

05.4

© 1991

ИЗУЧЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ИТТРИЕВОЙ КЕРАМИКИ
И ГРАНИЦЫ РАЗДЕЛА $Ag/YBaCuO$
МЕТОДОМ РФЭС

М.В. Я к у ш е в, В.Г. Б е с с е р г е н е в

Комплексное изучение процессов, происходящих на границе высокотемпературный сверхпроводник (ВТСП) – металлы, носящее фундаментальный характер, имеет первостепенное значение для большинства приложений ВТСП. Такое исследование необходимо прежде всего для нужд электроники и микроэлектроники в связи с проблемой создания надежных низкорезистивных электрических контактов к сверхпроводящим устройствам: датчикам, элементам электронных схем, кабелям и т.п. Большинство технологий по получению контактов к ВТСП включает в себя несколько циклов температурной обработки [1], поэтому влияние температуры на структуру и свойства сверхпроводников и гетерограниц металл-ВТСП представляет практический интерес. С другой стороны, в ряде работ [2–5] исследовались процессы взаимодействия различных типов ВТСП с различными металлами. Во всех этих статьях описывается взаимодействие металлов со свежеосажденными или механически отчищенными поверхностями сверхпроводящих керамик. При промышленном производстве механическая очистка в вакууме увеличивает стоимость прибора и усложняет технологический цикл. С этой точки зрения отжиг в вакууме является более приемлемым.

В данной работе методами рентгеновской фотоэмиссионной спектроскопии (РФЭС) и масс-спектрометрии изучались процессы, происходящие на поверхности иттриевой керамики во время отжига в вакууме.

Работа проводилась на отечественном спектрометре ЭС-2401. Спектрометр снабжен нагревателем для прогрева образца в вакууме в интервале температур до 1500°C . Во время отжига спектр остаточных газов контролировался при помощи монополярного масс-спектрометра МХ-7304. Тонкие слои серебра напылялись из резистивного источника. Скорость осаждения контролировалась при помощи кварцевого измерителя толщины. Энергия возбуждения во всех экспериментах была $h\nu = 1486.6$ эВ ($AZ, K\alpha$), а энергия пропускания анализатора составляла 50 эВ. Рабочий вакуум в камере анализатора поддерживался лучше 1×10^{-9} Тор. В качестве образца использовалась иттриевая керамика с температурой сверхперехода 92.5 К.

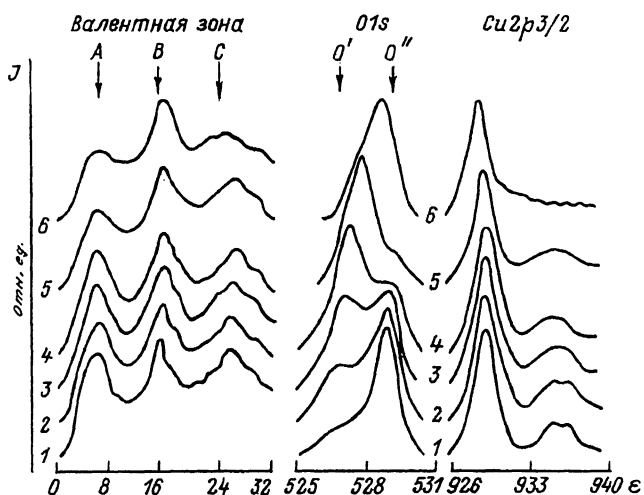


Рис. 1. РФЭ-спектры валентной зоны и основных уровней кислорода и меди образца $YBCO$ типа А. 1 - исходные, 2 - 6 - после отжига при 300, 450, 750 и 900 °С.

Отжиг образца проводился при температурах 300–900 °С по 30 минут при каждой температуре. Исследовались два типа образцов: полученные спеканием стандартной шихты на воздухе (А) и в атмосфере кислорода (В).

На исходном спектре образцов любого типа (см. рис. 1) видно, что в образцах медь находится в двух состояниях Cu^{+} (930,6 эВ) и Cu^{2+} (940,1 эВ), что является характерной особенностью всех ВТСП структур [2, 3]. Также наблюдаются два состояния кислорода: O' (527,5 эВ) и O'' (529,7 эВ). При отжиге до 600 °С включительно происходит уменьшение интенсивности пика от O'' , причем для образцов типа А пик O'' при шестьсотградусном отжиге исчезает, а для образцов типа В интенсивность пика O'' становится равной интенсивности пика O' . При этом каких-либо изменений в спектрах основных уровней иттрия, бария и меди и в спектре валентной зоны не наблюдается. По данным масс-спектропии давление остаточных газов в анализаторе во время отжига до 600 °С определяется давлением элементов с массовым числом 18 и 44.

