

Рост и доменная структура пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ на подложках галлата неодима с отклонением нормали поверхности от $[110]$ NdGaO_3

© И.К. Бдикин*, П.Б. Можаяев, Г.А. Овсянников, Ф.В. Комиссинский, И.М. Котелянский, Е.И. Ракша

Институт радиотехники и электроники Российской академии наук,
103907 Москва, Россия

*Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

(Поступила в Редакцию 28 декабря 2000 г.
В окончательной редакции 25 февраля 2001 г.)

Проведены исследования процессов роста, кристаллической структуры и электрофизических свойств эпитаксиальных пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (YBCO), выращенных на подложках NdGaO_3 (NGO) с отклонением нормали поверхности подложки от оси $[110]$ на угол от 5 до 26.6° вокруг $[001]$, с эпитаксиальным подслоем CeO_2 и без него. Показано, что ориентация эпитаксиальных пленок YBCO, выращенных на этих подложках, определяется существованием симметрично-эквивалентных направлений в подложке и в слое CeO_2 , а также скоростью осаждения пленки. При высокой скорости осаждения пленки YBCO на подслое CeO_2 растут в ориентации $[001]$ независимо от ориентации подложки и подслоя. Установлено, что при росте угла отклонения плоскости подложки от (110) NGO двойникование одного или обоих двойниковых комплексов в YBCO может подавляться.

Работа выполнялась при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований; ИНТАС (грант N 11459); федеральной программы РФ "Актуальные проблемы физики конденсированного состояния" (подпрограмма "Сверхпроводимость"); МНТЦ (проект № 1199) и программы "Наука во имя мира" (грант № 973559).

Высокотемпературные металлооксидные сверхпроводники (ВТСП), представителем которых является $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ (YBCO), обладают выраженной анизотропией свойств, связанной с их кристаллической структурой [1]. Преимущественный электронный транспорт в базовой плоскости (001) YBCO определяет наиболее частое использование пленок ориентации (001) (c -ориентированных пленок) [2,3]. Получение c -ориентированных пленок с высоким совершенством кристаллической структуры требует использования подложек с расстояниями трансляции на поверхности, близкими к постоянным решетки a, b YBCO. Среди таких подложек наибольшее распространение получили подложки (001) SrTiO_3 , (001) LaAlO_3 , (110) NdGaO_3 , имеющие перовскитную кристаллическую решетку, близкую по структуре к решетке YBCO.

В последние годы большой интерес вызывают пленки YBCO, у которых направление $[001]$ составляет с нормалью поверхности подложки некоторый угол (пленки с наклонными осями). Исследование роста таких пленок важно для приготовления высококачественных пленок ВТСП на поверхностях сложной формы [4], в том числе получаемых в результате обработки тонких пленок [2,5], и для изучения механизмов протекания тока через межзеренные границы [5–7]. Кроме того, часто необходимо реализовать электронный транспорт в пленках ВТСП в направлении, перпендикулярном подложке, что сложно обеспечить в c -ориентированных пленках YBCO [2]. В связи с этим интенсивно исследовались пленки (100) YBCO (a -ориентированные), которые также могут выращиваться на перечисленных выше подложках из-за бли-

зости величин b и $c/3$ пленки YBCO [3]. Однако значительная анизотропия электронного транспорта и коэффициента термического расширения в плоскости подложки затрудняла использование таких пленок. Свободные от недостатков a -ориентированных пленок YBCO пленки с наклонными осями позволяют реализовывать электронный транспорт перпендикулярно плоскости подложки.

Значительное внимание уделялось пленкам YBCO, выращенным на подложках (110) SrTiO_3 [6,8–11]. Эти пленки содержат кристаллиты ориентаций (103) и (013) с углом наклона оси $[001]$ YBCO к нормали подложки, равным 45° , и имеют близкие свойства электронного транспорта в плоскости подложки и перпендикулярно ей. С использованием этих пленок были успешно реализованы многослойные джозефсоновские переходы [10,11], однако наличие нескольких разноориентированных доменных систем в этих пленках затрудняет их практическое применение.

Другим часто использовавшимся вариантом были подложки с незначительным (1 – 5°) отклонением поверхности от малоиндексных плоскостей — вицинальные подложки [4,12]. Появление периодических неоднородностей (ступеней) на поверхности таких подложек обеспечивает выгодные условия зарождения и роста пленок YBCO. Пленки, выращенные на вицинальных подложках, как правило, имели более высокое совершенство кристаллической структуры, демонстрировали высокие сверхпроводниковые параметры. Промежуточный диапазон углов от вицинальных до 45° подложек изучался в работах [7,13,14], в которых указывается на возникновение перпендикулярно разориентированных доменов пленки в

некотором интервале углов. Оси пленки YBCO для всех исследованных углов были параллельны осям подложки, что связано с близостью структуры кристаллических решеток пленки и подложки.

Рост пленок YBCO на перовскитных подложках (MgO , Y -стабилизированный ZrO_3) с наклонными осями имеет ряд отличий. В работах [15,16] наблюдался рост YBCO с ориентацией оси [001] пленки параллельно нормали к подложке. Сочетание перовскитной подложки $SrTiO_3$ с буферным слоем MgO может использоваться для получения биэпитаксиальных структур, в которых соприкасающиеся области имеют различные углы наклона осей пленки [17].

