

# 電子ビーム蒸着 MgB<sub>2</sub> 薄膜における結晶粒界の磁束ピンニング特性 Flux pinning properties of grain boundaries in electron-beam deposited MgB<sub>2</sub> films

京大院エネ科<sup>1</sup>, 日立<sup>2</sup>, 電中研<sup>3</sup>

○下田 佑太郎<sup>1</sup>, 高畑 仁志<sup>1</sup>, 堀井 滋<sup>1</sup>, 土井 俊哉<sup>1</sup>, 楠 敏明<sup>2</sup>, 一瀬 中<sup>3</sup>

Kyoto Univ.<sup>1</sup>, Hitachi Ltd.<sup>2</sup>, CRIEPI<sup>3</sup>

○Y. Shimoda<sup>1</sup>, H. Takahata<sup>1</sup>, S. Horii<sup>1</sup>, T. Doi<sup>1</sup>, T. Kusunoki<sup>2</sup>, A. Ichinose<sup>3</sup>

E-mail: shimoda.yutaro.66e@st.kyoto-u.ac.jp

## 1. はじめに

MgB<sub>2</sub> は、金属系超伝導体中で最高の臨界温度 ( $T_c=39$  K) を有することから、液体水素や冷凍機を利用した 20 K 近傍での実用化が期待されている。我々は電子ビーム(EB)蒸着法で Al テープ上に作製した MgB<sub>2</sub> 薄膜が、4.2 K、10 T で極めて高い臨界電流密度 ( $J_c > 1$  MA/cm<sup>2</sup>) を示すことを報告した[1]。この高い  $J_c$  は超高真空中・低温での薄膜作製により MgO 相の少ない結晶粒界や数十 nm 径の柱状組織(粒界ピン)をもつ  $c$  軸配向 MgB<sub>2</sub> 薄膜が得られたことによる。しかし、応用が期待される 20 K での磁場中  $J_c$  がまだ十分ではない。MgB<sub>2</sub> 薄膜の磁場中  $J_c$  向上を目的に、我々は柱状組織の結晶粒径の制御を通じて高い粒界密度の実現を進めている。本研究では、薄膜の膜厚を粒径の制御因子として着目し、膜厚の異なる MgB<sub>2</sub> 薄膜および MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜を作製し、これらの超伝導特性および微細組織を明らかにした。

## 2. 実験方法

MgB<sub>2</sub> 薄膜の作製を EB 蒸着法により行った。Mg および B 原料にそれぞれ電子ビームを照射し、280℃ に加熱した Si 単結晶基板上に蒸着した。原料には Mg 铸造塊と結晶性 B を用いた。今回は、膜厚( $t$ )の異なる MgB<sub>2</sub> 薄膜と、Ni と MgB<sub>2</sub> とを交互に成膜した 3 層の MgB<sub>2</sub>/Ni 層からなる MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜(Ni-layer)を作製した。膜厚は蒸着時間で制御し、膜厚 60 nm、240 nm の MgB<sub>2</sub> 薄膜と 250 nm の MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜を得た。全ての試料について、超高真空中( $< 1 \times 10^{-7}$  Pa)のアニール(温度:550℃、時間: 100 h)を行った[2]。

全ての試料について X 線回折(XRD)測定法により生成相の同定を行い、化学組成を誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析から決定した。なおこれらの MgB<sub>2</sub> 薄膜の組成は Mg:B=1 : 1.9~2.2 であった。また、 $T_c$ 、 $J_c$  については四端子法から決定し、微細組織および膜厚の決定については透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。

## 3. 結果および考察

膜厚 60、240 nm の MgB<sub>2</sub> 薄膜および MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜の 550℃×100 h のアニール後の  $T_c$  はそれぞれ 32.4 K、36.7 K、34.1 K であった。Fig. 1 にこれらの試料の 20 K における  $J_c$  の磁場依存性を示す。膜厚の異なる 2 つの MgB<sub>2</sub> 薄膜の  $J_c$  を比較すると、膜厚の増加に伴い  $J_c$  が上昇した。しかし、磁場に対する 60 nm 厚薄膜の  $J_c$  の低下は 240 nm 厚薄膜のそれよりも緩やかとなった。Ni-layer MgB<sub>2</sub> 薄膜と比較すると、その  $J_c$ - $H$  特性が 60 nm

厚薄膜の特性と同様の傾向を示した。

Fig. 2(a)(b)にそれぞれ 240 nm 厚薄膜と MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜の断面 TEM 像を示す。Fig. 2 (b)より MgB<sub>2</sub>/Ni 多層膜の一層の厚さは 65~80 nm であり、60 nm 厚薄膜と近い値であった。また、断面 TEM 像から 240 nm 厚薄膜の 60 nm 近傍と最表面および Ni-layer MgB<sub>2</sub> 薄膜の最表面の平均粒径はそれぞれ 19 nm、32 nm、27 nm であり、Ni 層の導入で膜厚増加に伴う粒径(柱状結晶の直径)の上昇が抑制されたことがわかる。つまり、磁場に対する  $J_c$  低下率の抑制効果は、粒成長が抑制され、粒界密度が増加したことによると考えられる。

当日は、 $J_c$  の磁場印加角度依存性の測定結果と併せて、磁束ピンニング特性について議論する。

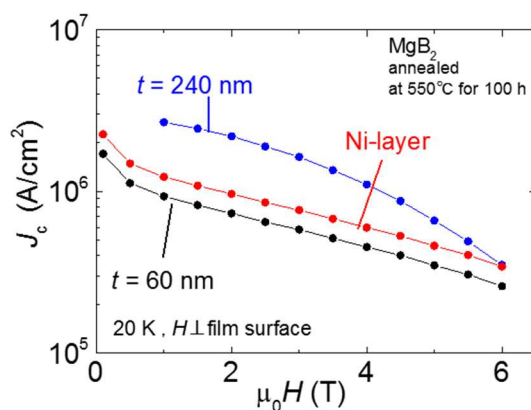


Fig. 1  $\mu_0 H$  dependence of  $J_c$  at 20 K for MgB<sub>2</sub> ( $t = 60, 240$  nm) and MgB<sub>2</sub>/Ni thin films.

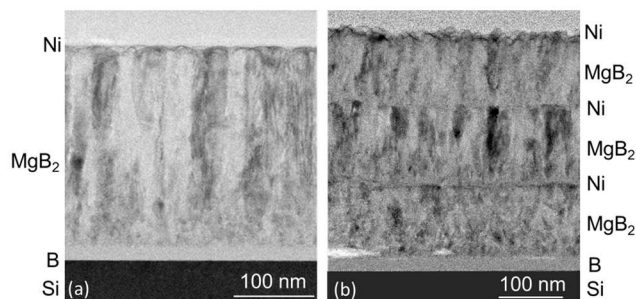


Fig. 2 Cross-sectional TEM images MgB<sub>2</sub> thin films. (a)MgB<sub>2</sub> ( $t = 240$  nm) and (b) MgB<sub>2</sub>/Ni ( $t = 250$  nm)

## 参考文献

[1]吉原ら, 低温工学 47, 103 (2012).

[2]堀井ら, H28 春季低温工学・超電導学会 (1B-p08)