

EFFECTOS DE LA IRRADIACIÓN CON LUZ LÁSER INFRARROJA EN LAS PROPIEDADES DE PELÍCULAS SUPERCONDUCTORAS DE YBaCuO

las películas. Los superconductor

F.A. Pérez, L.F. Castro, E. Baca, E. Solarte

Universidad del Valle, AA 25360 Cali, Colombia

Resumen

Se diseñó y construyó una cámara de irradiación que permite, en condiciones controladas de presión de Oxígeno, tratar películas superconductoras de YBaCuO, para estudiar los efectos de la radiación del Láser de CO₂ sobre las propiedades eléctricas y morfológicas de es fueron producidos en el Laboratorio de Películas Delgadas de la Universidad del Valle, se caracterizaron eléctrica y morfológicamente antes y después del tratamiento con láser.

INTRODUCCION

Hoy el creciente interés en los superconductores de alta temperatura critica (SATC), está motivado por sus aplicaciones potenciales, esto puede hacerse, por la facilidad que existe en la actualidad para conseguir temperaturas hasta la del nitrógeno líquido con equipos simples y económicos. Las aplicaciones potenciales incluyen equipos de microondas, alambres superconductores y magnetómetros SQUID para uso medico y científico. Otra aplicación prometedora de los SATCs está en su empleo como detectores ópticos de banda ancha. En esta última década se viene estudiando ampliamente la respuesta de capas delgadas del sistema superconductor YBCO a la radiación electromagnética. No obstante, gran parte de este trabajo esta orientado a la detección, y al estudio de los correspondientes mecanismos de fotorrespuesta en regiones del espectro como el visible, infrarrojo cercano, infrarrojo lejano y microondas. Sólo a partir de los dos últimos años este esfuerzo se ha dirigido hacia la región del infrarrojo medio.

La medición de la fotorrespuesta como una función de la temperatura y la intensidad de la fuente da información valiosa sobre los mecanismos de fotorrespuesta. Este hecho es muy importante, ya que la comprensión de los mecanismos de respuesta es esencial para la optimización de los detectores. Además las características de la fotorrespuesta a pulsos cortos de láser ayudan a entender la superconductividad de alta temperatura crítica. La primera demostración de la posibilidad de detectar radiación infrarroja (500 μm) utilizando películas granulares de YBCO fue realizada en 1987 por Leung y otros [1].

Más recientemente, hacia 1994, Huggard y otros [2] ampliaron el estudio y observaron que las películas de YBCO a temperatura ambiente son detectores efectivos de la radiación para longitudes de onda de 500 μm a 90 μm , es decir, el infrarrojo lejano. Posteriormente, hacia 1995, Hegmann y otros [3] observaron señales de 1,5ps de duración en capas delgadas de YBCO enfriadas a 79 K, cuando se expusieron a pulsos láser de 0,8 μm y 150 fs. En 1996, Huber y otros [4] estudiaron capas delgadas de YBCO con radiación láser de 432 μm ; en el mismo año, Moix y otros [5] estudiaron la fotorrespuesta de capas delgadas

de YBCO encima y abajo de la temperatura de transición a pulsos de $10\text{ }\mu\text{m}$ y 35 ps. Ellos encontraron dos tipos de transitorios. El primero ocurre a temperaturas por encima de la temperatura crítica y está caracterizado por un decaimiento en el rango de los nanosegundos. El segundo tipo de transitorios fue detectado a temperaturas por debajo de la temperatura crítica y consiste de un pico de 700 ps. También en este año, Chew y otros [6] encontraron que la fotoconductividad persistente es parcialmente extinguida en YBCO al ser iluminada con luz infrarroja de 1; 1,3 y $1,5\text{ }\mu\text{m}$.

En otros aspectos, la utilización de láseres se ha dirigido principalmente al desarrollo de técnicas de fabricación de películas delgadas superconductoras por medio de la técnica de ablación láser [7], a través de la cual se han obtenido películas y se han fabricado algunos dispositivos [8,9].

