

SỰ LIÊN HỆ GIỮA ĐẶC TRƯNG I-V VÀ ĐIỀU KIỆN CHẾ TẠO CỦA MẪU MÀNG DÀY SIÊU DẪN Bi2212

Đỗ Thị Sâm, Nguyễn Minh Thuý

Khoa Vật lý

Trường ĐHSP - ĐHQG Hà Nội

1. Mở đầu

Vật liệu siêu dẫn nhiệt độ cao (SDNĐC) hệ Bi, ngay từ khi được phát hiện (1988), với những đặc tính của mình đã được coi là một trong những vật liệu có ý nghĩa ứng dụng cao. Với hợp thức hoá học $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$, pha siêu dẫn này (được gọi tắt là Bi-2212) cho nhiều ưu điểm như rẻ, không độc hại, dễ tạo pha, bền vững và cho nhiệt độ tới hạn cao ($T_c \approx 80\text{K}$), mật độ dòng tới hạn cao...

Vì vậy, việc chế tạo vật liệu SD Bi-2212 với mục đích ứng dụng là cấp thiết. Cho tới nay, công nghệ chế tạo mẫu gốm SD hệ Bi có thể coi như đã ổn định. Nhiều nơi trên thế giới đã đạt được công nghệ mẫu gốm SDNĐC hệ Bi với chất lượng cao. Tuy nhiên, việc sử dụng mẫu gốm SD vào mục đích ứng dụng là rất khó. Các khó khăn này sẽ được giải quyết nếu có được sản phẩm là mẫu màng SDNĐC.

Với những đặc tính hoá lý riêng, việc chế tạo màng SDNĐC có nhiều đặc điểm không giống như đối với các mẫu màng thông thường khác. Hiện nay, việc tìm kiếm một công nghệ chế tạo màng SDNĐC hệ Bi là vấn đề được quan tâm và chưa có được kết quả cuối cùng.

Trong bài này chúng tôi trình bày kết quả đo đặc trưng I-V của mẫu màng dày SD Bi-2212, được chế tạo theo phương pháp nóng chảy cục bộ và tiến hành phân tích sự liên quan giữa đặc trưng I-V với điều kiện chế tạo màng. Từ đó có thể cải tiến điều kiện công nghệ với mục đích nâng cao độ đồng nhất và tăng mật độ dòng tới hạn của mẫu màng dày Bi-2212.

2. Thực nghiệm:

Màng dày Bi-2212 được chế tạo bằng phương pháp nóng chảy cục bộ theo các bước sau:

1. Tạo bột mẹ: Bột mẹ Bi-2212 được tạo thành từ mẫu khối Bi-2212 chế tạo bằng phương pháp phản ứng pha rắn thông thường [1].

2. Tạo màng: Bột mẹ lấy từ các mẫu khối đủ mịn, được nghiền thật kỹ với dung dịch keo hữu cơ, tạo thành hỗn hợp đặc sền sệt. Hỗn hợp trên được ép lên đế o xít nhôm Al_2O_3 với kích thước $5\text{mm} \times 10\text{mm}$. Mẫu được sấy ở nhiệt độ $< 100^\circ\text{C}$ trong vòng 10h. Quá trình xử lý nhiệt để tạo màng được mô tả theo sơ đồ sau:

Sơ đồ 1

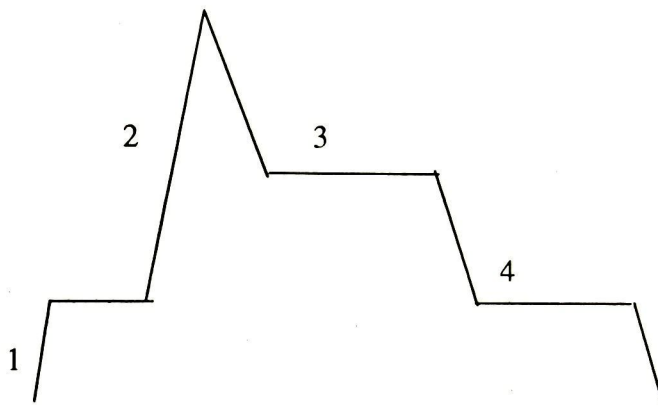
Giai đoạn 1: Nâng nhiệt độ với tốc độ $2^\circ/\text{phút}$, để tránh sự bong mẫu khỏi đế. Sau đó giữ nhiệt độ ổn định ở 500°C trong 10h nhằm phân huỷ và đuổi phần hữu cơ.

