいくらに設定すればよい２次元配向体が作製できるかを見積もることができる．

謝辞　本研究の一部は，JST・研究成果最適展開プログラム(A-STEP, ステージ I)および科学研究費助成事業(17H03235)の助成によって行われたものである．