

# Mg/B 多层膜退火法中不同制备条件对 MgB<sub>2</sub> 超导薄膜性质的影响\*

刘 亮<sup>1)</sup> 马小柏<sup>1)</sup> 聂瑞娟<sup>1)</sup> 姚 丹<sup>2)</sup> 王福仁<sup>1)†</sup>

1) 北京大学物理学院, 人工微结构和介观物理国家重点实验室, 北京 100871)

2) 空军航空大学, 长春 130022)

(2009 年 3 月 23 日收到, 2009 年 4 月 13 日收到修改稿)

用 Mg/B 多层膜退火的方法制备了一系列 MgB<sub>2</sub> 超导薄膜, 研究了退火温度、退火时间和薄膜厚度对于 MgB<sub>2</sub> 薄膜性质的影响。厚度为 250 nm 的 Mg/B 多层膜经 400 °C 低温退火后已经生成超导相, 此厚度薄膜 750 °C 下退火 20—30 min 实现最佳超导转变温度 ( $T_c$ )。前驱膜分层厚度相同时, 随着薄膜厚度减小 MgB<sub>2</sub> 薄膜  $T_c$  明显降低, 而且较薄的膜  $T_c$  受退火温度影响更加明显。通过减小 Mg/B 多层膜分层厚度, 制备的 20 nm 厚 MgB<sub>2</sub> 超导薄膜在 31 K 左右出现超导转变。

关键词: MgB<sub>2</sub> 超导薄膜, 电子束蒸发, 超导成相

PACC: 7475, 7410, 7430

## 1. 引 言

MgB<sub>2</sub> 超导体自 2001 年发现以来<sup>[1]</sup>, 由于其简单的二元结构, 较高的超导转变温度 (~39 K) 和相对较大的相干长度 (~6.4 nm)<sup>[2]</sup>, 在超导应用和基础研究领域引发了持续的研究热潮<sup>[3-5]</sup>. 作为超导电子器件应用的基础, MgB<sub>2</sub> 薄膜的制备是首要的课题. MgB<sub>2</sub> 薄膜制备中遇到的主要问题是: Mg 的高挥发性使得薄膜生长过程中需要较高 Mg 蒸气压; Mg 活泼的化学性质使得 Mg 原子很容易与别的物质特别是氧原子发生反应, 形成杂质, 过高的温度容易引起 MgB<sub>2</sub> 分解<sup>[6]</sup>.

过去几年间, 人们尝试了各种方法制备 MgB<sub>2</sub> 薄膜, 比如脉冲激光溅射沉积 (PLD) 法<sup>[7-12]</sup>, 分子束外延 (MBE)<sup>[13]</sup> 法, 混合物理化学气相沉积 (HPCVD) 法<sup>[14, 15]</sup>, 电子束蒸发 (E-beam)<sup>[16-18]</sup> 法等等. 电子束蒸发 Mg/B 多层膜退火法制备的 MgB<sub>2</sub> 薄膜超导转变温度  $T_c \sim 35$  K, 表面平整<sup>[19]</sup>, 成相均匀. 此方法退火处理时可以提供较高 Mg 蒸气压, 薄膜可以在较高温度下稳定成相. 本文研究了 Mg/B 多层膜退火

法制备 MgB<sub>2</sub> 薄膜的成相规律, 退火温度、退火时间以及薄膜厚度对薄膜晶粒生长和超导性能的影响, 为进一步优化制备 MgB<sub>2</sub> 超导体的工艺提供参考.

## 2. 实验过程

我们通过电子束蒸发在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001) 衬底上交替沉积多层 Mg/B 膜, 原料采用金属镁带 (99%) 和晶体硼块 (99.5%). 前驱体分层为 substrate/[Mg(30 nm)/B(20 nm)]<sub>N</sub>, 单层 Mg, B 膜厚度分别为 30 nm, 20 nm. 厚度通过镀膜腔内石英振荡器原位监测. 沉积时衬底温度保持在室温, 背景真空气压小于  $3 \times 10^{-6}$  Pa, Mg 层沉积速率为 1—2 Å/s, B 层沉积速率小于 1 Å/s. 然后将蒸镀好的前驱薄膜和镁条一起放入钽盒中, 在管式炉加热的石英管中退火处理. 退火前, 石英管抽真空, 并用高纯氩气清洗两到三次, 真空压强达到 4—7 Pa 后充入高纯氩气作为退火保护气体. 退火时, 管式炉快速升温 (1—3 min) 至设定温度 (400—950 °C), 保护氩气气压为 40—45 kPa, 保温预定时间后降温.

