

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3771027号

(P3771027)

(45) 発行日 平成18年4月26日(2006.4.26)

(24) 登録日 平成18年2月17日(2006.2.17)

(51) Int. Cl.	F I	
<b>C30B</b> 29/22 (2006.01)	C30B	29/22 501H
<b>H01B</b> 13/00 (2006.01)	H01B	13/00 565D
<b>C23C</b> 14/48 (2006.01)	C23C	14/48 D
<b>C23C</b> 14/08 (2006.01)	C23C	14/08 Z
<b>H01B</b> 12/06 (2006.01)	H01B	12/06 ZAA

請求項の数 2 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平9-358430	(73) 特許権者	000005186
(22) 出願日	平成9年12月25日(1997.12.25)		株式会社フジクラ
(65) 公開番号	特開平11-185544		東京都江東区木場1丁目5番1号
(43) 公開日	平成11年7月9日(1999.7.9)	(74) 代理人	100064908
審査請求日	平成16年6月3日(2004.6.3)		弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100108578
			弁理士 高橋 詔男
		(74) 代理人	100089037
			弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(72) 発明者	飯島 康裕
			東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会 社フジクラ内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 配向制御多結晶薄膜の蒸着方法及び蒸着装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

真空排気可能な蒸着処理容器内に設けたターゲットから発生したターゲットの構成粒子を前記ターゲットの近傍を移動中のテープ状の基材上に順次堆積させるとともにこの基材成膜面の斜め方向からイオンビームを照射して配向制御多結晶薄膜を蒸着する配向制御多結晶薄膜の蒸着方法において、

前記テープ状の基材上にターゲットの構成粒子を順次堆積させるとともにイオンビームを照射して配向制御多結晶薄膜を蒸着しながら、この配向制御多結晶薄膜を蒸着したテープ状の基材を、基材巻取装置ごとカバーで覆い、蒸着処理容器内の真空中に拡散するターゲットの構成粒子が基材巻取装置側の基材上に形成された配向制御多結晶薄膜の表面に付着するのを防ぎながら巻き取る工程を備えることを特徴とする配向制御多結晶薄膜の蒸着方法。

【請求項2】

ターゲットと、このターゲットの構成粒子をスパッタしてターゲットの近傍を移動中のテープ状の基材上に堆積するスパッタ手段と、前記テープ状の基材上に堆積中のターゲットの構成粒子にイオンビームを基材成膜面の斜め方向から照射するイオンガンと、配向制御多結晶薄膜が蒸着されたテープ状の基材を巻き取る基材巻取装置とが真空排気可能な蒸着処理容器内に設けられてなる配向制御多結晶薄膜の蒸着装置において、

蒸着後のテープ状の基材と、前記基材巻取装置に巻き取られた蒸着後のテープ状の基材を前記基材巻取装置ごと覆って、蒸着処理容器内の真空中に拡散するターゲットの構成粒

10

20

子が基材巻取装置側の基材上に形成された配向制御多結晶薄膜の表面に付着するのを防ぐためのカバーが備えられ、該カバーには蒸着後のテープ状の基材を導入するためのスリットが形成されていることを特徴とする配向制御多結晶薄膜の蒸着装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、テープ状の基材上に配向制御多結晶薄膜を形成する配向制御多結晶薄膜の蒸着方法及び蒸着装置に係わり、特に、成膜効率を低下させることなく、配向制御多結晶薄膜の表面の結晶配向性を向上させることができる配向制御多結晶薄膜の蒸着方法及び蒸着装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年になって発見された酸化物超電導体は、液体窒素温度を超える臨界温度を示す優れた超電導体であるが、現在、この種の酸化物超電導体を実用的な超電導体として使用するためには、種々の解決すべき問題点が存在している。その問題点の1つが、酸化物超電導体の臨界電流密度が低いという問題である。

前記酸化物超電導体の臨界電流密度が低いという問題は、酸化物超電導体の結晶自体に電気的な異方性が存在することが大きな原因となっており、特に酸化物超電導体はその結晶軸のa軸方向とb軸方向には電気を流し易いが、c軸方向には電気を流しにくいことが知られている。このような観点から酸化物超電導体を基材上に形成してこれを超電導体として使用するためには、基材上に結晶配向性の良好な状態の酸化物超電導体を形成し、しかも、電気を流そうとする方向に酸化物超電導体の結晶のa軸あるいはb軸を配向させ、その他の方向に酸化物超電導体のc軸を配向させる必要がある。