El objetivo de este trabajo es estudiar el efecto de la radiación infrarroja de $10,6\text{ }\mu\text{m}$ sobre películas superconductoras de YBaCuO, por medio de la caracterización morfológica obtenida mediante la microscopía de fuerza atómica y la caracterización eléctrica obtenida de las mediciones de resistencia en función de la temperatura, con el fin de buscar un mecanismo de mejoramiento de las propiedades de las películas y capas delgadas de estos materiales, que reduzca los tiempos del proceso de fabricación, en especial el recocido de las muestras en atmósfera de oxígeno.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para poder estudiar el efecto de la radiación láser se deben controlar algunas variables que afectan el comportamiento de las muestras, tales como la temperatura y la presión. El control de estos parámetros se logró mediante el diseño de una cámara de vacío, para aislar las muestras durante el proceso de irradiación con el láser de CO_2 , de tal manera que se pueda controlar mediante bombeo e inyección la presión de la atmósfera interna del gas que se utilice para bañar la muestra y en la cual se puede medir la temperatura alcanzada por esta durante el proceso de irradiación. La cámara de irradiación y el sistema óptico empleado se muestran esquemáticamente en la Figura 1.

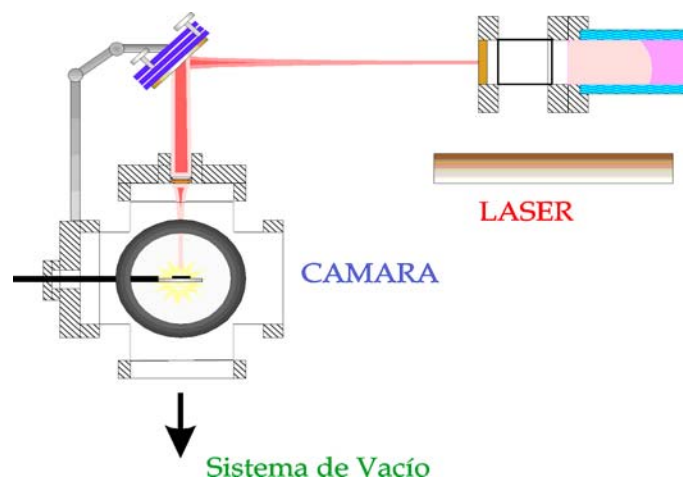


Figura 1. Esquema del sistema de irradiación de las muestras.

La radiación láser infrarroja sale horizontalmente del resonador, se refleja 90° en un espejo plano, entra verticalmente a la cámara de irradiación a través de una lente de ZnSe de 12.5 mm EFL, que la enfoca; e incide sobre la muestra por la parte superior. El haz puede irradiar enfocado o nó, mediante la utilización de una extensión, que permite mover la lente. El espejo se encuentra sujeto por un brazo articulado y sobre un portaespejo ajustable, lo que permite alinear el sistema y asegurar la incidencia normal del haz de radiación sobre la superficie de la muestra.

Las muestras de 200 nm de espesor fueron fabricadas sobre substratos monocristalinos de SrTiO₃ siguiendo el procedimiento estándar de deposición por sputtering RF del grupo de Películas Delgadas de la Universidad del Valle [10, 11]. Una vez caracterizadas eléctrica y morfológicamente, fueron sometidas a una serie de irradiaciones con las condiciones señaladas en la Tabla 1. Las muestra irradiadas fueron sometidas nuevamente a caracterización morfológica y eléctrica.

Tabla 1. Condiciones de las tres irradiaciones efectuadas a una muestra de YBaCuO/SrTiO₃.

	Irradiación		
	1	2	3
Temperatura de irradiación [°C]	187 ± 6	198 ± 4	180 ± 5
Potencia del láser [W]	1,2 ± 0,1	1,3 ± 0,1	1,0 ± 0,1
Tiempo de exposición [min]	10	20	10
Presión de O ₂ en la cámara [Torr]	1x 10 ⁻⁵	1x 10 ⁻⁴	760

La primera irradiación se realizó en vacío, a una presión residual de oxígeno de 10⁻⁵ Torr. Posteriormente, se irradió la muestra nuevamente en condiciones de vacío, a una presión residual de 10⁻⁴ Torr y finalmente se se irradió en atmósfera de oxígeno, a una presión de 760 Torr.

