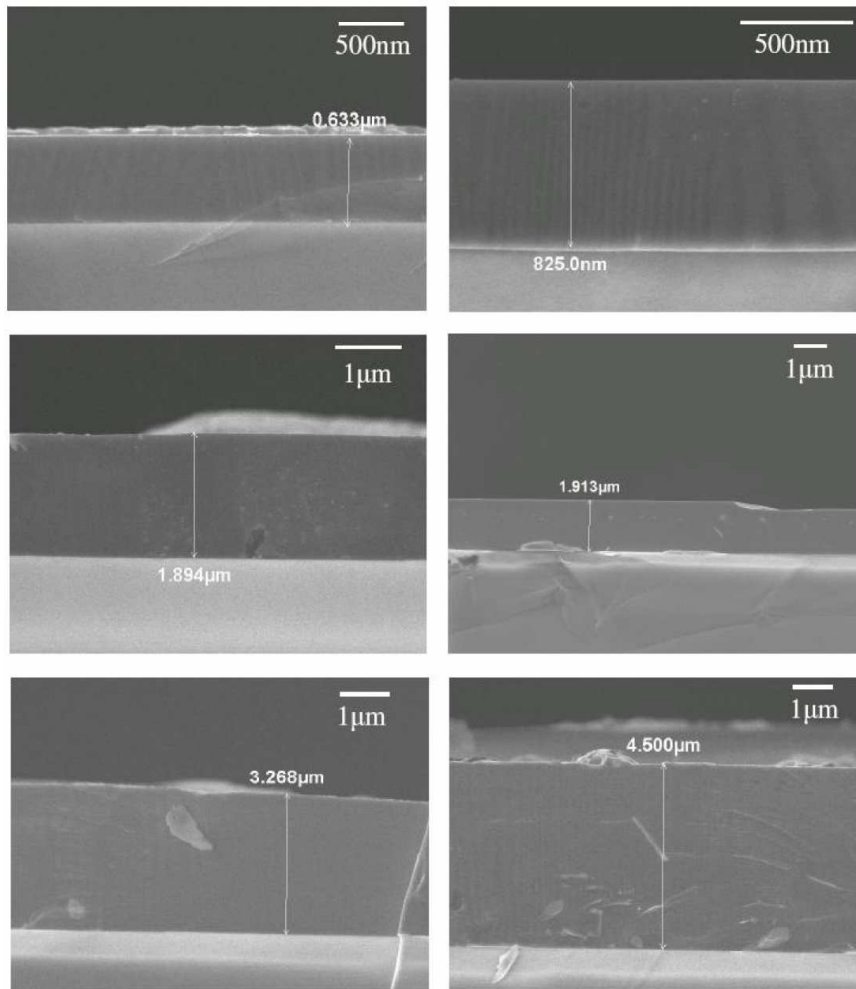


## 超导测试分析

### (一) YBCO 膜样品断面的扫描电镜 (SEM)检测：

使用 SEM 扫描样品断面，可以得到 YBCO 膜的厚度，并可观测薄膜致密程度，表面平整度等信息。测试使用吉林大学化学学院场发射型扫描式电子显微镜 ( Scanning Electron Microscopy,简称 SEM )，型号 JEOL-6700F(JSM-6700F)，放大倍数 25~ 65 万倍；分辨率：1nm。



