

## 16aC8

Ag添加自己fluxからのYBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>結晶成長のその場観察Crystal growth of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> from self-flux with Ag-addition :  
High temperature in-situ optical microscopic observations

静岡大学電子工学研究所 新村光世、D.K.Aswal、小山忠信、早川泰弘、熊川征司

Res. Inst. Elec., Shizuoka Univ. M. Shinmura, D.K. Aswal, T. Koyama, Y. Hayakawa and M. Kumagawa

The crystal growth of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> from self-flux without or with Ag addition have been observed in-situ using high temperature optical microscopy. The results show that Ag addition dose not alter significantly the growth mechanism, morphology or growth rate.

【はじめに】Ag添加YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub>(Y123)は、機械的・物性的特性が向上するという報告が多くなされている。そこで、本研究ではAg添加自己fluxと無添加自己fluxからY123を結晶成長させ、成長の様子をその場観察する事により結晶成長過程の相違を比較した。また、大型電気炉を用いて単結晶成長を行い、高温顕微鏡での実験結果との比較、及び特性の評価を行った。

【実験方法】実験用試料は、まずあらかじめ焼成したY123粉末と7BaO-18CuO粉末をmol比が1:1となるように秤量・混合して作製した。次に、Ag添加試料にのみY123の10wt.%のAgNO<sub>3</sub>を添加し混合した。高温顕微鏡実験では、この試料を約3mm角のMgO薄片にのせ、1050℃まで昇温して半熔融状態にした後、970℃まで温度降下させた。その後温度を一定に保った状態で結晶成長を行い、成長の様子をその場観察した。また、単結晶成長実験では試料の入った坩堝が10.7℃の温度勾配を持つように炉内に配置し、970~960℃の範囲において0.1℃/hで徐冷成長を行った。

【結果】(1)高温顕微鏡実験：図1にAg添加fluxから成長したY123結晶の時間に伴う結晶サイズの変化の一例を示す。結晶は始め急激に成長した後、徐々に成長速度が減少しそのサイズはほぼ一定となった。これは、試料が有限であるため、Y211がY123の成長と共に費やされたことにより、Yの供給が乏しくなったためと考えられる。また、結晶が成長するにつれxとyのサイズ差が拡大した。この原因として、試料が有限であることに加え、複数の結晶が成長することによる成長への影響などが考えられる。以上のような結晶成長の様子は添加・無添加どちらの場合も非常に類似した結果が得られた。そこで、Ag添加・無添加fluxからそれぞれ成長したY123結晶の成長初期段階における成長速度を比較した。図2は初期段階でのxとyの成長速度の関係を表している。この図から、添加・無添加どちらの場合もxとyの成長速度がほとんど同じであることが分かった。

(2)単結晶成長実験：坩堝に温度勾配を持たせることで、低温領域に選択的に結晶が成長した。Ag添加・無添加fluxからそれぞれ成長させた結晶は様々な形状をしており、これは複数の結晶が成長することによる成長への影響等が原因と考えられる。また、成長した結晶の特性を比較した結果、Ag添加により磁化率特性が向上する結果が得られた。

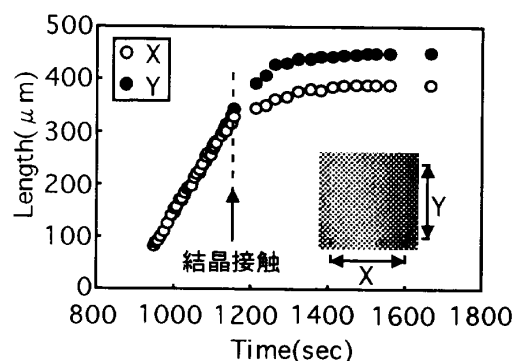


図1 Ag添加fluxから成長したY123結晶の時間に伴う結晶サイズの変化

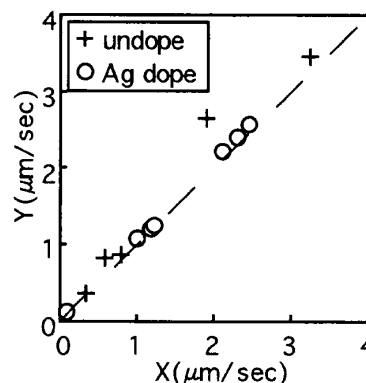


図2 成長初期段階でのxとyの成長速度の関係