我们在 Oxford CCC1104 制冷系统中利用标准的

\* 国家重点基础研究发展计划 (973) 项目 (批准号: 2006CB61007) 和国家自然科学基金 (批准号: 10874005) 资助的课题.

† 通讯联系人, E-mail: frwang@pku.edu.cn

四引线方法测量了薄膜的  $R-T$  曲线;在磁性质测量系统(Quantum Design MPMS)中利用 SQUID 测量了薄膜的磁滞回线( $M-H$  曲线);利用 QUANTA 200 FEG 扫描电镜和 VEECO Multimode SPM 表征了薄膜的表面形貌.

### 3. 结果及讨论

图 1(a)–(d)分别是 750 °C, 800 °C, 900 °C,

950 °C 下退火 20 min 制备 MgB<sub>2</sub> 超导薄膜的 SEM 图片.随着退火温度升高, MgB<sub>2</sub> 晶粒逐渐变大. 750 °C 退火后 MgB<sub>2</sub> 晶粒较小,微小 MgB<sub>2</sub> 晶粒堆积形成一些几百纳米的微结构.当退火温度达到 900 °C 时,薄膜中 MgB<sub>2</sub> 六角晶粒明显可见,大小晶粒重叠生长,晶粒间有较好的连接.而 950 °C 高温退火的薄膜中 MgB<sub>2</sub> 晶粒进一步生长变大,但是大小晶粒交错排列,而且晶粒间连接性也变差.

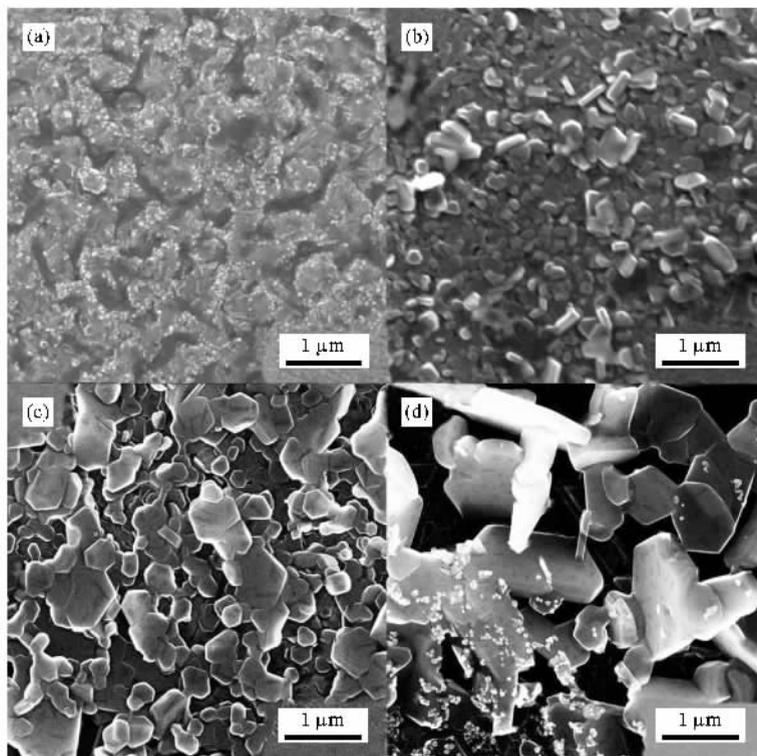


图 1 不同温度退火 20 min 制备的 MgB<sub>2</sub> 超导薄膜 SEM 图片 (a) 750 °C ;(b) 800 °C ;(c) 900 °C ;(d) 950 °C

