

МОДИФИКАЦИЯ СОСТАВА ВТСП ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК СИСТЕМЫ $YBaCuO$ ПРИ ПРОПУСКЕНИИ ПОСТОЯННОГО ТОКА ПРИ $T = 77$ К

Е. Н. Лубнин, Г. Н. Михайлова, Е. Г. Рудашевский, А. М. Прохоров,
А. С. Сеферов, В. Н. Сумароков, В. А. Тарасенков, А. В. Троицкий, А. Г. Чистов

В поликристаллических пленках $YBaCuO$ толщиной 1—2 мкм ($T_k = 91$ К) при 77 К при пропускании тока (существенно ниже критического) наблюдалось изменение морфологии и рекристаллизация с изменением химического состава, включающая появление несверхпроводящих фаз. Локальный химический анализ производился с помощью сканирующего электронного микроскопа с энергодисперсионной приставкой.

Последние несколько лет, прошедшие с момента открытия высокотемпературной сверхпроводимости, привели к большим успехам в области получения тонких пленок $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ с высокими критическими параметрами (T_k, j_k). Однако в ряде работ указывается на быструю деградацию полученных пленок. С технологической точки зрения вопрос о стабильности ВТСП пленок является ключевым. Вначале обратили внимание на химическую нестабильность пленок в присутствии влаги, затем было показано, что механическое напряжение и ударные волны приводят к декомпозиции ВТСП сверхпроводников /1—4/.

Наиболее важной частью всей проблемы ВТСП является обнаруженная "электрическая нестабильность", которая заключается в изменении химического состава пленок при пропускании тока как в нормальном, так и в сверхпроводящем состоянии (при $T = 4,2$ К). Предполагается, что данное явление связано с перемещением ионов Cu, Ba и O и объясняется малостью энергетического барьера между частично заполненными кристаллографическими позициями /5—7/. В работе /8/ также обнаружена катастрофическая деградация эпитаксиально выращенных пленок "1—2—3" в нормальном состоянии при пропускании импульсов электрического тока.

Рабочей температурой устройств и приборов на основе ВТСП, вероятнее всего, будет температура кипения жидкого азота при атмосферном давлении. Поэтому исследования изменения состава поликристаллических пленок при $T = 77$ К при пропускании через них транспортного тока имеет большое практическое значение.

Эксперимент был выполнен на поликристаллических пленках соединения $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ размером 10×2 мм² и толщиной 2 мкм, полученных конденсатно-диффузионным методом на подложках из поликристаллического диоксида циркония, стабилизированного иттрием /9/.

Использованный метод является двухстадийным. На первой стадии происходит последовательное формирование на подложке многослойной композиции (порядка 10 слоев) из компонентов ВТСП соединения, в качестве которых применялись Y_2O_3 , BaO и Cu. На второй стадии осуществляется программированный отжиг указанной композиции. Слои компонентов наносились электронно-лучевым испарением с конденсацией соответствующих веществ на подложке при $T = 100^\circ C$ при давлении кислорода $5 \cdot 10^{-5}$ торр. Отжиг полученных образцов проводился в муфельной печи в токе кислорода при атмосферном давлении. Длительность отжига 40—120 минут, максимальная температура отжига составляла $925^\circ C$.

Как показали рентгеноструктурные исследования и электронная микроскопия с рентгеноспектральным анализом, полученные таким образом пленки преимущественно являются высокооднородными по составу, однофазными (фаза "1—2—3"), имеют зернистую структуру с размером зерна 3—5 мкм и не ориентированы по оси "с". Микрофотография поверхности контрольного образца, полученного по описанной технологии, приведена на рис. 1а.

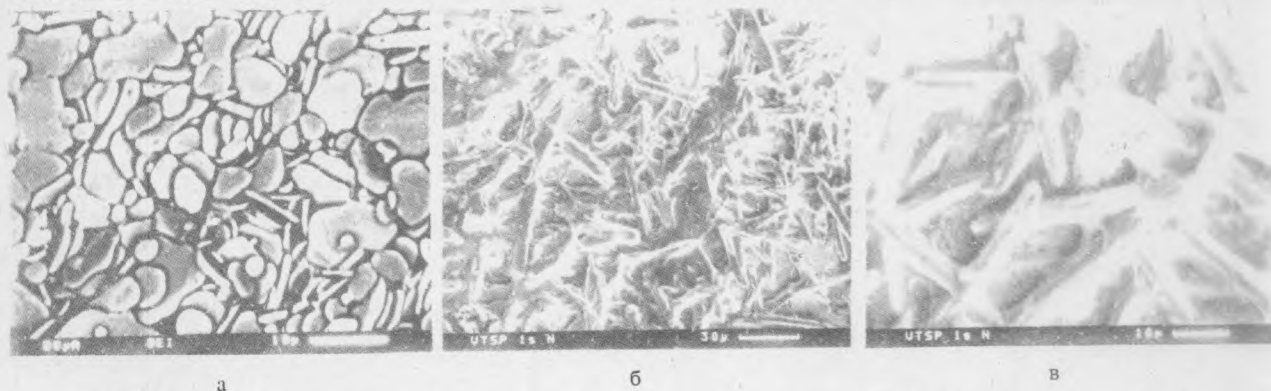


Рис. 1. Микрофотографии поверхности образцов поликристаллической пленки $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ (изображение получено во вторичных (б, в) и в отраженных (а) электронах): а — исходный (контрольный) образец, центральная часть, изображение типично для всех поликристаллических пленок; б — образец после пропускания тока в течение 575 часов, хорошо видно образование новой фазы в виде иглообразных кристаллов; в — тот же образец, что и в случае б, но при большем увеличении.