В настоящей работе представлены результаты исследований кристаллической структуры и электрофизических свойств тонких пленок YBCO, осажденных на подложки $NdGaO_3$ (NGO) с углом отклонения нормали от оси [110] от 5 до 26°. Особое внимание уделялось доменной структуре получаемых пленок, для изучения которой использовались методы рентгеновской дифрактометрии. Влияние кристаллической структуры подложки на рост пленок YBCO исследовалось с помощью введения между пленкой и подложкой промежуточного эпитаксиального подслоя CeO_2 .

1. Методики

Пленки YBCO осаждались методами импульсного лазерного распыления и катодного распыления на постоянном токе при высоком давлении кислорода. Подробно методики осаждения пленок описаны в [18]. Типичные скорости осаждения составляли 10–20 Å/min при катодном распылении и более 300 Å/min при импульсном лазерном распылении. Типичная толщина пленок YBCO составляла 2000 Å. Параметры обоих процессов осаждения были оптимизированы для получения пленок с наиболее высокой температурой перехода в сверхпроводящее состояние.

Для исследования осаждения на подложки с наклонными осями (ПНО) были выбраны подложки $NdGaO_3$ (NGO) перовскитной структуры. Отклонение плоскости подложки от плоскости (110) обычно производилось поворотом вокруг оси [001] NGO. ПНО удобно характеризовать углом отклонения γ нормали к плоскости подложки от направления [110] NGO. Подложки проходили химико-механическую полировку, что обеспечивало необходимое для эпитаксиального роста пленок YBCO структурное совершенство приповерхностного слоя подложки.

Для роста YBCO использовались также ПНО NGO, покрытые тонким эпитаксиальным слоем CeO_2 . Этот материал при постоянной решетки $a = 5.41 \text{ \AA}$, близкой к трансляции решетки YBCO вдоль направления $\langle 110 \rangle$, обладает кристаллической структурой типа флюорита (в отличие от перовскитной структуры NGO и перовскитоподобной решетки YBCO). Эпитаксиальный

слой CeO_2 осаждался на поверхности подложек NGO методами ВЧ магнетронного распыления металлической мишени церия в смеси аргона и кислорода (реактивное ВЧ магнетронное распыление) и электронно-лучевым распылением керамического CeO_2 . Типичные скорости осаждения 70 Å/min при ВЧ-распылении и 5 Å/min при электронно-лучевом распылении, типичная толщина слоя CeO_2 составляла 300 Å.

Морфология пленок изучалась с помощью микроскопа атомных сил. Электрофизические свойства пленок YBCO исследовались как контактными, так и бесконтактными методами. Бесконтактными методами по магнитной восприимчивости пленок определялись температура перехода в сверхпроводящее состояние T_{CM} и плотность критического тока пленок j_c при различных температурах. Для проведения измерений контактными методами в пленках изготавливались мостики с помощью фотолитографии и ионно-лучевого или химического травления.

При выполнении рентгенодифракционных исследований наряду со снятием традиционных дифрактограмм сканирования $\theta-2\theta$ и θ , а также двумерных спектров в координатах $(\theta, 2\theta)$ нами использовался модифицированный метод снятия кривых качания в широком интервале сканирования [19]. В данном методе, как и в обычном методе снятия кривой качания, при фиксированном положении детектора, соответствующем брэгговскому отражению от выбранной плоскости в пленке, осуществляется сканирование образца в окрестности этого рефлекса. Интервал сканирования, однако, значительно превышает интервал существования данного пика. При этом на дифрактограмме присутствуют также пики дифракционного отражения от кристаллографических плоскостей подложки. Такие пики реализуются в непрерывной части спектра излучения трубки, поэтому для их обнаружения необходимо расширить частотный интервал регистрации гамма-квантов детектором. Дополнительные пики могут использоваться как реперные для выявления взаимной ориентации решеток пленки и подложки. Использование данного метода позволяет установить ориентационные соотношения, имея всего одну дифрактограмму. Аналогичное определение взаимных ориентаций можно осуществлять по двумерным спектрам, но их получение требует значительно большего времени. Условие применимости метода снятия кривой качания в широком интервале сканирования является совпадение одной из осей симметрии пленки и подложки; вокруг этой оси и производится вращение подложки. В нашем случае такой осью являлась ось [001] подложки NGO. Для установления наличия общей оси симметрии до начала исследования снималась лауэграмма гетероструктуры.

2. Результаты и обсуждение

Все выращенные пленки YBCO были сверхпроводящими с критической температурой T_{CM} более 87 K при ширине сверхпроводящего перехода ΔT_c менее 2 K

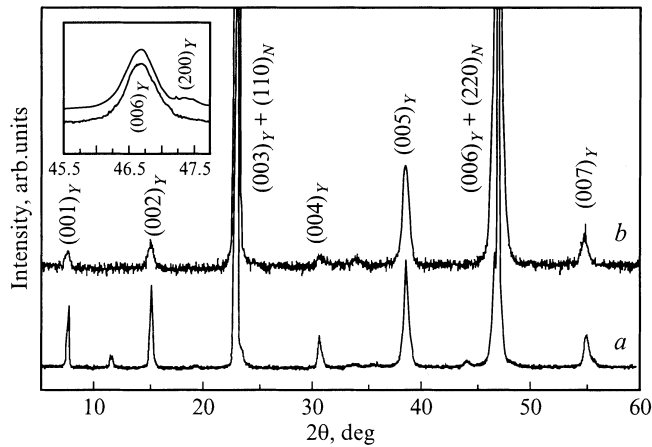


Рис. 1. Типичные дифрактограммы $\theta/2\theta$ -сканирования пленок YBCO на подложках NGO. Для всех подложек $(001)_Y \parallel (110)_N$. *a* — подложка (110) NGO, *b* — подложка (130) NGO. На вставке: в ряде пленок наблюдаются домены пленки YBCO ориентации (100).

