

# CHẾ TẠO MÀNG Y-Ba-Cu-O VÀ NGHIÊN CỨU KHẢO SÁT CHÚNG BẰNG KỸ THUẬT SEM-EDX

*Đỗ Thị Sâm*

*Đại học Sư phạm - ĐHQGHN*

*Đào Tuấn Đạt, Lê Văn Hồng*

*Viện Vật liệu, Trung tâm KHTN và CNQG*

*Nguyễn Việt Bắc*

*Viện Hóa kỹ thuật - Viện Kỹ thuật Quân sự*

## 1. MỞ ĐẦU

Vật liệu siêu dẫn nhiệt độ cao đã thu hút sự nghiên cứu đặc biệt của nhiều phòng thí nghiệm kể từ khi Bednorz và Muller năm 1986 công bố về việc phát hiện ra hệ siêu dẫn của Cu-O có nhiệt độ chuyển pha  $T_c = 30$  K. Vì mục đích nghiên cứu ứng dụng, màng mỏng siêu dẫn được đặc biệt quan tâm nghiên cứu chế tạo. Màng vật liệu siêu dẫn nhiệt độ cao ứng dụng trong kỹ thuật vi điện tử, các thiết bị sóng ngắn, các loại sensor và các ứng dụng khác. Có rất nhiều phương pháp tạo màng siêu dẫn, trong đó phải kể đến các phương pháp đồng bốc bay bằng chùm điện tử [1], bốc bay nhiệt từng lớp [2], phún xạ Catốt [3], bốc xạ laser bằng chùm Laser [4], kỹ thuật phun sơn, kỹ thuật phủ mạ [6], phương pháp lắng đọng kim [6]. Trong thông báo này chúng tôi đề cập đến việc tạo màng siêu dẫn hệ Y-Ba-Cu-O bằng phương pháp phun phủ vật liệu siêu dẫn lên trên bề mặt đế đơn tinh thể  $\text{SrTiO}_3$  có định hướng (001). Các kết quả nghiên cứu hình thái học, thành phần hợp thức tham gia trong hạt, cấu trúc và cấu trúc của màng bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) và phổ năng lượng tán sắc tia X (EDX) cũng được trình bày.

## 2. THÍ NGHIỆM

Màng dày siêu dẫn  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$  đã được chế tạo qua những bước như sau:

*Chuẩn bị bột mẹ:*

Vật liệu ban đầu  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$  có độ sạch phân tích (PA) được cân sao cho có thành phần hợp thức các nguyên tố tham gia là  $\text{Y}:\text{Ba}:\text{Cu} = 1:2:3$ . Sau đó ta ép thành viên rồi nung bằng phương pháp tạo mẫu gốm. Sau khi xử lý nhiệt để tạo thành viên siêu dẫn có đủ thành phần mong muốn  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ , ta đem nghiền thật kỹ các viên này thành hạt có kích thước  $\mu\text{m}$ .

*Chuẩn bị đế:*

Đơn tinh thể  $\text{SrTiO}_3$  được cắt định hướng theo trục c, kích thước bề mặt của đế là  $1\text{ mm}^2$ . Để được mài đánh bóng thật kỹ sao cho các bề mặt không còn vết lồi, lõm và các tạp chất, sau đó để được rửa sạch bằng axeton hoặc cồn rồi sấy khô.

### c. Tạo màng:

Dùng một loại keo hữu cơ polime tổng hợp có nhiệt độ phân hủy cỡ 400 - 500°C cho vãi mỏng nghiền kỹ với bột siêu dẫn theo một tỷ lệ đã được tính toán. Sau khi keo và bột đã trộn đều thành một dung dịch, ta phun hoặc phết dung dịch này lên trên mặt đế SrTiO<sub>3</sub> đã gia công. Có thể phun một lớp hay nhiều lớp tùy theo màng dày hay mỏng. Độ dày tối thiểu phết một lớp dung dịch khoảng 1 μm. Để cho keo khô đi bám vào đế, đưa mẫu vào lò nung được nâng nhiệt độ theo lò từ nhiệt độ phòng đến 930°C, giữ tại đó trong 10h, sau đó giảm độ xuống 600°C, duy trì trong 5 h, tiếp tục giảm đến 400°C, giữ trong 5h nữa và cuối cùng được làm nguội theo lò nung đến nhiệt độ phòng.

