

液相法による酸化物高温超伝導体薄膜の作製および二ホウ化物超伝導体 MgB_2 系の 実用化に関する研究

研究代表者 工学部 森 克徳

1. 背景・目的

二硼化マグネシウム MgB_2 は、金属系の化合物としては非常に高い超伝導転移温度 $T_c=39K$ を有することが発見されて以来、基礎、応用にわたって多くの研究がなされている。 MgB_2 は、これまでの金属化合物超伝導体ほどには上部臨界磁場 H_{c2} が高くはないが、 T_c ははるかに高いので、従来の金属系超伝導材料では不可能な、20K 近傍のより高い温度での使用が可能になると期待されている。

高特性を有する薄膜の作製はデバイス応用、基礎特性の評価に重要である。 MgB_2 薄膜作製には電子ビーム蒸着法、スパッタリング法、レーザーアブレーション法等様々な方法が試みられてきた。本研究では、簡易型高周波スパッタリング装置を用いて複合スパッタリング法による MgB_2 薄膜作製のプロセスとその超伝導特性を調べ良質な MgB_2 薄膜作製を目的とする。

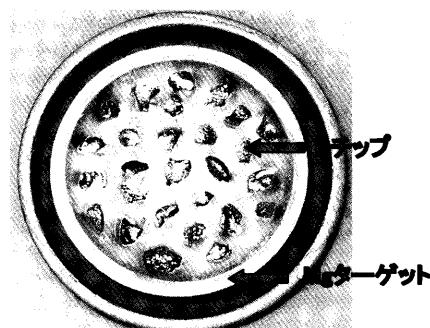
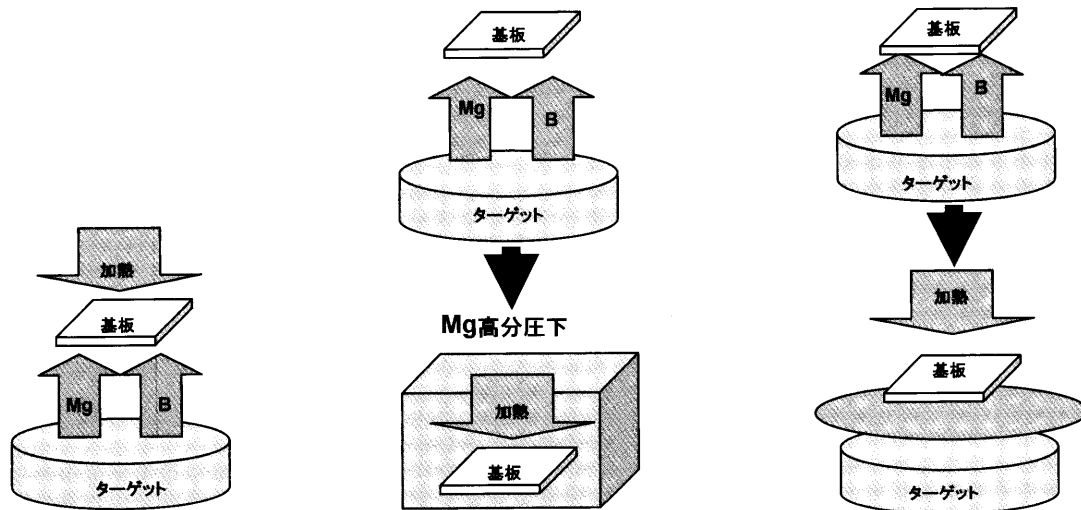


図1 複合ターゲット

2. 研究成果

直径 5 cm のマグネシウム(Mg)ターゲット上に硼素(B)チップを置いた複合ターゲットとしてスパッタリングを行った。図1に複合ターゲットを示す。



1. As-grown 法

- ・低温プロセス (300°C)
- ・高真空が必要 (10⁻⁸Torr 以下)

