

05.4;11;12

## Исследование неоднородностей в тонких пленках высокотемпературных сверхпроводников методами сканирующей зондовой микроскопии

© А.К. Воробьев, Н.В. Востоков, С.В. Гапонов,  
Е.Б. Ключенков, В.Л. Миронов

Институт физики микроструктур РАН, Н. Новгород

Поступило в Редакцию 18 августа 1998 г.

Методами сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии исследованы неоднородности в тонких пленках высокотемпературных сверхпроводников Y-Ba-Cu-O, обусловленные преципитатами вторичных фаз. Установлено, что пленки Y-Ba-Cu-O с высокими интегральными критическими параметрами могут представлять собой сложную гетерогенную систему, содержащую области, отличающиеся по толщине и электрическим свойствам. Показано, что такие неоднородности могут существенно влиять на параметры приборов, формируемых на основе пленок.

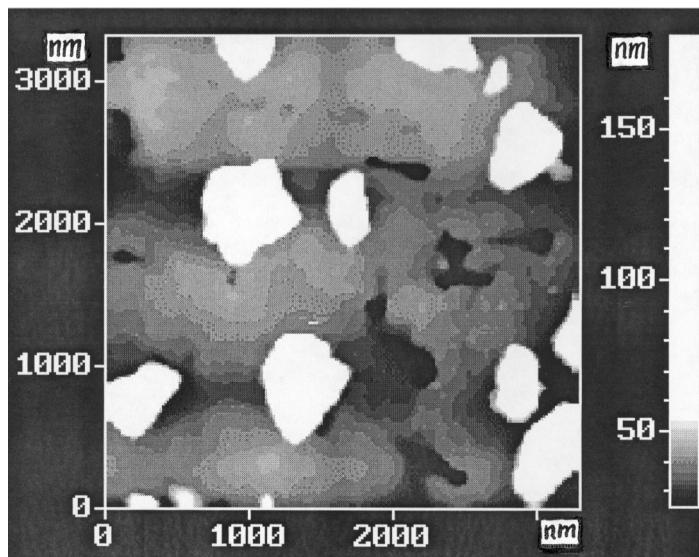
В настоящее время широкое применение в электронике находят различные элементы и приборы, изготовленные на основе тонких пленок высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП): в первую очередь такие, как пассивные элементы СВЧ-диапазона (антенны, фильтры, делители и др.) и приборы на основе контактов Джозефсона (сквид-магнетометры, эталоны напряжения и др.). Для воспроизводимой реализации высококачественных приборных структур тонкие пленки ВТСП наряду с высокими интегральными значениями критических параметров (таких, как температура нуля сопротивления и критический ток) должны обладать необходимой локальной однородностью свойств. Требуемая степень однородности обусловлена в основном размерами рабочих областей приборов  $\sim 1 \div 10 \mu\text{m}$  и толщинами барьеров в многослойных структурах  $\sim 10 \text{ nm}$ . На сегодняшний день различными методами в едином технологическом цикле (*in situ*) удается воспроизводить получать пленки с высокими значениями критических параметров (например, лучшие Y-Ba-Cu-O пленки имеют температуру нуля со-

противления  $\sim 92$  К и плотность критического тока  $\sim 10^6 - 10^7$  А/см<sup>2</sup> при 77 К). Однако несмотря на высокие электрические характеристики, такие пленки, как правило, представляют собой сложную гетерогенную систему, содержащую как стехиометрическую фазу сверхпроводника, так и различные фазы исходных компонентов [1–3]. Фазы исходных компонентов существуют в пленках в виде отдельных частиц (так называемые частицы вторичных фаз или преципитаты) размерами до 1  $\mu\text{m}$  и поверхностной плотностью до  $10^{10}$  см<sup>-2</sup> [3,4] и, следовательно, могут существенно влиять на свойства изготавливаемых приборов. Поэтому важной задачей является исследование влияния неоднородностей, связанных с частицами вторичных фаз в ВТСП пленках, на их электрофизические параметры. Для исследования неоднородностей ВТСП пленок наряду с традиционными методами (растровая и просвечивающая электронная микроскопия, рентгеновская дифрактометрия и др.) в последнее время все чаще применяются методы сканирующей зондовой микроскопии (в частности, туннельная микроскопия и атомно-силовая микроскопия [5–7]), позволяющие исследовать рельеф поверхности и распределение электрических свойств ВТСП пленок с высоким пространственным разрешением.

В настоящей работе приводятся результаты исследования неоднородностей Y–Ba–Cu–O пленок, связанных с наличием частиц вторичных фаз, методами сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии.