图 2 是厚度为 250 nm 的前驱薄膜经过不同温度退火 20 min 后  $T_c$  变化情况,超导转变宽度( $\Delta T_c$ )采用 90%—10% 判据(后文中  $\Delta T_c$  均采用此判据).在 650—850 °C 中温区退火,  $T_c^{\text{onset}}$  变化并不明显,  $T_c^{\text{onset}}$  处于 34.7—35.6 K 的范围.退火温度达到 900 °C 时,  $T_c^{\text{onset}}$  有小幅提高,达到 36.8 K,但是同时超导转变宽度也变得很大.实际上,较高的退火温度有利于 MgB<sub>2</sub> 晶粒生长和高  $T_c$  超导相形成<sup>[9,10]</sup>,但是即使退火过程是在 Mg 蒸气中进行,过高的温度也会造成薄膜中 Mg 原子流失.另外文献 [6] 报道 MgB<sub>2</sub> 薄膜在高温下变得不稳定,高于 800 °C 开始出现分解.由图 1(c)可以看出,900 °C 退火薄膜表面已

经形成较大的 MgB<sub>2</sub> 晶粒,这有利于薄膜  $T_c^{\text{onset}}$  的提高.同时 900 °C 高温退火势必带来 MgB<sub>2</sub> 超导相的分解,使得薄膜成相不均匀,造成超导转变宽度变大.这也就不难理解图 2 中,更高温(950 °C)退火制备的薄膜冷却到 10 K 仍没有出现零电阻.另外,400 °C 退火的薄膜在 15.5 K 表现出超导转变,表明 400 °C 低温退火的薄膜中已经形成 MgB<sub>2</sub> 超导相,但是较大的超导转变宽度说明薄膜超导成相并不均匀,而且 400 °C 退火的薄膜冷却到 10 K 仍没有出现零电阻.

表 1 列出了退火时间对 MgB<sub>2</sub> 薄膜  $T_c$  的影响.厚度为 250 nm 的前驱薄膜经 750 °C 退火 20—30 min

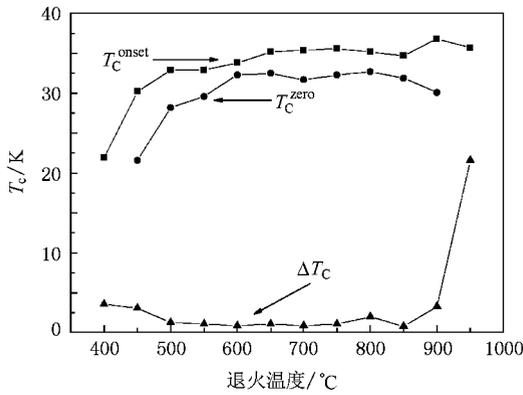


图2 厚度为 250 nm 的  $\text{MgB}_2$  超导薄膜  $T_c$  与退火温度的关系 (退火时间为 20 min, 其中经过 400 °C 和 950 °C 退火制备的薄膜冷却到 10 K 没有出现零电阻)

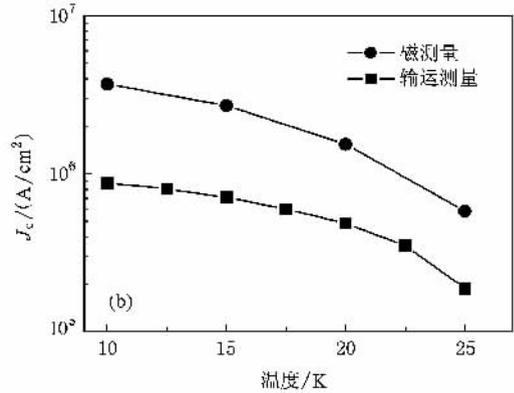
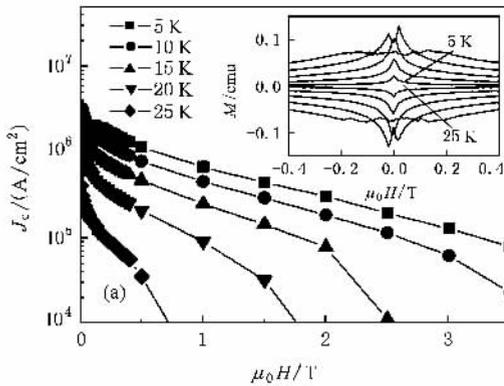


