

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

268 584

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.
H 01 L 39/24

(21) PV 9534-87.H

(22) Prihlášené 21 12 87

(40) Zverejnené 14 08 89

(45) Vydané 31 07 90

(75)
Autor vynálezu

CHROMIK ŠTEFAN ing. CSc., STUPAVA
PLECENÍK ANDREJ RNDr., BRATISLAVA
LEVÁRSKY JÁN RNDr., DUNAJSKÁ STREDA
BEŇAČKA ŠTEFAN RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54)

Spôsob tepelného spracovania vysokoteplot-
ných supravodivých tenkých vrstiev

(57)

Riešenie sa týka spôsobu spracovania vysokoteplotných supravodivých tenkých vrstiev, ktorého podstata je v tom, že vrstva pripravená na báze oxidov prvkov vzácnych zemín sa žíha vo vákuu s parciálnym tlakom kyslíka menšom ako 10 Pa, výhodne 5 Pa, po dobu 5 až 15 minút pri teplote 700 až 750 °C, ďalej sa vrstva žíha v kyslíku pri tlaku 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote pod 700 °C, výhodne pri teplote 650 až 700 °C, po dobu 3 až 30 minút, potom sa vrstva žíha pri tlaku kyslíka 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote 400 °C až 500 °C po dobu 5 až 15 minút a nakoniec sa vrstva ochladí na izbovú teplotu. Riešenie takto pripravených supravodivých vrstiev má využitie v oblasti kryoelektronických štruktúr, pri príprave zariadení pre detekovanie slabých magnetických polí a pri príprave štruktúr pre rýchly prenos a spracovanie elektrických signálov.

Vynález sa týka spôsobu tepelného spracovania vysokoteplotných supravodivých tenkých vrstiev na báze oxidov prvkov vzácnych zemín.

Príprava tenkých vrstiev na báze oxidov prvkov vzácnych zemín, napr. Y, Ba, La, Lu atď., s cieľom získať vysokoteplotné supravodivé vrstvy s kritickou teplotou 30 až 95 Kelvin vyžaduje po nanosení vrstvy vo vákuovom zariadení dodatočné tepelné žihanie v kyslíkovej atmosfére pri teplotách do 900 °C a žihacích časoch do 11 hodín za účelom kryštalizácie vrstvy v tetragonálnej štruktúre s následným prechodom do ortorombickej štruktúry, počas pomalého ochladzovania na izbovú teplotu, pričom táto je zodpovedná za supravodivosť vrstiev.

Známe žihacie postupy v kyslíkovej atmosfére sú napr. po príprave vrstvy so zložením $Y_1Ba_2Cu_3O_x$, kedy sa táto vrstva žiha pri teplote 900 °C po dobu 30 minút s následným žihaním pri teplote 540 °C po dobu 10 hodín, viz Ojkkamp, D. - Venkatesan, I. - Wu, X.D. and al.: Preparation of Y-Ba-Cu-Oxide superconductor thin films using pulsed laser evaporation from high T_c bulk material. Appl. phys. lett., 1987, 51, s. 619-629 alebo podľa uvedenej literatúry po príprave vrstvy so zložením $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ sa táto vrstva žiha pri teplote 900 °C po dobu 2 hodiny a následne sa žiha pri teplote 540 °C po dobu 2 hodín.

Pri tepelnom spracovaní vrstiev podľa uvedených postupov ide o dlhé žihacie časy pri vysokých teplotách, takže difúznymi procesmi dochádza k interakcii podložky a vrstvy, čím sa zhoršujú základné kritické parametre supravodiča, najmä jeho kritická teplota a kritická prúdová hustota vrstiev.

Zmienené nedostatky v podstatnej miere odstraňuje spôsob tepelného spracovania vysokoteplotných supravodivých tenkých vrstiev na báze oxidov prvkov vzácnych zemín podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že vrstva sa žiha vo vákuu s parciálnym tlakom kyslíka $8 \cdot 10^{-1}$ Pa až 10 Pa po dobu 5 až 15 minút pri teplote 700 °C až 750 °C, ďalej sa vrstva žiha v kyslíku pri tlaku 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote 650 °C až 700 °C, po dobu 3 až 30 minút, potom sa vrstva žiha pri tlaku kyslíka 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote 400 °C až 500 °C po dobu 5 až 30 minút a nakoniec sa vrstva v kyslíkovom prostredí ochladí na izbovú teplotu.

Výhoda tepelného spracovania vrstiev podľa vynálezu spočíva v podstatne kratších časoch pri nižších žihacích teplotách a tým aj menšej degradácii kritickej teploty supravodivých vrstiev. Podstatu vynálezu dokumentujú nasledujúce príklady.

Tenká vrstva hrúbky 0,7 μ m so zložením blízky $Y_1Ba_2Cu_3O_x$ pripravená kodepozíciou z troch zdrojov vákuovým napaňovaním pri tlaku kyslíka 10^{-2} Pa na safírovú podložku pri teplote 550 °C o hrúbke 0,7 μ m, sa žiha 5 min pri teplote 700 °C vo vákuu s parciálnym tlakom kyslíka 5 Pa. Nasledovalo žihanie pri 700 °C v kyslíku pri tlaku 0,1 MPa po dobu 3 min. Tepelné spracovanie bolo završené 5 minútovým žihaním pri teplote 400 °C a tlaku kyslíka 0,1 MPa. Nakoniec vzorka bola v kyslíku ochladená na izbovú teplotu. Takto pripravená vzorka vykazovala supravodivé vlastnosti s kritickou teplotou 70 K.

V druhom príklade sa tenká vrstva s hrúbkou 0,7 μ m, pripravená ako v prvom príklade, žiha pri teplote 750 °C vo vákuu s parciálnym tlakom kyslíka $8 \cdot 10^{-1}$ Pa po dobu 15 minút. Nasledovalo žihanie pri 650 °C po dobu 15 minút pri tlaku kyslíka 0,15 MPa. Ďalej bola vzorka žihaná pri teplote 500 °C a tlaku kyslíka 0,15 MPa po dobu 10 minút. Nakoniec bola vzorka v kyslíku ochladená na izbovú teplotu a vykazovala supravodivé vlastnosti s kritickou teplotou blízku 70 K.

Vynález má využitie v príprave vysokoteplotných supravodivých vrstiev na báze oxidov prvkov vzácnych zemín, na ktorých je možné pripravovať supravodivé kryoelektronické štruktúry na rýchly prenos informácií, meranie slabých magnetických polí a pod.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob tepelného spracovania vysokoteplotných supravodivých tenkých vrstiev na báze oxidov prvkov vzácnych zemín, vyznačujúci sa tým, že vrstva sa žíha vo vákuu s parciálnym tlakom kyslíka $8 \cdot 10^{-1}$ Pa až 10 Pa po dobu 5 až 15 minút pri teplote 700 až 750 °C, ďalej sa vrstva žíha v kyslíku pri tlaku 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote 650 °C až 700 °C, po dobu 3 až 15 minút, potom sa vrstva žíha pri tlaku kyslíka 0,1 MPa až 0,5 MPa pri teplote 400 °C až 500 °C po dobu 5 až 30 minút a ďalej sa vrstva v kyslíku ochladí na izbovú teplotu.