課題番号 02201 / 補助事業番号 JPMXP0621467974

２０２２年度　各務記念材料技術研究所共同研究報告書

研究課題名	透過電子顕微鏡法による機能性ナノ構造材料の極微構造解析
重点課題	III-B
新規・継続	継続
研究代表者	イシマル　マナブ
氏名	石丸　学
所属機関・部局・職名	九州工業大学大学院・工学研究院・物質工学研究系・教授

研究目的

超伝導体は臨界温度以下でゼロ抵抗状態になるため、ケーブルに使用すると送電ロスとして失われる電力を大幅に低減することが出来る。$REBa_2Cu_3O_7$ (REBCO : Re は希土類元素)薄膜を用いた高温超伝導線材の臨界電流密度の磁場角依存性を改善するため、超伝導体に侵入した量子化磁束の動きを固定するピンニングセンターの導入が盛んに行われている。

ペロブスカイト型構造を有する $BaMO_3$ (M=Sn, Zr, Hf, etc.)は薄膜堆積時に自発的に REBCO 中にナノロッドを形成し、REBCO の c 軸に平行な磁場に対する臨界電流密度を向上することが確認されている。ダブルペロブスカイト型構造($AB'B''O_6$、$A'A''BO_6$)を有するナノロッドは BMO_3 よりも組成の自由度が大きいため、新規人工ピンとして注目されている。加えて、A サイトあるいは B サイトに希土類元素を導入する際に余った希土類元素がマトリックス中に分散し、ナノロッドと析出物から成るハイブリッドピンニングセンターを形成する可能性がある。本研究では、ダブルペロブスカイト型ナノロッドを導入した YBCO 薄膜の構造を、透過電子顕微鏡法および走査型透過電子顕微鏡法により調べ、機能発現メカニズムを解明することを目的とする。

実験内容と研究成果

パルスレーザー堆積法により $SrTiO_3$ (STO) (001)単結晶基板に $Ba_2(Yb,Nb)O_6$ (BYNO)を添加した $YBa_2Cu_3O_{7-y}$ (YBCO)薄膜を作製した。得られた試料を機械研磨およびイオンミリング法、あるいは集束イオンビーム法により断面試料に加工し、透過電子顕微鏡により観察した。試料の観察には九州工業大学工学部に設置している電界放射型電子顕微鏡 JEOL JEM-3000F および九州大学超顕微解析センターの球面収差補正電子位顕微鏡 JEOL ARM-200CF を用いた。

図 1(b)は、YBCO+BYNO 薄膜の断面環状明視野(ABF)像と元素マッピングである。比較のため、昨年度報告した $Ba_2(Lu,Nb)O_6$ (BLNO)を添加した YBCO の結果も図 1(a)に示している。電子線は YBCO の[100]方向から入射している。いずれの史料においても ABF 像では、異なる格子定数を有する結晶が重なった時に出来るモアレ縞が観察され、ナノロッドが導入されていることがわかる。BLNO ナノロッドの領域では顕著な Nb が検出されている。Lu も同様にナノロッド領域で濃度が高くなっているのに対し、Yb では顕著な偏析は確認されなかった。すなわち、Yb はノロッドだけでなく、YBCO マトリックスにも存在する。この傾向は、第一原理計算によっても確認されれた[1]。ナノロッドに加えて、Y_2O_3 と考えられるナノ粒子の形成および積層欠陥の導入も確認され、ハイブリッドピンニング構造が自発的に形成していることが明らかとなった。

[1] T. Horide, Y. Yoshida, R. Kita, M. Gondo, M. Ishimaru, and K. Matsumoto, ACS Appl. Electron. Mater. 4, 3018-3026 (2022).