图一：YBCO 膜断面 SEM 照片

利用衬底的解理特性，沿着 LAO(100)晶面切割得到衬底与 YBCO 外延新鲜的断面。根据高分辨 SEM 可以明显得出以下结论：

- 1) 膜致密性，无明显孔洞。
- 2) 薄膜没有明显的晶粒边界，没有明显的裂缝。
- 3) 样品厚度从 200nm 至 5 μm 的 YBCO 外延膜。

### (二) YBCO 膜晶体质量 XRD 检测：

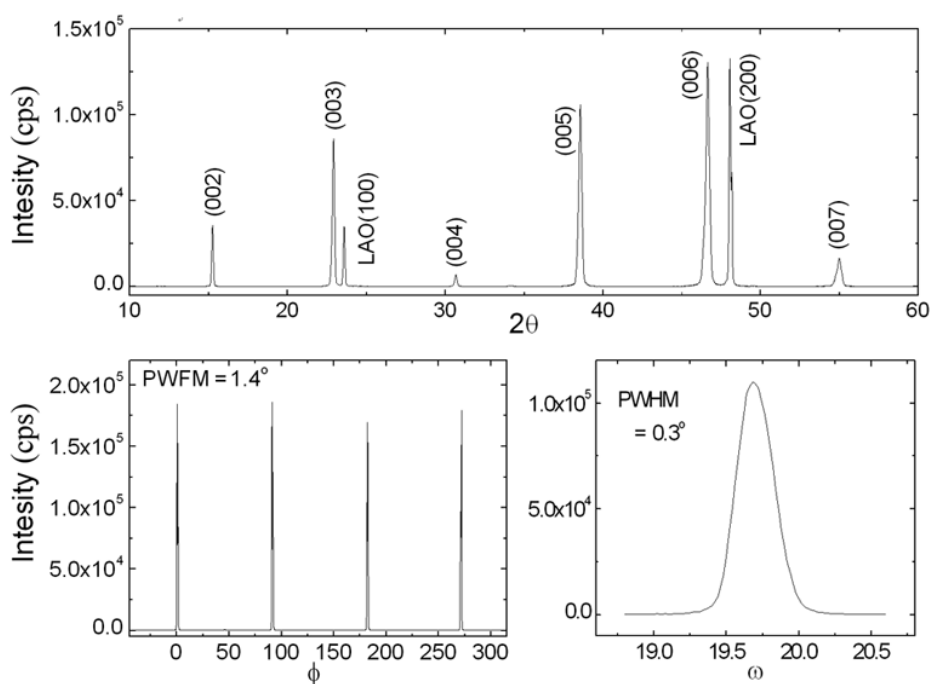
X 射线衍射 ( X-Ray Diffraction ，简称 XRD ) 是用来表征晶体质量的常用方法之一，是获得 YBCO 膜的晶粒排列情况的最佳手段。具有特定波长 ( $\lambda$ ) 的 X 射线束与晶体平面发生相互作用时会在一定条件下发生 X 射线的衍射。

在  $2\theta$  扫描中, 只有那些晶面的法线方向垂直于样品表面的晶面才能满足衍射条件, 即只有平行于样品表面的原子层才会出现衍射峰, 例如对于  $c$  轴向生长的 YBCO 外延膜, 只有晶面(001)、(002)、(003)... 会在合适的  $2\theta$  角满足衍射条件。如果样品中存在其他杂质, 杂质中满足衍射条件的晶面对应峰也会出现在测试结果中。因此  $2\theta$  扫描可以检测 YBCO 膜样品的相纯度, 及外延取向。

在 扫描(或摇摆曲线)模式下, 可以表征晶体或薄膜的晶向的一致性。即晶粒的面外排列整齐性 (out-of-plane alignment)。薄膜外延的面外排列越整齐, 其测试获得的衍射峰越尖锐, 即峰宽越窄。

在 扫描模式下, 可以表征 YBCO 外延膜在  $a$ - $b$  面内的晶粒取向一致性, 即所谓晶粒面内排列整齐性 (in-plane alignment)。薄膜外延的面内排列越整齐, 其测试获得的衍射峰越尖锐, 即峰宽越窄。

图二为一个光辅助 MOCVD 系统制备的纯  $c$  轴向 YBCO 外延厚膜样品的 XRD 测试结果。测试仪器为吉林大学无机合成与制备化学国家重点实验室的 X-射线粉末衍射仪, 型号为日本理学 D/MAX2550, 和长春汽车研究所日本理学多功能 X 射线衍射仪 Ultima IV。