【0003】

ところで、酸化物超電導体を導電体として使用するためには、テープ状などの長尺の基材上に結晶配向性の良好な酸化物超電導層を形成する必要がある。ところが、金属テープなどの基材上に酸化物超電導層を直接形成すると、金属テープ自体が多結晶体でその結晶構造も酸化物超電導体と大きく異なるために、結晶配向性の良好な酸化物超電導層は到底形成できないものである。しかも、酸化物超電導層を形成する際に行なう熱処理によって金属テープと酸化物超電導層との間で拡散反応が生じるために、酸化物超電導層の結晶構造が崩れ、超電導特性が劣化する問題がある。

そこで本発明者らは、ハステロイテープなどの金属テープからなる基材の上にイットリウム安定化ジルコニア(YSZ)などの多結晶中間薄膜を形成し、この多結晶中間薄膜上に、酸化物超電導体の中でも臨界温度が約90Kであり、液体窒素(77K)中で用いることができる安定性に優れた $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ 系の超電導層を形成することで超電導特性の優れた超電導体を製造する試みを種々行なっている。

このような試みの中から本発明者らは先に、結晶配向性に優れた中間薄膜を形成するために、あるいは、超電導特性の優れた超電導テープを得るために、特願平3-126836号、特願平3-126837号、特願平3-205551号、特願平4-13443号、特願平4-293464号などにおいて特許出願を行なっている。

【0004】

これらの特許出願に記載された技術によれば、ハステロイテープなどのテープ状の基材上にスパッタ装置により多結晶中間薄膜を形成する際に、スパッタリングと同時に基材成膜面の斜め方向からイオンビームを照射しながら多結晶中間薄膜を成膜する方法(イオンビームアシストスパッタリング法)により、結晶配向性に優れた多結晶中間薄膜を形成することができるものである。この方法によれば、多結晶中間薄膜を形成する多数の結晶粒のそれぞれの結晶格子のa軸あるいはb軸どうしのなす角度(粒界傾角)を30度以下に揃えることができ、結晶配向性に優れた多結晶中間薄膜を形成することができる。そして更に、この配向性に優れた多結晶中間薄膜上にYBaCuO系の超電導層をレーザー蒸着法等により成膜するならば、酸化物超電導層の結晶配向性も優れたものになり、これにより

10

20

30

40

50

、結晶配向性に優れ、77 Kで臨界電流密度が $10^5 \text{ A/cm}^2$ 以上と高い酸化物超電導層を形成することができる。

#### 【0005】

図4は、前述のイオンビームアシストスパッタリング法に用いられる従来の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置の例を示す概略構成図である。

この配向制御多結晶薄膜の蒸着装置は、イオンビームスパッタ装置にイオンビームアシスト用のイオンガン7を設けた構成となっており、テープ状の基材2を支持するとともに基材2を加熱する基材ホルダ3と、この基材ホルダ3に基材2を送り出すための基材送出ポピン4と、基材ホルダ3上で配向制御多結晶中間薄膜が形成された基材2を巻き取る基材巻取ポピン5と、前記基材ホルダ3の斜め上方に対向配置され、目的の組成の配向制御多結晶中間薄膜と同じ組成からなるターゲット6と、前記ターゲット6の斜め上方においてターゲット6の下面に向けて配置されたスパッタビーム照射装置8と、前記基材ホルダ3の側方に対向配置され、かつ前記ターゲット6と離間して配置されたイオンガン7とが、真空排気可能な蒸着処理容器10内に収納された概略構成となっている。

前記イオンガン7は、その中心軸線Sを基材2の成膜面に対して入射角度（基材2の垂線（法線）と中心軸線Sとのなす角度）でもって傾斜させて対向配置されることにより、イオンビームを基材2の成膜面に対して入射角度でもって照射できるようになっている。

