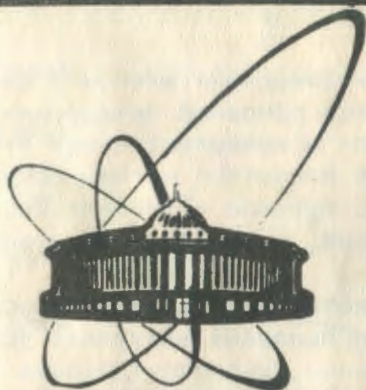


89-394



объединенный
институт
ядерных
исследований
дубна

Б 94

P13-89-394

Ю.Бух, Н.И.Балалыкин, Я.Дерер

ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ YBCO
МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ
СО СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ ФАЗОЙ

Направлено на Международный семинар по высоко-
температурной сверхпроводимости, Дубна,
28 июня - 1 июля 1989 г.

1989

Получение высокотемпературных сверхпроводящих пленок с высокими критическими параметрами является основной предпосылкой для их широкого применения в микро- и криоэлектронике ^{/1,2/}. Для этого используются практически все известные методы вакуумного напыления, такие как электронно-лучевое и термическое испарение, молекулярно-лучевая эпитаксия, импульсное лазерное испарение и другие ^{/3-7/}.

В данном случае для напыления высокотемпературных сверхпроводящих пленок на основе УВСО была использована вакуумная установка с безмасляными средствами откачки, укомплектованная магнетронным напылителем собственной конструкции. Мишени диаметром 76 мм изготовлены из керамики $YBa_2Cu_3O_7$ стехиометрического состава и обладают следующими характерными параметрами: $T_{c0} = 91 - 92$ К; $\Delta T_c = 2$ К; $R = 5 \times 10^{-2}$ Ом. Исследовались различные условия напыления на постоянном токе при вариации расстояния мишень-подложка от 40 до 110 мм и давления от 12 до 1 Па как в среде чистого аргона, так и в смеси аргона с 20% кислорода или аргона с 20% кислорода и 20% азота. Подложки из монокристаллического $SrTiO_3$, MgO , Si , Al_2O_3 и др. находились при комнатной температуре. Удельная плотность мощности на мишени достигала $4,0$ Вт/см². Первое время распыление происходило при повышенном напряжении на мишени, которое через 10-15 мин падало и стабилизировалось. После этого открывалась заслонка и проводилось напыление на подложке. Такое изменение режима мы связываем с образованием окисного слоя с более высоким сопротивлением на поверхности мишени и его постепенным распылением. Подобные эффекты образования окисного слоя наблюдались нами и во время напыления пленок в атмосфере смеси рабочих газов - там приходилось всегда поддерживать разряд при более высоких напряжениях, чем в случае распыления в атмосфере аргона. Скорость напыления изменялась в пределах 3-8 нм/мин.

Элементный состав пленок определялся с помощью электронного микрозонда (EDAX), а также по энергетическим спектрам упруго рассеянных α -частиц с энергией $E_0 = 3,0$ МэВ на угол $\theta = 135^\circ$ с применением кремниевого детектора поверхностно-барьерного типа. Такой спектр от пленки УВСО стехиометрического состава толщиной 90 нм на кремниевой подложке приведен на рис. 1. В случае тонких пленок, когда спектры от различных элементов разделены /имеют форму пиков/, зная величину сечения упругого

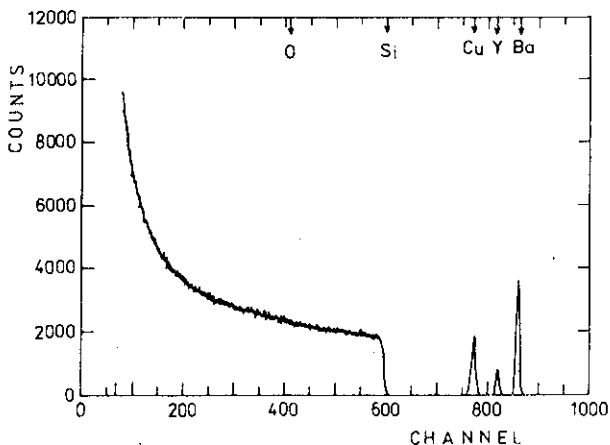


Рис. 1. Спектр упругого рассеяния α -частиц, полученный от пленки УВСО толщиной 90 нм на кремниевой подложке.