图3 (a) 250 nm 厚的  $\text{MgB}_2$  超导薄膜在不同温度下  $J_c$  随磁场的变化曲线,  $J_c$  由毕恩模型推算得到, 施加磁场垂直于薄膜表面 (插图是磁化率曲线, 由外向内温度分别为 5 K, 10 K, 15 K, 20 K 和 25 K) (b) 分别通过输运性质和磁化率测量得到的 250 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜  $J_c$  随温度的变化曲线 (退火参数是 700 °C, 30 min)

我们对薄膜施加垂直于表面的磁场, 测量样品的磁化率曲线, 通过毕恩模型计算薄膜平行于表面方向的临界电流密度 ( $J_c$ ). 毕恩模型的标准形式是  $J_c = 20\Delta M [V a (1 - a/3b)]$ , 其中  $\Delta M$  是在某一温度下降场磁滞回线在某磁场处的高度差,  $V$ ,  $a$ ,  $b$  分别是样品的体积、宽和长 ( $b > a$ ). 图 3(a) 是 700 °C 下退火 30 min 制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜在不同温度下  $J_c$  随磁场的变化曲线.

通过标准的光刻工艺将样品制成了宽 20  $\mu\text{m}$  的微桥, 实验中采用  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  溶液作为腐蚀液,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  溶液质量比为  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 100$ . 我们测量  $\text{MgB}_2$  微桥的  $I$ - $V$  曲线, 得到自场下  $\text{MgB}_2$  薄膜的运输  $J_c$ . 图 3(b) 是磁化率测量和输运测量得到的  $\text{MgB}_2$  超导薄膜  $J_c$  对比曲线, 薄膜厚度

得到最佳超导转变温度,  $T_c^{\text{zero}} \sim 32$  K.  $\text{Mg/B}$  多层膜退火法制备  $\text{MgB}_2$  薄膜中, 适当长时间退火有助于  $\text{Mg}$  层和  $\text{B}$  层之间扩散, 有利于  $\text{MgB}_2$  晶粒生长. 但是  $\text{Mg}$  与  $\text{Al}_2\text{O}_3$  衬底在界面的反应会产生一些杂相, 阻碍晶粒进一步生长<sup>[18]</sup>, 而且退火时间进一步延长后,  $\text{Mg}$  原子的散失容易引起部分  $\text{MgB}_2$  的分解.

表1 经过不同退火时间制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜  $T_c$ , 薄膜厚度为 250 nm, 退火温度是 750 °C

退火时间/min	$T_c^{\text{onset}}/\text{K}$	$T_c^{\text{zero}}/\text{K}$	$\Delta T_c/\text{K}$
10	30.7	27.4	1.3
20	35.6	32.3	1.1
30	35.4	32.8	0.9
50	33.9	30.9	1.3

为 250 nm, 退火参数是 700 °C, 30 min. 对比发现, 输运测量的  $J_c$  值约为磁测量  $J_c$  的 1/3, 因为磁测量  $J_c$  主要反映了薄膜晶粒内部局域的临界电流密度, 而  $\text{MgB}_2$  晶粒之间弱的连接以及薄膜整体的不均匀性都会导致输运测量中  $J_c$  的减小.

图 4 是不同退火温度制备的 250 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜 5 K 下  $J_c$  随磁场的变化情况. 实验发现, 经过 700 °C 退火制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜临界电流密度最大, 而且  $J_c$  随磁场增大衰减比较缓慢,  $J_c(4 \text{ T}, 5 \text{ K}) \sim 10^5 \text{ A/cm}^2$ , 表明此温度退火的样品晶粒内部形成了非常有效的钉扎中心. 而 900 °C 高温退火薄膜的  $J_c$  大幅度下降, 零场时与中温区退火样品相比,  $J_c$  低一个数量级.

