

氧化物超导材料上电极的两种方法

李全禄

(陕西省物理研究所)

本文报道了氧化物超导材料上电极的两种方法的试验情况。

经过配料、一次加压、预烧、粉碎颗粒细化、加压成型和烧成工艺之后制备的氧化物超导材料如钇钡铜氧化物超导体,在实际用于电子器件时,会碰到上电极的问题。所谓上电极,就是在氧化物超导体表面设置一层金属薄膜^[1],供焊接连线和与其他导体连接用。对于金属或金属合金超导体,可想法直接焊接,但是,氧化物超导材料的表面对焊料不浸润^[2],不能直接焊接,而且此类材料质地硬、脆、无延展性,不易加工。如果接头电阻太大,电流通过时发热会严重影响测试及器件性能。所以,要使连接处接触牢靠,且接触电阻很小,只指望用导电胶(银胶)粘接和压接(压钢)的方法^[3]是不能顶用的。我们研究了烧渗银和化学沉银两种方法,经试验,效果良好。

一、实验情况

1. 烧渗银法

(1) 配制银浆¹⁾:

氧化银 Ag_2O , A.R., 17g, 纯度 99.7%;

氧化铋 Bi_2O_3 , A.R., 0.6g, 纯度 98.9%;

硼酸铅 $\text{Pb}(\text{BO}_2)\cdot\text{H}_2\text{O}$, A.R., 1.0g, 纯度 98.0%;

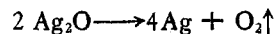
松节油, A.R., 6ml, 比重 0.852—0.870。准确量取以上药剂后,混合于研钵中研磨 70 余小时,配制成黑色银浆(松节油量随稀稠需要加减)。

(2) 氧化物超导体样品的处理:将样品表面用砂纸打磨光,再清洗。用肥皂水或去污粉水煮洗八分钟,经蒸馏水冲洗,无水乙醇脱水并拭干净。

(3) 涂覆银浆:用自制的钇钡铜氧化物超

导体 $\phi 20 \times 3$ 和 $\phi 20 \times 1$ 各多片,按测量的四引线要求,在经处理的圆面上用毛笔把银浆规则地涂覆成 $7 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 并且间隔为 2 mm 的四条带状电极后,置于烘箱中以 $100^\circ\text{C}/\text{h}$ 的速度升温至 120°C ,保持温度半小时,冷却后再在电极上涂覆一层,再烘一次。要注意保证银层的厚度和均匀性。

(4) 烧银:把样品放在有条沟的氧化铝轻质耐火砖上,置于马弗炉中烧结。 400°C 以前以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度升温,一直微开炉门,以排出松节油燃烧放出之 CO 和 CO_2 。 400°C 以后以 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度升温,到 680°C 保温半小时,关电自然冷却。此阶段氧化银还原:



出炉后银电极上好。

2. 化学沉银法

(1) 氧化物超导体表面处理(同烧渗银法)后,除要上电极的部分外,全部涂紫红漆密封,只裸露出欲上电极的四条带状空白。

(2) 配制沉银溶液²⁾:

氯化亚锡溶液: SnCl_2 , 4.5 g, A.R., 纯度 98.5%; HCl 1ml, A.R., 纯度 36—38%; H_2O 100 ml (去离子水)。

银氨溶液: AgNO_3 , 6 g, A.R., 纯度 99.8%;

NH_4OH 6ml, C.P., 纯度 25~38%;

H_2O 100ml (去离子水)。

甲醛溶液: HCHO 7ml, A.R., 纯度

1) 除硼酸铅是北京化工厂的产品之外,其余都是西安化学试剂厂的产品。

2) 药剂全是用西安化学试剂厂的产品。

40%;

H₂O 100 ml (去离子水).

此溶液当时配当时用.

(3) 沉银操作: 第一步, 在烧杯里倒入氯化亚锡溶液, 用镊子逐一把超导体放入, 摇晃一分钟后取出. 第二步, 用蒸馏水反复冲洗干净. 第三步, 注入 20 ml 的银氨溶液, 摇晃两分钟后, 注入 20 ml 的甲醛溶液, 一直摇晃到颜色发白, 取出氧化物超导体, 用自来水冲洗干净, 再用香蕉水去掉油漆. 化学沉银上了电极, 尔后在 300℃ 下烘干. 第四步, 如果沉银质量不好, 可用 10% 硝酸溶液去掉银层, 或用砂纸磨去重新沉银.