рассеяния σ этих элементов, можно легко и с заранее заданной точностью /до 0,1 атомного процента/ определить соотношение их содержания по формуле^{8/}:

$$\frac{N_x}{N_y} = \frac{\sigma_y}{\sigma_x} \frac{M_x}{M_y},$$

где M - площади пиков от элементов /количество импульсов/.

Точность определения содержания кислорода заметно уменьшается за счет наложения спектра от подложки, но главным образом из-за относительно малого значения сечения упругого рассеяния:

$$\sigma_O : \sigma_{Cu} : \sigma_Y : \sigma_{Ba} = 1 : 14 : 26 : 54.$$

В дальнейшем предполагается выйти из положения, используя так называемый глори-эффект^{9/}: аномальное увеличение /10-10³-кратное/ сечений упругого рассеяния α -частиц на углах, близких к 180°.

На рис. 2 приведена одна из зависимостей распределения состава пленок по радиусу относительно центра держателя подложек при расстоянии мишень-подложка $d = 45$ мм и давлении рабочего газа аргона $p = 1,3$ Па. Как видно из рисунка, отношение концентраций бария и иттрия в области над зоной эрозии мишени существенно изменяется. В центральной и периферийной областях получается соотношение, близкое к стехиометрическому. Распределение состава значительно зависит также от расстояния мишень-подложка и давления рабочего газа, вариацией которого /за счет изменения ширины распылительного конуса/ можно частично гомогенизировать состав пленок. Наблюдалось также влияние состава смеси рабочих газов и скорости их откачки.

Вторым технологическим шагом является высокотемпературный отжиг пленок, который осуществляется в кварцевой трубе в ат-

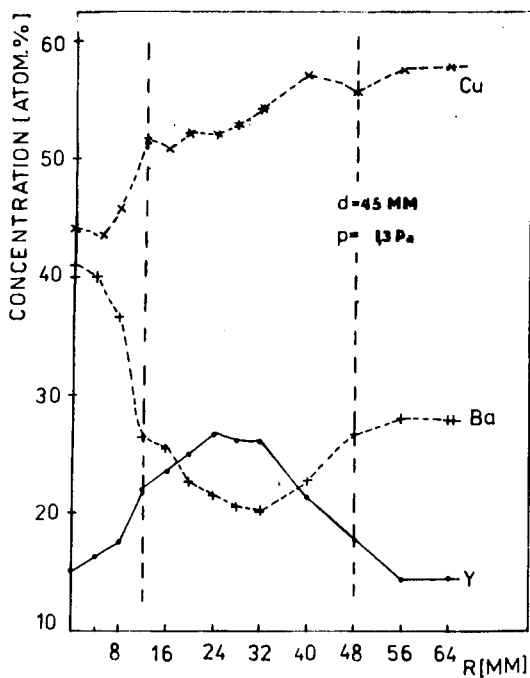


Рис. 2. Распределение состава пленок на держателе подложек относительно его центра.

мосфере кислорода при нормальном давлении. Для исключения различного рода диффузионных эффектов на первом этапе отжига подвергались пленки на подложках из монокристаллического SrTiO_3 . Предварительно производился отжиг в вакууме при температуре 550°C в течение 5 мин. После этого следовал отжиг в атмосфере кислорода при температуре 860°C в течение 5 мин и охлаждение в течение 10 мин до 220°C . Фотография поверхности пленки после отжига представлена на рис. 3.



Рис. 3. Поверхность пленки УВСО на монокристаллической подложке SrTiO_3 после отжига.