另外, 我们观察了退火后降温速率对于  $\text{MgB}_2$

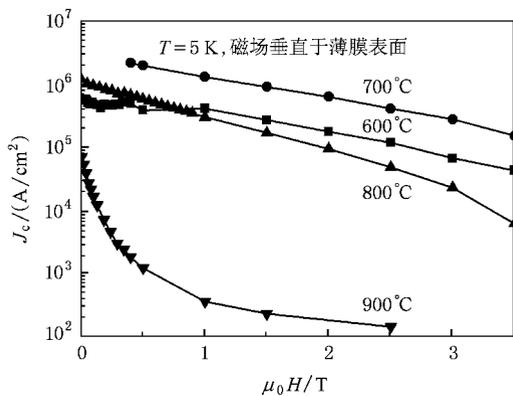


图 4 不同退火温度制备的 MgB<sub>2</sub> 薄膜 J<sub>c</sub> 与外加磁场的关系(薄膜厚度为 250 nm)

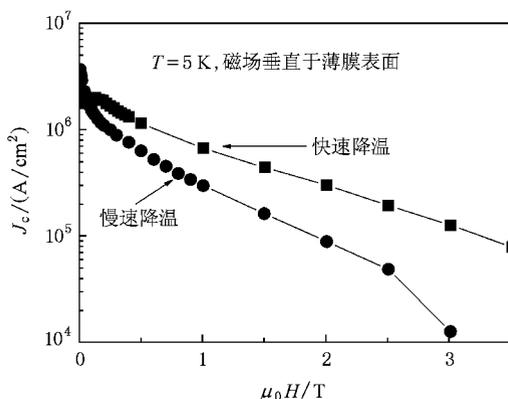


图 5 700 °C 退火 30 min 后室温快速冷却降温 and 炉内慢速降温处理的 MgB<sub>2</sub> 薄膜 J<sub>c</sub> 随磁场的变化曲线

薄膜超导性能的影响. 实验中我们采取两种降温方法, 一种是退火结束后室温下迅速冷却实现快速降温, 另一种是退火结束后管式炉内慢速降温. 两种降温处理对 MgB<sub>2</sub> 薄膜 T<sub>c</sub> 几乎没有影响, 但是对于薄膜临界电流密度却有明显的影响, 室温迅速冷却处

理可以有效地提高薄膜晶粒内部的临界电流密度. 图 5 是两种降温处理的 MgB<sub>2</sub> 薄膜 5K 时 J<sub>c</sub> 随磁场的变化曲线. 700 °C 退火 30 min 后炉内慢速降温处理制备的薄膜 2 T 下临界电流密度是快速降温处理制备薄膜的一半.

表 2 不同厚度薄膜中温区(650—800 °C)退火 20 min 后的 T<sub>c</sub> 值; “—”表示薄膜未超导

退火温度/°C	250 nm 厚 MgB <sub>2</sub> 薄膜		100 nm 厚 MgB <sub>2</sub> 薄膜		50 nm 厚 MgB <sub>2</sub> 薄膜	
	T <sub>c</sub> <sup>onset</sup> /K	ΔT <sub>c</sub> /K	T <sub>c</sub> <sup>onset</sup> /K	ΔT <sub>c</sub> /K	T <sub>c</sub> <sup>onset</sup> /K	ΔT <sub>c</sub> /K
650	35.2	1.1	33.0	3.0	—	—
700	35.4	0.9	33.5	2.5	—	—
750	35.6	1.1	33.9	1.3	—	—
800	35.2	2.0	33.6	2.4	31.9	5.2

表 2 是不同厚度薄膜经过中温区(650—800 °C)退火 20 min 后的 T<sub>c</sub> 值. 由表 2 对比发现, 随着薄膜厚度减小, MgB<sub>2</sub> 薄膜的 T<sub>c</sub> 对于退火温度变得更加敏感. 250 nm 厚前驱薄膜经过中温区(650—850 °C)退火 T<sub>c</sub><sup>onset</sup> 变化并不明显, ΔT<sub>c</sub> ~ 1 K; 100 nm 厚前驱薄膜在此温区退火后 ΔT<sub>c</sub> ~ 2 K; 而 50 nm 厚前驱薄膜仅在 800 °C 附近退火才会显示超导电性, 而且超导转变宽度很大, ΔT<sub>c</sub> ~ 5.2 K. 我们推测这跟退火过程中衬底与薄膜界面处形成的界面杂相有关<sup>[18]</sup>, 当薄膜厚度很小时, 界面杂相的影响变得更加明显.

