

用 SEM 研究质子辐照 YBaCuO 的微结构¹⁾

颜石乾 罗成林 潘国强 韩民 王广厚

(广东省惠州教育学院)(南京大学物理系)

用 SEM (扫描电子显微镜)研究 YBaCuO 超导体及 YBaCuO/YSZ 超导薄膜经质子辐照所引起的微结构变化,发现质子辐照可使超导晶粒变细、变密、分布较均匀,并在 YSZ 衬底上发生趋向排列。这些都有利于超导电性的改善。

研究超导体的辐照效应至少有三个目的: (1) 为加速器和未来核聚变反应堆选择合适的超导磁铁,应掌握辐照损伤对 T_c , H_c 和 J_c 的影响; (2) 考察粒子辐照或离子注入掺杂是否可以获得用普通方法难以得到的更有效的钉扎中心,以便制备超导器件; (3) 超导器件在辐照条件下工作的稳定性将决定着它们能否用于“高技术”领域的重要因素。因此,早在 60 年代人们就注意对超导体辐照效应进行研究,集中在辐照损伤对低温超导材料临界电流和临界场的影响上,并用离子注入方法使 PdCu(H) 的临界温度提高到 16.7K^[1]。

自 YBaCuO 高温超导体发现后,使得这类超导体材料有可能在液氮温区以上的条件下工作^[2]。无论是强电还是弱电中的应用,都要考虑粒子辐照的影响。Küpfner 等人^[3]用快中子辐照 YBaCuO,辐照剂量从零增加到 10^{17} 中子/cm² 时,其 T_c 无明显变化,而在剂量为 10^{15} — 10^{17} 中子/cm² 之间时, J_c 有显著提高。我们用电子和质子对 YBaCuO 超导体作用,发现两者所引起的效果是不同的^[4,5]。本文研究了质子辐照条件下引起 YBaCuO 的微结构变化。

YBaCuO 超导样品是用氧化烧结法得到的。将 BaCO₃, Y₂O₃ 和 CuO 粉末在 940—970°C 通氧烧结 12 小时,再在氧空气中冷却到 220°C。而 YBaCuO 超导薄膜是将上述超导体材料用射频磁控溅射法沉积到掺钇的氧化锆 (YSZ) 单晶衬底上,衬底温度在 400°C,然后在一个大气压氧和 910°C 温度下退火,形成的薄膜厚度约为 1 μ m。

用型号为 1M-200M 的离子注入机的 100—200keV 质子束在真空度约为 10^{-5} Torr 的条

件下注入,剂量为 10^{15} 质子/cm²。测量质子辐照前后超导电性的变化,发现无论是体材还是薄膜样品的临界温度 T_c 都有所提高。尽管质子注入的深度只约 1 μ m,而 YBaCuO 体材样品厚度约为 1mm,仍能使超导临界温度提高 3K (从 86.7 K 提高到 89.8K)^[4]。但当使用超导薄膜进行质子辐照改性后,在质子射程接近 YBaCuO 薄膜厚度时,薄膜的超导性有了较大的改善,如表 1 所示。

表 1 超导薄膜 YBaCuO/YSZ 在质子辐照前后临界温度的变化

样品编号	辐照前 T_c (K)	辐照后 T_c (K)
1	63.9	73.2
2	<60 (~55)*	78
3	<60 (~50)*	80

* 为外推值。

用 SEM 研究 YBaCuO 体材样品经质子辐照前后的表面形貌(如图 1 所示),发现在辐照前,样品表面的晶块和晶粒稀疏,晶粒间界模糊不清,整幅照片的清晰度较差,晶粒间距离大小不等[见图 1(a)]。当质子辐照后,样品表面出现较密的细晶粒,形状多为方形,且分布较均匀,晶粒界面也较清楚,整幅照片清晰[见图 1(b)],表明质子辐照促使超导晶粒生长。

这种情况在 YBaCuO/YSZ 超导薄膜样品中更为显著。图 2(a) 为辐照前薄膜的 SEM 照片。从照片中可以看出,辐照前薄膜表面有稀疏的晶块,还有许多模糊不清的晶粒,晶粒排列不规则,形状为大小不等的扁状椭圆形,晶粒的致密度约为 10^6 个/cm²,晶粒直径一般为 2—5 μ m (少数晶块超过 5 μ m)。它们的线度变化较

