

エアロゾルデポジションによる酸化物高温超伝導体 Bi-Sr-Ca-Cu-O 薄膜の作製と評価

Fabrication and Evaluation of High Temperature Oxide Superconductors Bi-Sr-Ca-Cu-O Thin Films by Aerosol Deposition

脇田 滉久, ○奥村 優一, 佐藤 祐喜, 吉門 進三 (同志社大院理工)
Akihisa Wakita, ○Yuichi Okumura, 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) を上回るものがある。ヘリウムガスの価格が高騰化している昨今の状況を考慮すると冷却に要するコストが大きな課題となるが、それらは冷却に液体窒素を使用できる。それらは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送電用の線材への応用が期待されている。現在、線材を作製する場合リボン上基体上に超伝導体が堆積したものが提案されているが、製作や補修が困難である。本研究では常温で高密度な膜が堆積可能、かつ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、ノズルを通して基体上に噴射・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。今回は、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)を出発原料とするために鉛(Pb)を添加した仮焼成粉末を用い、Ag 基体上に基板温度 200°C で成膜後、 900°C 付近で熱処理を行い、引き続き低温で熱処理を行った結果、 61K の T_c を達成した。しかし超伝導体薄膜の結晶構造は Bi2223 ではなく主として $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ (Bi2212)であった。今回、Bi2223 を出発原料である出発原料とするために Bi2223 を合成することから始め、それを用いて AD により Ag 基体上に成膜を行ったので報告する。

【実験方法】 Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO を 2:2:2:3 のモル比で混合し、圧縮成形したペレットを 600°C , 空気中で 14 h 仮焼成を行った。粉碎後圧縮成形し 860°C で 8 h 本焼成を行った。粉碎して AD の出発原料とした。仮焼成後および本焼成後の粉末に X 線回折による結晶構造解析を行った。また並行して TEP 社製の仮焼成粉を遊星型ボールミルによって微粒子化し出発原料とした。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) を用い、10 L/min の流速で成膜室に送り込み口径 $5 \times 0.3 \text{ mm}^2$ のノズルから音速程度の流速でエアロゾルを基板に向けて噴出し成膜した。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。 $20 \times 20 \text{ mm}^2$ 厚さ 0.5 mm の Ag 基板を使用し、基板温度を 200°C とした。成膜後、Ar 雰囲気下で 900°C , 2 h 加熱した。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、定電流源とナノボルトメータを用いて直流 4 探針法により抵抗の温度特性測定を行った。

【実験結果・考察】 Fig.1 に Bi2223 粉末の合成を試みた試料の仮焼成後および本焼成後の X 線回折パターンを示す。主要なピークとして Bi2212 が観測され Bi2223 の合成に至らなかったが TEP 製粉末では確認された未知相が確認されなくなった。Ag 基体上に 200°C で成膜した後、Ar 雰囲気下で 900°C 程度で 2 h 熱処理を行った場合の抵抗の温度特性を示す。Ag 基体上に成膜した薄膜は、超伝導特性として 65 K の T_c が得られ、Bi2212 としては妥当な T_c の値が得られた。Bi2223 が合成されれば、さらに高い結果の T_c の値が得られることが示唆された。詳細については講演当日報告する。

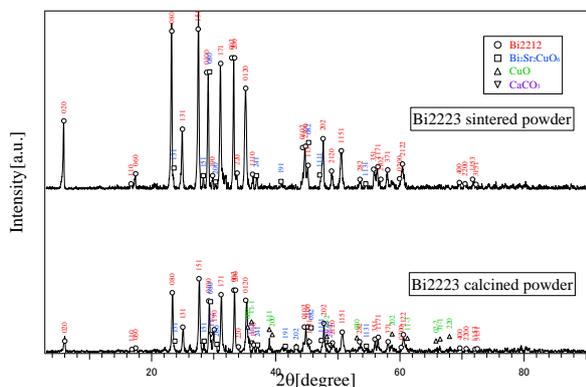


Fig.1. XRD patterns of calcined and sintered powders.

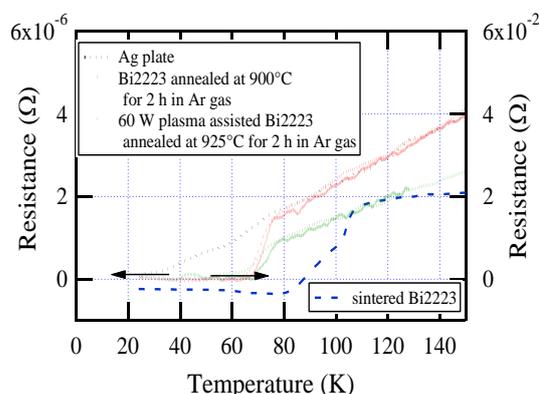


Fig.2. Temperature dependence of the films.