Для проведения электрических измерений и пропускания тока через образец использовались контакты из индия. Четыре омических контакта в виде точек диаметром 1 мм были нанесены на поверхности пленки ВТСП параллельно длинной стороне путем втирания и последующего наплавления индия.

Исследуемый образец крепился в держателе, помещенном в ампуле с теплообменным гелием при атмосферном давлении в сосуде с жидким азотом. Исследуемый и контрольный образцы находились на одной и той же подложке в непосредственной близости друг от друга. Через исследуемую пленку пропускался ток в 1 мА в течение 575 часов. Общий перенос заряда через образец составил $2 \cdot 10^3$ Кл. До и после пропускания тока снималась кривая сверхпроводящего

перехода $R(T)$ (рис. 2) и вольт-амперная характеристика (рис. 3), а также проводился химический анализ состава и исследование морфологии поверхности с помощью электронного микроскопа Camscan-4 с энергодисперсионной приставкой Link. В исходном образце $T_k \sim 91$ К и $I_k \sim 3$ мА.

Микрофотографии экспериментального образца после пропускания тока показаны на рис. 1б и 1в. По всей длине образца обнаружено выпадение новых фаз в виде иглообразных кристаллов. Причем, в отличие от экспериментов при $T = 300$ К, образование новых фаз происходило относительно равномерно по всей пленке. Стержневидная структура выпавших фаз говорит о направленной диффузии ионов. Контрольный образец, находившийся в тех же условиях, что и экспериментальный, не претерпел за время эксперимента никаких изменений.

Проведенный эксперимент показал, что в результате пропускания транспортного тока через сверхпроводящую пленку $YBaCuO$ при температуре 77,4 К возникает массоперенос, который модифицирует состав вещества в областях протекания тока и приводит к образованию несверхпроводящих фаз.

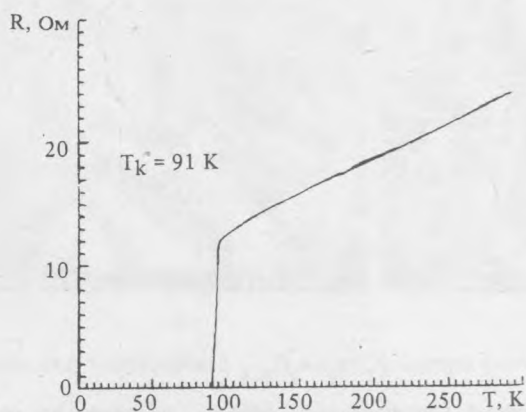


Рис. 2. Зависимость электросопротивления R экспериментального образца $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ от температуры T .

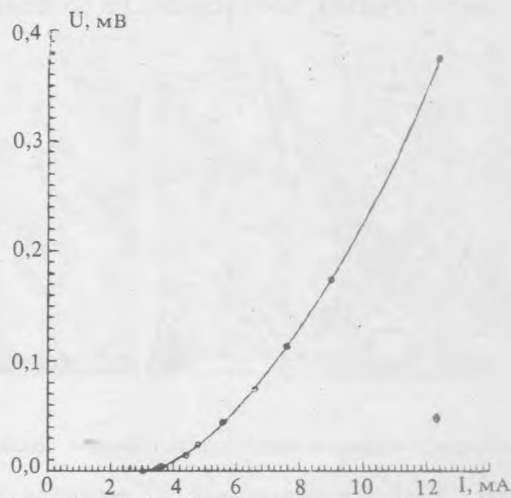


Рис. 3. Вольт-амперная характеристика экспериментального образца.

ЛИТЕРАТУРА

1. Van Tendeloo G., Zandbergen H. W., Amelinckx S. *Solid State Commun.*, **63**, 603 (1987).
2. Gallagher P. K. et al. *Mat. Res. Bull.*, **22**, 995 (1987).
3. Gallagher P. K., Grader G. S., O'Bryan H. M. *Mat. Res. Bull.*, **23**, 1491 (1988).
4. Murr L. E. et al. *Appl. Phys. Lett.*, **55**, 1575 (1989).
5. Прохоров А. М. и др. *Письма в ЖЭТФ*, **51**, 132 (1990).
6. Прохоров А. М. и др. *ДАН СССР*, **311**, 75 (1990).
7. Прохоров А. М. и др. *Сверхпроводимость: физика, химия, техника*. **3**, 2081 (1990).
8. Kabasawa U. et al. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **29**, 452 (1990).
9. Брызгалов А. М. и др. В кн.: *Тр. 1-го Всес. совещ. "Физико-химия и технология ВТСП материалов"*, М., Наука, 1989, с. 354.