Mg/B 多层膜退火法制备 MgB<sub>2</sub> 薄膜中, 薄膜厚度对薄膜性质有着明显的影响. 前驱膜分层厚度相同时, 随着薄膜厚度减小, MgB<sub>2</sub> 超导薄膜的 T<sub>c</sub> 明显降低. 图 6 是厚度为 250 nm, 100 nm, 50 nm 的 MgB<sub>2</sub>

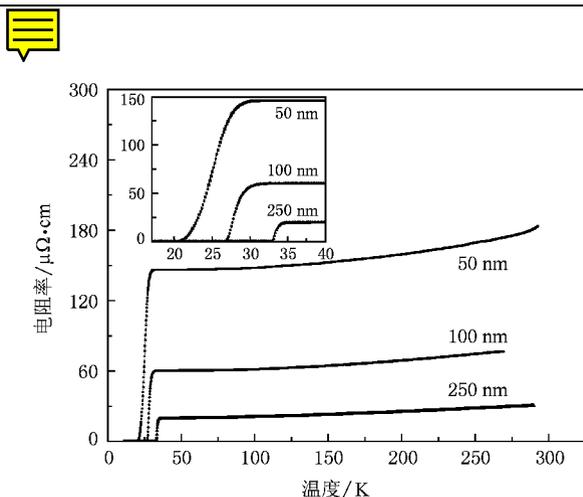


图 6 不同厚度 MgB<sub>2</sub> 薄膜的 R-T 曲线(插图为超导转变温度附近的放大部分)

薄膜典型的 R-T 曲线. Pogrebnikov 等<sup>[20]</sup>曾报道 HPCVD 方法制备 MgB<sub>2</sub> 薄膜中厚度对 T<sub>c</sub> 的影响, 他

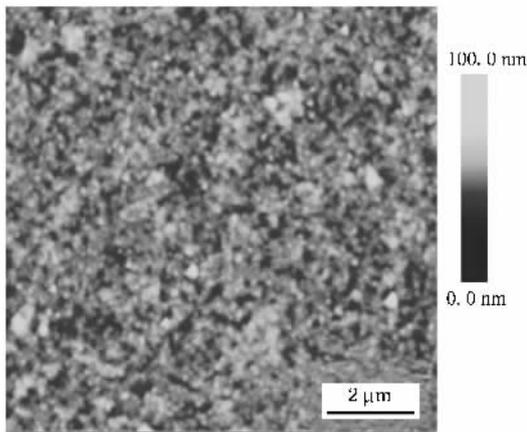


图 7 50 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜的 AFM 表面形貌图

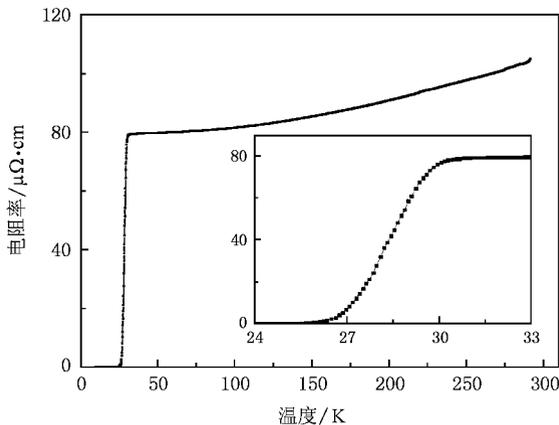


图 8 减小多层膜分层厚度制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜的  $R-T$  曲线(插图  
为超导转变温度附近的放大部分),前驱薄膜的分层方式为  
 $\text{substrate}[\text{Mg}(6\text{ nm})/\text{B}(4\text{ nm})]_2$

们认为<sup>[21]</sup>不同厚度  $\text{MgB}_2$  薄膜中张应力的差异引起  $T_c$  变化.另外,AFM 分析表明薄膜厚度减小,薄膜表面变得更加平整.在  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  区域内,典型

的 50 nm, 100 nm, 250 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜平均粗糙度 (RMS) 分别为 6 nm, 11 nm, 16 nm. 图 7 是 50 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜的 AFM 表面形貌图.

