

- [1] Трофимов И.Е. // III Межведомственный семинар-выставка "Получение, исследование и применение прозрачной сегнетокерамики". Тез. докл. Рига, 1988. С. 256-258.
- [2] Дадешидзе В.В., Джмугадзе Д.Ф., Цнобиладзе Н.А. // Там же. С. 262-264.
- [3] Котлерис Ю.Я., Клотиньш Э.Э. // Структура и свойства сегнетоэлектриков. Сб. науч. тр. Рига, 1983. С. 144-171.
- [4] Борисов В.Л., Красавчиков А.В. // III Межведомственный семинар-выставка "Получение, исследование и применение прозрачной сегнетокерамики". Тез. докл. Рига, 1988. С. 119-121.
- [5] Штернберг А.Р., Хлидек П., Звара М. // Физические свойства сегнетоэлектрических материалов. Сб. науч. тр. Рига, 1981. С. 13-22.
- [6] Кните М.Э. // Актуальные проблемы физики и химии сегнетоэлектриков. Сб. науч. тр. Рига, 1987. С. 108-129.
- [7] Шебанов Л.А. // III Межведомственный семинар-выставка "Получение, исследование и применение прозрачной сегнетокерамики". Тез. докл. Рига, 1988. С. 89-91.

05;07;12

Журнал технической физики, т. 64, в. 10, 1994

© 1994 г.

СТРУКТУРНЫЕ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК PZT , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Ю.Н. Дроздов, Е.Б. Ключенков, Л.А. Суслов

Институт прикладной физики РАН,
603600, Нижний Новгород, Россия
(Поступило в Редакцию 22 декабря 1993 г.)

Конденсаторные структуры с ориентированными пленками сегнетоэлектрических материалов, в частности $PbZr_xTi_{1-x}O_3$ (PZT), являются весьма перспективными объектами для создания на их основе элементов памяти [1]. Технология изготовления таких структур включает в себя получение структурно совершенных нижних электродов, эпитаксиальный рост на них пленок сегнетоэлектриков и нанесение верхних электродов; кроме того, полный технологический процесс может включать и промежуточные этапы фотолитографического формирования рисунков на различных слоях. В работе [2] показано, что вследствие хорошего соответствия кристаллографических параметров в качестве нижних электродов для пленок PZT целесообразно применять эпитаксиальные слои высокотемпературного сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_x$ ($YBCO$). Поскольку в настоящее время для получения слоев $YBCO$ хорошо отработан метод лазерного распыления, то представляется важным осаждение пленок PZT тем же методом, что позволит создавать конденсаторные структуры в едином технологическом цикле.

В настоящей работе приводятся результаты исследования структурных и диэлектрических свойств пленок PZT , осажденных из эрозионной лазерной плазмы в среде кислорода на подложки монокристаллического титаната стронция $SrTiO_3$ (STO) с ориентацией (001) как без подслоев, так и с подслоями $YBCO$.

Пленки PZT и подслои $YBCO$ получали распылением плоских мишеней из керамик состава $PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O_3$ (тетрагональная фаза: $a = 4.05 \text{ \AA}$, $c = 4.10 \text{ \AA}$) и $YBa_2Cu_3O_x$ (ромбоэдрическая фаза: $a = 3.82 \text{ \AA}$, $b = 3.89 \text{ \AA}$, $c = 11.68 \text{ \AA}$ [3]) излучением эксимерного лазера LPX-200 ($\lambda = 248 \text{ нм}$, $\tau \approx 24 \text{ нс}$). Распыление мишеней проводилось при плотности энергии $6 \text{ Дж}\cdot\text{см}^{-2}$ и частоте повторения импульсов 20 Гц . Нагрев подложек осуществлялся с помощью вакуумного резистивного нагревателя. Тепловой контакт между подложкой и нагревателем обеспечивался применением жидкой индий-галлиевой эвтектики. Расстояние мишень-подложка составляло $\approx 60 \text{ мм}$.

Осаждение пленок PZT проводили при температурах подложек $T_n = 350\text{--}600^\circ\text{C}$ и давлении кислорода $P_{O_2} \approx 26 \text{ Па}$. После окончания процесса напыления пленка охлаждалась до комнатной температуры в кислороде при $P_{O_2} = 1 \text{ атм}$. Скорость роста пленки при указанных условиях осаждения составляла $\approx 0.6 \text{ \AA}$ импульс. Подслои $YBCO$ напылялись при $T_n \approx 715^\circ\text{C}$, $P_{O_2} \approx 26 \text{ Па}$.