图二：YBCO 膜样品的 XRD 测试结果

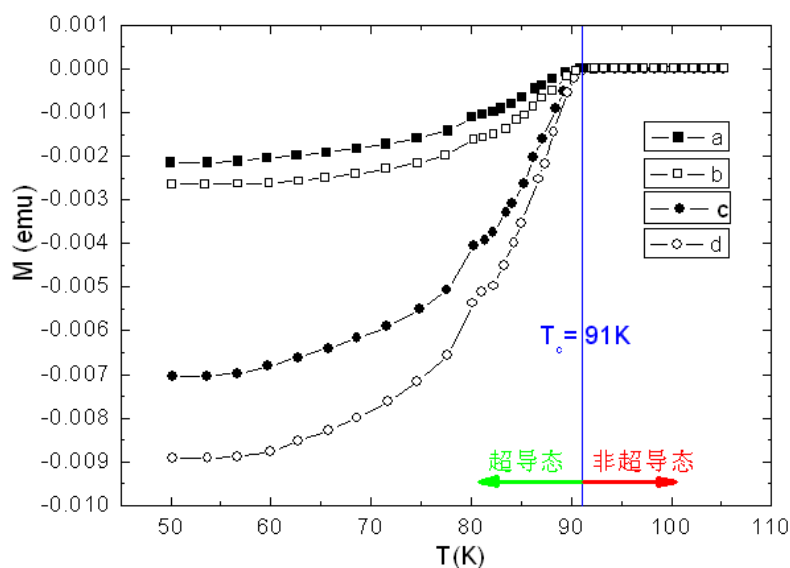
此 XRD 结果显示,  $2\theta$  扫描峰型尖锐且只有 YBCO (00 $l$ ) 晶面的衍射峰和两个衬底峰, 没有任何杂峰。选取 YBCO(005)衍射峰做摇摆曲线, 峰型对称, 峰宽  $0.30^\circ$  说明晶格面外排列整齐,  $c$  轴向外延排列整齐。同时选取该样品 YBCO(103)峰做 XRD 扫描结果显示, 衍射峰尖细, 且以  $90^\circ$  为周期出现, 说明 YBCO 样品晶格面内排列规律, 即  $a$ 、 $b$  轴相排列整齐。

### (三) SQUID 测量样品 $T_c$

超导量子干涉仪(Superconducting Quantum Interface Device, SQUID)是利用超导量子干涉器件, 结合了电子、机械、低温、真空等技术来测量磁化率的精密仪器。超导量子干涉器件是目前所发现的最灵敏的磁感应器件, 它最适合微小磁化率的探测。

利用 SQUID 测量超导体的超导转变温度,近些年使用十分频繁。同其它测试方法比较, SQUID 具有以下两大特点: 1) 非接触测量, 从而免去微桥刻蚀、制作电极等繁琐工艺; 2) 所需的测试样品小, 样品可放置在直径 3 毫米左右的吸管中。对于超导薄膜, 只需要约  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  以内的长方形小片样品即可。