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

ところで従来の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置を用いて基材2上に配向制御多結晶中間薄膜を形成する場合においては、多結晶中間薄膜の結晶配向性についてはイオンビームの基材2に対する入射角度により制御することができるものの、このイオンビームの最適照射領域（最適蒸着領域）は限られているため、最適照射領域以外に位置するテープ状の基材2上に蒸着した多結晶中間薄膜の結晶配向性が悪く、従ってこのような結晶配向性が悪い多結晶中間薄膜上に酸化物超電導層を形成すると、この酸化物超電導層の結晶配向性が悪くなり、その結果、得られる酸化物超電導体の超電導特性が低下してしまうという問題があった。そこで、このような問題を解決するために、板状のマスク11をテープ状の基材2のイオンガン7との間に配置し、最適照射領域に位置するテープ状の基材2の表面に配向制御多結晶中間薄膜を蒸着するようにしていた。

#### 【0007】

しかしながら前述のようなマスク11を配設しても結晶配向性を向上させる効果が不十分で、蒸着処理容器10内の真空中に拡散するターゲット6の構成粒子が基材巻取ポピン5側において基材2上の配向制御多結晶中間薄膜の表面に付着し、配向制御多結晶中間薄膜の最表面が結晶配向性が悪い薄い膜で覆われてしまい、従ってこの結晶配向性が悪い薄い膜上に酸化物超電導層に形成して得られる酸化物超電導体の超電導特性に不満があった。

また、このような結晶配向性が悪い薄い膜をイオンビームで除去しながら成膜する方法も考えられているが、成膜効率が大幅に低下してしまうという問題があった。

#### 【0008】

本発明は前記課題を解決するためになされたもので、成膜効率を低下させることなく、配向制御多結晶薄膜の表面の結晶配向性を向上させることができる配向制御多結晶薄膜の蒸着方法と、これ方法の実施に好適に用いることができる配向制御多結晶薄膜の蒸着装置を提供することを目的とする。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

請求項1記載の発明は、真空排気可能な蒸着処理容器内に設けたターゲットから発生したターゲットの構成粒子を前記ターゲットの近傍を移動中のテープ状の基材上に順次堆積させるとともにこの基材成膜面の斜め方向からイオンビームを照射して配向制御多結晶薄膜を蒸着する配向制御多結晶薄膜の蒸着方法において、前記テープ状の基材上にターゲッ

10

20

30

40

50

トの構成粒子を順次堆積させるとともにイオンビームを照射して配向制御多結晶薄膜を蒸着しながら、この配向制御多結晶薄膜を蒸着したテープ状の基材を、基材巻取装置ごとカバーで覆い、蒸着処理容器内の真空中に拡散するターゲットの構成粒子が基材巻取装置側の基材上に形成された配向制御多結晶薄膜の表面に付着するのを防ぎながら巻き取る工程を備えることを特徴とする配向制御多結晶薄膜の蒸着方法を前記課題の解決手段とした。

【0010】

また、請求項2記載の発明は、ターゲットと、このターゲットの構成粒子をスパッタしてターゲットの近傍を移動中のテープ状の基材上に堆積するスパッタ手段と、前記テープ状の基材上に堆積中のターゲットの構成粒子にイオンビームを基材成膜面の斜め方向から照射するイオンガンと、配向制御多結晶薄膜が蒸着されたテープ状の基材を巻き取る基材巻取装置とが真空排気可能な蒸着処理容器内に設けられてなる配向制御多結晶薄膜の蒸着装置において、蒸着後のテープ状の基材と、前記基材巻取装置に巻き取られた蒸着後のテープ状の基材を前記基材巻取装置ごと覆って、蒸着処理容器内の真空中に拡散するターゲットの構成粒子が基材巻取装置側の基材上に形成された配向制御多結晶薄膜の表面に付着するのを防ぐためのカバーが備えられ、該カバーには蒸着後のテープ状の基材を導入するためのスリットが形成されていることを特徴とする配向制御多結晶薄膜の蒸着装置を前記課題の解決手段とした。

【0011】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の配向制御多結晶薄膜の蒸着方法及び蒸着装置を酸化物超電導体の製造方法においてテープ状の基材上に配向制御多結晶中間薄膜（配向制御多結晶薄膜）を蒸着する方法及びこれに用いる蒸着装置に適用した一実施形態について説明する。