и имели орторомбическую кристаллическую решетку с параметрами $a = 3.82\text{--}3.83 \text{ \AA}$, $b = 3.88\text{--}3.89 \text{ \AA}$ и $c = 11.67\text{--}11.68 \text{ \AA}$. При осаждении пленки YBCO на подложки (110) NdGaO₃ выполняются следующие эпитаксиальные соотношения: $(001)_Y \parallel (110)_N$, причем $[100]_Y \parallel [001]_N$ или $[010]_Y \parallel [001]_N$ (*c*-ориентированные пленки). Обычно наблюдаются также включения, для которых выполняется соотношение $(100)_Y \parallel (110)_N$ (*a*-ориентированные включения, рис. 1). Здесь и далее индекс *Y* означает, что данное направление или плоскость относится к пленке YBCO, индекс *N* относится к направлениям и плоскостям подложки NGO, а индекс *C* — к тонкому эпитаксиальному слою CeO₂.

2.1. Рост пленок YBCO на ПНО NdGaO₃. Независимо от угла γ в пленках YBCO, осажденных на ПНО NGO, эпитаксиальные соотношения $(001)_Y \parallel (110)_N$ сохраняются (рис. 1, *b*). Однако наличие двух симметрично-эквивалентных плоскостей подложки $(110)_N$ и $(\bar{1}\bar{1}0)_N$, обеспечивающих выполнение эпитаксиальных соотношений, приводит к образованию двух доменных систем в пленке YBCO. По аналогии с ростом *c*-ориентированных пленок YBCO на подложках NGO ориентации (110) будем называть домены с осью $[001]_Y$, близкой к нормали к плоскости подложки, псевдо-*c*-ориентированными, а домены с осью $[001]_Y$, близкой к плоскости подложки, — псевдо-*a*-ориентированными.

Соотношение содержания псевдо-*c*- и псевдо-*a*-ориентированных доменов менялось с изменением угла отклонения γ . На рис. 2 приведены кривые качения в широком угловом интервале для плоскостей $(3\ 0\ 10)$ YBCO при различных γ . Как для псевдо-*a*-, так и для псевдо-*c*-ориентированных доменов этот пик располагается поблизости от рефлекса $(010)_N$, что позволяет по соотношению интегральной интенсивности пиков оценивать соотношение объемов доменов соответствующей ориентации в пленках. При малых (менее 10°) значениях γ формирование псевдо-*a*-ориентированных доменов подавляется; увеличение γ приводит к быстрому росту доли псевдо-*a*-ориентированных доменов. Аналогичное поведение наблюдалось в [13], что, вероятно, связано с характером зарождения и роста пленки YBCO на подложке, поверхность которой отклонена от малоиндексных плоскостей. Такая поверхность представляет собой набор "ступеней", террасы и торцы которых параллельны малоиндексным плоскостям [4]. Энергетически выгодным местом зарождения пленки YBCO является стык террасы и торца. Направлением

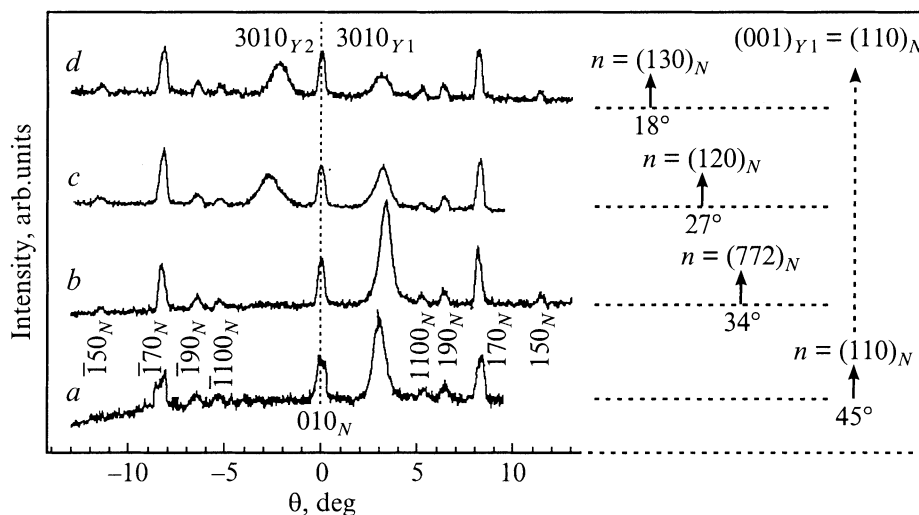


Рис. 2. Кривые качения в широком интервале сканирования пиков $(3\ 0\ 10)$ YBCO при разных углах отклонения нормали подложки от направления $[110]_N$. Y_1 и Y_2 — псевдо-*c*- и псевдо-*a*-ориентированные домены соответственно. Углы отсчитаны от $(010)_N$ NGO.