2. Ex-situ 法

- ・高温プロセス (900°C)
- ・複雑な工程

3. In-situ 法

- ・低温プロセス

図2 成膜プロセス

チップ個数の総面積と Mg の出ている面積の比により Mg と B の組成比を決める目安とした。3通りの成膜プロセスを図2に示す。ここでは、3番目の In-situ 法低温プロセス (350°C がこの装置の最高アニール温度) を使った。成膜の際には、スパッタ室を 9×10^6 Torr まで排気し、 9×10^3 Torr の Ar ガス圧において、不純物除去のためのプリスパッタリングを電力 200W で 30 分間行った。その後 2 時間のスパッタリングにより薄膜をガラス基板に堆積させ、スパッタリング直後に同一ベルジャー内にて、Ar ガス中または真空中において 350°C で 2 時間のアニールを行った。

図3に薄膜の電気抵抗-温度特性の変化を示す。図より、アニール前の薄膜では、超伝導は出現しない。これは MgB_2 の相生成にはいたっていないものと思われる。Ar ガス中でアニール後の薄膜では、 MgB_2 の相生成ができ電気抵抗がゼロの超伝導が出現した。 T_c の値は 5.2K と低かった。次に、真空中でアニール後の薄膜では、 T_c は 9.1K と 1.7 倍に上昇した。Ar ガス中アニールの試料では、超伝導は出現したが真空中アニール試料に比べて T_c が低いのは、EPMA 分析によると Ar が不純物元素として約 5% 検出されたことによるものと思われる。真空中アニールでは、Mg の再蒸発が予想されるがアニール温度が低いことで蒸発は少なく、むしろ MgB_2 の相生成の促進のため、アニール温度を高めることが求められる。

図4に磁場 $H=30\text{G}$ の下で薄膜の磁化-温度特性の変化を示す。Ar ガス中アニール試料および真空中アニール試料はいずれも超伝導反磁性への転移を示している。この磁化測定より得られた T_c の値は、Ar ガス中アニール試料では、 $T_c=6.0\text{K}$ 、真空中アニール試料では、 $T_c=9.0\text{K}$ と得られ電気抵抗測定から得られた T_c の値とほぼ一致した。このようにここで得られた薄膜の T_c はバルクの値に比べると低い。通常、 MgB_2 バルクの生成には、900°C 以上の高い温度で、Mg の蒸気圧が高い状態での焼成が必要であり、350°C のアニールでは結晶の生成のための温度が低すぎるものと考えられる。

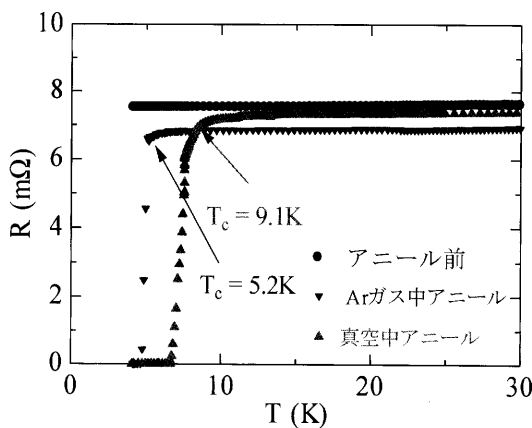


図3 電気抵抗の温度依存性

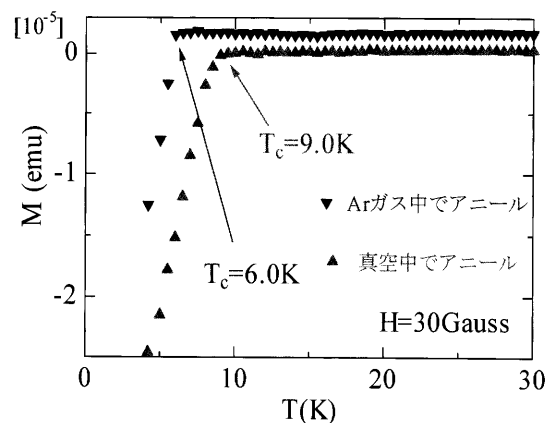


図4 磁化の温度依存性

3. 利用施設

- 1) 施設名：極限環境先進材料評価システム装置室
- 2) 利用内容：電気抵抗測定
- 3) 頻度：10回/年