図1は、本発明の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置の一実施形態を示す概略構成図である。この実施形態の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置は、テープ状の基材22を支持するとともに所望温度に加熱することができる基材ホルダ23と、基材ホルダ23上にテープ状の基材22を送り出すための基材送出ボビン（基材送出装置）24と、配向制御多結晶中間薄膜（配向制御多結晶薄膜）が形成されたテープ状の基材22を巻き取るための基材巻取ボビン（基材巻取装置）25と、蒸着後のテープ状の基材22と基材巻取装置25に巻き取られた蒸着後のテープ状の基材22を前記基材巻取装置25ごと覆うためのカバー26と、この基材ホルダ23の斜め上方に所定間隔をもって対向配置された板状のターゲット36と、このターゲット36の斜め上方においてターゲット36の下面に向けて配置されたスパッタビーム照射装置（スパッタ手段）38と、前記基材ホルダ23の側方に所定間隔をもって対向され、かつ、前記ターゲット36と離間して配置されたイオンガン39とが真空排気可能な蒸着処理容器40内に収納された概略構成となっている。

【0012】

前記基材ホルダ23は、内部に加熱ヒータを備え、基材ホルダ23の上に送り出されたテープ状の基材22を必要に応じて所望の温度に加熱できるようになっている。この基材ホルダ23はピン等により支持体23aに回動自在に取り付けられており、傾斜角度を調整できるようになっている。このような基材ホルダ23は、蒸着処理容器40内のイオンガン39から照射されるイオンビームの最適照射領域（最適蒸着領域）に配設されている。テープ状の基材22の構成材料としては、ステンレス鋼、銅、または、ハステロイなどのニッケル合金などの合金各種金属材料から適宜選択される長尺の金属テープを用いることができる。

【0013】

この実施形態の蒸着装置においては、前記基材送出ボビン24から基材ホルダ23上にテープ状の基材22を連続的に送り出し、前記最適照射領域で配向制御多結晶中間薄膜が蒸着された基材22を基材巻取ボビン25で巻き取ることで基材22上に連続成膜することができるようになっている。この基材巻取ボビン25は、前記最適照射領域の外に配設されている。この基材巻取ボビン25およびこれに巻き取られた蒸着後のテープ状の基材22は、カバー26で覆われている。

10

20

30

40

50

## 【0014】

カバー26は、図2に示すように前記最適照射領域内からこの領域外に導出された蒸着後のテープ状の基材22を導入するためのスリット27を有し、基材巻取ポピン25に巻き取られた基材22を取り出し可能な構造のものである。このカバー26の材質としては、後述するターゲット36の構成粒子と反応しない材料を用いるのが好ましく、ステンレス鋼、アルミニウム合金などを挙げることができる。スリット27の形状は、導入される蒸着後のテープ状の基材22の外形の輪郭と略同様のものであり、また、このスリット27の大きさは、これに通される蒸着後のテープ状の基材22との間にできる隙間ができるだけ小さくすることが好ましい。スリット27と蒸着後のテープ状の基材22との隙間が大きすぎると、蒸着処理容器40内の真空中に拡散するターゲット26の構成粒子が前記隙間からカバー26内に入り、基材22上に形成された配向制御多結晶中間薄膜の表面に付着し、配向制御多結晶中間薄膜の最表面の結晶配向性が悪くなってしまう。

10

このようなカバー26の配設位置は、最適照射領域外に導出された蒸着後のテープ状の基材22を直ちに覆うことができるように最適照射領域の直後(基材ホルダ23の直後)にスリット27が開口する位置に配設するのが好ましい。

## 【0015】

前記ターゲット36は、目的とする配向制御多結晶中間薄膜を形成するためのものであり、目的の組成の配向制御多結晶中間薄膜と同一組成あるいは近似組成のものなどを用いる。ターゲット36として具体的には、MgOあるいは $Y_2O_3$ で安定化したジルコニア(YSZ)、MgO、SrTiO<sub>3</sub>などを用いるがこれに限るものではなく、形成しようとする配向制御多結晶中間薄膜に見合うターゲットを適宜用いれば良い。このようなターゲット36は、ピン等によりターゲット支持体36aに回動自在に取り付けられており、傾斜角度を調整できるようになっている。