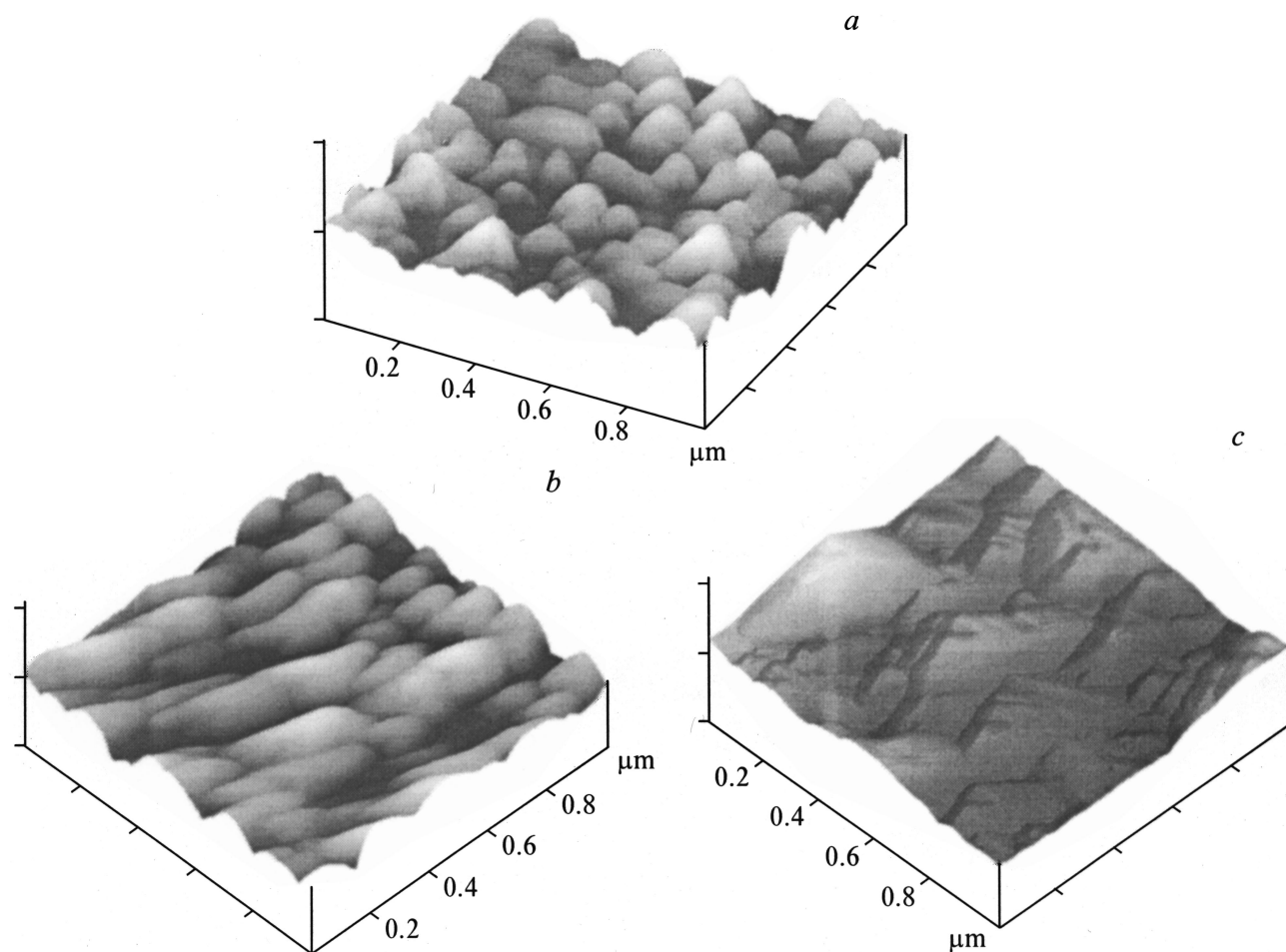


Рис. 3. Профилограммы поверхности типичных пленок YBCO, осажденных на подложки NGO, полученные с помощью микроскопа атомных сил. *a* — подложка (110) NGO, *b* — подложка (120) NGO, *c* — подложка (120) NGO, покрытая тонким эпитаксиальным слоем CeO_2 . По горизонтали для всех рисунков одно деление составляет $0.2 \mu\text{m}$, по вертикали одно деление: *a, b* — 760 \AA , *c* — $0.5 \mu\text{m}$.

наиболее быстрого роста является наиболее плотно-упакованное направление, поэтому зародыши, в которых ось $[001]_Y$ расположена параллельно торцу ступени (псевдо-*c*-ориентация), растут в основном вдоль террас, а фрагменты с расположением оси $[001]_Y$ вдоль террасы (псевдо-*a*-ориентация) растут в основном вдоль торцов ступеней. При малых углах отклонения длина торца ступени мала (1–2 постоянные решетки подложки), и, следовательно, рост псевдо-*a*-ориентированных доменов подавлен. Рост угла γ приводит к сопоставимой длине торца и террасы ступени, поэтому рост псевдо-*a*-ориентированных доменов пленки начинает конкурировать с ростом псевдо-*c*-ориентированных. Экспериментально определенные доли псевдо-*a*-ориентированных доменов при различных значениях угла γ приведены в табл. 1.

Наблюдения поверхности пленок YBCO с помощью микроскопа атомных сил показывают, что поверхность пленок состоит из крупных ступеней, значительно превосходящих ступени на поверхности подложки как по ширине террасы, так и по высоте торца (рис. 3). Если

пленка, осажденная на подложку NGO (110), не имеет выраженных направлений на поверхности (рис. 3, *a*), то пленки, осажденные на ПНО, демонстрируют наличие на поверхности пленки вытянутых ступеней — “хребтов” (рис. 3, *b*). Высота ступеней составляет $200\text{--}500 \text{ \AA}$ и увеличивается с ростом угла отклонения γ . Аналогичная картина наблюдалась в $[20,21]$ при росте на ПНО SrTiO_3 .

