

# 欧姆加热共蒸镀法制备 Y-Ba-Cu-O 超导薄膜

曹效文 闻海虎 张凤英

(中国科学院等离子体物理研究所)

## 摘 要

我们首次利用欧姆加热共蒸镀的方法制备了  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  的超导薄膜。目前得到的结果是: 起始转变点温度 98K; 零电阻温度 65.8K; 转变宽度  $\Delta T_c$  为 32K。在同一块薄膜样品上, 还发现了明显的电导各向异性。经过几次冷热循环后, 由于样品表面结霜和吸水, 样品的超导电性出现了退化现象。

自从高温超导体系列 La-Ba-Cu-O 及 Y-Ba-Cu-O 被发现以来, 世界上众多的实验室都在竞相发展着这类新型超导体的弱电应用, 而制备出高质量的薄膜是达到这个目的的前提。

目前, 已报道的制备 Y-Ba-Cu-O 超导薄膜的方法有电子束加热蒸发<sup>[1]</sup> 磁控溅射<sup>[2]</sup> 以及激光束加热蒸发<sup>[3]</sup> 等方法。我们首次用欧姆加热共蒸发的方法制备出 Y-Ba-Cu-O 超导薄膜。其起始超导转变点温度是 98K, 零电阻温度是 65.8K, 转变宽度约为 32K。同其它方法相比, 这种方法具有设备简单, 组分均匀等优点。

## 一、实 验

### 1. 膜的制备

膜的制备是采用对高纯铜、钇和氧化钡粉末进行欧姆加热共蒸发的方式进行的。一定配比的三种原料分装三个钼坩埚中, 给坩埚通电流, 使坩埚体发热以蒸发原料。底板采用抛光过的  $ZrO_2$  单晶片, 蒸镀时, 底板被加热到 400℃ 左右。蒸镀前, 真空室的预真空是  $1 \times 10^{-5}$ Torr。蒸镀时充入流动的氧气, 使背景真空度达  $5 \times 10^{-5}$ Torr。电阻及 X 射线衍射结果均表明, 烧结前的膜主要是以非晶形式存在的金属、合金及其氧化物。改变通过坩埚的电流, 得到不同的温度, 以此决定原料蒸发速率的大小。底板到蒸发源的距离为 150mm, 这样大的

距离足以保证薄膜组分的均匀性。

### 2. 热处理

样品的升温、恒温 and 降温过程可以自动控制。在流动的氧气气氛中, 样品经过在 700℃ 左右的氧化和扩散处理后, 在 800—900℃ 范围内的某一温度处理 1h 时, 然后缓慢降至室温。

### 3. 测量

超导转变是通过四引线法进行测量的, 导线与膜之间利用高纯铜连接。温度由经过定标的铜-康铜热电偶测量。通过对液氮减压的方式可使温度由室温降到 60K。

## 二、结果与讨论

### 1. 超导转变

如图 1 所示, 样品 87-6-3 号的  $T_{c0}$  是 98K,  $T_c(\rho=0)$  为 65.8K。电阻温度关系在超

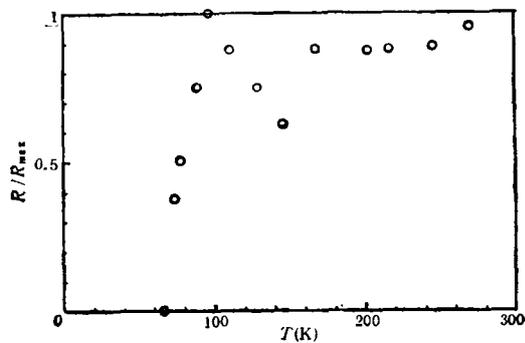


图 1 87-6-3 号样品的电阻转变曲线

导转变前出现反常,即存在一个极小值,这一点将在后面讨论。

## 2. 超导薄膜的导电各向异性

87-6-3 号样品的导电性存在各向异性。在室温情况下,某一方向测得的电阻率是  $2.8 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ ,而在与其几乎垂直的另一方向上,电阻率是  $2.5 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ 。图 2 中给出了在这两个方向上测得的  $R(T)$  转变曲线,其中实心点对应于前一方向,而空心点对应于后一方向。从图 2 可以看出,这两个方向上的电阻特性存在差异。在前一方向上,电阻在超导转变前由下降转为上升,出现一谷值,到 65.8K 时电阻全部转变到零;而在另一方向上电阻一直以线性下降,没有出现上升的迹象,并且一直到 60K 时电阻也未下降到零。