Giai đoạn 2: Nâng nhiệt độ từ 500°C lên nhiệt độ nóng chảy T_{melt} với tốc độ 2

độ/phút. Giữ Tmelt trong 5 phút.

Giai đoạn 3: Đưa về $T = 840\text{C}$ và giữ nguyên trong thời gian 12h.

Giai đoạn 4: Hạ nhiệt độ xuống $T = 500\text{C}$ và giữ nguyên trong 10h. Sau đó tắt lò và cho mẫu nguội theo lò.



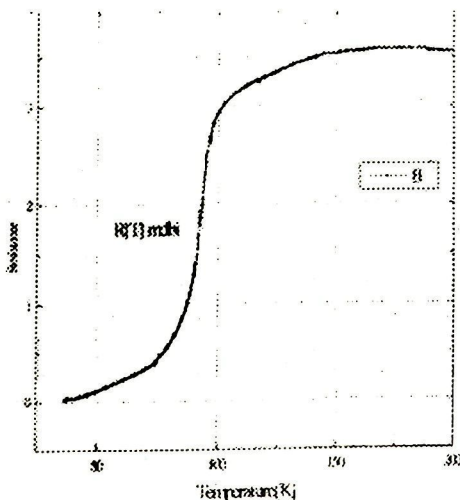
Quá trình xử lý nhiệt này được tiến hành ở lò Lindberg - Blue THF55000, có khống chế nhiệt độ.

Đánh giá sơ bộ cho độ dày của màng cỡ $50\text{ }\mu\text{m}$.

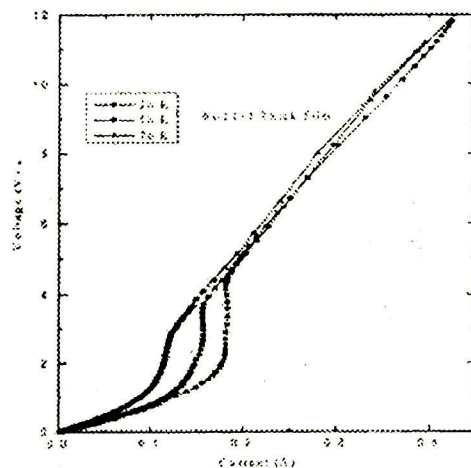
Các phép đo $R(T)$ và $I-V$ của mẫu màng được tiến hành bằng phương pháp 4 mũi dò. Trong phép đo $I-V$ mẫu được gia công lại sao cho tiết diện dòng nhỏ nhất, cỡ $0.05\text{mm} \times 1\text{mm}$. Các tiếp xúc được tạo bằng dung dịch hồ bạc.

3. Kết quả và thảo luận

Hình 1 là đường điện trở phụ thuộc vào nhiệt độ của mẫu màng dày B-2212. Ta thấy có sự chuyển pha rõ rệt tại vùng $T = 85\text{K}$, chứng tỏ sự tồn tại của pha siêu dẫn Bi-2212 là cơ bản. Tuy nhiên, cũng như nhiều ông bố về các mẫu màng dày hệ Bi, độ rộng chuyển pha là khá rộng và còn tồn tại điện trở dư. Điều này liên quan đến quy trình công nghệ tạo màng và có mặt trên đặc trưng $I-V$ của mẫu mà sẽ phân tích kỹ vào phần sau.