При температуре отжига 750 °С для образцов типа А (рис. 1) происходит значительное изменение в спектре валентной зоны. Пик А, относящийся к $Cu-O$ связи [2], резко теряет интенсивность по отношению к пикам В ($Ba 5p$) и С ($Y 4d$), при этом в спектре меди интенсивность пика Cu^{2+} также снижается. При температуре 900 °С происходит дальнейшее изменение спектра валентной зоны. Кроме интенсивности пика А падает и интенсивность пика С (относительно В), в спектре меди пик Cu^{2+} не на-

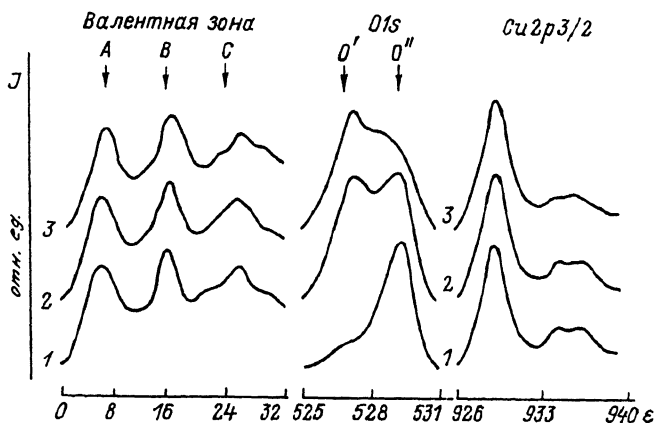


Рис. 2. РФЗ-спектры валентной зоны и основных уровней кислорода и меди образца YBCO типа В. 1 - исходные; 2, 3 - после отжига при 800 и 900 °С.

блюдается. Из спектров видно, что при температурах выше 600 °С происходит смещение пиков O' и Cu^{1+} . Исходя из выше изложенного, а также из данных полуколичественного анализа, можно заключить, что при температурах отжига 600 °С и выше происходит разрушение $Cu-O$ связей и десорбция атомов Y , Cu и O с поверхности.

Для образцов типа В (рис. 2) подобной зависимости получить не удалось. После прогрева при 800 °С в спектре кислорода наблюдаются две составляющие O' (527.9 эВ) и O'' (529.7 эВ) одинаковой интенсивности. В спектре меди присутствует Cu^{2+} и структура валентной зоны эквивалентна структуре не отожженного образца. При температуре отжига 900 °С интенсивность сигнала O'' становится несколько ниже интенсивности O' , но существенных изменений в спектрах меди и валентной зоны, как для образца А, не происходит. Так же при температурах 800 и 900 °С не изменяется количественное отношение $Y:Ba:Cu$. Масс-спектрометрические исследования показали, что давление остаточных газов в анализаторе во время отжига при температурах выше 600 °С определяется давлением элементов с массовым числом 18, 28 и 32, так же возрастает интенсивность пика, образованного элементом с массовым числом 16.

Исходя из выше изложенного, мы предполагаем, что во время отжига при температуре до 600 °С с поверхности образца иттриевой керамики происходит десорбция газов, адсорбированных из атмосферы. При температуре более 600 °С происходит десорбция атомарного и молекулярного кислорода с поверхности образца YBCO. У обогащенных кислородом образцов типа В поверхность восста-

навливается за счет диффузии кислорода из объема, а у образцов типа А такого восстановления не происходит, и поверхность разрушается.

Следующая серия экспериментов связана с напылением серебра на поверхность YBCO. Для экспериментов использовались образцы типа В. Серебро напылялось из резистивного источника со скоростью 1 А/мин. Исследовались слои толщиной от 1 до 10 ангстрем, напыленные при комнатной температуре. Перед напылением серебра образец прогревался до температуры 600 °С. Образцы типа В с напыленным на них десятиангстремным слоем серебра так же подвергались отжигу в вакууме при температурах 600–900 °С. Было установлено, что в интервале температур от комнатной до 900 °С серебро не взаимодействует с поверхностью иттриевой керамики.

Исходя из результатов данной работы, можно заключить, что в интервале температур до 900 °С серебро не вступает в химическую реакцию с поверхностью ВТСП, и рекомендовать отжиг в вакууме в качестве метода очистки поверхности иттриевой керамики.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] E k i n J.M. et al. // Appl. Phys. Lett. 1988. V. 52. P. 1819–1822.
- [2] M e y e r H.M. III, H i l l D.M. et al. // Phys. Rev. B. 1988. V. 38. N 10. P. 6500–6512.
- [3] M e y e r H.M. III, H i l l D.M. et al. // Appl. Phys. Lett. 1988. V. 53. N 10. P. 1004–1006.
- [4] L a u b s c h a t C. et al. // Europhys. Lett. 1988. V. 6. N 6. P. 555–560.
- [5] K u l k a r n i P. et al. // Physica C. 1990. V. 168. P. 104–111.

Институт физики полупроводников
СО АН СССР,
Институт
неорганической химии
СО АН СССР

Поступило в Редакцию
6 марта 1991 г.