

## 磁場下硬化過程における微結晶の配向損失

### Loss of orientation of microcrystals during the curing of medium under magnetic field

福井工業大学<sup>1</sup>, 京都大学<sup>2</sup>, 京都先端科学大学<sup>3</sup> °木村恒久<sup>1,2</sup>, 柏木勇人<sup>2</sup>, 木村史子<sup>3</sup>,  
堀井滋<sup>3</sup>, 竹田一旗<sup>2</sup>, 土井俊哉<sup>2</sup>

Fukui University of Technology<sup>1</sup>, Kyoto University<sup>2</sup>, Kyoto Univ. of Advanced Science<sup>3</sup>

°Tsunehisa Kimura,<sup>1,2</sup> Hayato Kashiwagi,<sup>2</sup> Fumiko Kimura,<sup>3</sup> Shigeru Horii,<sup>3</sup> Kazuki Takeda,<sup>2</sup> and  
Toshiya Doi<sup>2</sup>

E-mail: tkimura@fukui-ut.ac.jp

#### 1. はじめに

磁場中での微結晶懸濁体の固化過程における微結晶の配向損失について調査した。接着剤に分散した DyBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> (Dy123,  $y = 6 \sim 7$ ) 微結晶の固化過程における磁場配向損失挙動を、その場 X 線回折測定により研究した。Dy123 は常磁性であり磁場応答がはやいので、配向損失過程の研究に適している。また Dy123 微結晶の磁場配向は、その超伝導特性を材料として利用するために重要である。配向損失実験データを、硬化モデルによって説明したので、報告する<sup>(1)</sup>。

#### 2. 実験方法

Dy123 の粉末 (TEP 社製) を、ボールミルで、0, 5, 10, 20, および 30 時間粉碎し、粒径の異なる 5 種類の粉末試料を作製した。各々の試料を二成分エポキシ接着剤、アララルダイト®スタンダードに懸濁した；等量の主剤と硬化剤を混合し、粉碎した Dy123 粉末と混合液を 1:10 の重量比で混合した。得られた懸濁液をガラスキャピラリーに注入し、X 線回折用の試料とした。

キャピラリーを垂直方向に 1T の静磁場を発生する磁気ユニットの中央に水平に設置し、磁気ユニットを X 線回折装置 (R-AXIS RAPID II, リガク社製) に設置した。Dy123 の懸濁液を調製してから約 10 分後に XRD 測定を開始し、サンプルを 60 rpm で回転させ、11.6 分ごとに 600 秒間 X 線を照射した。測定は室温で行い、測定は約 24 時間行った。

2DP ソフトウェア (リガク社製) を用いて、取得した回折像の方位角  $\beta$  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 Pro ソフトウェア (WaveMetrics 社製) 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。

#### 3. 結果と考察

得られた X 線回折像は、回転磁場配向に特徴的な回折像であった。Dy123 は直方晶でその結晶パラメータは  $a=3.82 \text{ \AA}$ ,  $b=3.89 \text{ \AA}$ ,  $c=11.69 \text{ \AA}$  で、磁化軸と結晶軸の関係は  $a$  軸が  $\chi_2$  軸、 $b$  軸が  $\chi_3$  軸に  $c$  軸が  $\chi_1$  軸である (ここで、 $\chi_1 > \chi_2 > \chi_3$  とした)。子午線方向の  $2\theta \sim 21.0^\circ$  に観測される回折点は、磁化中間軸である (200) の回折 ( $2\theta=21.0^\circ$ ) 及び、磁化容易軸 (006) の回折 ( $2\theta=21.4^\circ$ ) の 2 つの回折点の一つの回折点として観測された。Fig. 1 には (006) と (200) が重なった回折点の半値幅の経時変化を示

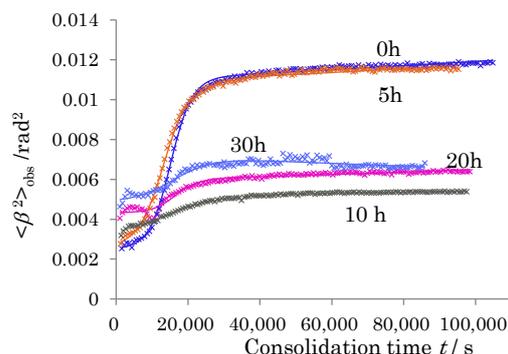


Fig. 1 The square of the XRD FWHM  $\langle \beta^2 \rangle_{\text{obs}}$  of five samples distinguished by the ball-milling time (0 h, 5 h, 10 h, 20 h, and 30 h) is plotted as a function of the consolidation time  $t$ . Symbols (x) are experimental data and solid curves are the results of fitting.

す。媒体の硬化と共に半値幅が増加した。媒体の硬化による局所的なせん断ひずみ  $\gamma$  を、シグモイド関数と仮定すると、観測される半値幅の経時変化は次式で表される。

$$\langle \beta^2 \rangle_{\text{obs}} \equiv 1/2(\langle \theta^2 \rangle_{\text{mag}} + \langle \psi^2 \rangle_{\text{mag}}) = \langle \beta^2 \rangle_0 G(t).$$

ここで、

$$G(t) = \exp \left[ K \left( 1 + e^{\frac{t+t_0}{\tau_\eta}} \right) \left( 1 + e^{\frac{t+t_0}{\tau_s}} \right)^{-2} e^{\frac{t+t_0}{\tau_s}} \right],$$

$K = 8\pi a^3 \eta_0 \gamma_\infty / k_B T \tau_s = \gamma_\infty / D_{\text{rot}} \tau_s$ ,  $t$  は時間、 $\langle \beta^2 \rangle_0$  は硬化前の観測される半値幅、 $\eta$  は媒体の粘度、 $\gamma$  は局所せん断ひずみ、 $\dot{\gamma}$  はその時間変化率である。 $\gamma$  は  $t$  の増加と共に増加する関数であり、0 から始まり、 $\gamma_\infty$  になる。 $\eta_0$  は懸濁媒体の初期粘度、 $\tau_\eta$  は粘度増加の時定数、 $\tau_s$  は媒体収縮の時定数、 $t_0$  はアジャスタブルパラメーターである。また、ここでは、粒子が半径  $a$  の球形と仮定している。Fig. 1 の実線は、定式の  $\langle \beta^2 \rangle_{\text{obs}}$  のフィッティング結果を示している。実験結果と良く一致していることが分かる。発表では、配向損失を最少にする方法について検討する。

#### 文献

(1) T. Kimura et al., *CrystEngComm*, 2020, 22, 5606.