Таблица 1. Доли доменов разной ориентации в пленках YBCO на ПНО NGO

Подложка	Угол отклонения γ , deg	$I(3\ 0\ 10)_a/I(3\ 0\ 10)_c$	Доля псевдо- <i>a</i> -ориентированных доменов, %
(110)	0	0–0.1	0–10
(772)	11	0	0
(120)	18	0.8	45
(130)	26	1.6	60

Примечание. В третьем столбце приведено отношение величин $I(3\ 0\ 10)$ для псевдо-*a*- и псевдо-*c*-ориентированных пленок.

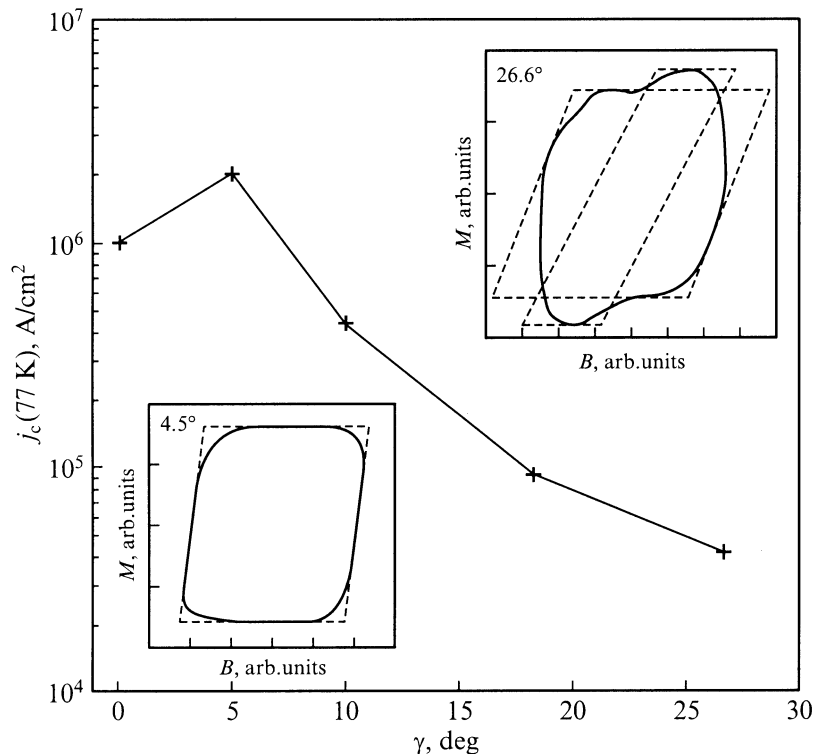


Рис. 4. Зависимость плотности критического тока j_c (77 К), определенной бесконтактным способом, от угла γ отклонения нормали подложки от направления [110] NGO. На нижней вставке — кривая намагниченности для угла отклонения 4.5° , на верхней — для угла отклонения 26.6° .

Для определения плотности критического тока пленок j_c была использована методика измерения зависимостей намагниченности пленок M от приложенного магнитного поля B . Такая зависимость имеет форму параллелограмма для однородной пленки; вариация свойств от домена к домену приводит к "сглаживанию" углов параллелограмма в результате усреднения зависимостей отдельных фрагментов пленки. Зависимости $M(B)$ пленок, осажженных на ПНО NGO с $\gamma < 20^\circ$, демонстрировали близость к идеальной (нижняя вставка на рис. 4). При малых углах отклонения $\gamma < 5^\circ$ рост структурного совершенства пленок приводит к возрастанию плотности критического тока (рис. 4); кроме того, критическая температура таких пленок возрастает на 1–1.5 К. Падение плотности критического тока при дальнейшем увеличении угла отклонения γ связано с протеканием тока перпендикулярно базовым плоскостям YBCO. Отклонение плоскости подложки на $\gamma = 26.6^\circ$ (плоскость подложки (130)) помимо дальнейшего падения плотности критического тока приводит к резкому изменению вида кривой $M(B)$ (верхняя вставка на рис. 4). "Двухконтурная" зависимость $M(B)$ может быть связана с появлением значительного количества псевдо- a -ориентированных доменов.

Двойникование пленок YBCO на ПНО NGO, как и на подложках (110) NGO [22], реализуется по схеме $\{110\}/\langle 110 \rangle$. В результате двойникования в пленке воз-

никают области, различающиеся по ориентации кристаллографических осей a и b , выражающейся во взаимной перестановке осей и одновременном повороте на угол двойникования, что приводит к расщеплению рефлексов в рентгенодифракционных экспериментах. В частности, рефлекс типа $(h0l)$ имеют расщепление по 2θ , т.е. по параметру кристаллической решетки, из-за взаимной перестановки осей a и b и по θ вследствие разориентации. Поскольку двойникование в YBCO может происходить по двум аналогичным плоскостям (110) и $(1\bar{1}0)$, этот тип рефлексов имеет четыре компоненты (рис. 5, *a*). В координатах $2\theta-\theta$ разориентации доменов будет выражаться в расщеплении рефлексов относительно линии $2\theta-\theta$ (штриховая линия), а лежащие на линии $2\theta-\theta$ расщепленные рефлекссы не являются разориентированными. наличие всех четырех компонент в пленках, осажженных на ПНО NGO с малым γ , наблюдалось на рефлексах $(3\ 0\ 10)_y$ (рис. 5, *a*). Однако при больших углах отклонения ($\gamma > 15^\circ$) двойникование может подавляться, на что указывает отсутствие расщепления относительно линии $2\theta-\theta$ (рис. 5, *c*). Следует отметить, что объем доменов пленки YBCO с различной ориентацией $[100]_y$ примерно одинаков независимо от наличия или отсутствия двойникования в пленках. Чтобы выяснить влияние отклонения плоскости подложки на двойникование, было проведено осаждение пленок YBCO на подложку, отклоненную от плоскости $(110)_N$