二、结果与讨论

烧渗银上电极后, 用直径为 1 mm 的细铜线焊接在氧化物超导体上, 用 100 g/mm² 以上

的拉力拉, 结果铜导线被拉断, 而银层和超导体结合处无断裂和起层现象, 表明银层和氧化物超导体的结合情况是很好的. 超导体样品被用于液氮温区反复测试性能多次, 未发现断裂现象. 用化学沉银方法所得银层均匀, 此种电极对于接触连接器件极为有用.

样品与电引线之间接点的好坏, 往往是电阻法测量超导体临界温度 T_c 成败的关键^[4]. 上述两种上电极方法与导电胶粘和压钢的方法比较, 其接触牢靠, 接触电阻也小, 可能是未来优质超导体上电极的比较理想的方法.

- [1] 山东大学压电铁电物理教研室编, 压电陶瓷及其应用, 山东人民出版社, (1974), 137.
- [2] 甘子钊等主编, 氧化物超导材料物性专题报告文集, 北京大学出版社, (1988), 23, 31, 209.
- [3] 赵忠贤等, 科学通报, 32-6(1987), 413.
- [4] 温庆哲等, 科学通报, 32-7(1987), 495.

第九届晶体生长国际会议 (ICCG-9) 简介

ICCG-9 是由日本科委、应用物理学会和晶体生长协会在日本教科文部和科技厅的支持下以国际晶体生长组织的名义主办的. 会议于 1989 年 8 月 20 日至 25 日在日本仙台市召开, 共有 29 个国家和地区的 825 名代表出席. 会上提出报告 822 篇, 其中大会报告五篇、分组邀请报告 76 篇、分组报告 727 篇、电影录像 14 篇(分五个会场和四个展厅).

本届会议与 1986 年在英国约克举行的 ICCG-8 相比, 不仅规模宏大, 而且组织完善, 效果良好. 1. 所报论文有吸引力的青年代表可能申请到部分经济资助以鼓励他们有更多机会参加国际性会议; 2. 分组口头报告仅限五分钟, 但会后均安排展讲以便有充分时间进行讨论; 3. 内容广泛, 重点突出. 除各种半导体材料的研究论文总数(256篇)仍占首位外, 基础性问题(155篇)、空间材料实验(49篇)和高温超导体单晶生长(46篇)研究的论文数有显著增长, 其余如工业结晶(52篇)和自然与生物结晶(44篇)等领域的报告亦占相当比重.

总的来看, 大会反映出目前晶体生长学科较发达的国家均具下述特色: 1. 重视开展基础研究, 如苏联 Chernov 关于《溶液和熔体界面动力学的最近发展》的综述报告、《台阶表面上生长的原子过程》共四篇专题报告以及法国 Favier 的《Bridgman 生长模型和液流的最新进展》等均给人深刻印象; 2. 研究对象——晶

体材料的品种与形式广泛, 几乎包含各种与科学现象和工业技术有关的无机及有机化合物、非金属与金属元素及其合金的多晶与单晶的一、二、三维材料; 3. 新技术应用于生长研究较普遍, 如微重力条件下减弱对流的作用(美国 Wilcox 的《美国微重力下晶体生长的近况和前景》、苏联 Regel 的《空间晶体生长实验述评》和日本 Tsukamoto 的《微重力下晶体生长的原位观察》等报告引起了大家的兴趣), 金属有机化学气相沉积(MOCVD)法生长各种薄膜单晶, 反射高能电子衍射(RHEED)研究薄膜生长的表面结构, 扫描沟道显微术(SCM)研究分子束外延(MBE)生长, 全息相衬干涉显微照相术(HCIMP)观察生长边界层, 同步辐射 X 射线形貌术(SRXT)术测定点阵缺陷的动态行为, 实时数字式录像图形的处理法(RTDVIP), 扫描反射电镜(SREM)原位观察 MBE 晶体薄膜的表面状态等. 而我国在上述三方面则比较欠缺. 虽然我国晶体生长在国际上拥有某些优势, 但显然轻两头(基础和应用), 重中间(材料工艺与应用基础), 特别是研究品种较偏重于光学晶体. 这次我国代表共提出 55 篇报告, 而涉及非线性光学晶体的论文就超过 23 篇, 这是值得思考的问题.

(贾寿泉)