RESULTADOS Y DISCUSION

Las muestras sin irradiar presentan un excelente comportamiento superconductor, con temperaturas críticas, T_C, alrededor de los 98 K. Las transiciones son bien definidas con anchos de transición, T, del orden de 1 K, como se observa en la figura 2a. El efecto de la irradiación se presenta en la Figura 2B. La irradiación en vacío produce el deterioro de las propiedades superconductoras y cambios apreciables en la resistencia del estado normal. Los resultados de la caracterización eléctrica reflejan que las propiedades superconductoras se deterioran completamente con la primera irradiación, la característica de resistencia en función de la temperatura no muestra transición superconductora por encima de 18 K. Un ligero aumento de la cantidad de oxígeno (segunda irradiación) permite apreciar la aparición de una posible transición al estado superconductor y un cambio en la concavidad de la curva de resistencia del estado normal. Para la irradiación de la misma muestra en atmósfera de oxígeno, tercera irradiación, se produce un leve mejoramiento de la resistencia

normal y una señal más clara de la aparición de la transición al estado superconductor, pero aún en temperaturas críticas cercanas a los 18 K.

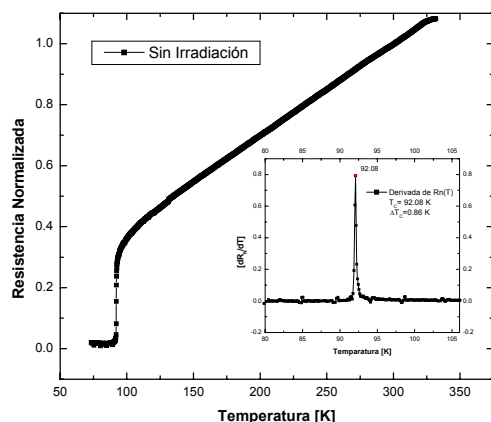


Figura 2A. Curva típica de resistencia en función de la temperatura para una muestra de YBaCuO/SrTiO₃. El inserto muestra la derivada de la función $R_n(T)$, en las cercanías de la transición.

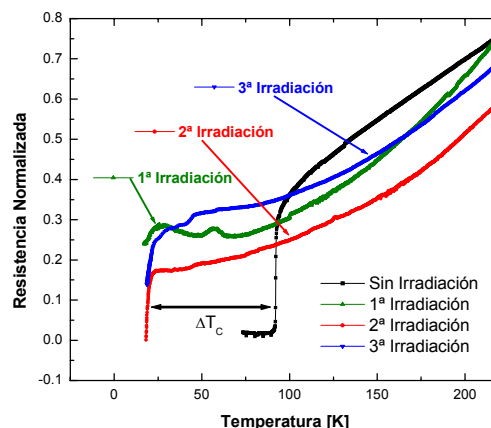


Figura 2B. Efecto de la irradiación con luz láser de 10.6 μm , 1 W; sobre la característica de resistencia en función de la temperatura, para la misma muestra de la figura 2A.

También se observa que la resistencia de la muestra aumenta con cada una de las irradiaciones. Las irradiaciones con el láser de CO₂ sobre YBaCuO/SrTiO₃ a bajas presiones de oxígeno producen un deterioro de las propiedades superconductoras y a altas presiones producen un mejoramiento, muy leve. Un efecto similar fue observado por Giratá [12] en películas delgadas de YBaCuO/SrTiO₃ cuando creció varias muestras a diferentes presiones de oxígeno en la cámara de fabricación de las películas. El efecto de deterioro de las propiedades superconductoras, fue atribuido a la desoxigenación de las muestras producidas a bajas presiones y el mejoramiento, a su respectiva oxigenación a altas presiones de oxígeno.

La caracterización morfológica de las muestras de YBaCuO se realizó mediante Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Para esto se eligieron 5 sitios sobre la película y se efectuaron barridos de 5 x 5 μm . En la Figura 3 se presenta un mosaico de imágenes de la muestra antes de las irradiaciones y después de cada irradiación.

Las imágenes reflejan una topografía irregular en los cinco sitios explorados. Se observa claramente una textura granulosa en toda la superficie, lo cual se observa más claramente en el corte en sección transversal. Por otra parte, se observó la aparición de los agujeros (depresiones) sobre la superficie a medida que se irradia. Con los resultados obtenidos en estos sitios se calculó un promedio de las variables estadísticas que miden la topografía (Altura P-V, Altura media, Altura mediana, Rugosidad media y Rugosidad RMS), estos resultados se consignan en la Tabla 2.