20

## 【0016】

前記スパッタビーム照射装置(スパッタ手段)38は、容器の内部に、蒸発源を収納し、蒸発源の近傍に引き出し電極を備えて構成されているものであり、ターゲット36に対してイオンビームを照射してターゲット36の構成粒子を基材22に向けて叩き出すことができるものである。

## 【0017】

前記イオンガン39は、スパッタビーム照射装置38と略同様の構成のものであり、容器の内部に蒸発源を収納し、蒸発源の近傍に引き出し電極を備えて構成されている。そして、前記蒸発源から発生した原子または分子の一部をイオン化し、そのイオン化した粒子を引き出し電極で発生させた電界で制御してイオンビームとして照射する装置である。粒子をイオン化するには直流放電方式、高周波励起方式、フィラメント式、クラスタイオンビーム方式などの種々のものがある。フィラメント式はタングステン製のフィラメントに通電加熱して熱電子を発生させ、高真空中で蒸発粒子と衝突させてイオン化する方法である。また、クラスタイオンビーム方式は、原料を入れたるつぼの開口部に設けられたノズルから真空中に出てくる集合分子のクラスタを熱電子で衝撃してイオン化して放射するものである。

30

この実施形態の蒸着装置においては、図3に示す構成の内部構造のイオンガン39を用いる。このイオンガン39は、筒状の容器45の内部に、引出電極46とフィラメント47とArガスなどの導入管48とを備えて構成され、容器45の先端からイオンをビーム状に平行に照射できるものである。

40

## 【0018】

前記イオンガン39は、図1に示すようにその中心軸線Sを基材22の成膜面に対して入射角度(基材22の垂線(法線)と中心線Sとのなす角度)でもって傾斜させて対向されている。この入射角度は50~60度の範囲が好ましいが、55~60度の範囲が最も好ましい。従ってイオンガン39は基材22の成膜面に対して入射角度でもってイオンビームを照射できるように配置されている。

なお、前記イオンガン39によって基材22に照射するイオンビームは、He<sup>+</sup>、Ne<sup>+</sup>、

50

$Ar^+$ 、 $Xe^+$ 、 $Kr^+$ などの希ガスのイオンビーム、あるいは、それらと酸素イオンの混合イオンビームなどで良い。ただし、形成しようとする配向制御多結晶中間薄膜の結晶構造を整えるためには、ある程度の原子量が必要であり、あまりに軽量のイオンでは効果が薄くなることを考慮すると、 $Ar^+$ 、 $Kr^+$ などのイオンを用いることが好ましい。

#### 【0019】

また、前記蒸着処理容器40には、この容器40内を真空などの低圧状態にするためのロータリーポンプ51およびクライオポンプ52と、ガスボンベなどの雰囲気ガス供給源53がそれぞれ接続されていて、蒸着処理容器40の内部を真空などの低圧状態で、かつ、アルゴンガスあるいはその他の不活性ガス雰囲気または酸素を含む不活性ガス雰囲気にするようにできている。

10

さらに、前記蒸着処理容器40には、この容器40内のイオンビームの電流密度を測定するための電流密度計測装置54と、前記容器40内の圧力を測定するための圧力計55が取り付けられている。

なお、この実施形態の蒸着装置では基材ホルダ23をピン等により支持体23aに回動自在に取り付けることにより傾斜角度を調整できるようにしたが、イオンガン39の支持部分に角度調整機構を取り付けてイオンガン39の傾斜角度を調整し、イオンビームの入射角度を調整するようにしても良く、また、角度調整機構はこの例に限るものではなく、種々の構成のものを採用することができるのは勿論である。

