

デカボラン ($B_{10}H_{14}$) の熱分解を用いた高品質 MgB_2 薄膜の成長 (4)Growth of high-quality MgB_2 thin films by pyrolysis of decaborane ($B_{10}H_{14}$) (4)

東京農工大学, °山崎 圭介, 内藤 方夫

TUAT, °K. Yamazaki, M. Naito

E-mail: 50011644210@st.tuat.ac.jp

背景 MgB_2 の薄膜成長法の一つに、Xi らによって提唱された HPCVD 法がある [1]。HPCVD 法は MgB_2 と Mg 気体が相平衡にある高温・高 Mg 蒸気圧の領域で成膜を行うため、厳密な組成制御が不要であるという利点を持つが、B 源であるジボラン (B_2H_6) は大気中で自然発火するため、取り扱いが難しい。そこで、我々はジボランに代わる B 供給源として大気中で安定なデカボラン ($B_{10}H_{14}$) を提唱した [2]。基板温度 T_S と Mg セル温度 T_{Mg} を振ることで成長条件の最適化を試み、 $T_C^{on} = 40.0K$ 、 $T_C^{end} = 38.4K$ を有する薄膜を得たが、残留抵抗比 (RRR) は最大で 4.3 と HPCVD 法によるものに比べ低く、また再現性よく均一な膜を得られていない。今回は、 RRR の改善と均一性の向上を目指し (1) Mg ソースの選定、(2) B 供給レートの最適化を行った。

実験 真空チャンバー内に置かれた自作のポケットヒーター (基板ホルダの回転速度は 60rpm) により 15 分間の成膜を行った。Mg ソースは (a) 切削状 (純度: 98.0%)、(b) 切削状 (純度: 99.9%)、(c) ロッド状 (純度: 99.9%) の三種を使用した。デカボラン (Alfa Aesar, No. 87892) はチャンバー外のガラス管内に入れ、成膜時にマントルヒーターで加熱して気化し、チャンバー内に導入した。デカボラン加熱温度 (T_B) は $90 \sim 160^\circ C$ の範囲で振った。デカボランは、これまで使用していた 2 つのロットにより、 T_B が同じでも蒸発レートに大きな違いがあることが分かった。みかけが粉末状のデカボランよりも、結晶化した顆粒状のものの方が低 T_B で高レートになる。使用基板はサファイア c 面である。なお、 $T_S = 500^\circ C$ 、 $T_{Mg} = 630^\circ C$ は固定している。

結果 Mg ソースについては、三種のソースによる薄膜に劇的な特性の違いはなかった。しかし、図 1 に示すように、膜の見かけは大きく異なり、(b) のソースによる薄膜が最も均一である。図 2 は、横軸を T_B 、縦軸を得られた薄膜の T_C 、 RRR としてプロットしたものである。 T_B を下げるにつれ、 T_C 、 RRR ともに上昇している。これは成長レートの低下により結晶性が向上したためであると考えられる。図 3 に示される XRD パターンでは、低 T_B の条件において、B 供給量が不足し、Mg とサファイア基板の相互拡散による MgO 相が見られる。なお、 T_B の違いによって膜厚も異なるため、XRD ピークの強度は結晶性のみを反映している訳ではない。

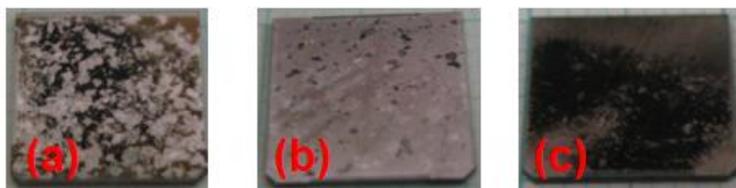
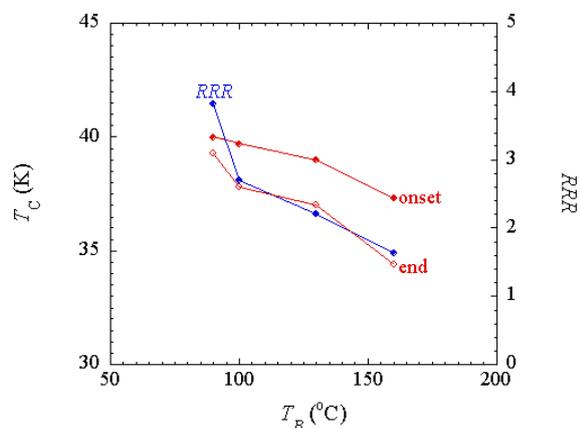
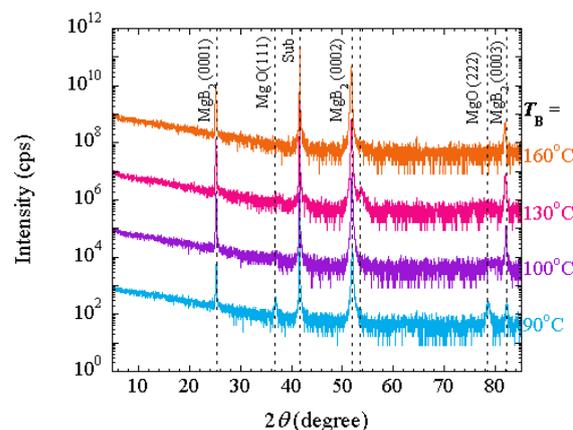
[1] X. H. Zeng *et al.* Nat. Mater. **1** (2002) 35, [2] M. Naito *et al.* Applied Physics Express **4** (2011) 073101

図 1 それぞれの Mg ソースによる膜の見かけ

図 2 それぞれの T_B で得られた薄膜の T_C 及び RRR 図 3 それぞれの T_B で得られた薄膜の XRD パターン