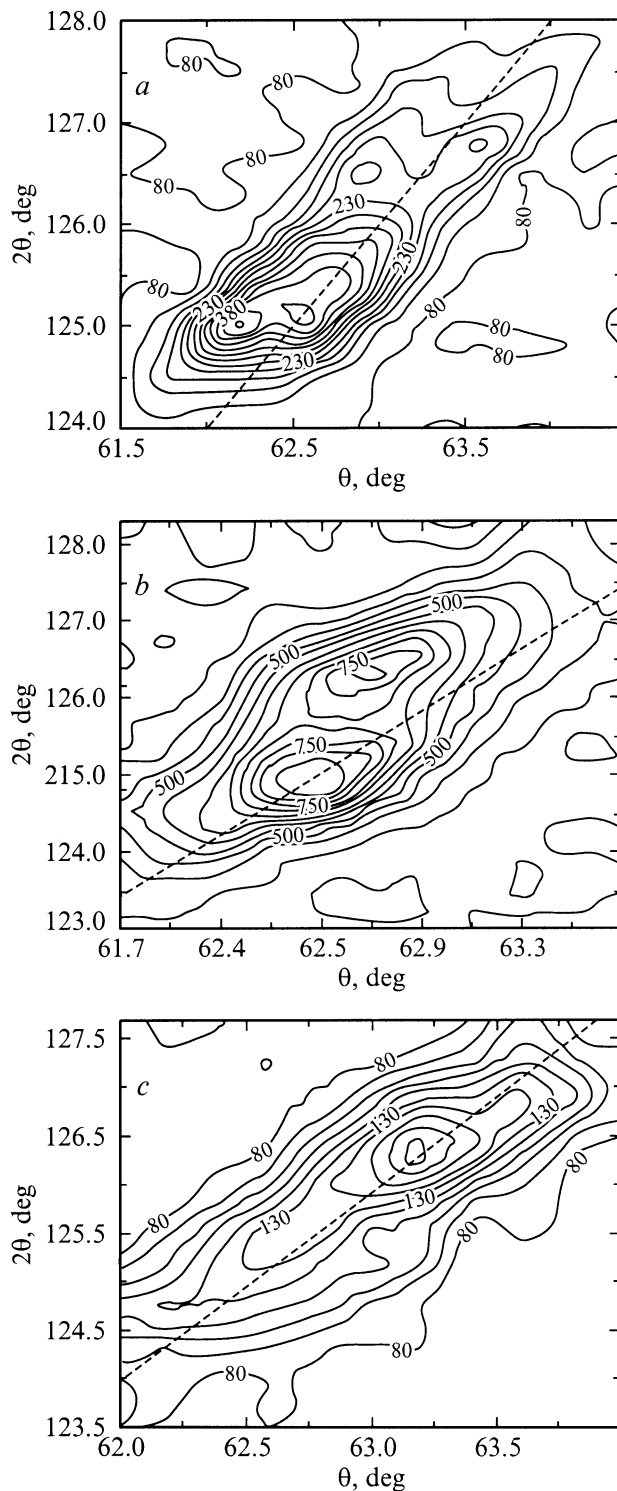


Рис. 5. Двумерные рентгенодифракционные спектры в координатах $(\theta, 2\theta)$ в окрестностях пиков (103) , (013) , демонстрирующие особенности двойникования в пленках YBCO на подложках NGO с наклонными осями. Ориентация пленок: *a* — $\gamma = 5^\circ$, поворот вокруг $[001]_N$, *b* — $\gamma = 11^\circ$, поворот вокруг $[111]_N$, *c* — $\gamma = 26.6^\circ$, поворот вокруг $[001]_N$. Штриховая линия — прямая $\theta - 2\theta$.

на 11° , но не вокруг $[001]_N$, а вокруг $[-111]_N$ или $[1 - 11]_N$. Поверхность полученной подложки близка к кристаллографической плоскости $(772)_N$. При таком отклонении поверхности подложки от плоскости $(110)_N$ одно из направлений двойникования сохраняет ориентацию относительно плоскости подложки, а другое меняет. Полученные на подложках (772) NGO пленки YBCO демонстрировали наличие единственного двойникового комплекса, что подтверждается расщеплением рефлексов относительно линии $2\theta - \theta$, но не вдоль этой линии (рис. 5, *b*). Двойниковая структура в пленках YBCO формируется при фазовом переходе из тетрагональной в орторомбическую фазу и компенсирует возникающие вследствие несоответствия решеток пленки и подложки напряжения. Известно, однако, что при малом размере зерна напряжения в пленке "сбрасываются" на границах зерен, и двойникования не происходит. При изменениях кристаллографической ориентации пленки релаксация напряжений может происходить на ее поверхности, поэтому даже небольшие (около 10°) отклонения ориентации тонкой пленки могут существенно менять количество двойниковых компонент, что и наблюдалось в пленках YBCO, осажденных на ПНО.