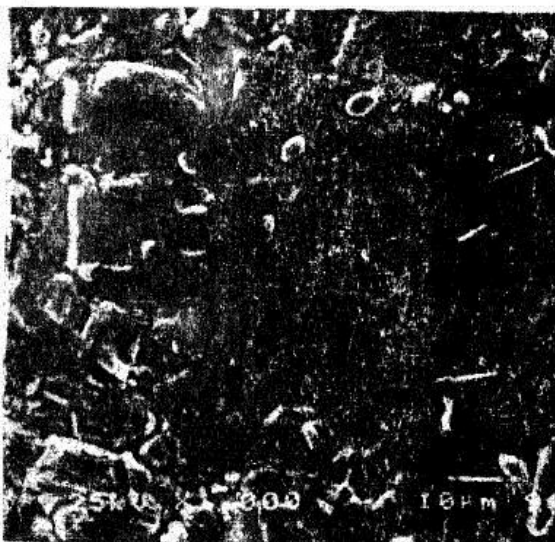
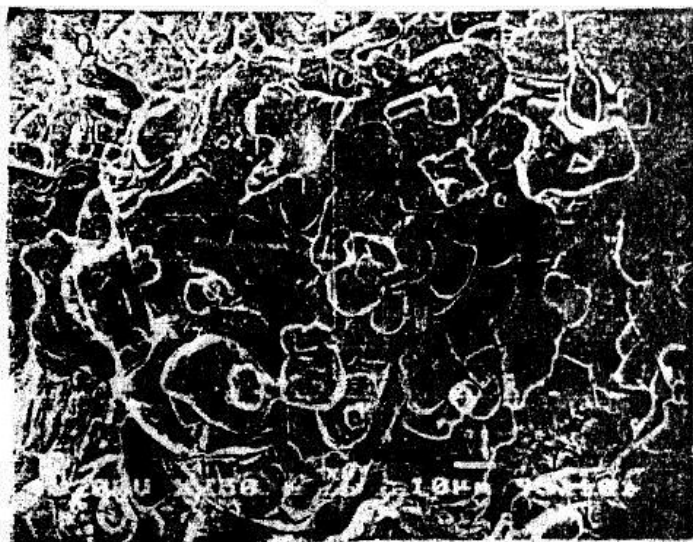
Màng trước khi xử lý nhiệt độ có màu đen nâu bóng, có điện trở mặt hàng trăm kΩ cấu trúc vô định hình.

Sau khi xử lý nhiệt, màng có màu đen, bám chặt vào đế. Điện trở bề mặt khoảng từ vài đến vài trăm Ω ở nhiệt độ phòng.

Mẫu được khảo sát về hình thái bằng kính hiển vi điện tử quét JMS-5300 và kính microzone các thành phần nguyên tố tham gia trong nội hạt và biên hạt nhờ máy EDX-Q. Cấu trúc của màng được nghiên cứu bằng phương pháp nhiễu xạ tia X trên máy Siemens D

## 3. CÁC KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

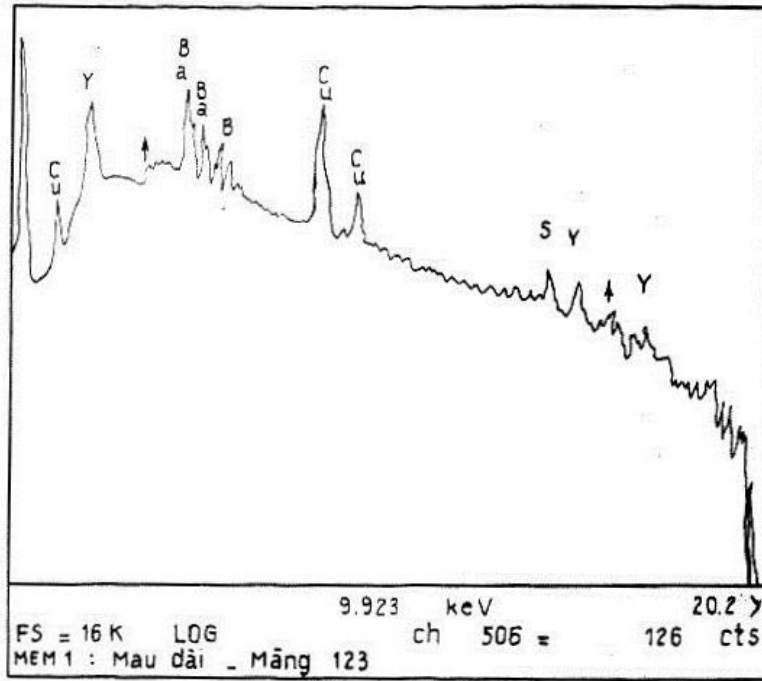
Ảnh 1 là ảnh SEM của một màng dày YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> tạo bằng phương pháp phủ s trên đế SrTiO<sub>3</sub> và quy trình công nghệ đã trình bày ở phần trên. Ta nhận thấy rằng màng có dạng xù xì, các hạt đã hình thành rõ ràng và kích thước trung bình cỡ 5 - 10 μm. Các hạt xoắn liên kết với nhau và phát triển theo mặt ab, trục c vuông góc với mặt đế, ta nhận thấy hạt có xu hướng thể nằm chồng lên nhau, dạng dẹt giống nhau như chồng xếp lên nhau. So với ảnh SEM của mẫu khối có thành phần (Ảnh 2) thì ở hình này các hạt chỉ mới hình thành tâm xoắn, nằm lộn xộn, không có ưu tiên về hướng. Còn mẫu màng trên đế định hướng, đã định hướng rõ rệt, xuất hiện tổ hợp các mặt hạt, một số gần như nằm song song với bề m



Ảnh 1. SEM của màng YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> Ảnh 2. SEM của mẫu khối YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>.