减小多层膜分层厚度可以有效地提高  $\text{MgB}_2$  薄膜的超导转变温度<sup>[17]</sup>. 我们改变前驱膜的分层方式 ( $\text{substrate}[\text{Mg}(6\text{ nm})/\text{B}(4\text{ nm})]_2$ ), 研究了 20 nm 厚的  $\text{MgB}_2$  薄膜, 其  $R-T$  曲线如图 8 所示. 此种分层方式得到的 20 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜  $T_c^{\text{onset}} \sim 31\text{ K}$ , 接近前驱膜分层方式为  $\text{substrate}[\text{Mg}(30\text{ nm})/\text{B}(20\text{ nm})]$ , 厚度为 50 nm 的  $\text{MgB}_2$  薄膜的起始超导转变温度. 通过进一步调整前驱膜的分层厚度, 有望实现更薄  $\text{MgB}_2$  超导薄膜的制备.

## 4. 结 论

$\text{Mg}/\text{B}$  多层膜退火法制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜表面平整. 前驱膜分层厚度相同时, 随着薄膜厚度减小,  $\text{MgB}_2$  薄膜的  $T_c$  明显降低, 转变宽度随之变大, 薄膜  $T_c$  对于退火温度也变得更加敏感, 250 nm 厚的  $\text{MgB}_2$  薄膜在中温区 600—850 °C 退火  $T_c^{\text{onset}}$  变化不大, 但是 50 nm 厚的薄膜仅在 800 °C 附近退火才能实现超导转变. 厚度为 250 nm 的  $\text{Mg}/\text{B}$  多层膜在 700 °C 退火制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜拥有最佳临界电流密度. 退火后室温下快速冷却降温制备的  $\text{MgB}_2$  薄膜有较高临界电流密度. 通过减小  $\text{Mg}/\text{B}$  多层膜分层厚度, 我们制备的 20 nm 厚  $\text{MgB}_2$  薄膜在 31 K 左右出现超导转变.

作者感谢孟胜、王亚洲、陈伟孟在薄膜表征以及 MPMS 测量方面给予的帮助.

[1] Nagamatsu J, Nakagawa N, Muranaka T, Zenitani Y, Akimitsu J 2001 *Nature* **410** 63  
 [2] Singh R K, Gandikota R, Kim J, Newman N, Rowell J M 2006 *Appl. Phys. Lett.* **89** 042512  
 [3] Shi L B, Ren J Y, Zhang F Y, Zhang G H, Yu Z Q 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 5353 (in Chinese) [史力斌、任骏原、张凤云、张国华、余增强 2007 物理学报 **56** 5353]  
 [4] Guo J, Dong C, Gao H, Wen H H, Yang L H, Zeng F, Chen H 2008 *Chin. Phys. B* **17** 1124  
 [5] Shi L B, Wang Y F, Ke Y Y, Zhang G H, Luo S, Zhang X Q, Li C G, Li H, He Y S, Yu Z Q, Wang F R 2007 *Chin. Phys.* **16** 799

[6] Zhang X Q, Ren G L, Nie R J, Wang S Z, Wang F R 2005 *Acta Sci. Natur. Uni. Pek.* **41** 715 (in Chinese) [张擻秋、任国利、聂瑞娟、王宋证、王福仁 2005 北京大学学报(自然科学版) **41** 715]  
 [7] Yu Z Q, Ma X B, Nie R J, Yao D, Wang F R 2005 *Chin. J. Low Temp. Phys.* **27** 888 (in Chinese) [余增强、马小柏、聂瑞娟、姚丹、王福仁 2005 低温物理学报 **27** 888]  
 [8] Ren G L, Zhang X Q, Nie R J, Wang S Z, Wang F R 2005 *Acta Sci. Natur. Uni. Pek.* **41** 710 (in Chinese) [任国利、张擻秋、聂瑞娟、王守证、王福仁 2005 北京大学学报(自然科学版) **41** 710]