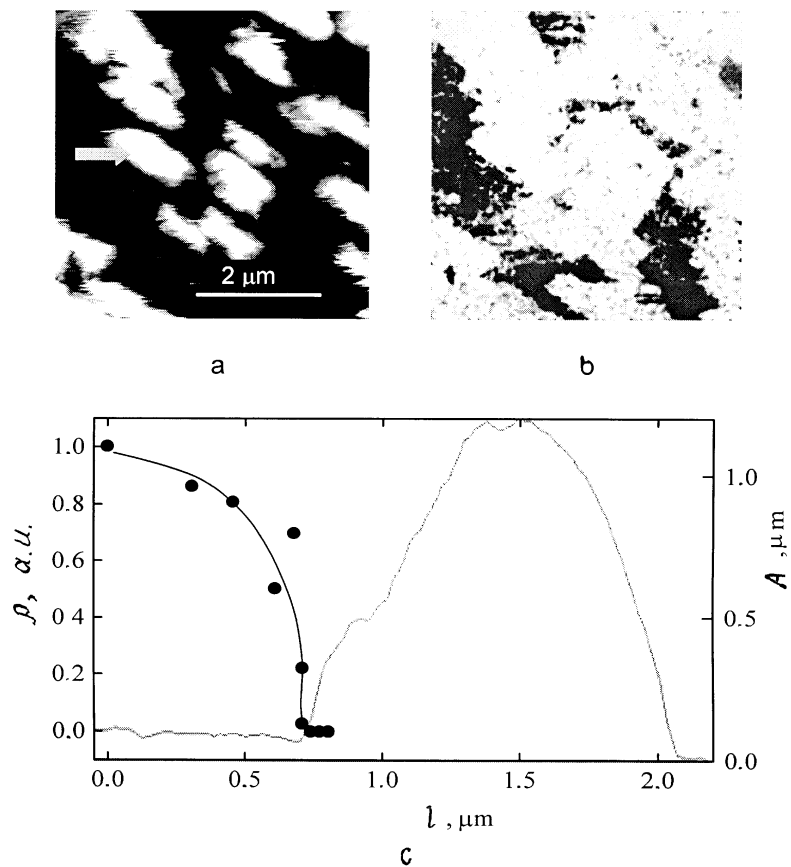
Y–Ba–Cu–O пленки напылялись *in situ* в инвертированной цилиндрической магнетронной распылительной системе [8]. Пленки толщиной  $\sim 50$  nm осаждались на подложках из NdGaO<sub>3</sub> в режиме, оптимизированном по электрическим свойствам [9]. Температура нуля сопротивления пленок составляла 90–91 К, плотность критического тока  $\sim 2 - 5 \cdot 10^6$  А/см<sup>2</sup> при 77 К. Исследуемые пленки содержали обогащенные медью частицы вторичной фазы (CuO) с размерами 0.1–0.5  $\mu\text{m}$  и поверхностной плотностью до  $10^8$  см<sup>-2</sup>, которые, по-видимому, формировались в процессе *in situ* роста вследствие отклонений состава конденсата от стехиометрии [10].

Рельеф поверхности пленок исследовался с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) фирмы NT-MDT (г. Зеленоград, Россия), туннельные исследования проводились на сканирующем туннельном микроскопе (СТМ) собственной конструкции [11]. Это позволило наряду с особенностями рельефа изучать электрофизические свойства пленок. Исследования рельефа пленок с помощью АСМ показали, что



**Рис. 1.** АСМ-изображение рельефа поверхности пленки Y-Ba-Cu-O. Контраст изображения выбран так, чтобы были лучше видны области пленки вокруг преципитатов.

вокруг преципитатов имеются области пленки с размерами  $\sim 0.5 \mu\text{m}$ , толщина которых на 3–5 nm меньше, чем толщина основного слоя Y-Ba-Cu-O (рис. 1). Это согласуется с результатами работы [12], где подобные области наблюдались на ранних стадиях роста пленок. Более детальные исследования областей, прилегающих к преципитатам, были проведены с помощью СТМ. Изучение туннельных вольт-амперных характеристик (ВАХ), снятых в различных областях пленки, показало, что частицы вторичной фазы CuO имеют ВАХ, типичные для барьера Шотки металл-полупроводник с  $p$ -типом проводимости. При этом в обратной ветви ВАХ (напряжение на образце  $U < 0$ ), снятой в области частицы CuO, имеется участок с малым током, определяемым неосновными носителями, и участок с нарастанием тока (при  $U \leq -2 \div -3 \text{ В}$  в зависимости от места), типичный для лавинного пробоя в полупроводниках. Вокруг частиц CuO расположены области, имею-



**Рис. 2.** *a* — СТМ-изображение рельефа поверхности Y-Ba-Cu-O пленки, полученное в режиме  $j_t = \text{const}$  при потенциале образца  $U = 1.5 \text{ V}$  и токе удержания  $j_t = 200 \text{ pA}$ . Стрелкой показано сечение, вдоль которого снималось распределение проводимости. *b* — распределение величины тока (при  $U = -1.5 \text{ V}$ ) между иглой и образцом Y-Ba-Cu-O в области, соответствующей рис. 2, *a*. Темные области на изображении соответствуют большему току. *c* — рельеф поверхности вдоль стрелки, изображенной на рис. 2, *a*, и соответствующее ему распределение относительной дифференциальной проводимости при  $U = 0$  ( $l$  — координата,  $A$  — профиль).