#### 【0020】

次に前記構成の蒸着装置を用いてテープ状の基材22上にYSZの配向制御多結晶中間薄膜を形成する場合について説明する。

20

テープ状の基材22上に配向制御多結晶中間薄膜（配向制御多結晶薄膜）を形成するには、YSZからなるターゲット36を用い、基材ホルダ23を最適照射領域に配置するとともに傾斜角度を調節してイオンガン39から照射されるイオンビームを基材ホルダ23上に移動してきた基材22の成膜面に50～60度の範囲の角度で照射できるようにする。また、テープ状の基材22が巻かれた基材送出装置24を蒸着処理容器40内に配置し、一方、蒸着処理容器40内の最適照射領域の外で、最適照射領域外に導出された蒸着後のテープ状の基材22を直ちに覆うことができるように最適照射領域の直後（基材ホルダ23の直後）にスリット27が開口するようにカバー26を配置し、このカバー26内に基材巻取ボビン25を収納し、基材送出ボビン24からテープ状の基材22を基材ホルダ23上に連続的に送り出し、続いてカバー26内の基材巻取ボビン25で巻き取れるようにセットする。次に、蒸着処理容器40の内部を真空引きして減圧雰囲気とする。そして、イオンガン39とスパッタビーム照射装置38を作動させる。

30

#### 【0021】

スパッタビーム照射装置38からターゲット36にイオンビームを照射すると、ターゲット36の構成粒子が叩き出されて基材22上に飛来する。そして、最適照射領域内にある基材ホルダ23上に送り出された基材22上にターゲット36から叩き出した構成粒子を堆積させると同時にイオンガン39から $Ar$ イオンと酸素イオンの混合イオンビームを照射して所望の厚みの配向制御多結晶中間薄膜を蒸着し、続いて最適照射領域からこの領域外に送り出された蒸着後のテープ状の基材22をスリット27からカバー26内に導入し、基材巻取ボビン25に巻き取る。

40

#### 【0022】

ここでイオン照射する際の入射角度は、50～60度の範囲が好ましく、55～60度の範囲が最も好ましい。ここでを90度とすると、多結晶中間薄膜のc軸は基材22上の成膜面に対して直角に配向するものの、基材22の成膜面上に(111)面が立つので好ましくない。また、を30度とすると、多結晶中間薄膜はc軸配向すらしなくなる。前記のような好ましい範囲の角度でイオンビーム照射するならば多結晶中間薄膜の結晶の(100)面が立つようになる。このような入射角度でイオンビーム照射を行ないながらスパッタリングを行なうことで、基材22上に形成されるYSZの配向制御多結晶中間薄膜の結晶軸のa軸とb軸とを配向させることができるが、これは、堆積されている途中の

50

スパッタ粒子に対して適切な角度でイオンビーム照射されたことによるものと思われる。

### 【0023】

前述のような配向制御多結晶中間薄膜の蒸着方法あっては、前記テープ状の基材22上にターゲット36の構成粒子を順次堆積させるとともにイオンビームを照射して配向制御多結晶中間薄膜を蒸着し、さらにこれとともにこの配向制御多結晶中間薄膜を蒸着したテープ状の基材22の周囲を覆いながら巻き取るようにしたことにより、蒸着処理容器40内の真空中に拡散するターゲット36の構成粒子が基材巻取ボビン25側において基材22上に形成された配向制御多結晶中間薄膜の表面に付着することが殆どなく、配向制御多結晶中間薄膜の最表面に付着する結晶配向性が悪い薄い膜を実用上殆ど問題のない程度まで大幅に低減することができる。従って、結晶配向性が悪い薄い膜の付着が殆どなく、しかも最表面の結晶配向性が優れた配向制御多結晶中間薄膜上に酸化物超電導層を成膜すると、この酸化物超電導層も結晶配向性に優れたものとなり、得られる酸化物超電導導体の超電導特性を向上させることができる。

10

### 【0024】

#### 【実施例】

#### (実施例)

図1に示す構成の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置を使用し、テープ状の基材が巻かれた基材送出装置を蒸着処理容器内に配置し、一方、蒸着後のテープ状の基材を直ちに覆うことができるように基材ホルダの直後にスリットが開口するようにカバーを配設し、このカバー内に基材巻取ボビンを収納し、基材送出ボビンからテープ状の基材を基材ホルダ上に連続的に送り出し、続いてカバー内の基材巻取ボビンで巻き取れるようにセットした。テープ状の基材としては、幅10mm、厚さ0.1mm、長さ10cmのハステロイC276テープを使用した。また、ターゲットはYSZ(安定化ジルコニア)製のものをを用いた。そして、この蒸着装置の蒸着処理容器内部を真空ポンプで真空引きして $3.0 \times 10^{-4}$ トールに減圧した。スパッタ電圧1000V、スパッタ電流100mA、イオン源のビームの入射角度を55度に各々設定し、イオン源のアシスト電圧を300Vに、イオンビームの電流密度を $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ にそれぞれ設定して基材の成膜面上にスパッタリングと同時にイオン照射を行ない、テープ速度10cm/時間でテープ状の基材を送りながら成膜処理することで厚さ $1.0 \mu\text{m}$ のYSZ配向制御多結晶中間薄膜を蒸着するとともに蒸着後のテープ状の基材をスリットからカバー内に導入して該基材の周囲を覆いながら基材巻取ボビンに巻き取った。なお、前記イオンビームの電流密度とは、蒸着処理容器に取り付けた電流密度計測装置の計測数値によるものである。