Hình 1



Hình 2

Hình 2 là kết quả đo đặc trưng I-V của mẫu màng dày Bi-2212 ở các nhiệt độ $T = 30, 50$ và 70K . Các tuyến đặc này đều có dạng chung là có 2 vùng tuyến tính. Vùng thấp ($I \ll J_c$) với $V < 0,3\text{ V}$ và vùng cao ($I > J_c$) với $V > 2\text{ V}$ ở giữa 2 vùng này, khi $I \approx 2,7\text{A}$ (ở $T = 30\text{K}$) trên đặc trưng I-V, thế V có một bước nhảy đột ngột với $\Delta V \approx 1\text{V}$. Sự tăng đột ngột của thế ở đây được xem là kết quả của sự phá vỡ trạng thái siêu dẫn khi dòng đạt giá trị tới hạn J_c - giống như trong các vật liệu siêu dẫn trước đây. Nguyên nhân của nó là có sự phá cặp hạt tải khi dòng đạt giá trị tới hạn, từ đó điện trở bắt đầu khác không. Bằng tính toán kết hợp giữa mô hình BCS với mô hình từ giảo (Flux creep model)[2] và các hiện tượng ghim từ thông (flux pinning)[3] có thể cho giá trị J_c từ đặc trưng này. Tuy nhiên, sự biện luận đặc trưng I - V tại vùng $I \approx J_c$ này là rất đa dạng. Trong bài này chúng tôi chỉ xác định một cách định tính bằng lý thuyết BSC (đường liền nét) và cho kết quả tính toán $J_c \approx 5.10^2\text{ A/cm}^2$.

Mặt khác, dạng của bước nhảy thế trong I - V này cũng có thể nhận được khi đo đặc trưng I - V của các tiếp xúc Josephson trên các mẫu khối hệ Bi [4]. Bởi vậy, $I_c \approx 0,25\text{A}$ ở đây cũng có thể hiểu là dòng tới hạn của một tiếp xúc Josephson nằm trong lòng vật liệu - điều này có được là do bản chất đặc thù của vật liệu gồm SD nhiệt độ cao.

Phần tuyến tính I - V ở vùng V cao được xem như qui luật Ohm của trạng thái thường của vật liệu. Tuy nhiên có thể ở vùng $I \approx I_c$ còn có một phần điện trở được đóng góp bởi dòng các xoáy từ trong lòng vật liệu SD - gọi là R_{ff} - (flux flow), khi I tăng dần đến J_c . Điều này đã được nhiều nghiên cứu nói đến, khi xem SDNĐC là một SD loại 2 không đồng nhất, có độ dài kết hợp ξ nhỏ (vài chục Å) và độ xuyên sâu λ lớn (vài nghìn Å). H_{c1} của các vật liệu này rất nhỏ dẫn đến trạng thái hỗn hợp rất dễ hình thành khi có dòng chạy qua vật liệu siêu dẫn.

Cũng bằng hiện tượng luận này có thể xét cho đoạn tuyến tính I - V ở vùng V nhỏ ($V < 0,3\text{V}$). Ngay từ khi xây dựng lý thuyết về SD loại 2, Abrikosov đã cho rằng, với các SD loại 2 kém đồng nhất, ở nhiệt độ $T > 0\text{K}$, dòng tới hạn J_c có thể giảm tới 0 do có sự chuyển động nhiệt của các đường sức (thermally assisted flux flow - TAFF). Có nghĩa là, trong SD loại 2, ở $T > 0\text{K}$, luôn tồn tại một điện trở R_{TAFF} . Điều này cũng được nói đến trong [5] khi nghiên cứu SDNĐC.

Tuy nhiên, nếu R_{TAFF} là chủ đạo của đặc trưng I - V ở đây thì nó phải phụ thuộc nhiều vào nhiệt độ, không tuyến tính I - V và luôn có mặt trong mọi mẫu. Điều này không được thỏa mãn trong các nghiên cứu tiếp theo của chúng tôi.

Trong bài này, chúng tôi cho rằng sự tồn tại R_1 ở vùng $I \ll I_c$ liên quan trực tiếp đến tình trạng cấu trúc mẫu không đồng nhất. Thông thường, mẫu gồm SDNĐC được xét như một mạng rất nhiều hạt SD tiếp xúc nhau. Các biên hạt, tùy điều kiện công nghệ, có thể là KL thường, BD hay điện môi, có độ dày khác nhau. Tùy vào độ dày d của biên hạt, mà các tiếp xúc với cấu trúc S-I-S, S-N-S... có thể ở dạng tiếp xúc Josephson, tunel hay đơn giản là nối tiếp ở các mẫu khối, với độ đồng nhất tốt, hạt mịn, biên hạt không đáng kể, ta có thể nhận được một mối từ thuận lợi cho một dòng siêu dẫn I_s chạy qua mẫu mà không có điện trở. Điều kiện này có được nếu độ dày biên hạt d thỏa mãn điều kiện sau: $2d < \xi$ (1). Có nghĩa là tiếp xúc giữa các hạt là Josephson hoặc kết liên nhờ hiệu ứng gần gũi (proximity effect).

