

ИЗУЧЕНИЕ ПРОВОДИМОСТИ ЭФФЕКТА ХОЛЛА НА МОНОКРИСТАЛЛАХ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ КИСЛОРОДА

Б.Я.Котюжанский

Исследовано влияние содержания кислорода в монокристаллах высокотемпературного сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ на электросопротивление и эффект Холла в плоскости перпендикулярной оси c .

К настоящему времени опубликован ряд экспериментальных работ, в которых изучалось влияние содержания кислорода на электрические и другие свойства высокотемпературного сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Результаты этих исследований, выполненных на поликристаллических образцах, приготовленных разными способами совпадают в общих чертах, однако часто заметно расходятся в деталях (см., например ¹⁻⁵).

Представлялось интересным исследовать влияние содержания кислорода на электрические свойства монокристаллических образцов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Исследованные монокристаллы были выращены в Институте кристаллографии АН СССР методом, описанным в ⁶. Монокристаллы имели вид тонких, естественно ограниченных пластинок с характерными поперечными размерами $\sim 1 \times 1$ мм² и толщиной 0,02 – 0,04 мм, плоскость которых перпендикулярна главной оси кристалла c . Измерительные контакты изготовлялись из серебряной проводящей пасты. Затем образец вместе с нанесенными контактами отжигался в потоке кислорода при $T = 750^\circ\text{C}$ в течение 12 часов с последующим охлаждением со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{мин}$ до комнатной температуры. При этом серебряная паста вжигалась в образец и получающиеся контакты имели сопротивление $\lesssim 1$ Ом. Для последующего уменьшения содержания кислорода образцы отжигались в воздухе при некоторой температуре T_q . Затем ампула с образцом заполнялась гелием и образец охлаждался сначала быстро до 350°C со скоростью $200^\circ\text{C}/\text{мин}$ и дальше медленно до комнатной температуры – $20^\circ\text{C}/\text{мин}$. Такое двухступенчатое охлаждение позволяет, на наш взгляд, с одной стороны сохранить в образце содержание кислорода близкое к равновесному при $T = T_q$, так как при $T \lesssim 350^\circ\text{C}$ выделение кислорода из образца становится настолько медленным, что им можно пренебречь, а с другой стороны медленная вторая ступень позволяет уменьшить дефектность кристалла.

На рис. 1 приведены зависимости удельного сопротивления в плоскости пластинки $\rho_{||}(T)$, измеренные четырехконтактным способом на одном и том же образце, отожженном при разных, последовательно увеличивающихся T_q . Удельное сопротивление $\rho_{||}(300\text{K})$ отожженного в кислороде образца составляло ~ 200 мкОм·см. Относительная точность измерения $\rho_{||}$ была $\sim 5\%$. На рис. 2 показана зависимость от T_q температуры сверхпроводящего перехода T_c и его ширины ΔT_c , измеренной по падению сопротивления на уровне 0,1 – 0,9. Из приведенных зависимостей следует, что с увеличением T_q наблюдается монотонный рост $\rho_{||}$ и ΔT_c и уменьшение T_c . Отметим две особенности, отличающие наши данные от полученных ранее на поликристаллических образцах (см., например, ⁴). Во-первых, ширина сверхпроводящего перехода в монокристалле заметно меньше, чем в поликристаллах вплоть до $T_q \sim 700^\circ\text{C}$, при которых T_c начинает быстро меняться с T_q (при $T_q \leq 450^\circ\text{C}$ $\Delta T_c \lesssim 0,3$ К). Это указывает на хорошую однородность монокристаллов в плоскости перпендикулярной оси c . Во-вторых, с увеличением T_q и, следовательно, с уменьшением кислорода на монокристалле наблюдалось гораздо более медленное увеличение $\rho_{||}$, чем на поликристаллах. Естественно полагать, что в поли- и монокристаллических образцах зависимость T_c от содержания кислорода x одинакова. В этом случае величину x в нашем образце можно грубо оценить по T_c и известной из опубликованных работ зависимости $T_c(x)$. Определенная таким способом по данным, полученным в Институ-

те кристаллографии АН СССР И.П.Зибровым и Н.И.Романовой, зависимость x от T_q приведена на рис. 2. В результате получаем, что при уменьшении T_c от 92 до 62 К, что соответствует увеличению x от 0 до $\sim 0,15$, $\rho_{||}$ растет на $\sim 40\%$ (см. рис. 1), в то время как на поликристаллах в несколько раз^{3, 4}. Возможно это расхождение частично связано с уменьшением дефектности образца, получаемым благодаря примененной нами двухступенчатой закалке. Кроме того, согласно результатам электронно-микроскопических исследований⁷ составляющие поликристаллические образцы зерна имеют дефектные прослойки перпендикулярные оси c . Наличие таких дефектов должно приводить к росту наблюдаемой величины ΔT_c , а возможно и к росту ρ .