Фазовый состав пленок PZT и степень кристалличности фаз анализировались на рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 (CuK_α -излучение). Результаты анализа для ряда образцов пленки PZT без подслоев и с подслоями $YBCO$ в зависимости от температуры роста приведены в таблице. Сканирование $\theta/2\theta$ в дифрактометре осуществлялось после юстировки образцов по отражению (002). Монокристаллические фазы $YBa_2Cu_3O_x$ подслоя $YBCO$ и $PbZr_xTi_{1-x}O_3$ пленки PZT идентифицировались по отражениям типа (001). В таблице приведена ширина кривых качания при неподвижном детекторе $2\theta = 2\theta_{\text{max}}$, для подслоя $YBCO$ рефлекс (005), для подложки PZT (002). Эпитаксиальные соотношения с подложкой (001)|| (001), [100]|| [100] определялись по боковым асимметричным рефлексам (013) подложки и пленки PZT и (018) подслоя $YBCO$. Наличие дискретного набора боковых рефлексов подтверждало монокристалличность фаз, помеченных М в таблице. Фаза со структурой пирохлора в образцах 1 и 2 диагностировалась по характерным максимумам (222) при $2\theta \approx 29^\circ$ и (004) при $2\theta \approx 34^\circ$ [4].

Фазовый состав и степень кристалличности образцов

Номер образца	Температура роста пленки PZT , $^\circ\text{C}$	Кристаллические фазы			
		$SrTiO_3$	$YBCO$	PZT	пирохлор
1	400	$M(100) 0.2^\circ$	*	-	П
2	420	$M(100) 0.2^\circ$	$M(001) 0.3^\circ$	-	$T[100] 5.4^\circ$
3	450	$M(100) 0.3^\circ$	$M(001) 0.35^\circ$	$M(001) 0.8^\circ$	-
4	520	$M(100) 0.2^\circ$	*	$M(001) 0.45^\circ$	-
5	550	$M(100) 0.15^\circ$	$M(001) 0.4^\circ$	$M(001) 0.6^\circ$	-
6	590	$M(100) 0.2^\circ$	*	$M(001) 0.3^\circ$	-

Примечание. П — поликристалл; Т — текстура, $[hkl]$ — индексы оси, $\Delta\omega$ — угол рассеяния оси текстуры; М — монокристалл, (hkl) — индексы плоскости, параллельной поверхности слоя; $\Delta\omega$ — ширина кривой качания; * — подслоя не выращивался.

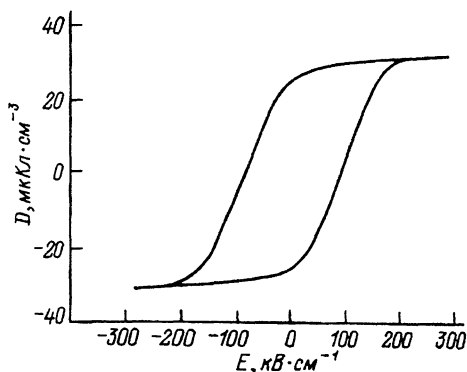


Рис. 1. D - E -гистерезис для пленки PZT , осажденной на подложку $SrTiO_3$ (001) при температуре 550°C .

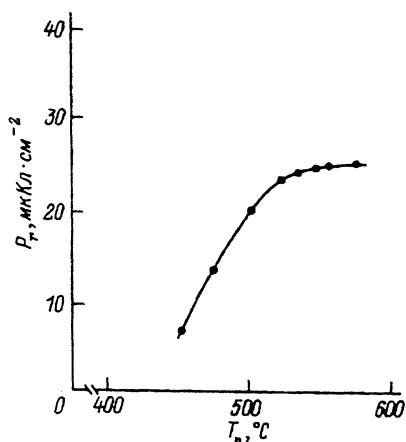


Рис. 2. Зависимость остаточной поляризации P_r от температуры осаждения пленки PZT .

Состояние осевой текстуры фазы пироклора в образце 2 проявлялось в размытии на несколько градусов осевых отражений (004) и в отсутствие дискретных отражений при вращении вокруг оси [001].

Диэлектрические свойства пленок PZT изучались на конденсаторных структурах $Ni/PZT/YBCO/STO$ с толщинами слоев $YBCO \approx 0.1$ мкм и PZT 0.35–0.5 мкм. Структуры $PZT/YBCO/STO$ создавались в едином технологическом цикле, никелевые электроды площадью $2 \cdot 10^{-3}$ см² наносились методом магнетронного распыления через металлическую маску без дополнительного нагрева. Измерения диэлектрической проницаемости ϵ и тангенса угла потерь $\text{tg } \delta$ проводились при частотах $f = 4 \cdot 10^1 - 5 \cdot 10^4$ Гц, петли диэлектрического гистерезиса снимались с помощью схемы Тауэра-Сойера при $f = 90$ Гц.