20

30

### 【0025】

次に、前記配向制御多結晶中間薄膜上にレーザ蒸着装置を用いて厚さ $1.0 \mu\text{m}$ の酸化物超電導層を形成し、酸化物超電導導体を作製した。このレーザ蒸着装置に備えるターゲットとしては、 $\text{Y}_{0.7}\text{Ba}_{1.7}\text{Cu}_{3.0}\text{O}_{7-x}$ なる組成の酸化物超電導体からなるターゲットを用いた。蒸着処理室の内部を $1 \times 10^{-6}$ トールに減圧した後、内部に酸素を導入し $2 \times 10^{-3}$ トールとした後、レーザ蒸着を行なった。ターゲット蒸発用のレーザとして波長193nmのArFレーザを用いた。この成膜後、 $400^\circ\text{C}$ で60分間、酸素雰囲気中において薄膜を熱処理した。以上の処理で得られた酸化物超電導導体は、厚さ $102.0 \mu\text{m}$ 、幅10mm、長さ10cmのものである。

40

### 【0026】

この酸化物超電導導体を冷却し、臨界電流密度の測定を行なった結果、臨界電流密度 $= 3.0 \times 10^5 \text{A}/\text{cm}^2$ (77K、0T)を示し、極めて優秀な超電導特性を発揮することを確認できた。このような超電導特性が優れた酸化物超電導導体を得られたのは、配向制御多結晶薄膜の最表面に結晶配向性が悪い薄い膜の付着がなく、従って最表面の結晶配向性が優れた配向制御多結晶薄膜上に結晶配向性が優れた酸化物超電導層を成膜することができたためであると考えられる。よって、前述の実施例の蒸着方法によれば、配向制御多結晶薄膜を蒸着したテープ状の基材の周囲を覆いながら巻き取る工程を備えているので、成膜効率を低下させることなく、配向制御多結晶薄膜の表面の結晶配向性を向上できること

50

が分った。

【0027】

(比較例1)

図4に示す構成の従来の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置を使用し、YSZ配向制御多結晶中間薄膜を蒸着したテープ状の基材を覆わないで基材巻取ポピンに巻き取る以外は前記実施例と同様にして酸化物超電導導体を作製した。ここでの酸化物超電導導体は、厚さ102.0 $\mu\text{m}$ 程度、幅10mm、長さ10cmのものであった。ここでのYSZ配向制御多結晶中間薄膜の成膜時のテープ速度は、10cm/時間であった。

この酸化物超電導導体を冷却し、臨界電流密度の測定を行なった結果、臨界電流密度 =  $1.0 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$  (77K、0T)を示し、実施例で得られた酸化物超電導導体に比べて超電導特性が悪いことが分った。

10

【0028】

【発明の効果】

以上説明したように請求項1記載の配向制御多結晶薄膜の蒸着方法にあつては、テープ状の基材上にターゲットの構成粒子を順次堆積させるとともにイオンビームを照射して配向制御多結晶薄膜を蒸着しながら、この配向制御多結晶薄膜を蒸着したテープ状の基材の周囲を覆いながら巻き取る工程を備える方法であるので、蒸着処理容器内に拡散するターゲットの構成粒子が基材巻取装置側において基材上に形成された配向制御多結晶薄膜の表面に付着することが殆どなく、配向制御多結晶薄膜の最表面に付着する結晶配向性が悪い薄い膜を実用上殆ど問題のない程度まで大幅に低減することができる。従つて、結晶配向性が悪い薄い膜の付着が殆どなく、しかも最表面の結晶配向性が優れた配向制御多結晶薄膜上に酸化物超電導層を成膜すると、この酸化物超電導層も結晶配向性に優れたものとなり、得られる酸化物超電導導体の超電導特性を向上させることができる。また、配向制御多結晶薄膜の最表面に結晶配向性が悪い薄い膜が殆ど付着していないため、このような結晶配向性が悪い薄い膜をイオンビームで除去しながら成膜する必要もないので、成膜効率が大幅に低下することもない。