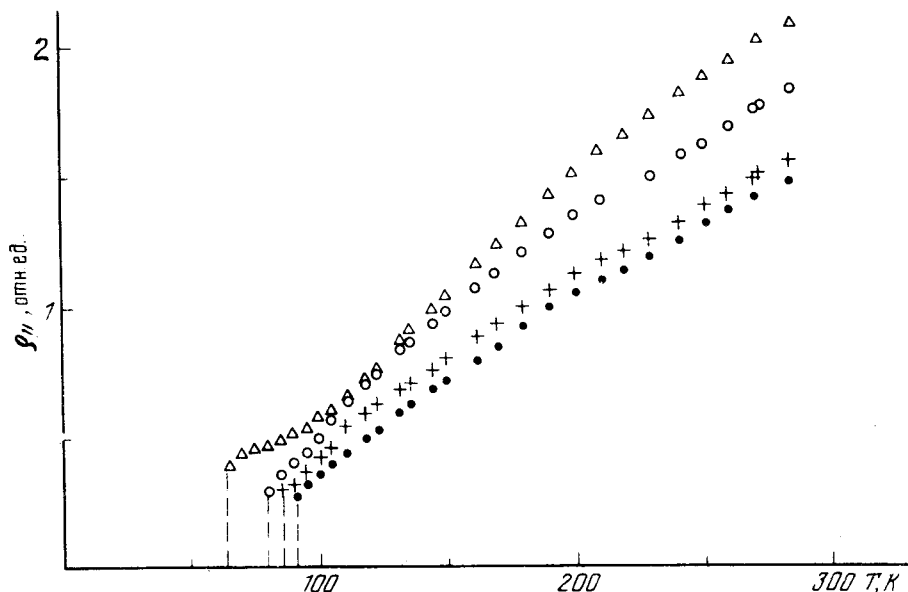


Рис. 1. Температурные зависимости сопротивления $\rho_{||}(T)$ при разных температурах отжига T_q : ● — образец отожжен в кислороде; + — $T_q = 500$; ○ — $T_q = 550$; Δ — $T_q = 600^\circ\text{C}$

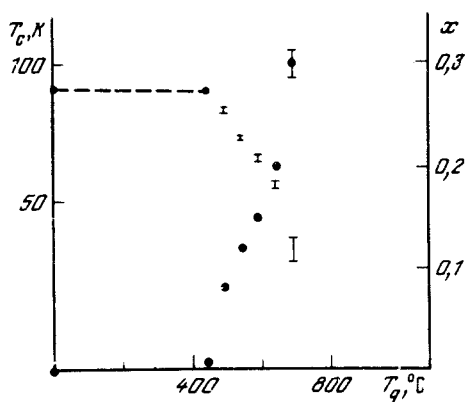


Рис. 2. Зависимости T_c от содержания кислорода x (●) от T_q

После закалки при максимальной T_q кристалл снова отжигался в потоке кислорода. При этом T_c и $\rho_{||}$ с точностью $\lesssim 10\%$ возвращались к начальным значениям, полученным на отожженном в кислороде образце. Это подтверждает, что наблюдаемые изменения $\rho_{||}$ и T_c связаны в основном с содержанием в образце кислорода.

Для выяснения вопроса вызвано ли увеличение сопротивления при уменьшении содержания кислорода изменением числа носителей или их подвижности, был исследован эффект Холла. Результаты исследований эффекта Холла в плоскости перпендикулярной оси c представ-

лены на рис. 3. Данные приведенные на рис. 1 и 3, получены на одном и том же образце. ЭДС Холла измерялась в полях $H \parallel c$ до 13 кЭ. Она линейно зависела от поля H и измерительного тока (~ 10 мА). Измеренная на нескольких кристаллах с $T_c \approx 92$ К положительная константа Холла в пределах ошибки эксперимента составляла $R_X(300 \text{ К}) \approx 10^{-3} \text{ см}^3/\text{Кл}$, что соответствует концентрации носителей $n_{300} \approx 7 \cdot 10^{21} \pm 50\%$. Эти значения близки к результатам вычисленным в ⁸ и измеренным на монокристаллах ⁹ и керамике ⁵ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

Качественно, данные, полученные по измерению эффекта Холла и сопротивления, согласуются между собой: уменьшение содержания кислорода приводит к уменьшению числа носителей n , определенного в рамках простой зонной модели. Однако число носителей уменьшается гораздо резче, чем растет сопротивление. Это по-видимому указывает на существование носителей разного типа, так как в противном случае это означало бы, что их время релаксации растет с уменьшением содержания кислорода. Последнее сомнительно, так как уменьшение содержания кислорода сопровождается ростом беспорядка в расположении его атомов в кристалле.