Hình 1 là phổ năng lượng tán sắc X-ray (EDX) của màng. Phổ này cho biết các nguyên tố tham gia tại nội hạt (khảo sát tại điểm □ trên ảnh 4) và biên hạt (khảo sát tại điểm □ trên ảnh 5). Từ phổ này cho thấy các thành phần có mặt ở đây là Y, Ba, Cu (thành phần oxy không được). Thành phần hợp thức ở nội hạt và biên hạt khác nhau không đáng kể, cụ thể là:

Nội hạt Y:Ba:Cu = 1:1,95:3,21, Biên hạt Y:Ba:Cu = 1:1,97:3,15



Hình 1. Phổ năng lượng tán sắc tia X (EDX) của màng YBaCuO



Ảnh 4

Khảo sát thành phần biên hạt tại □

Ảnh 5

Khảo sát thành phần nội hạt tại □

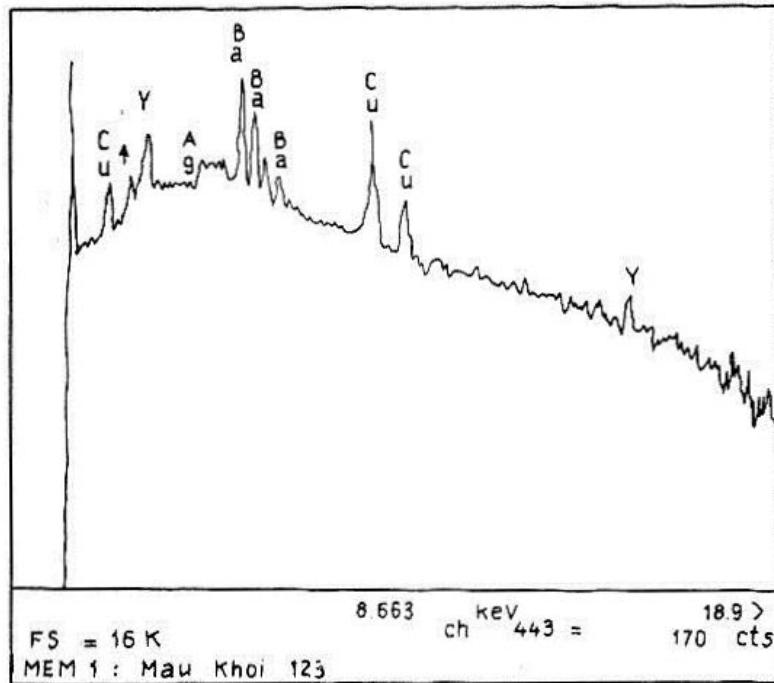
So sánh với phổ EDX (hình 2) có cùng thành phần, ta thấy rằng thành phần cấu thành của g và của khối có cùng phổ năng lượng.

Phổ nhiễu xạ tia X cho thấy cường độ tương đối các vạch (001) tăng. Điều này càng chứng minh định hướng theo trục c vuông góc với mặt đế.

#### 4. KẾT LUẬN

Màng dày  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  được tạo ra bằng phương pháp sơn phủ vật liệu trên đế  $\text{SrTiO}_3$ . SEM cho thấy các hạt hình thành có định hướng khá rõ rệt, hạt phát triển theo mặt ab, vuông góc với mặt đế. Đây là hướng được ưu tiên của màng có ảnh hưởng tích cực lên các đại

lượng dẫn điện đặc trưng của màng như điện trở suất và dòng tới hạn.



Hình 2. Phổ năng lượng tán sắc tia X (EDX) của mẫu khối  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

Chúng tôi xin chân thành cảm ơn sự hỗ trợ tài chính của đề tài cấp Trung tâm Khoa học nhiên và Công nghệ quốc gia về vật liệu điện tử Sensor.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. M. Ece and R. W. Vook, App. Phys. Letter, Vol. 54 (1989), 2722.
2. Masaaki Futamoto and Yukio Honda, J. App. Phys., 27 (1988), 73-76.
3. Thomas O., Fick J., Physica, C.185-189 (1991), 2115-2116.
4. Vladimir Z. Kresin, Fundamental of Superconductivity, Plenum Press, New York, p. 107, 1990.
5. Tsuruoka Taiji, Physica, C 162-164 (1989), 139-140.
6. Yiyuan Xie et al., Physica, C 231 (1994), 300-304.

VNU. JOURNAL OF SCIENCE, Nat. Sci., t.XII, n<sup>o</sup>2, 1996

#### PREPARATION OF THE Y-Ba-Cu-O THICK FILMS AND INVESTIGATION OF THESE FILMS BY SEM AND EDX TECHNIQUE

*Do Thi Sam and others*  
Teacher's training College - VNU

The Y-Ba-Cu-O thick films have been prepared by coating technique on single crystal SrTi (001). The SEM micrographs showed that the film surface is rough and the grains are oriented in c direction perpendicular to surface of the substrate. The EDX results indicated that composition of the film is very similar to that of bulk samples.