in situ X 線回折測定による変調回転磁場下の DyBa₂Cu₃O₇高温超伝導体微結晶の2軸磁場配向挙動の検討Ⅱ

Study on biaxial alignment of a high-temperature superconductor DyBa₂Cu₃O₇ using in

situ X-ray diffraction measurements under modulated rotating magnetic fields II

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 Science², Hayato Kashiwagi¹, Fumiko Kimura²,

Shigeru Horii², Iwao Kawayama¹, Toshiya Doi¹

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 REBa₂Cu₃O_y(RE123, $y = 6 \sim 7$, 略 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 できると考えられる. 我々は, 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 て in situ X 線回折測定を行っている. 今回, 配向の 様子を更に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.約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.それをキャピラリーに封入し, 1Tの鉛直磁場に垂直にセットし、変調回転させた (Fig. 1(a)). 静磁場下でサンプルを変調回転させる ことにより、変調回転磁場を発生させた。90°毎に 低速*a*slow 及び高速*a*fast 回転する変調回転磁場(速度 比 $r = \omega_{\text{fast}}/\omega_{\text{slow}} = 2$ で固定)を用い、 ω_{fast} は 1.8 から 96 rpm まで変化させた. X 線回折実験では、コリ メータと試料の間にシャッター(180°毎に10°のス リットを有する円板)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た (Fig. 1(a)). 即ち, 10°毎の回折像を合計 25 枚取得 した. 2DP ソフトウエア(リガク社製)を用いて得ら れた回折像の 2*θ*=約 21.0°の強度変化を方位角βに 対して得た.子午線方向(方位角β=90, 270°)の回 折ピークを Igor Pro ソフトウエア (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

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,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 (χ_1 軸が磁化容易軸, χ_3 軸が 磁化困難軸に対応).

 2θ =約 21.0°付近の回折点は、(200)は 2θ =21.0°, (020)は 2θ =21.1°, または、(006)は 2θ =21.4°に帰 属できる. $\omega_{\text{fast}} = 1.8 \sim 9.6$ rpm では、方位角 β =90°の 所に、 $\{006\}$ に帰属出来る回折点即ち磁化容易軸が 観測され、回折像も静磁場配向に近い回折像となっ



Fig. 1(a) Schematic diagram of the experimental equipment. A glass capillary (C) containing a microcrystalline suspension rotates in a frequency modulated manner by using a stepping motor (SM1) under a static magnetic field of 1 T (B). The x and y axes coincide with the directions of the X-ray from a collimator (X) and the static magnetic field (B), respectively. The shutter (S) that has two slits (SL1 and SL2). The shutter is rotated synchronously with the capillary using a stepping motor (SM2). (From *CrystEngComm*, 2016, **18**, 2404–2407.) (**b**) A diagram of the observed angular difference between the diffraction points of the $\chi_1\{006\}$ and $\chi_2\{200\}$ axes against ω_{fast} .

た.この領域では、媒体はキャピラリーの回転に合 わせて,回転しているが,微結晶は磁力線方向にあ る角度を持って静磁場配向していることが分かっ た. ここでは示さないが, 9.6 rpm < *o*_{fast} <10.8 rpm の wfast 領域で静磁場配向から回転磁場配向に変化 し,微結晶が懸濁液と一緒に回転し始めたことが分 かった. ところで, *w*_{fast} が 9.6 rpm 以下では{006} の回折点しか観測されなかったが、 $\omega_{\text{fast}} = 10.8 \text{ rpm}$ 以上では、 {006}の回折点に加え {200}の回折点が 現れた.そこで、 $\omega_{\text{fast}} \ge 10.8 \text{ rpm}$ の領域で、 $\{006\}$ と{200}の回折点のピークトップが生じる間隔(角 度) を *w*_{fast} に対してプロットした (Fig. 1(b)). 完全 な2軸配向が達成されている場合は,90°毎に,{006} と{200}の回折点が交互に観測される. Fig. 1(b) より, ω_{fast} が69 rpm と96 rpm で2軸配向が達成され ている事が示された.

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.