шие ВАХ, типичные для туннельного контакта металл–металл (игла СТМ изготавливалась из бериллиевой бронзы). Рельеф поверхности снимался при напряжении на туннельном промежутке  $U \sim +1.5$  В, что соответствовало прямой ветви ВАХ частицы CuO. При этом в каждой точке кадра петля обратной связи разрывалась, снималась ВАХ и записывалось значение тока при напряжениях на туннельном промежутке, соответствующем обратной ветви полупроводниковой характеристики. Таким образом, одновременно с рельефом формировалось изображение распределения тока между иглой и образцом. На таком изображении полупроводниковые области сильно отличаются по контрасту от областей с металлической проводимостью. Типичное изображение рельефа и соответствующее токовое распределение приведены на рис. 2. На изображении распределения тока (рис. 2, *b*) преципитаты гораздо менее локализованы, чем на изображении рельефа (рис. 2, *a*), вследствие перекрытия областей с полупроводниковыми свойствами. Более детальную информацию о свойствах пленки вблизи преципитата дает профиль дифференциальной проводимости приведенный на рис. 2, *c*. Видно, что вблизи преципитатов существуют области пленки с размерами около  $0.5 \mu\text{m}$  с низкой туннельной проводимостью. Уменьшение проводимости этих областей может объясняться изменением их электрофизических свойств вследствие диффузионного обеднения атомами Cu в процессе *in situ* роста [4]. В работе [4] на основе анализа изменений длины диффузии адатомов Cu в зависимости от температуры конденсации было сделано предположение о возможном присутствии вокруг преципитатов областей с дефицитом атомов Cu. Было показано, что если размеры таких областей становятся сравнимыми с расстояниями между преципитатами, то они могут существенно влиять на интегральные свойства конденсата, определяющие параметры СВЧ-приборов. Результаты исследований, приведенные в настоящей работе, являются прямым экспериментальным подтверждением этих предположений. Кроме того, полученные результаты показывают, что неоднородности в виде преципитатов с прилегающими нестехиометричными областями пленки могут существенно влиять и на параметры приборов на основе контактов Джозефсона, поскольку типичные размеры неоднородностей сравнимы с размерами рабочих областей приборов.

Таким образом, Y–Ba–Cu–O пленки даже с высокими интегральными критическими параметрами, как правило, представляет собой сложную гетерогенную систему, содержащую частицы вторичных фаз и области

пленки, отливающиеся по толщине и электрическим свойствам. Размеры неоднородностей оказываются сравнимыми с расстояниями между преципитатами и с характерными размерами рабочих областей приборов. Поэтому такие неоднородности могут оказывать существенное влияние на параметры как СВЧ-приборов, так и приборов на основе контактов Джозефсона.

Работа выполнена в рамках программ ГКНТ "Актуальные направления в физике конденсированных сред" (направление "Сверхпроводимость", проект 98064) и "Фундаментальная метрология" (проект 3.45), а также при поддержке РФФИ (грант 96-02-16990а).

## Список литературы

- [1] *Verbist K., Vasiliev A.L., Van Tendeloo G.* // Appl. Phys. Lett. 1995. V. 66 (11). P. 1424–1426.
- [2] *Rauch W., Behner H., Gieres G. et al.* // Physica C. 1992. V. 198. P. 389–395.
- [3] *Zhenge Han, Selinder T.I., Helmersson U.* // J. Appl. Phys. 1994. V. 75 (4). P. 2020–2025.
- [4] *Drozdov Yu.N., Gaponov S.V., Gusev S.A. et al.* // Supercond. Sci. Technol. 1996. V. 9. A166–A169.
- [5] *Koguchi Kazumasa, Matsumoto Takuya, Kawai Tomoji* // Science. 1995. V. 267. N 5194. P. 71–73.
- [6] *Dam B., Koeman N.J., Rector J.H. et al.* // Physica C. 1996. 261. N 1–2. P. 1–11.
- [7] *Wu K.H., Wang R.S., Chen S.P. et al.* // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 69. N 3. P. 421–423.
- [8] *Воробьева А.К., Клюенков Е.В., Таланов В.В. и др.* // Письма в ЖТФ. 1993. Т. 19. В. 17. С. 785–798.
- [9] *Drozdov Yu.N., Gaponov S.V., Gusev S.A. et al.* // IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1997. V. 7. N 2. P. 1642–1645.
- [10] *Drozdov Y.N., Gaponov S.V., Gusev S.A. et al.* // ISEC'97. Extended Abstract Book. 1997. V. 2. P. 49–51.
- [11] *Волгунов Д.Г., Гапонов С.В., Дряхлушин В.Ф. и др.* // Приборы и техника эксперимента. 1998. № 2. С. 132–137.
- [12] *Alarco J.A., Brorsson J., Olin H. et al.* // J. Appl. Phys. 1994. V. 75 (6). P. 3202–3204.