- [ 9 ] Wu Y S , Zhao Y , Wexler D , Kim J H , Dou S X 2008 *Physica C* **468** 218
- [ 10 ] Zhao Y , Wu Y S , Kong C , Wexler D , Vos M , Went M R , Dou S X 2007 *Supercond. Sci. Technol.* **20** S467
- [ 11 ] Chen K , Ma P , Nie R J , Yang T , Xie F X , Liu L Y , Wang S Z , Dai Y D , Wang F 2002 *Supercond. Sci. Technol.* **15** 1721
- [ 12 ] Wang S F , Zhu Y B , Zhang Q , Zhou Y L , Chen Z H , Lü H B , Yang G Z 2002 *Acta Phys. Sin.* **51** 2842 ( in Chinese ) [ 王淑芳、朱亚彬、张 芹、周岳亮、陈正豪、吕惠宾、杨国帧 2002 物理学报 **51** 2842 ]
- [ 13 ] Takahashi T , Harada Y , Iriuda H , Kuroha M , Oba T , Seki M , Nakanishi Y , Echigoya J , Yoshizawa M 2006 *Physica C* **445-448** 887
- [ 14 ] Zhuang C G , Meng S , Zhang C Y , Feng Q R , Gan Z Z , Yang H , Jia Y , Wen H H , Xi X X 2008 *J. Appl. Phys.* **104** 013924
- [ 15 ] Zhuang C G , Meng S , Yang H , Jia Y , Wen H H , Xi X X , Feng Q R , Gan Z Z 2008 *Supercond. Sci. Technol.* **21** 082002
- [ 16 ] Zhang Y B , Zhu H M , Zhou S P , Ding S Y , Lin Z W , Zhu J G 2006 *J. Appl. Phys.* **99** 08M512
- [ 17 ] Yu Z Q , Wu K , Ma X B , Nie R J , Wang F R 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 512 ( in Chinese ) [ 余增强、吴 克、马小柏、聂瑞娟、王福仁 2007 物理学报 **56** 512 ]
- [ 18 ] Matveev A T , Albrecht J , Konuma M , Cristiani G , Krockenberger Y , Starke U , Schütz G , Habemeier H U 2006 *Supercond. Sci. Technol.* **19** 299
- [ 19 ] Matveev A T , Albrecht J , Konuma M , Stuhlhofer B , Starke U , Habemeier H U 2005 *Supercond. Sci. Technol.* **18** 1313
- [ 20 ] Pogrebnyakov A V , Redwing J M , Jones J E , Xi X X , Xu S Y , Li Q , Vaithyanathan V , Schlom D G 2003 *Appl. Phys. Lett.* **82** 4319
- [ 21 ] Pogrebnyakov A V , Redwing J M , Raghavan S , Vaithyanathan V , Schlom D G , Xu S Y , Li Q , Tenne D A , Soukiassian A , Xi X X , Johannes M D , Kasinathan D , Pickett W E , Wu J S , Spence J C H 2004 *Phys. Rev. Lett.* **93** 147006

## Properties of MgB<sub>2</sub> films fabricated under different conditions by *ex-situ* annealing of Mg/B multilayer precursor<sup>\*</sup>

Liu Liang<sup>1)</sup> Ma Xiao-Bai<sup>1)</sup> Nie Rui-Juan<sup>1)</sup> Yao Dan<sup>2)</sup> Wang Fu-Ren<sup>1)†</sup>

<sup>1)</sup> School of Physics , State Key Laboratory for Artificial Microstructures and Mesoscopic Physics , Peking University , Beijing 100871 , China )

<sup>2)</sup> Fundamental Department , Aviation University of Air Force , Changchun 130022 , China )

( Received 23 March 2009 ; revised manuscript received 13 April 2009 )

### Abstract

The effects of annealing temperature , annealing time and film thickness on the properties of MgB<sub>2</sub> thin films prepared by *ex-situ* annealing of Mg/B multilayer have been studied. The films with the thickness of 250 nm annealed at temperatures as low as 400 °C exhibited a superconducting transition. The optimal annealing condition of 250 nm thick MgB<sub>2</sub> films regarding to the transition temperature ,  $T_c$  , was 750 °C for 20—30 min.  $T_c$  became lower as the film thickness decreased and the  $T_c$  of thinner MgB<sub>2</sub> films was influenced more greatly by the annealing temperature. With reducing the thickness of each single layer , we were able to fabricate the 20 nm thick MgB<sub>2</sub> superconducting film with a  $T_c^{\text{onset}}$  of 31 K.

**Keywords :** MgB<sub>2</sub> superconducting films , e-beam evaporation , superconducting phase formation

**PACC :** 7475 , 7410 , 7430

\* Project supported by the National Basic Research Program of China ( Grant No. 2006CB601007 ) and the National Natural Science Foundation of China ( Grant No. 10874005 ).

† Corresponding author. E-mail : frwang@pku.edu.cn