1) 国家高温超导研究和开发中心资助。

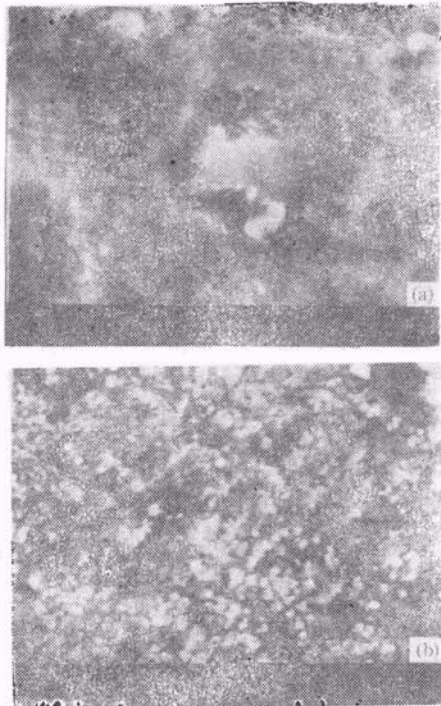


图1 质子对 YBaCuO 超导体辐照前后的 SEM 照片
(a) 辐照前; (b) 辐照后

大。图 2(b) 给出 150keV 质子辐照后的 SEM 照片,从照片中可以看出,辐照后块状晶片已不复存在,晶粒变细,晶界间距变小且清楚,形成直径约 $0.3\mu\text{m}$ 、长度约 $1\mu\text{m}$ 的圆棒形,绝大部分与衬底垂直,呈有规则、取向一致的排列,晶粒的致密度提高约两个数量级(约为 10^8 个/ cm^2)。

由此我们可以得出:(1) YBaCuO 超导体材和 YBaCuO/YSZ 超导薄膜经质子辐照后,其微结构发生了变化:晶粒变细、变密,并且有择优排列的趋向和均匀分布的特性;(2) 微结构的变化,提高了 YBaCuO 和 YBaCuO/YSZ 的临界温度。实验已经得出,穿过晶粒间界的 T_c 比不穿过晶界的要小得多^[4]。消除晶粒分布的不均匀性,增大晶粒的密度,减小晶界间距,以及晶粒取向的一致性等都是提高 T_c 的重要因素。

X 射线衍射和红外谱的研究表明^[2],质子辐照还能引起 YBaCuO 超导体和 YBaCuO/YSZ 超导薄膜的四方相向正交相比较变,以及形成 Cu-H 键,这些都有利于超导电性的改善。

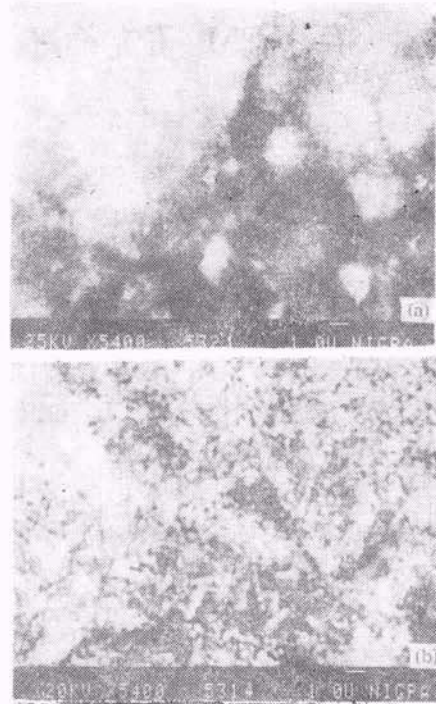


图2 质子对 YBaCuO/YSZ 超导薄膜辐照前后的 SEM 照片
(a) 辐照前; (b) 辐照后

众所周知,离子注入不仅可以在固体材料中掺入杂质和产生辐照损伤,而且由于能量沉积起着比高温或高压更佳的作用,从而使薄膜中的某种结构稳定下来。这些过程会影响薄膜的组分、结构和电性质。值得指出的是,高温超导体的辐照效应的研究刚刚开始,许多问题还有待深入研究。例如,(1) 不同粒子或射线对超导体的电流密度的影响如何?(2) 不同剂量下超导电性的变化如何?(3) 不同能量的人射粒子对超导电性的影响,辐照使晶格损伤程度以及损伤缺陷与宏观性质之间关系?(4) 辐射对钇系、铋系和其他新的高温超导体的影响是否相同等。这些问题有助于这些超导体的实际应用,也为深入研究高温超导机制和制备新的高温超导材料提供有价值的信息。

- [1] 王广厚,物理学报,33(1984),1434.
- [2] M. K. Wu et al., *Phys. Rev. Lett.*, 58(1987),908;
Z. X. Zhao et al., *Kexue Tongbao*, 32(1987),661.
- [3] H. Küpfer et al., *Z. Phys. B*, 69(1987), 167.
- [4] 储晔、陈立泉,物理,18(1989),268.
- [5] G. H. Wang et al., *Phys. Letters A*, 130(1988), 405.