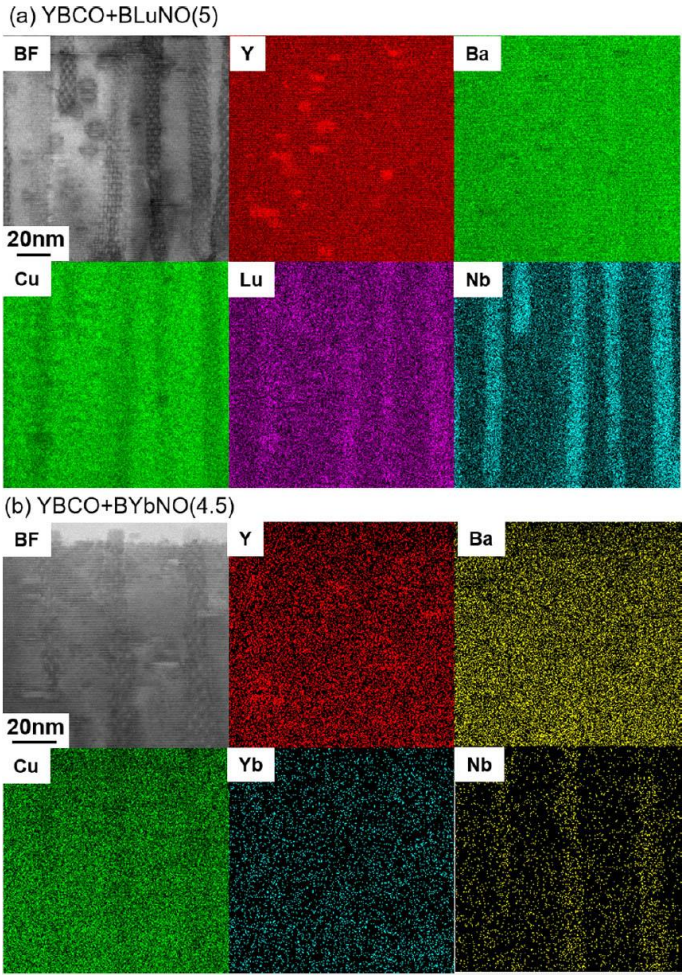

Fig. 1. (a)BLNO および(b)BYNO 人工ピンを導入した YBCO 薄膜の高角度環状暗視野像と元素マッピング。

研究成果の公表状況（論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財）

[1] Self-organized nanocomposite structure controlled by elemental site occupancy for improving vortex pinning in $YBa_2Cu_3O_7$ superconducting films, T. Horide, Y. Yoshida, R. Kita, M. Gondo, M. Ishimaru, and K. Matsumoto, *ACS Applied Electronic Materials 4, 3018-3026 (2022).*

[2] 透過電子顕微鏡法による Ba_2GdNbO_6 または Ba_2ErNbO_6 ドープ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 薄膜の構造解析（口頭）、黒木優成、石丸　学、堀出朋哉、松本　要、日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会九州支部令和 4 年度合同学術講演会、オンライン開催(2022. 6. 4)

[3] 透過電子顕微鏡法による Ba_2YbNbO_6 ドープ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 薄膜の構造解析（口頭）、黒木優成、石丸　学、堀出朋哉、松本　要、喜多隆介、応用物理学会第 83 回秋季学術講演会、オンライン開催(2022. 9. 20-23)

[4] ダブルペロブスカイト型 Ba_2YbNbO_6 を添加した $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 薄膜の構造解析（ポスター）、黒木優成、石丸　学、堀出朋哉、松本　要、喜多隆介、日本金属学会 2022 年秋期講演大会、福岡工業大学(2022. 9. 20-23)【優秀ポスター賞受賞】

[5] Structural analysis of Ba_2YbNbO_6-doped $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconducting thin films（ポスター）、黒木優成、石丸　学、堀出朋哉、松本　要、喜多隆介、日本顕微鏡学会学際的顕微研究領域若手研究部会 2022 年度若手シンポジウム、京都大学宇治キャンパス(2022. 10. 11-12)

[6] Structural analysis of Ba_2YbNbO_6-doped $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconducting thin films (Oral), M. Kuroki, M. Ishimaru, T. Horide, K. Matsumoto, and R. Kita, 5th International Conference on Materials and Metallurgical Engineering and Technology, Indonesia (Online) (October 29-30, 2022).