

電子ビーム蒸着法で作製した MgB₂ 薄膜のアニール効果

Annealing effects of MgB₂ thin films fabricated by electron-beam deposition

京大院エネ科¹, 日立製作所², 東大院工³: °竹原 寛人¹, 青木 翔太¹, 堀井 滋¹, 土井 俊哉¹,

楠 敏明², 山本 明保³, 下山 淳一³, 岸尾 光二³

Kyoto Univ.¹, Hitachi Ltd.², Univ. Tokyo³: °H. Takehara¹, S. Aoki¹, S. Horii¹, T. Doi¹,

T. Kusunoki², A. Yamamoto³, J. Shimoyama³, K. Kishio³

E-mail: takehara.hiroto.58r@st.kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

MgB₂ は、金属系超伝導体で最高の臨界温度 ($T_c=39$ K) を有している。MgB₂ には、組成制御が比較的容易であること、構成元素の Mg と B がいずれも資源的に豊富であること、軽いこと(低比重)等の利点があり、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 Al テープ上に作製した MgB₂ 薄膜が、4.2 K、10 T において $J_c > 1$ MA/cm² を示すことを報告した[1]。超高真空中で原料に電子ビーム(EB)を照射して蒸発させ、加熱した基板上に薄膜を形成することで、結晶粒界がクリーンなコネクティビティの高い MgB₂ 薄膜が得られる。しかし、20K 近傍における磁場 J_c の低いことが問題であり、原因の1つとして、低温成膜に由来した MgB₂ 相の T_c が低いことが挙げられる。本研究では、20 K 近傍での高磁場 J_c の向上を目的とし、EB 蒸着法で作製した MgB₂ 薄膜に対してアニール処理を試み、母相の高 T_c 化を図った。アニール条件に対する化学組成、超伝導特性の変化から、アニール処理が MgB₂ の臨界電流特性に与える影響を明らかにした。

2. 実験方法

MgB₂ 薄膜の作製を EB 蒸着法により行った。Mg および B にそれぞれ電子ビームを照射し、280°C に加熱した Si 単結晶基板上に 5 分間蒸着した。なお、同条件で 2 枚の薄膜試料を得た。ここで、これらを試料 Si-A、試料 Si-B と呼ぶことにする。試料 Si-A、Si-B に対し、350°C から 550°C の温度で 1 時間のアニール処理を行った。なお、アニール処理は MgB₂ 薄膜の酸化防止のため、超高真空(10⁻⁷ Pa)下で行った。得られた薄膜試料の化学組成については、ICP 発光分光分析を用いて決定し、X 線回折法(XRD)により MgB₂ の生成および配向性を確認した。電気抵抗率の温度依存性より T_c を、四端子法による I - V 曲線および磁化ヒステリシス曲線から J_c を決定した。

3. 結果と考察

ICP 発光分光分析から決定した MgB₂ 薄膜の化学組成は、試料 Si-A および Si-B でそれぞれ B : Mg = 1 : 2.1 および 1 : 2.3 であり、いずれも B がやや過剰であった。また、試料 Si-A に対し 350°C、400°C、450°C でアニールした場合の化学組成はそれぞれ B : Mg = 1 : 2.1、1 : 2.0、1 : 2.1 で、試料 Si-B に対し 500°C、550°C でアニールした場合の B/Mg 組成比はいずれも 1 : 2.3 となった。つまり、アニール前後で MgB₂ 薄膜の化学組成に変化

はなかったことが確認できた。なお、本研究の実験範囲では XRD 測定から得た MgB₂(001)および(002)回折ピーク位置に、アニールの有無やアニール温度によって顕著な変化は見られなかった。

Fig.1 にアニール温度に対する T_c の変化を示す。電気抵抗率の温度依存性から、試料 Si-A および試料 Si-B の T_c はそれぞれ 33.0 K および 33.5 K であり、試料 Si-A に対し 350°C、400°C、450°C の温度でアニール処理した場合の T_c はそれぞれ 33.9 K、34.1 K、34.3 K、試料 Si-B に対し 500°C、550°C の温度でアニール処理した場合の T_c はそれぞれ 35.1 K、35.2 K であった。アニール温度とともに T_c は上昇する傾向を示している。この結果は、低温で成長させた MgB₂ 膜の結晶性がアニール処理により改善されたためであると考えられる。

磁場中において、350°C、400°C、450°C でアニールした試料 Si-A の J_c は、as-grown 試料 Si-A の J_c よりも高くなった。その中で最も高い J_c が得られた 450°C アニール試料 Si-A では、5 T の磁場中において 10 K で 0.9 MA/cm²、20 K で 0.1 MA/cm² の J_c を示した。

当日は、500°C、550°C でアニール処理を行った試料の J_c の磁場依存性についても報告し、EB 法におけるアニール効果について議論する予定である。

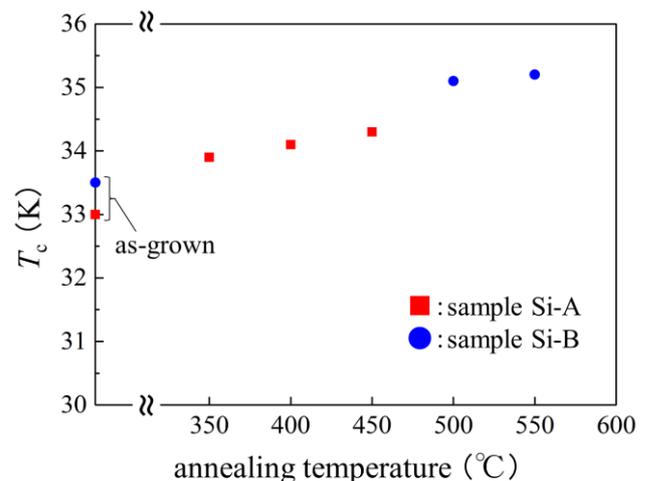


Fig.1 Annealing temperature dependence of T_c for the MgB₂ thin films grown on silicon.

参考文献

[1]吉原ら, 低温工学 47, 103 (2012).