Với SD hệ Bi-, $\xi > \approx 30 \text{ \AA}$ là rất nhỏ, điều kiện (1) không phải luôn đạt được. Ngoài ra độ đồng nhất kém của mẫu có thể dẫn đến sự tạo thành từng "đám" (cluster) không có tính SD, với kích thước lớn không cho phép dòng Josephson xuyên qua. Khi đó dòng 1 buộc phải đi qua một vùng có điện trở R_n , và chính thành phần này gây nên độ dốc tuyến tính của $I - V$ tại vùng $I \ll J_c$.

Như vậy, sự tồn tại tuyến tính $I - V$ ở $I \ll I_c$ liên quan trực tiếp đến quy trình công nghệ tạo mẫu. Nó chỉ ra sự có mặt của các pha thường (tạp chất hoặc pha SD thấp 2201) trong mẫu màng.

Trong quá trình tạo mẫu màng dày SDNDC, tại công đoạn nóng chảy - giai đoạn 2, các tham số T_{melt} và t_{melt} là hết sức quan trọng. Cả 2 thông số này phải phối hợp chặt chẽ sao cho các hạt siêu dẫn (của mẫu khối) nóng chảy vừa đủ để liên kết biên hạt, tiến đến tăng mật độ khối, giảm hiệu ứng biên hạt, nhưng chưa chảy quá để các hợp phần SD bên trong hạt bị chảy ra và phân bố lại làm giảm sự đồng nhất vốn có từ mẫu gốm.

Bước quan trọng thứ 2 là thời gian ủ mẫu (giai đoạn 3) sao cho phần nóng chảy vừa hình thành (từ các biên hạt) tiến tới tạo pha SD sẽ ổn định lại và lượng ô xi trong mẫu cũng phụ thuộc vào công đoạn này.

Từ các đặc trưng $I - V$ trên hình 2 cho ta suy luận rằng các mẫu màng dày Bi-2212 với $T_{\text{melt}} - 870\text{C}$ và $t_{\text{melt}} - 5$ phút là chưa thực đồng nhất, nhưng đã cho khả năng J_c khá cao, hơn hẳn các mẫu khối trước đây.

Lập luận này đã được áp dụng và có kết quả trong việc cải tiến quy trình tạo mẫu màng dày Bi-2212 tiếp theo.

4. Kết luận

Từ những trình bày trên, có thể rút ra kết luận sau:

- Bằng phương pháp nóng chảy cục bộ, mẫu màng dày SD Bi-2212 bước đầu đã được chế tạo thành công.
- Từ kết quả đo đặc trưng $I - V$ có thể thấy được khả năng cho mật độ dòng tới hạn J_c là khá cao. Tuy nhiên mức độ đồng nhất của mẫu và tham số công nghệ đã ảnh hưởng trực tiếp đến đặc trưng $I - V$ và giá trị J_c của mẫu.

Lời cảm ơn: Hai trong các tác giả (Đỗ Thị Sâm và Nguyễn Minh Thủy) xin cảm ơn sự ủng hộ về tài chính của đề tài cấp trường ĐHSP và Đại học quốc gia Hà Nội.

Tài liệu tham khảo

1. Do Thi Sam et. al comm in phys 2 (1999) 48-54.
2. W. Anderson, Phys. Rev. Lett. 9 (1962) 309
3. M. Tingkham, Phys. Rev. Lett. 61 (1988) 1658.
4. B. A. Aminov et. al., Superconductivity vol 2, N.7 (1989) 93.
5. E. H. Brandr, Physica C195 (1992) 1-27.

SUMMARY

Relation between the I - V characteristics of superconducting thick film Bi-2212 and condition of their preparation

This paper presents results of electrical measurement of superconducting thick film Bi-2212, which were prepared by partial melt processing.

The R (T) characteristics shows a superconducting phase-transition at $T_c \approx 85\text{K}$. This proves prevalent presence of superconducting phase Bi-2212 in the film.

From the I - V characteristics measured at $T = 30, 50, 70\text{K}$ we deduct, that there is critical current density J_c , which is about $5 \cdot 10^2 \text{ A/cm}^2$ at $T = 30\text{K}$.

In the paper we analyse relation between the I - V characteristics of superconducting thick film Bi-2212 and condition of their preparation.