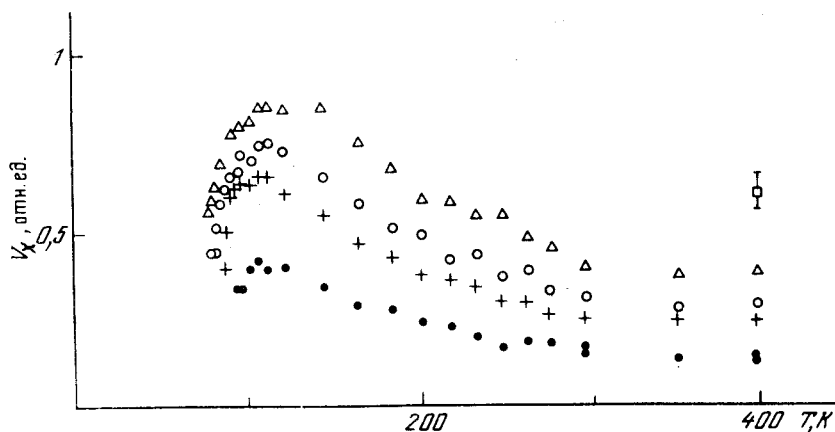


Рис. 3. Температурные зависимости ЭДС Холла V_X при разных T_q . ● — образец отожжен в кислороде. + — $T_q = 500$, — $T_q = 550$, Δ — $T_q = 600$, \square — $T_q = 650^\circ \text{C}$

Обращают на себя внимание две особенности в поведении зависимости $V_X(T)$: изменение вида $V_X(T)$ при $T_0 \approx 290$ К от характерного для металлов $V_X(T) = \text{const}$ при $T > T_0$ к монотонно растущей с понижением температуры при $T < T_0$ и наличие максимума $V_X(T)$ при $T = 100 - 120$ К. Отметим, что изменение наклона кривой при $T = T_0$ тем резче, чем меньше содержание кислорода в образце, а температура T_0 при этом не меняется. В точке T_0 не наблюдается особенности на зависимости $\rho_{\parallel}(T)$. Положение максимума на кривой $V_X(T)$ при уменьшении содержания кислорода слегка смещается в большие температуры. При близких к положению максимума температурах ($\sim 100 - 120$ К) ранее ¹⁰ отмечалось отклонение зависимости $\rho_{\parallel}(T)$ от линейной (увеличение наклона $\rho_{\parallel}(T)$) на отожженных в кислороде образцах.

Эффект Холла исследовался на шести кристаллах. Указанные особенности наблюдались на всех кристаллах, имеющих $T_c \approx 92$ К. На одном образце, имевшем $T_c = 82$ К после отжига в кислороде, что указывает, по-видимому, на худшее качество, особенность при температуре T_0 отсутствовала. ЭДС Холла монотонно спадала от максимальной при $T = 110$ К и при этом R_X при $T \leq 300$ К было в несколько раз больше, чем на хороших кристаллах.

Ранее первая особенность, указывающая на рост числа носителей при $T < T_0$, отмечалась в работе ⁹, авторами которой предполагалась ее связь либо с развитием пайерлсовской неустойчивости, либо с антиферромагнитным упорядочением. Мы полагаем, что имеющихся экспериментальных данных не достаточно для уверенной интерпретации наблюдаемых особенностей.

Автор глубоко признателен С.М.Стишову за интерес к работе и обсуждение результатов, Л.Е.Свистову за полезные дискуссии, И.П.Зиброву и Н.И.Романовой за разрешение воспользоваться своими результатами, О.К.Мельникову за предоставление монокристаллов, И.П.Зиброву и И.Н.Макаренко за помощь в приготовлении образцов.

Литература

1. *Mydosh J.A.* Z. Phys. B – Condensed Matter, 1987, 68, 1.
2. *Cava R.J., Battlogg B., Chen C.H. et al.* Phys. Rev. B., 1987, 36, 5719.
3. *Sawada H., Iwazumi T., Saito Y. et al.* Jap. J. of Appl. Phys., 1987, 26, L1054.
4. *Monod P., Ribault M., D'Yvoire F. et al.* J. de Physic., 1987, 48, 1369.
5. *Wang Z.Z., Clayhold J., Ong N.P. et al.* Phys. Rev. B, 1987, 36, 7222.
6. Макаренко И.Н., Никифоров Д.В., Быков А.Б. и др. Письма в ЖЭТФ, 1988, 47, 52.
7. *Nakahara S., Fisnick G.J., Yan M.F. et al.* J. of Crystal growth, 1987, 85, 639.
8. *Allen P.B., Pickett W.E., Krakauer H.* Proceedings of MRS Symp. on High-Temperature Superconductors, Mass, 1987.
9. Горлова И.Г., Зыбцев С.Г., Латышев Ю.И. Письма в ЖЭТФ, 1988, 47, 100.
10. Котюжанский Б.Я., Свистов Л.Е. Письма в ЖЭТФ, 1988, 47, 317.

Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
11 марта 1988 г.