

エアロゾルデポジションによる酸化物高温超伝導体 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ 薄膜の作製 Fabrication of High Temperature Oxide Superconductors $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Thin Films by Aerosol Deposition

○脇田 滉久, 森 大輔, 佐藤 祐喜, 吉門 進三 (同志社大院理工)
°Akihisa Wakita, Daisuke Mori, Yuuki Sato, Shinzo Yoshikado (Doshisha Univ.)
E-mail: syoshika@mail.doshisha.ac.jp

【はじめに】 酸化物高温超伝導体は超伝導転移温度 (T_c) が液体窒素の沸点温度(77 K) を上回るものがあり, 冷却に液体ヘリウムを使用しないため低コストおよび装置の小型化が可能である。さらに第二種超伝導体であるために臨界磁場が高く大電流が流せるため線材や素子分野で応用が期待されている。現在, 線材を作製する場合リボン状基体上に超伝導体を付着させたものが提案されているが, 本研究では常温で高密度な膜の堆積が可能であり, 原料の結晶構造を維持した膜を作製することが可能なエアロゾルデポジション (AD) に着目し, 酸化物高温超伝導薄膜を直接基体上に成膜し, 特性を評価してきた。AD は結晶性微粒子を出発原料とし, ガスと混合してエアロゾル化し, ノズルを通して基板上に噴射・衝突させ成膜する技術であり, スパッタリング法や真空蒸着等のように高真空を必要とせず, 成膜速度が大きい利点を有している。そのため成膜時間の短縮が可能であり量産性が高い。前回は, Ag 基板上に酸化物高温超伝導体の 1 つである $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (Bi2223) 薄膜を基板温度 200°C で成膜後, 900°C 程度で 1h 熱処理を行い, 引き続き 400°C で 1h 熱処理を行った結果, T_c が 61K となることが観測された。熱処理を必要とするが, 成膜中ではなく成膜後一括して処理を行うことができる利点がある。ところで, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ でプラズマ雰囲気下で成膜を行うと T_c が改善されることが報告されている。そこで, 今回はプラズマ雰囲気下で Bi2223 の成膜を行い膜の評価および超伝導特性の評価を行ったので報告する。

【実験方法】 TEP 製の平均粒径約 $3\ \mu\text{m}$ の仮焼成粉である Bi2223 を遊星型ボールミルによって粉砕・微粒化した。10 g 程度の粉末をエアロゾル化し, キャリアガスとして窒素ガス (N_2) あるいは酸素ガス (O_2) を用い, 10 L/min の流速で成膜室に送り込み口径 $7 \times 0.3\ \text{mm}^2$ のノズルから音速程度の流速で基板に向けて噴出し成膜した。その際ノズルを囲うように巻数が 5 回のコイルを設置し, これに周波数 $13.56\ \text{MHz}$, 電力 $60 \sim 120\text{W}$ の高周波を印加し誘導結合型プラズマを発生させた。ノズルを固定し基板位置を複数回往復移動させて膜厚を均一化した。基板には, $20 \times 20\ \text{mm}^2$ で厚さ $0.5\ \text{mm}$ の単結晶 MgO の (001) 光学研磨面および多結晶 Ag 基板を使用した。基板温度を常温および 200°C とした。成膜後, 空気中で $800 \sim 950^\circ\text{C}$, $1 \sim 2\ \text{h}$ 加熱し, その後 $400 \sim 600^\circ\text{C}$ で $1 \sim 2\ \text{h}$ 熱処理を施した。段差計による膜厚測定, 走査型電子顕微鏡による膜表面形状観察, X 線回折による結晶構造解析, 4 探針法による直流抵抗の温度特性測定を行った。針間隔は 1.4mm , $0.2 \sim 1\ \text{A}$ の定電流を流した。

【実験結果・考察】 プラズマ雰囲気下で成膜した場合, MgO および Ag 基板ともに成膜速度が大きくなり, 特に MgO 上での成膜速度がより大きくなった。粒子が破砕された直後は破断面が極めて清浄な場合再び結合が起こりやすくなることが知られている。したがって AD では原料粒子が基板に衝突して破砕される際に放出される破砕電子に加えてプラズマ中の電子が加わるために, 清浄な表面状態で破砕された微粒子が破断面で再び結合して薄膜として再構成される頻度が高くなったためであると考えられる。Fig.1 にプラズマが無い場合および 60W 高周波印加電力を印加してプラズマを発生させた雰囲気中で, Ag 基板上に 200°C の基板温度で成膜した後, 900°C 程度で 1h 熱処理を行い, 引き続き 400°C 程度で 1h 熱処理を行った場合の抵抗の温度特性を示す。参考のために Ag 基板の結果も示した。 T_c は約 62K でありプラズマが無い場合とほぼ同じであった。プラズマ雰囲気中の方が T_c 以上で抵抗がより大きいのは, 電流が膜および探針直下の膜を通して Ag 基板にも流れるため膜厚が厚い方が Ag 基板に分流する電流が小さくなるためである。詳細については講演当日報告する。

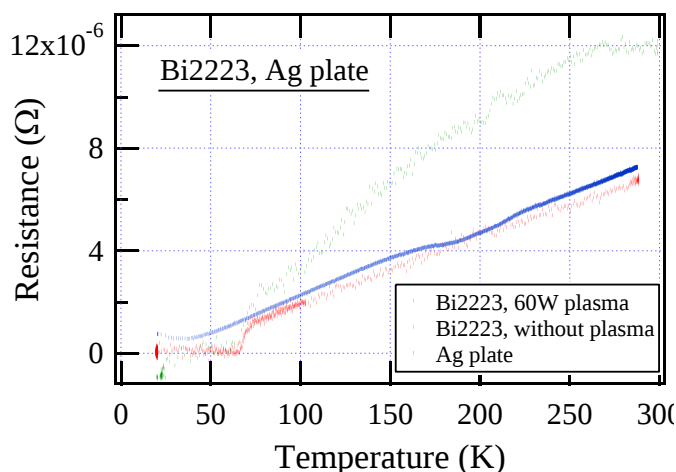


Fig.1. Temperature dependence of the resistance for Bi2223 thin film deposited on Ag with and without plasma.