

セラミックス超伝導体に対する熱処理前高圧プレス効果

Effects of High-Pressure Pressing for Ceramic Superconductors before Heat-Treatment

青学大理工¹○下山 淳一¹, 宮本 能伸¹, 小池 亘¹, 齋藤 晶文¹, 元木 貴則¹Aoyama Gakuin Univ.¹○Jun-ichi Shimoyama¹, Yoshinobu Miyamoto¹, Wataru Koike¹, Akifumi Saito¹, Takanori Motoki¹

E-mail: shimo@phys.aoyama.ac.jp

【緒言】

我々はこれまで銅酸化物超伝導体無配向焼結体の粒間弱結合の改善に、金属組成および酸素組成の不定比性と焼結後の微細組織の制御が重要な因子となること、具体的には RE123 や Bi 系超伝導体では金属組成を整数比に近づけることが粒内、粒間の J_c 向上に特に有効であり、このために焼成後の適当な高温、酸素分圧下でのポストアニール過程の追加が必要であることを報告してきた。有効な電流経路の増大には緻密な焼結体組織の形成が理想ではあるが、緻密化を焼結プロセスに頼ると、RE123 ではクラックや粒界に絶縁層が発生しやすく、超伝導状態での粒間の結合が劣化すること、Bi 系では結晶成長によって空隙が多い組織になることがわかっている。同様に MgB_2 では、焼結時に結晶成長が進行しピン止め中心である粒界密度が低下するため磁場中の臨界電流特性が必ず劣化する。一方、これらの問題を伴うことなく焼結反応を進める方法として、原料粉末の結晶も破碎する GPa オーダーの高圧 1 軸プレスが有効であることを、Y123 焼結体、ex-situ 法 MgB_2 焼結体について報告した¹⁾。また、最近、低温エタノールを溶媒とした磁場配向法を開発し、 c 軸配向した銅酸化物超伝導体の作製が可能となり、高圧プレスと組み合わせることによって、バルク焼結体でも高い臨界電流密度が実現できることがわかってきた^{2,3)}。以上の背景のもと、本研究では熱処理前の高圧プレス成型の効果をより高め、また、汎用的に有効な手法であることを明らかにするために、様々な銅酸化物超伝導体と MgB_2 について、プレス圧力に応じた焼成条件の最適化を進め、低温物性の変化を調べている。

【実験】

対象とした銅酸化物超伝導体は、RE123, RE247, RE124, Bi2212, Bi(Pb)2223 で、固相反応法により目的相の粉末を作製した。RE 系には Ca、Bi2212 では Pb をドーピングした粉末も合成した。高圧一軸プレスは SUS316 管内に粉末を充填し、1 軸プレスした後、銅酸化物超伝導体では SUS 管内から取り出した圧粉体を焼成し、 MgB_2 については 1 軸プレスの後両端を封じ、石英管に封入後焼成した。得られた試料の微細組織は SEM、磁化特性は SQUID 磁束計により評価した。

【結果と考察】

SUS316 管を用いることにより 1 軸プレスでも最高 6 GPa の圧力でプレスができる。Fig. 1 に 3.3 GPa で 1 軸プレスし 900°C で 48 h 焼結した MgB_2 バルクの研磨面の 2 次電子像を示した。この試料の相対密度は 95 % で、20 K での J_c は 0.85 MA cm^{-2} と高い。高圧プレスの効果は、高密度化、結晶表面の擦れによる浄化と、結晶破碎による清浄表面の露出による焼結反応の促進で、ex-situ 法 MgB_2 では B の微量添加によって粒間 J_c が最高となる最適焼結温度が 700°C 台に低下することがわかった。同様に c 軸配向 Dy(Ca)123 や Bi(Pb)2223 でも最適焼結温度が 770~780°C に低下した。当日は RE247, RE124, Bi2212 の結果も含めて高圧プレス効果の起源と汎用性を議論する。

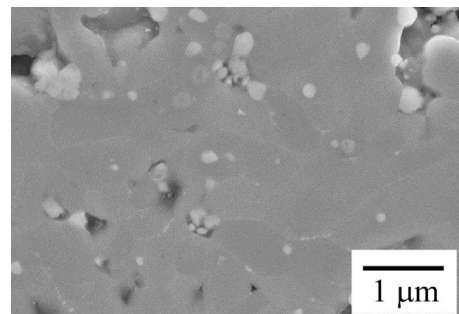


Fig. 1 Secondary electron image of ex-situ MgB_2 bulk pressed at 3.3 GPa before sintering at 900°C for 48 h.

- 1) 下山淳一ほか、第 79 回応用物理学会秋季学術講演会 19p-143-2 (2018).
- 2) 齋藤雄仁ほか、第 81 回応用物理学会秋季学術講演会 9p-Z27-2 (2020).
- 3) 岩見壮徒ほか、第 100 回低温工学・超電導学会 3C-p05 (2020).