20

【0029】

また、請求項2記載の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置にあつては、特に、蒸着後のテープ状の基材と、基材巻取装置に巻き取られた蒸着後のテープ状の基材を前記基材巻取装置ごと覆うためのカバーが備えられ、かつ該カバーには蒸着後のテープ状の基材を導入するためのスリットが形成されているので、記載の配向制御多結晶薄膜の蒸着方法に好適に用いることができる。

30

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置の一実施形態を示す概略構成図である。

【図2】 図1の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置に備えられるカバーを示す斜視図である。

【図3】 図3に示す配向制御多結晶薄膜の蒸着装置に備えられるイオンガンの一例を示す断面図である。

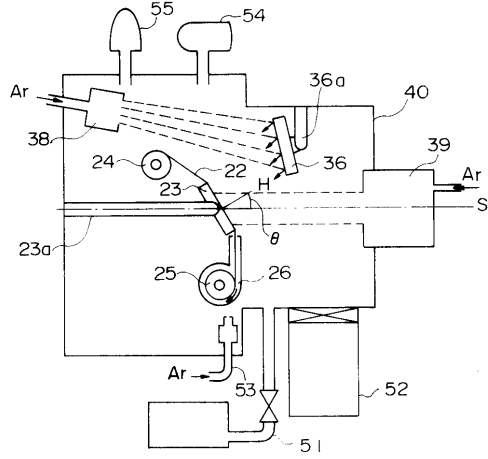
【図4】 従来の配向制御多結晶薄膜の蒸着装置の例を示す概略構成図である。

40

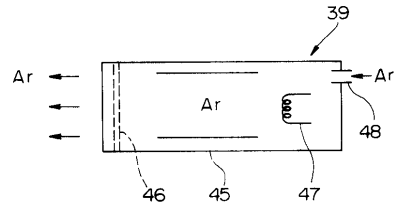
【符号の説明】

22・・・テープ状の基材、25・・・基材巻取ポピン(基材巻取装置)、  
26・・・カバー、27・・・スリット、36・・・ターゲット、38・・・スパッタ  
ーム照射装置(スパッタ手段)、39・・・イオンガン、40・・・蒸着処理容器。

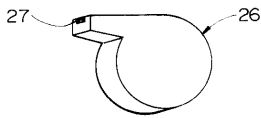
【 図 1 】



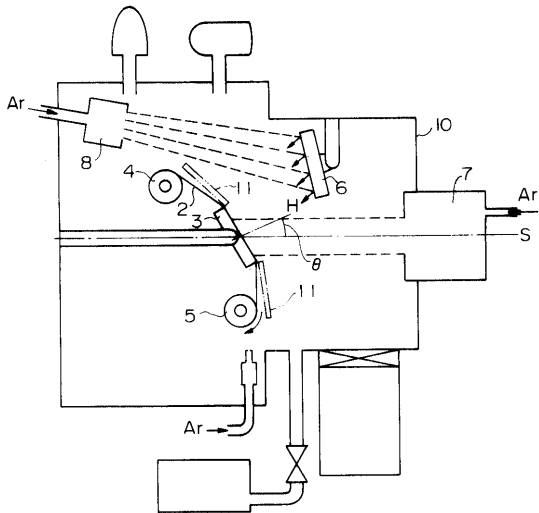
【 図 3 】



【 図 2 】



【 図 4 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 保坂 真理子  
東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会社フジクラ内
- (72)発明者 定方 伸行  
東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会社フジクラ内
- (72)発明者 斉藤 隆  
東京都江東区木場1丁目5番1号 株式会社フジクラ内

審査官 青木 千歌子

(56)参考文献 特開平06-271400(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01B 12/00-13/00

C30B 29/22

C23C 14/08