

高特性 BaFe₂As₂ 多結晶超伝導材料の合成に向けた TG-DSC による熱分析

Investigation of thermal behavior and phase formation by TG-DSC analysis

for the synthesis of BaFe₂As₂ polycrystalline superconductors

東京農工大学, JST-CREST ○(D1)徳田 進之介, 山本 明保

Tokyo Univ. of Agriculture and Technology, JST-CREST ○Shinnosuke Tokuta, Akiyasu Yamamoto

E-mail: s195941r@st.go.tuat.ac.jp

鉄系超伝導体[1,2]の一種である 122 系化合物は、 T_c と H_{c2} が高く、強力磁石等への応用に期待されている。我々は Ba122 の多結晶バルク磁石応用を目指しており、これまでに、ボールミルを用いた高エネルギー混合によって、Co ドープ Ba122 多結晶バルクの J_c が大きく向上することを明らかにした[3]。本研究では、Ba122 および Ba122 に含まれる不純物の生成温度や融点等を明らかにし、より高特性な試料を合成するための知見を得ることを目的として、Ba-Fe-As (Ba-Fe-Co-As) 粉末に対して熱重量-示差走査熱量測定 (TG-DSC) を行った。試料の詳細を Table 1 に示す。ボールミル条件の制御により、原料金属の混合粉末 (No. 1, 3) とメカニカルアロイング Ba122 粉末 (No. 4) を作製した。メカニカルアロイング粉末を加圧成型し、石英管に真空封入した後、600°C で 48 h 熱処理することで Ba122 多結晶試料 (No. 2, 5) を作製した。TG-DSC は、Ar 雰囲気下で、40°C から 1300°C まで +20°C/min の速度で昇温しながら行った (STA 449 F3 Jupiter, NETZSCH)。TG-DSC の結果を Figure 1 に示す。No. 1 のみ、600°C 付近で TG が約 1% 減少した。これは、As または Ba の気化によると考えられる。Ba122 の融点が >1170°C という報告[4]から、全ての試料の DSC でみられた ~1300°C の吸熱ピークは、Ba122 の融解に対応していると考えられる。また、No. 1, 3 の圧粉体を DSC ピーク前後の温度まで昇温・クエンチして作製した試料に対する、XRD, SEM, EDS による分析結果から、~350°C の発熱ピークは FeAs の生成、~630°C の発熱ピークは Ba122 の生成、920-950°C の吸熱ピークは Fe₂As の融解、~1010°C の吸熱ピークは FeAs の融解に対応していることが示唆された。多結晶バルク試料において高い J_c を得るためには、焼成時の結晶性の向上・焼結の促進と、粒成長の抑制のバランスが重要だが、No. 4 における Ba122 および不純物生成ピークの消失から、< 600°C の低温焼成による高純度 Ba122 多結晶試料の合成が、メカニカルアロイング粉末の焼結によって可能になることが示された。

Table I Sample list

No. 1	Metal mixture Ba:Fe:As = 1:2:2
No. 2	Polycrystalline powder BaFe ₂ As ₂
No. 3	Metal mixture Ba:Fe:Co:As = 1:1.84:0.16:2
No. 4	Mechanically alloyed powder BaFe _{1.84} Co _{0.16} As ₂
No. 5	Polycrystalline powder BaFe _{1.84} Co _{0.16} As ₂

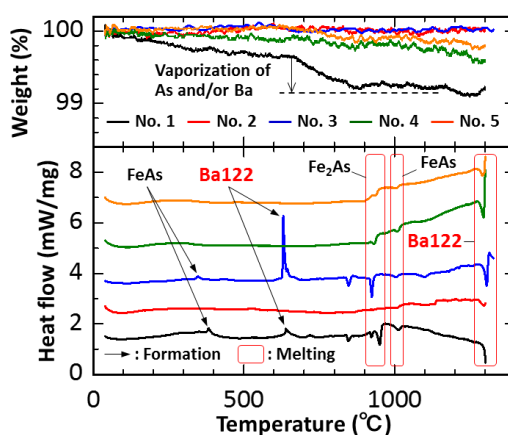


Figure 1 Thermogravimetry (TG, upper panel) and differential scanning calorimetry (DSC, lower panel). The offsets of DSC are corrected.

[1] Y. Kamihara *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.* **130** (11), 3296-3297 (2008)

[2] H. Hosono *et al.*, *Mater. Today*, **21**, 278-302 (2018)

[3] S. Tokuta and A. Yamamoto, *The 65th JSAP Spring Meeting*, 19p-B403-9 (2018)

[4] R. Morinaga *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **48**, 013004 (2009)