

TFA-MOD 法による $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ 膜中の BaHfO_3 粒状ピン止め点の微細化

Minimization of BaHfO_3 flux pinning centers in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ films by TFA-MOD method

九大工¹, 超電導研²・寺西 亮¹, 堀田宏志¹, 山田和広¹, 金子賢治¹, 吉積正晃², 和泉輝郎²

Kyushu Univ.¹, SRL-ISTEC², °Ryo Teranishi¹, Hiroshi Horita¹, Kazuhiro Yamada¹,

Kenji Kaneko¹, Masateru Yoshizumi², Teruo Izumi²

E-mail: teranishi@zaiko.kyushu-u.ac.jp

1.はじめに

原料に三フッ化酢酸塩(TFA)を用いた溶液塗布熱分解(MOD)法による Y 系薄膜線材の開発が進められている。磁場中での J_c 特性を向上させるために薄膜中に BaZrO_3 等の磁束ピン止め点が導入されており[1]、これまで、仮焼と本焼の間に中間熱処理を施すことによってピン止め点が微細化し、 J_c が向上することが報告されている[2]。一方で、中間熱処理条件がピン止め点の粒径に与える影響について十分な知見は得られていない。本研究では、中間熱処理の保持時間がピン止め点の粒径に与える影響を調査し、ピン止め点の微細化及び高 J_c 化を検討した。

2.実験方法

金属モル比 Y : Ba : Cu = 1 : 1.5 : 3 で混合した三フッ化酢酸 (TFA) 塩溶液に Hf 塩 (高純度化学製コート材) を 1 mol% 添加した出発溶液を、 $\text{CeO}_2/\text{MgO}/\text{Hastelloy}$ 基板にスピコートし、水蒸気を含んだ酸素中にて最高温度 430°C で仮焼した。得られた試料は、水蒸気を含んだ低酸素雰囲気下にて Fig.1 に示す 3 つの条件で中間熱処理及び 780°C で 150 min の本焼を施し、膜厚約 $0.6\ \mu\text{m}$ の $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (YBCO) 膜を得た。試料は 4 端子法によって 77K での通電特性を評価し、透過型電子顕微鏡 (TEM) 及びエネルギー分散型 X 線分光 (EDS) 法によって微細組織を観察した。

3.結果と考察

薄膜の断面 TEM-EDS 観察により、いずれの膜中にも粒状の BaHfO_3 (BHO) が生成していることが確認された。また、各薄膜中の BHO の粒度分布を調べた結果、Fig.2 のように中間熱処理の導入によって 20 nm 以下の BHO 粒の割合が増加し、特に 550°C で保持時間 0 min の条件では微細粒が顕著に増加した。これまでの知見[3]から、中間熱処理工程にて YBCO の前駆体の BaF_2 が分解し Hf と反応して BHO が生成すると考えられていることから、 550°C に昇温後すぐに温度を下げることで BHO の粒成長が抑制されたと推察される。各試料の磁場中 (@5T, B//c) での J_c は、中間熱処理なし、 550°C -180 min、 550°C -0 min 試料でそれぞれ 1.3×10^4 、 2.4×10^4 、 $3.0 \times 10^4\ \text{A}/\text{cm}^2$ であった。転移温度はいずれも 91 K 程度であることから、 J_c の値は膜中の BHO の粒径に依存していると考えられ、微細化による J_c の向上が認められた。

[1] J.Gutierrez, et al.: *Nat.Mater.* 6 (2007) 367

[2] K.Kimura, et al, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* (2013) 6601704

[3] K.Otaguro, et al, *J. Cryo and Supercond. Soc. Jpn*, 49, 3 (2014) 145-149

謝辞：本研究は高温超電導コイル基盤技術開発プロジェクトの一環として経済産業省の委託により実施したものである。また、磁場中 J_c は東北大金属材料研究所強磁場センターにて測定した。

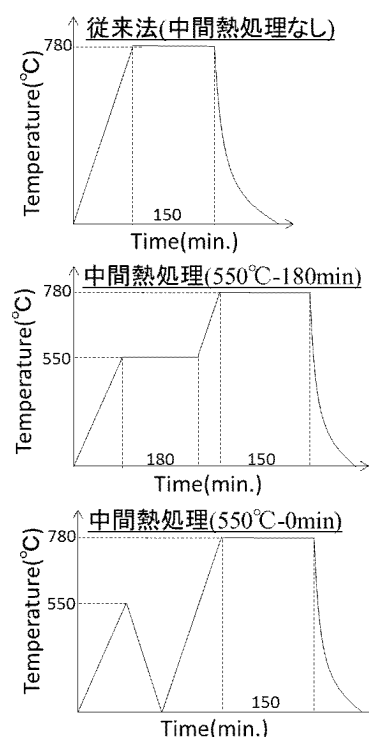


Fig.1 Crystallization patterns.

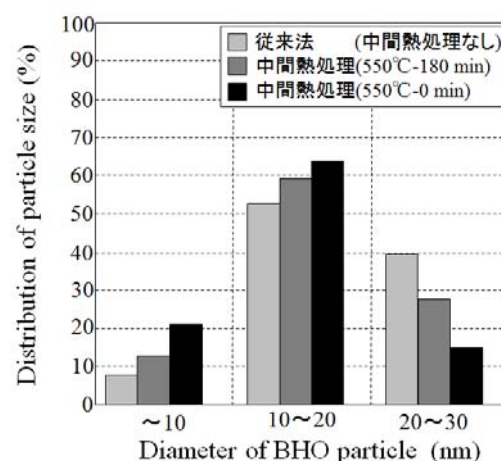


Fig.2 Particle size distribution on crystallization pattern.