测试仪器为北京大学物理系美国 QUANTUM DESIGN 公司的 SQUID, 型号为 MPMS-XL7。

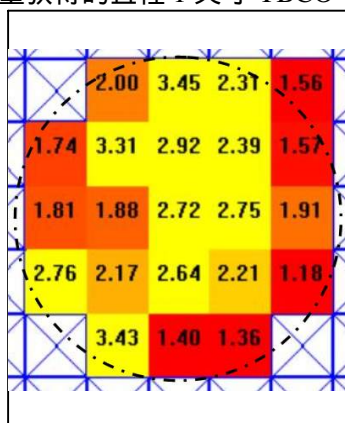


图三：4 个典型的 YBCO 超导样品的 M-T 曲线

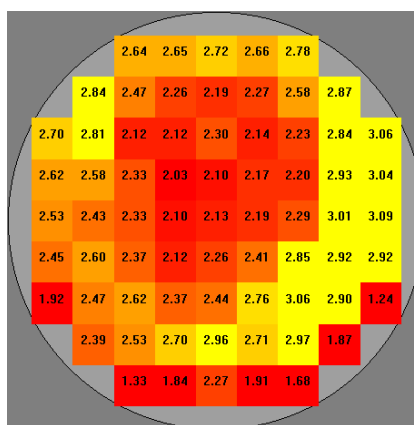
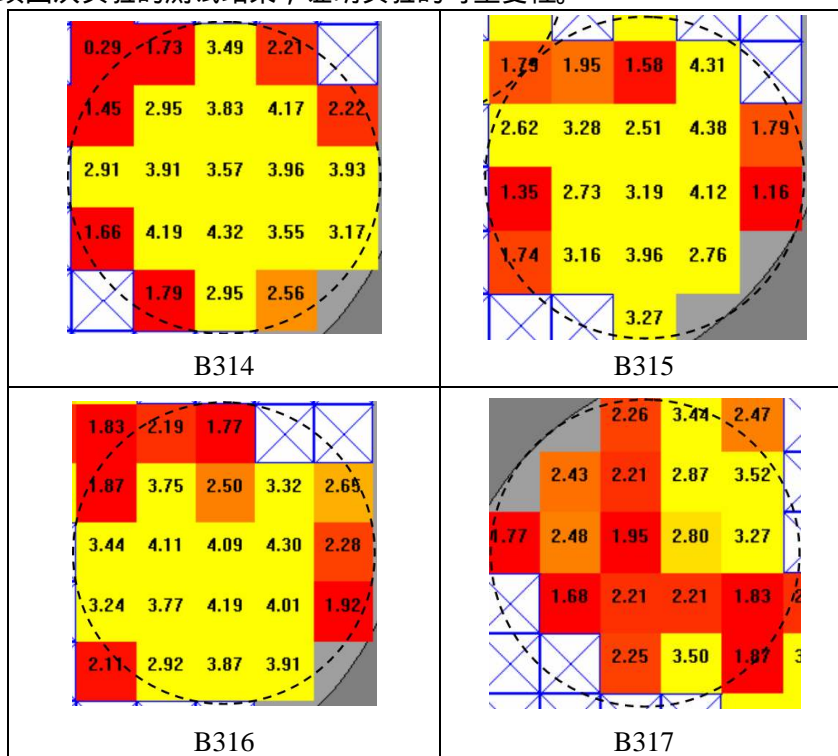
SQUID 测量样品  $T_c$  时, 将样品置于恒定磁场  $H$  下, 缓慢改变样品的环境温度, 一般采取升温方式, 同时不断采集磁矩  $M$  的数据, 从而获得 M-T 曲线。在曲线上, 迈斯纳效应出现(或消失)处的温度值即超导转变温度  $T_c$ 。本样品在  $T_c$  测量时, 外加恒定磁场为  $H = 20 \text{ Oe}$ 。图三为使用光辅助 MOCVD 法生长的四个典型的 c-轴取向 YBCO 外延薄膜样品的 M-T 曲线。图中, 四个样品的超导转变温度约为 91K, 在低于 91K 时, 样品感应出同外加磁场 ( $H = 20 \text{ Oe} > 0$ ) 相反的磁力矩 (即  $M < 0$ )。而当温度大于 91K 时, 样品脱离超导态, 不再具有抗磁性。

#### (四) 磁感应法测量大面积 YBCO 样品 $J_c$ 分布 (临界电流密度分布)

对于大面积(直径 1 英寸或 2 英寸圆片)的 YBCO 样品的  $J_c$  可以通过磁感法测量获得。图为使用中国科学院北京物理研究所, 超导国家重点实验室的德国 THEVA 公司超导薄膜性能扫描测试仪 ( $J_c$ -scanner) 测量获得的直径 1 英寸 YBCO 样品的  $J_c$  数值。



此测量数值以 600 nm 膜给出，实际数值  $J_c = \text{测量数据} \times 600/L$  ( $L$  为膜实际厚度，单位 nm)。本样品厚度约 600 nm，所以测得结果正是实际数值。实际  $J_c$  单位  $MA/cm^2$ 。此外另有以下连续四次实验的测试结果，证明实验的可重复性。



左图为 2 英寸样品的测试结果：

#### (五) 微波表面电阻的测量

微波表面电阻是 YBCO 用于微波滤波器的关键指标。一般用于销售的 YBCO 双面膜的微波表面电阻以 10GHz 为例需要小于  $1 m\Omega$ ，并且越低越好。

测试使用中国科学院北京物理所超导国家重点实验室的美国安捷伦公司矢量网络分析仪-8510C，微波表面电阻测试系统。