2.2. Рост тонких эпитаксиальных слоев CeO_2 на ПНО NGO. При осаждении тонких эпитаксиальных слоев CeO_2 на ПНО NGO обнаружено значительное влияние на эпитаксиальные соотношения как угла отклонения γ , так и скорости осаждения. Во всем диапазоне углов и скоростей обнаружены два типа эпитаксии, которые могут сосуществовать (рис. 6, табл. 2). Тип I эпитаксии соответствует обычно наблюдаемому росту пленок CeO_2 на перовскитных подложках [23,24], в частности на подложке (110) NGO: $(001)_C \parallel (110)_N$, причем $[1\bar{1}0]_C \parallel [001]_N$ (рис. 6, тип Ia). При осаждении слоя CeO_2 методом электронно-лучевого распыления тип эпитаксии Ia наблюдался во всем исследованном диапазоне углов отражения, кроме подложки (010) NGO.

При использовании метода магнетронного реактивного ВЧ-распыления такой тип эпитаксии наблюдался только на подложках (110) NGO. Для подложек (130) NGO отмечался тот же тип эпитаксии, но со взаимной перестановкой направлений $[110]_C$ и $[001]_C$ (рис. 6, тип Ib), что связано с наличием симметрично-эквивалентных направлений подложки $[110]_N$ и $[1\bar{1}0]_N$. При увеличении угла отклонения наблюдается другой тип эпитаксии, при котором направление $[111]_C$ близко к направлению $[010]_N$, при этом по-прежнему $[1\bar{1}0]_C \parallel [001]_N$ (рис. 6, тип IIa, b). На подложке (010) NGO эпитаксиальный тонкий слой CeO_2 имеет ориентацию (111) ; для промежуточных между $(110)_N$ и $(010)_N$ ориентаций подложки направление $[111]_C$ отклоняется от $[010]_N$ в пределах 3° (табл. 2). Тип эпитаксии II, как и тип I, может реализовываться в двух вариантах со взаимной перестановкой направлений $[110]_C$ и $[001]_C$; на одной из подложек (130) NGO присутствовали домены с обоими вариантами эпитаксии IIa, IIb. При использовании электронно-лучевого

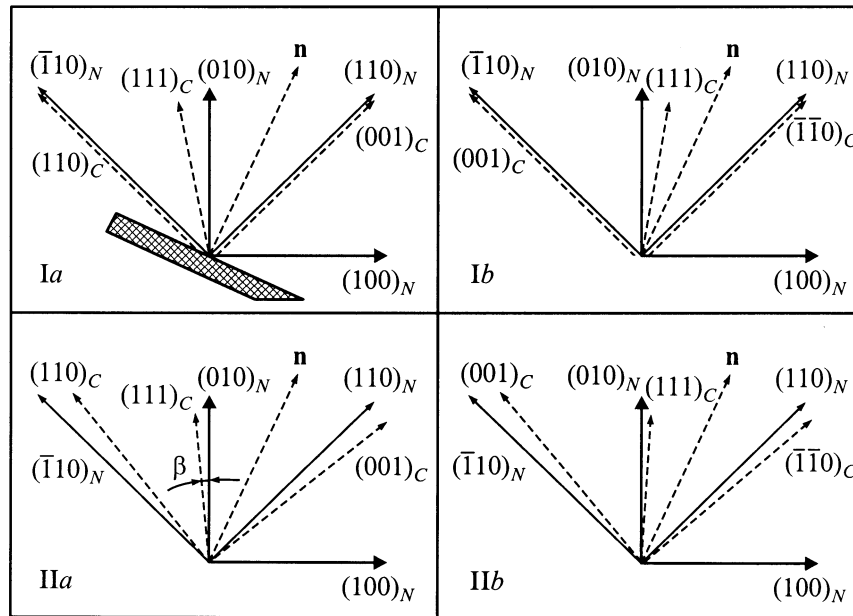


Рис. 6. Схема эпитаксиального роста CeO_2 на ПНО NGO. Вектор нормали к поверхности подложки \mathbf{n} расположен между $(010)_N$ и $(110)_N$.

распыления тип II эпитаксии наблюдался только на подложках $(010)_N$ NGO.

Таким образом, независимо от метода осаждения поворот плоскости подложки от $(110)_N$ к $(010)_N$ приводит к смене типа эпитаксии с I на II, однако при использовании электронно-лучевого распыления такая смена происходит при $\gamma > 26^\circ$, а при ВЧ-распылении — уже при $\gamma \geq 18^\circ$. Причиной такого расхождения могут быть различия в скоростях осаждения. При малых скоростях осаждения (электронно-лучевое распыление)

осаждаемый материал полностью окисляется, что обеспечивает эпитаксиальный рост с сохранением структуры кислородной подрешетки подложки в растущей пленке. При этом реализуется тип I эпитаксии. Увеличение скорости осаждения приводит к неполному окислению осаждаемого материала. Различия в структуре перовскита (подложка) и флюорита (пленка) при этом могут приводить к изменению эпитаксиальных соотношений (см., например, [25,26]). Влияние содержания кислорода на ориентацию осаждаемого слоя CeO_2 наблюдалось, например, при осаждении CeO_2 на подложку сапфира [26–28], когда при уменьшении содержания кислорода в растущей пленке эпитаксия по кислородной подрешетке сменялась эпитаксией с поворотом плоскостей $(111)_C$ параллельно плоскости подложки.

Таблица 2. Тип эпитаксии CeO_2 на ПНО NGO при различных методах осаждения. Приведены углы отклонения β направления $[111]_C$ слоя CeO_2 от оси $[010]_N$ подложки NGO. Обозначения типов эпитаксии указаны на рис. 6.