Измерения диэлектрических параметров показали, что ϵ и $\text{tg } \delta$ пленок PZT слабо зависят от частоты в диапазоне $f = 4 \cdot 10^1 - 5 \cdot 10^4$ Гц. Для пленок, полученных при $T_n = 550 - 600^\circ\text{C}$, ϵ составляет ≈ 600 , $\text{tg } \delta = 0.02 - 0.025$, удельное сопротивление $\rho = 3 - 8 \cdot 10^{10}$ Ом·см. Пленки, осажденные при $T_n < 550^\circ\text{C}$, характеризовались значениями $\text{tg } \delta \sim 0.035 - 0.04$, $\rho \sim 10^8 - 10^9$ Ом·см.

Петли диэлектрического гистерезиса (D - E -гистерезиса) пленок PZT имели типичный вид для полидоменного сегнетоэлектрика (рис. 1). Для пленок, напыленных при $T_n = 550 - 600^\circ\text{C}$, остаточная поляризация P_r составляла около 24 мкКл·см⁻², коэрцитивное поле $E_c \approx 8 \cdot 10^4$ В·см⁻¹. С понижением T_n величина P_r уменьшалась, достигая ≈ 7 мкКл·см⁻² при $T_n = 450^\circ\text{C}$ (рис. 2).

Таким образом, в настоящей работе показано, что методом лазерного распыления на подложках титаната стронция с подслоем $YBCO$ при температурах выше 450°C удается вырастить монокристаллические пленки PZT перовскитной фазы, по совершенству сравнимые с подложкой. Диэлектрические свойства пленок PZT зависят от температуры подложки. Для пленок, полученных при $T_n = 550 - 600^\circ\text{C}$, остаточная поляризация P_r составляет ≈ 24 мкКл·см², коэрцитивное поле $E_c \approx 8 \cdot 10^4$ В·см⁻¹.

- [1] Swartz S.L., Wood V.E. // Condensed Mater News. 1992. Vol. 1. N 5. P. 4-13.
 [2] Ramesh R., Chan W.K., Wilkens B. // J. Electron. Mater. 1992. Vol. 21. N 5. P. 513-518.
 [3] Соболев Э.Н., Богратишвили В.Н., Журилин А.Н., Свиридов А.П. // Обзоры по высокотемпературной сверхпроводимости. 1990. Вып. 3. С. 94-131.
 [4] Grabowski K.S., Horwitz J.S., Chisey D.B. // Ferroelectrics. 1991. Vol. 116. P. 19-33.

10; 11
 © 1994 г.

Журнал технической физики, т. 64, в. 10, 1994

О КОРРЕКЦИИ ВЛИЯНИЯ МИКРОНЕРОВНОСТЕЙ ПРИ ОЖЕ-СПЕКТРОСКОПИИ ШЕРОХОВАТЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

А.М. Ильин

Физико-технический институт АН Республики Казахстан,
 480082, Алмааты, Республика Казахстан
 (Поступило в Редакцию 9 декабря 1993 г.)

Электронная оже-спектроскопия получает все большее распространение в исследованиях проблем материаловедения. При этом объектами анализа часто становятся поверхности с высокой степенью шероховатости, возникающей после различных обработок или после разрушения образцов в специальных оже-спектрометрах с целью изучения *in situ* элементного состава поверхностей разрушения [1]. Во многих случаях характеристики неровностей таковы, что при зондировании поверхностей условия для прохождения вторичных электронов, эмиттированных из пятна фокуса зонда, в энергоанализатор в значительной степени зависят как от геометрических особенностей используемого анализатора, так и от локального строения исследуемой области. Таким образом, представляется совершенно необходимым учитывать возможную потерю электронов вторичной эмиссии на пути к анализатору из-за взаимодействия с неровностями поверхности.

В настоящей работе рассматривается математическая модель для расчета экранирующего эффекта от микронеровностей двух видов: впадин в виде ямок, аппроксимированных поверхностью полусферы, и фасеток, образующих двугранный угол. Принято, что размер эмиттирующего пятна намного меньше размера впадины и оно может быть аппроксимировано точечным источником. Геометрические условия, накладываемые на распространение детектируемого пучка, соответствуют цилиндрическому зеркалу [2], наиболее распространенному в практике оже-спектроскопии типу энергоанализатора. При наклоне центральной траектории к оси анализатора $\alpha_0 = 42.3^\circ$ углы, ограничивающие расходимость пучка, приняты равными $\pm \Delta\alpha = 3^\circ$. На рис. 1 схематические показаны основные элементы поверхностной структуры, принимаемые во внимание, и соотношения между характерными размерами. Азимутальный растров входного окна анализатора (в плоскости, перпендикулярной оси OY) выбран равным 180° , что соответствует