

05.4;12

©1993

## ПОЛУЧЕНИЕ $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$ ПЛЕНОК МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПИТАКСИИ

*Е.П.Васильева, В.П.Кононов, С.Г.Овчинников, В.М.Попел,  
Е.В.Тепляков, А.Е.Худяков*

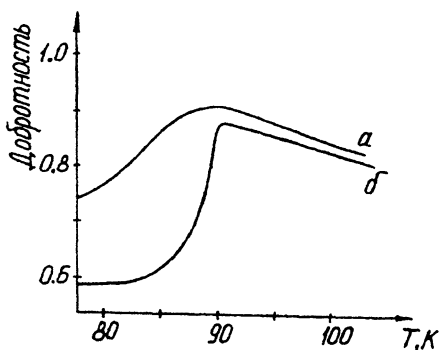
После открытия ВТСП материалов стала активно развиваться технология получения тонких ВТСП пленок, что обусловлено возможностью их использования в микроэлектронных устройствах, сквидах, детекторах излучений и т.д. Кроме того, пленки являются удобным объектом для исследования физических свойств и характеристик ВТСП материалов [1].

В работе [2] сообщается о получении пленок  $\text{Y-Ba-Cu-O}$  с  $T_n = (85-87)$  К методом МЛЭ, а в работе [3] о получении пленок системы  $\text{Bi-Sr-Ca-Cu-O}$  методом лазерного распыления. Ранее пленки более простого состава  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$  были получены методом МЛЭ в работах [4,5]. Преимуществом  $\text{Bi}$  систем являются более высокие  $T_n$  (110 К для фазы 2223), отсутствие РЗЭ, меньшая деградация, легкость текстурирования в тонких пленках [6]. Поэтому мы попытались получить методом МЛЭ пленки состава  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$ . В данной работе сообщаются первые результаты напыления таких пленок.

Напыление пленок  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$  проводилось в трехкамерной установке МЛЭ "Ангара" ( $P_{\text{пр}} = 1 \times 10^{-10}$  мм рт. ст.), имеющей две многотигельные камеры напыления, одна из которых имеет шесть термических испарителей, другая — два термических испарителя и две электронно-лучевые пушки [7]. Контроль и управление параметрами пленок в процессе роста осуществлялось с помощью масс-спектрометров МХ-7304 и РГА-100, дифрактометра быстрых электронов, системы напуска газов СНА-2 и кварцевого измерителя толщины и скорости роста пленок. Исследование пленок после выгрузки из установки проводилось традиционными физическими методами.

Процесс синтеза пленок системы  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$  состоял из двух этапов. Вначале проводилось напыление пленок, а затем их отжиг на воздухе.

В качестве подложек, располагаемых на подложкодержателе  $\varnothing 60$  мм, использовались полированные монокристаллы  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}$ ,  $\text{CaF}_2$  и свежие сколы  $\text{MgO}$ . Плен-



Температурная зависимость добротности пленок  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$ . *a* — пленка с широким температурным интервалом перехода  $\sim 10^\circ$ , *б* — с узким переходом  $\sim 1-2^\circ$  в сверхпроводящее состояние.

ки необходимого химического состава напылялись одновременным испарением  $\text{Bi}$ ,  $\text{Pb}$ ,  $\text{Sr}$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Cu}$  из тиглей  $\text{BN}$   $\varnothing 15$  и  $L = 50$  мм. Поддержание нужных скоростей конденсации обеспечивалось с помощью микро-ЭВМ. Общая скорость напыления составляла  $2 \text{ \AA}/\text{с}$ . Температура подложек в процессе роста была около  $650^\circ\text{C}$ . Напуск озона в область подложек осуществлялся системой напуска СНА-2 при общем давлении в камере роста  $10^{-3}$  Па.

После напыления пленки не обладали сверхпроводимостью. Их термообработки проводилась на воздухе при  $T \approx 840^\circ\text{C}$  в течение 0.5–1 ч.

Для определения состава получаемых пленок использовался рентгеноспектральный флуоресцентный анализ (РСФА). Этот метод давно [8] используется в Институте физики для определения состава и толщины тонких магнитных пленок самого разнообразного состава. В данном случае, при анализе  $\text{Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O}$  пленок, основная методическая трудность состоит в получении стандартов в виде пленок чистых металлов или их окислов известной толщины. Точность измерений РСФА, контролируемая с помощью кварцевого измерителя толщины или микроинтерферометра для наших пленок составила  $\sim 10\%$  для толщин 0.1–1 мкм. Данные, полученные методом РСФА, помогли в отработке технологии получения пленок с заданным соотношением составляющих ее компонентов.

Фазовый анализ пленок проводился с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-2.0. Было установлено преимущественное наличие в пленках фазы 2212.

Рентгеноструктурный анализ соединения показал, что данная фаза имеет ромбическую сингонию с параметрами

$a = 5.428$ ,  $b = 26.435$ ,  $c = 30.903$  Å. На дифрактограмме прослеживается направление вдоль оси  $C$ , что хорошо согласуется с результатами работы [9].

Наличие сверхпроводящего состояния определялось бесконтактным способом по изменению ВЧ поверхностного импеданса [10].

Типичные зависимости изменения добротности контура, нагруженного пленкой, представлены на рисунке. Для разных пленок  $T_c$  составляла 85–90 К, что согласуется с данными рентгеновского анализа о преимущественном наличии фазы 2212.

Наблюдаемый сдвиг частоты для  $V_i$  пленок значительно меньше, чем для пленок иттрия, что связано со значительной долей несверхпроводящей фазы и высоким ВЧ импедансом  $V_i$  керамик.

Работа поддерживается научным советом по проблеме ВТСП и выполнения в рамках проекта № 92035 государственной программы “Высокотемпературная сверхпроводимость”.

### Список литературы

- [1] Григорьев Г.Ю. // СФХТ. 1990. Т. 3. В. 8. Ч. 2. С. 1761–1772.
- [2] Смольский О.В., Шмаев А.Л., Синяевский Д.В. и др. // Письма в ЖЭТФ. 1992. Т. 18. В. 20. С. 85–89.
- [3] Арутюнян С.Р., Саакян С.Р., Пилосян С.Х. // Физика низких температур. 1992. Т. 18. В. 2. С. 195–198.
- [4] Kasai Y., Sakai S. // J. Cryst. Growth. 1991. V. 115. P. 758–761.
- [5] Ishibashi T., Okada Y., Yokoyama S., Kawabe M. // Jap. J. Appl. Phys. 1991. V. 30. N 128. P. 3900–3903.
- [6] Третьяков Ю.Д., Оськина Т.Е., Путляев В.И. // Журнал неорганической химии. 1990. Т. 3. В. 7. С. 1635–1644.
- [7] Установка молекулярно-лучевой эпитаксии “Ангара”. Новосибирск, 1986. 21 с.
- [8] Бондаренко Г.В., Русова С.Г. В сб.: Аппаратура и методы исследования ТМП. Красноярск, 1968. С. 44.
- [9] Конев В.Н., Попова Т.Б., Петрушновская Н.Б. // СФХТ. 1993. Т. 6. В. 2. С. 412–417.
- [10] Польский А.И. // Препринт ИФСО. № 563Ф. Красноярск, 1989. С. 11.

Институт физики  
им.Л.В.Киренского СО РАН  
Красноярск

Поступило в Редакцию  
23 июля 1993 г.