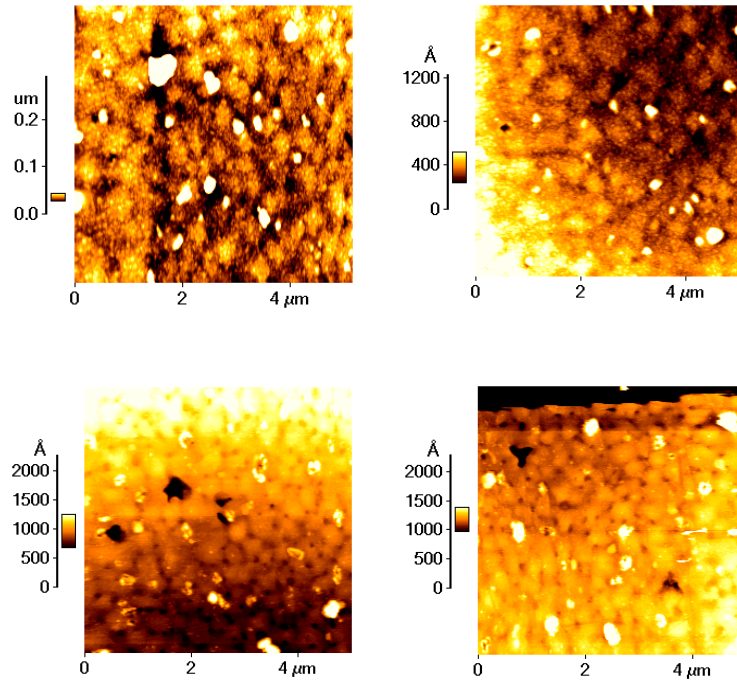


Figura 3. Resultados obtenidos de la caracterización morfológica por AFM de una película delgada de YBaCuO antes de la irradiación y después de la cada irradiación.

Los datos obtenidos sugieren que la irradiación afecta fuertemente la rugosidad superficial de la película delgada. Antes de la irradiación la muestra presenta una rugosidad RMS de 151 (y rugosidad media 53,8) que disminuye con la primera irradiación a 89,2 (y rugosidad media aumenta a 67,9), aumenta fuertemente con la segunda a 183 (y rugosidad media 153), y disminuye con la cuarta a 109 (y rugosidad media 72,4).

Una revisión de las condiciones en las cuales se llevaron a cabo cada una de las irradiaciones, ver Tabla 1. Permite observar que la topografía de la muestra dependerá del tiempo de irradiación, y que depende de las condiciones de la atmósfera en la cual se efectúa la irradiación. En primera opción, la irradiación durante 10 minutos disminuye la rugosidad de la muestra y una irradiación de 20 minutos en atmósfera de oxígeno aumenta la rugosidad de la muestra.

Tabla 2. Resultados encontrados en la topografía de la muestra superconductora de YBaCuO antes de iniciar las irradiaciones y después de la cada irradiación.

		Pre-irradiación	Post-irradiación		
			1	2	3
Altura P-V	[Å]	2960	1240	2230	2250
Altura Media	[Å]	330	350	945	1220
Altura Mediana	[Å]	347	364	962	1220
Rugosidad RMS	[Å]	151	89,2	183	109
Rugosidad Media	[Å]	53,8	67,9	153	72,4

Para entender lo observado en el análisis morfológico, se puede suponer que durante una irradiación ocurren dos fenómenos que afectan de manera distinta la rugosidad de la muestra. En primer lugar, que la irradiación produce pequeños orificios sobre la superficie de la muestra, este efecto fue observado más fuertemente sobre estas películas, que sobre otras muestras de BSCCO y HoBaCuO que también fueron estudiadas [13]. Resultado en este caso que a medida que se irradiaba la muestra, aumentaba el número de huecos en la superficie. Por otra parte, se tiene que otro efecto de la irradiación es el aplanamiento de los picos más altos, este efecto fue observado por B. Kim y otros [14], con AFM sobre películas delgadas de YBaCuO/MgO durante recocidos a 1000°C. El hecho de subir la temperatura produce un desplazamiento de material desde las partes más altas hacia las bajas. Se debe tener en cuenta que las zonas más altas a las que nos referimos son regiones de aproximadamente 0,01 µm x 0,01 µm.

