# 電気化学析出法による FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub>の合成

Preparation of  $FeSe_{1-x}Te_x$  by electrochemical deposition method

<sup>○</sup>渡辺 宜朗 <sup>1</sup>、增井 孝彦 <sup>2</sup> 、長船 貴大 <sup>1</sup>、笠井 勇佑 <sup>1</sup>

(1. 関東学院大理工、2. 近大理工)

<sup>°</sup>Nobuaki Watanabe<sup>1</sup>、 Takahiko Masui<sup>2</sup>、 Takahiro Osafune<sup>1</sup>、 Kasai Yusuke<sup>1</sup>

(1. Kanto Gakuin Univ., 2. Kindai Univ.)

E-mail: nabe@kanto-gakuin.ac.jp

#### 1. はじめに

鉄カルコゲナイド超伝導体 FeSe は、鉄系超伝導体の中で最も単純な結晶構造をとる。Seを Te で置換した FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub>系は超伝導転移温度  $T_c$  が 8 K (x=0) から約 15 K (x=0.7) まで上昇する。しかし、 $0.1 \le x \le 0.4$  の範囲では熱力学的準安定相であるので相分離を起こし、バルク試料の合成が困難である。一般に電析合金は気相成長法と同様に非平衡相あるいは高温相を示す場合が多い。従って、バルクでは合成困難な熱力学的不安定相や準安定相の合成が期待されており、これまでに FeSe の電析について報告されている (1)、(2)。本研究では、電析法により FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub>の作製を試み、電析条件が膜組成や結晶構造に与える影響を調べた。

### 2. 実験方法

電析浴は、金属塩として  $0.004\,\mathrm{mol/L\,FeSO_4}$ ・ $7\mathrm{H_2O}$ 、 $0.01\,\mathrm{mol/L\,SeO_2}$ 、0- $0.01\,\mathrm{mol/L\,TeO_2}$ 、 錯化剤として sodium gluconate を用い、浴温を  $70\,^{\circ}\mathrm{C}$ 、 $\mathrm{pH}$  を  $4.0\,\mathrm{C}$  調製した。電析および電気化学測定は、 $3\,\mathrm{電極法により行った}$ 。作用極に  $\mathrm{Cu}$  板  $(20\,\mathrm{mm}\times5\,\mathrm{mm})$  あるいは  $\mathrm{Pt}(1.6\,\mathrm{mm}\,\phi)$ 、対極、参照極に各々 $\mathrm{Pt}$  板  $(50\,\mathrm{mm}\,\times20\,\mathrm{mm})$ 、 $\mathrm{Ag}$  /  $\mathrm{AgCl}$  を用いた。

## 3. 結果·考察

図 1 に  $FeSe_{1-x}Te_x$ の SEM 像及び断面の EDS 組成分析結果を示す。電析開始直後の  $1\mu$  m 程の層は、ほぼ 100 at%の Se であり、その後は一定組成の合金層が形成された。錯化剤を加えることにより電析浴の劣化が抑えられ、最大  $40\mu$  m の厚膜合成が可能となった。

図 2 に  $FeSe_{1-x}Te_x$ の低温域の磁気モーメントの測定結果を示す。(a) は x=0.05、(b) は x=0.40 である。温度の低下に伴い磁気モーメントは増加するが、各々15K、25K 近傍に超伝導転移と思われる磁気モーメントの抑制が観られた。磁

気モーメントの増加は Fe 起源によるものと考えられるが、XRD 測定では金属 Fe は検出されなかった。おそらく、結晶中に含まれる余剰 Fe、あるいは不純物相としての非晶質 Fe によるものと考えられる。

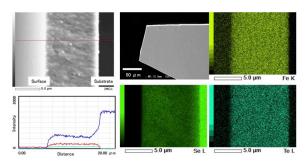


図 1 FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub>電析膜の SEM と断面 EDS

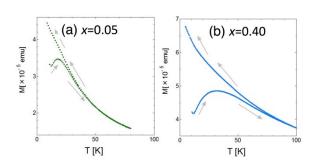


図 2 FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub>電析膜の磁気モーメント

### 文献

- (1) Demura et al. , J. Phys. Soc. Jpn. 85, 015001(2016).
- (2) 渡辺宣朗、増井孝彦、小池翔磨、本村美乃理、住吉理愛、日本物理学会 2015 年秋季大会、19aPS-45、2015.9.16-19、関西大
- (3) N. WATANABE、 T. MASUI、 R. SUMIYOSHI、 S. KOIKE、 M. MOTOMURA、 K. YOSHIDA、 I SHIMOJI、日本化学会第 96 春季年会、 2PA-154、2016.3.24-27、同志社大学