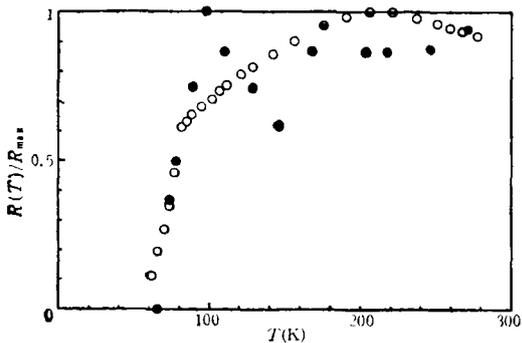


图 2 87-6-3 号样品在两个几乎垂直方向上的  $R(T)$  转变

从上述实验结果看,我们的薄膜样品中确实存在导电的各向异性,这一问题有待于进一步研究。

## 3. 薄膜超导电性的退化

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  超导体的稳定性是一个重要问题,通常经过几次液氮温度至室温的冷热循环和表面结霜过程以后,其超导电性表现出不同程度的退化<sup>[4]</sup>,这一问题已受到普遍重视。薄膜的表面积与其质量的比值要比大块样品大得

多,所以这一问题显得更加突出。我们研究了 87-6-3 号样品的退化现象。如图 3 所示,第一次测得的  $T_{c0}$  为 98K,  $T_c(\rho=0)$  为 65.8K;而经过四次液氮温度至室温的冷热循环和表面结霜后, $T_{c0}$  变为 92K,  $T_c(\rho=0)$  降到 62K,并且超导转变前的电阻谷值变得较为平缓,而且极小值点向低温区移动。表面结霜的水分可能造成氧化物的部分潮解,同时改变氧含量,其结果是使原来超导的颗粒部分转变成了非超导的相<sup>[4]</sup>。

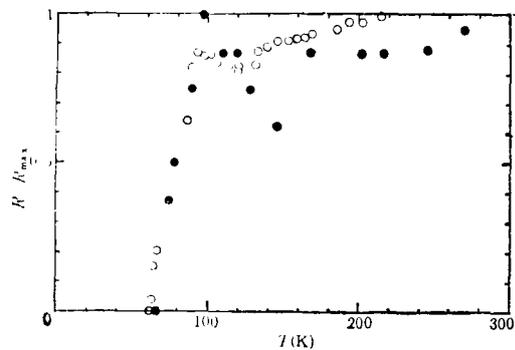


图 3 87-6-3 号样品超导电性的退化  
(实心点为初始测量结果,空心点为经过四次冷热循环后的测量结果)

随着温度的降低,氧原子发生迁移,从而促进了 Cu-O 链进一步形成,导致电阻有一明显下降,但同时电子局域化效应越来越强,使电阻值又提高了。这种局域化可能与不完全的 Peirls 相变有关<sup>[5]</sup>。因此,超导转变前的  $R(T)$  反常可能与氧原子迁移和不完全的 Peirls 相变有关。

- [1] R. B. Laibowitz et al., *Phys. Rev. B*, **35**(1987), 8821.
- [2] R. E. Somekh, M. G. Blamire, *Nature*, **326**(1987), 857
- [3] K. Moorjani et al., *Phys. Rev. B*, **36**(1987), 4036.
- [4] 曹效文等,低温物理学报, **9**(1987), 243
- [5] 曹效文,张霆宇,韩谷昌,低温物理学报,待发表。