CONCLUSIONES

La irradiación en condiciones de vacío, con luz láser a 10.6 µm, 1 W, de películas delgadas de YBaCuO/SrTiO produce un deterioro de sus propiedades superconductoras, bajando la temperatura crítica por debajo de los 18 K y modificando el carácter conductor de la fase normal. La irradiación de las películas deterioradas, bajo condiciones de atmósfera pura de oxígeno conduce a una leve recuperación de la superconductividad, la Temperatura crítica se mantiene sin embargo por debajo de los 18 K. La caracterización morfológica obtenida mediante AFM, muestra que la topografía de las películas delgadas de YBaCuO/SrTiO es afectada fuertemente por la radiación infrarroja de 10,6µm, produciéndose depresiones (agujeros) en la superficie que aumentan con el tiempo de irradiación. Para tiempos del orden de 20 minutos se observa el aplanamiento de los picos más altos. Lo anterior sugiere la existencia de dos mecanismos que modifican la topografía superficial ligados posiblemente a la extracción del oxígeno y de material por efectos del láser y por otra parte a la fusión y recristalización de material debido al elevamiento local de la temperatura de la superficie.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue realizado con el apoyo de la Universidad del Valle, bajo el proyecto 1106-05-10107 aprobado por Colciencias.

REFERENCIAS

- [1] M, Leung, P.R. Brousard, J. H. Claassen, M. Osofsky, S. A. Wolf y U. Strom, *Appl. Phys. Lett.* **51** (1987) 2046.
- [2] P. G. Huggard, S. Zeuner, K. Goller, H. Lengfellner y W. Prettl, *J. Appl. Phys.* **75** (1994) 616.
- [3] F. A. Hegmann, D. Jacobs-Perkins, C. C. Wang, S. H. Moffat, R. A. Hughes, J. S. Preston, M. Curie, P. M. Fauchet, T. Y. Hsiang y R. Sobolewski, *Appl. Phys. Lett.* **67** (1995) 285.
- [4] W. M. Huber, M. Berr, A. Kalbeck y P. G. Huggard, *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996) 3338.
- [5] B. Moix, D. P. Scherrer y K. F. Kneubühl, *Infrared Phys.* **37** (1996) 43.
- [6] D. C. Chew, J. F. Federici, J. Gutierrez-Solana, G. Molina, W. Savin y W. Wilber, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3260.
- [7] J.S. Horwitz et al., "Pulsed laser deposition as a materials research tool", *Applied Surface Science* (127-129)1-4 (1998) pp. 507-513

-
- [8] Cheol-Su Kim et al., "Fabrication and characterization of a superconducting multiplexer using laser ablated YBCO thin films", *Applied Surface Science* (154-155)1-4 (2000) pp. 492-494
 - [9] J. Schubert et al., "Superconducting and electro-optical thin films prepared by pulsed laser deposition technique", *Applied Surface Science* (168)1-4 (2000) pp. 208-214
 - [10] D. Giratá, M.E. Gómez, P. Prieto. "Preparación de películas delgadas del YBCO deficientes en oxígeno"; *Rev. Colombiana de Física* 30 363-366 (1998)
 - [11] D. Giratá, Y. Rojas, E. Bacca, M. Chacón, W. Lopera, P. Prieto, J. Heiras. "Plasma characterization of a high pressure DC sputtering system used for the "in-situ" preparation of high Tc superconducting thin films". *Solid State Comm.* 90 539-542 (1994).
 - [12] D. A. Giratá, "Efectos Fotoópticos en películas superconductoras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ ", tesis Doctorado en Ciencias Físicas, Cali, 1997.
 - [13] F.A. Pérez, L.F. Castro, E. Baca, E. Solarte " MORFOLOGÍA DE LA SUPERFICIE DE PELÍCULAS DELGADAS DE YBaCuO Y DE HoBaCuO Y DE CAPAS SUPERCONDUCTORAS DE BiSr(Pb)CaYCuO TRATADAS MEDIANTE IRRADIACIÓN CON LUZ LÁSER INFRARROJA" VII Encuentro Nacional de Optica, Armenia 2000.
 - [14] B. I. Kim, J. W. Hong, G. T. Jeong, S. H. Moon, D. H. Lee, T. U. Shim, and Z. G. Khim "Effect of Mg(OH)_2 on YBCO Thin-Film on MgO Substrate Studied by Atomic-Force Microscope", *J. Vac. Sci. Tec. B* 12, 1631 (1994)