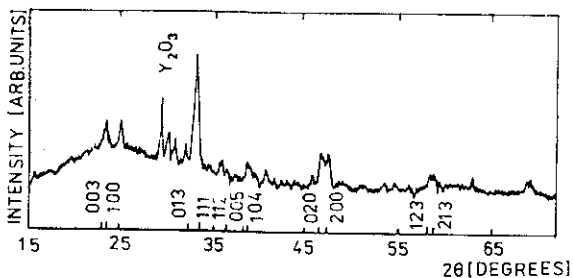
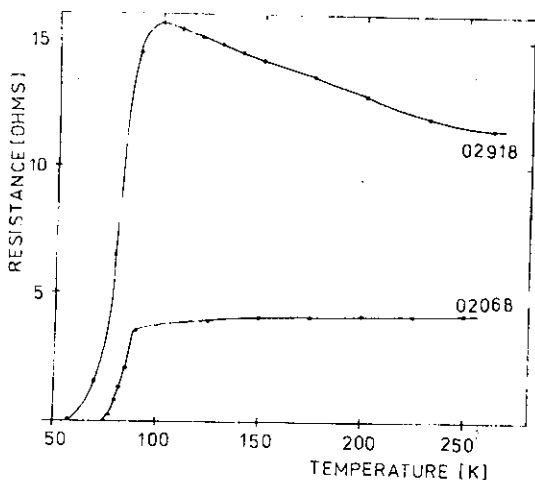


Рис. 4. Рентгенодифрактограмма УВСО пленки, полученной на монокристаллической подложке из SrTiO_3 .

тометра ZEISS /трубка с медным анодом, CuK_α -излучение с $\lambda = 1,4518 \text{ \AA}$ /. Полученные пленки являются поликристаллическими и мелкозернистыми. На рис. 4 показаны штрихи, соответствующие рефлексам от орторомбической структуры перовскита^{/10/}.

Зависимость электрического сопротивления от температуры определялась четырехзондовым методом. Как следует из рис. 5, такая зависимость для полученных пленок носит как металлический /образец 02068/, так и полупроводниковый характер /образец 02918/. Из рис. 4 и 5 можно заключить, что пленки двухфазны - одновременно присутствуют орторомбическая и тетрагональная фазы. Как показано в работах^{/11,12/}, тетрагональная фаза в иттриевой керамике возникает вследствие заниженного содержания в ней кислорода, характеризуется как полупроводниковая и обладает более низкой температурой сверхпроводящего перехода. В некоторых пленках наблюдаются случаи выделения самостоятельной фазы Y_2O_3 . В дальнейшем предполагается оптимизировать температуру отжига, а также перейти к одношаговой технологии получения



сверхпроводящих пленок непосредственно в камере напыления.

Заключение: получены двухфазные пленки $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, близкие к стехиометрическому составу, с началом температурного перехода $T_{co} = 90-95 \text{ K}$, нулевым значением их сопротивления при $T_{ce} = 75 \text{ K}$

Рис. 5. Температурная зависимость электрического сопротивления пленок.

и шириной перехода в пределах $\Delta T_c = 7-9$ К. Пленки после длительного хранения на воздухе /более 6 месяцев/ не изменили свои основные характеристики.

Авторы выражают глубокую благодарность В.Алтынову и О.Ореловичу за большую работу по исследованию на электронном микроскопе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Matsuda M., Kuriki S. - Appl. Phys. Lett., 1988, 53, p.621.
2. Semekt R.E. et al. - Nature, 1987, 326, p.875.
3. Heng M et al. - Appl. Phys. Lett., 1987, 51, p.694.
4. Laibowitz R.B. et al. - Phys. Rev., 1987, B35, 8821.
5. Kwe J. et al. - Phys. Rev., 1987, B36, p.4039.
6. Dijkkamp D. et al. - Appl. Phys. Lett., 1987, 51, p.619.
7. Gress M.E. et al. - Appl. Phys. Lett., 1988, 52, p.160.
8. Buch J., Balalykin N.I. - Microchimica Acta, 1978, 1, p.19.
9. Диденко А.Н. - Сверхпроводящие волноводы и резонаторы. М.: Советское радио, 1973.
10. Cava R.J. et al. - Phys. Rev. Lett., 1987, 58, p.1676.
11. Kawasaki M. et al. - Jpn. J. Appl. Phys., 1987, 26, p.L738.
12. Shah S.I. - Appl. Phys. Lett., 1988, 53, p.612.

Рукопись поступила в издательский отдел
1 июня 1989 года.