

微細混合粉末を原料とした Co ドープ Ba122 多結晶バルクの作製

Synthesis of Co doped Ba122 polycrystalline bulks prepared from milled powder

東大院工¹, JST さきがけ² ◦林 雄二郎¹, 山本 明保^{1,2}, 荻野 拓¹, 下山 淳一¹, 岸尾 光二¹

Univ. of Tokyo¹, JST-PRESTO², ◦Yujiro Hayashi¹, Akiyasu Yamamoto^{1,2}, Hiraku Ogino¹,

Jun-ichi Shimoyama¹, Kohji Kishio¹

E-mail: 6016500232@mail.ecc.u-tokyo.ac.jp

【緒言】2008年に発見された鉄ニクタイト系超伝導体^[1]は、高い T_c と H_{c2} を持つことから強磁界磁石等への応用が期待される。一方、現在までに報告されている多結晶試料はいずれも不純物相を含み、かつ結晶粒界面の構造欠陥によって J_c が抑制されていることが報告されている^[2]。したがって、高純度多結晶試料を用いて本質的な粒界弱結合の挙動を明らかにし、 J_c の改善指針を得ることが鉄ニクタイト系多結晶材料開発の課題である。我々は熱処理プロセスの検討による高純度 Ba(Fe,Co)₂As₂ 多結晶体の作製、及び徐冷過程の導入によるクラック発生の抑制について報告してきた^[3]。本研究では、原料粉末の微細化による反応プロセスの制御、及びさらなる高純度化を目的とした。遊星型ボールミルを用いて原料粉末の粉碎プロセスを系統的に変化させて作製した試料について、微細組織、磁化特性と電流輸送特性の評価を行った。

【実験】Ba, FeAs, CoAs を原料に用い、仕込組成 Ba(Fe_{0.92}Co_{0.08})₂As₂ の多結晶バルク試料を合成した。まず、Ar 雰囲気グローブボックス中で目的組成となるように秤量した原料粉末を、メノウ乳鉢または遊星型ボールミルを用いて粉碎、混合した。メノウ乳鉢を用いて粉碎した試料は Nb 管に充填後、石英管内に真空封入し、900°C で 48 h 焼成した。この焼成後の粉末試料を粉碎、ペレット成型後、石英管に真空封入し 900°C で 24 h 再焼成を行った。ボールミルを用いて粉碎を行った試料は、ペレット成型後、石英管に真空封入し 900°C で 24 h で焼成した。得られた試料は粉末 X 線回折(XRD)により構成相と格子定数を、SQUID 磁束計を用いて磁化特性を、交流四端子法により電気抵抗率と H_{c2} , H_{irr} を評価した。また FE-SEM により試料断面の微細組織を観察し、EDX により化学組成分析を行った。

【結果と考察】粉碎混合後の原料粉末の粒径は、メノウ乳鉢による粉碎では 100~200 μm 程度であったのに対し、ボールミルを用いて粉碎することで 10~20 μm 程度まで微細化された。粉碎方法の異なる二種類の原料粉末を用いて作製した多結晶バルク試料の反射電子像を Fig.1 に示す。ボールミル粉碎原料を用いた試料では、一回の熱処理で Ba(Fe_{0.92}Co_{0.08})₂As₂ が主相として得られ、不純物量もメノウ乳鉢粉碎原料を用いて二回焼成した試料より減少した。また、メノウ乳鉢粉碎原料を用いた試料では結晶粒間の結合を遮断するような細長い空隙が多くみられたのに対し、ボールミル粉碎原料を用いた試料では微細な結晶粒が密接に結合した組織が観察された。磁化の温度依存性より、いずれの試料も 25 K 以上の高い超伝導転移温度を示したが、ボールミル粉碎原料を用いた試料においてよりシャープな転移がみられた。また、ゼロ磁界下における電気抵抗率の温度依存性では、ボールミル粉碎原料を用いた試料でゼロ抵抗温度が向上した。これらは微細原料を用いることで結晶粒間の結合性が改善したことに由来すると考えられ、ボールミル粉碎が反応促進と組織の均質性向上に有効なことを示唆する。

【参考文献】[1] Y. Kamihara *et al.* JACS **130** (2008) 3296. [2] A. Yamamoto *et al.*, *SuST* **21** (2008) 095008. [3] 林雄二郎ほか, 2012 年秋季第 73 回応用物理学会, 11p-A1-17.

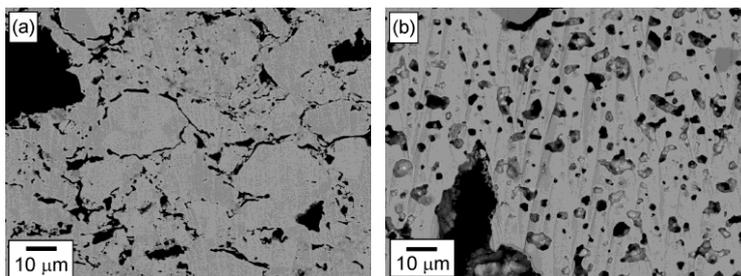


Fig. 1. Backscattered electron images for the samples prepared from the coarse powder (a) and from the fine powder by ball milling (b).