Ориентация подложки	Метод осаждения	Тип эпитаксии	β , deg
(110)	ВЧ-распыление	Ia	10
	Электронно-лучевое распыление	Ia	10
(120)	ВЧ-распыление	IIa	3
	Электронно-лучевое распыление	Ia	10
(130)	ВЧ-распыление	Ib	-8
	Электронно-лучевое распыление	IIb (+IIa)	-3 (и 3)
(010)	ВЧ-распыление	Ia	10
	Электронно-лучевое распыление	II	0

2.3. Рост гетероструктур YBCO/ CeO_2 на ПНО NGO. Ориентация пленок YBCO, осажденных на тонкий эпитаксиальный слой CeO_2 на ПНО NGO, существенно зависит от метода напыления. При импульсном лазерном распылении формируются с-ориентированные пленки YBCO независимо от ориентации слоя CeO_2 . На рис. 7 (кривая a) видны пики брэгговского отражения от плоскостей $(001)_Y$ при $\theta/2\theta$ -сканировании вдоль нормали подложки. Оси $[100]_Y$, $[010]_Y$ при этом ориентированы вдоль направления $[001]_N$ ($[1\bar{1}0]_C$), что было подтверждено методом рентгеновского дифракционного φ -сканирования. При наблюдении такой пленки. С помощью микроскопа атомных сил ее морфология слабо отличалась от морфологии пленки, осажденной на подложку $(110)_N$ NGO (рис. 3, a). Других ориентаций доменов YBCO не обнаружено. Например, на рис. 7 (кривая b) показана дифрактограмма $\theta/2\theta$ -сканирования вдоль на-

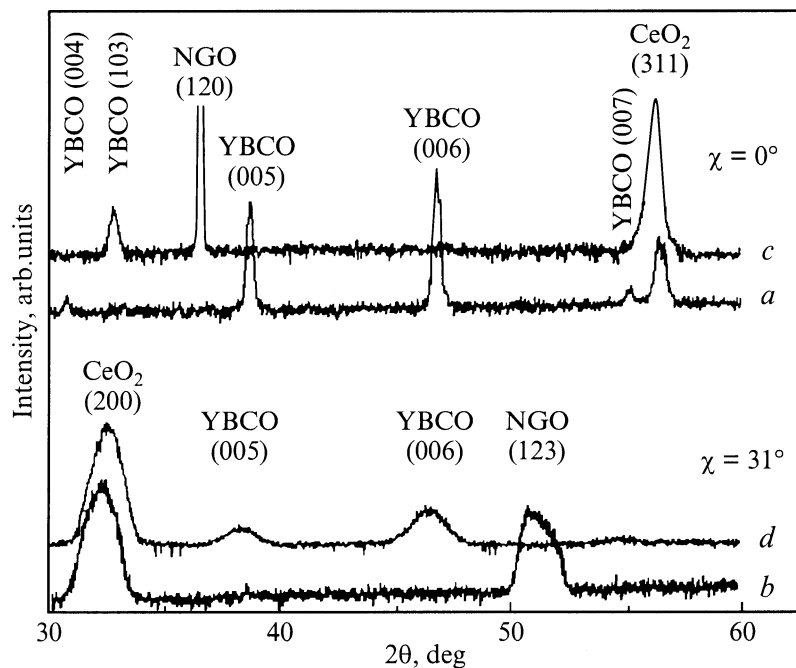


Рис. 7. Рентгеновские дифрактограммы $\theta/2\theta$ -сканирования гетероструктур YBCO/CeO₂ на подложках (120) NGO. Пленки YBCO осажжены методами лазерного распыления (*a, b*) и распыления на постоянном токе (*c, d*). *a, c* — сканирование вдоль нормали подложки, *b, d* — сканирование вдоль оси $[001]_c$, наклоненной на 31° от нормали подложки.

правления $[001]_c$ тонкого эпитаксиального слоя CeO₂, наклоненного на 31° относительно нормали подложки. Вдоль этого направления можно было бы ожидать появления пиков брэгговского отражения от плоскостей $(00l)_Y$, если бы для пленки выполнялись обычные эпитаксиальные соотношения $(001)_Y \parallel (001)_c$, наблюдаемые для роста двуслойных гетероструктур YBCO/CeO₂ на подложках стандартной ориентации.

Пленки YBCO, осажженные методом катодного распыления, были ориентированы $[001]_Y \parallel \langle 001 \rangle_c$ также независимо от ориентации слоя CeO₂ относительно подложки. На рис. 7 (кривая *c*) при $\theta/2\theta$ -сканировании вдоль нормали подложки не наблюдается семейства пиков $(00l)$ YBCO, которые видно при $\theta/2\theta$ -сканировании вдоль направления $[001]_c$ (кривая *d* на рис. 7). Из-за кубической симметрии CeO₂ пленка YBCO может расти в трех доменных ориентациях; преимущественный рост наблюдался у доменов с наименьшим углом между $[001]_Y$ и нормалью подложки. Этот эффект аналогичен преимущественному росту *c*-ориентированных пленок по сравнению с *a*-ориентированными на подложках (110) NGO при высокой температуре осаждения пленок YBCO. В результате подавления ориентаций с осью $[001]_Y$, близкорасположенной к плоскости подложки, на тонких эпитаксиальных слоях CeO₂ реализовывалось разное количество доменных систем YBCO, в зависимости от типа эпитаксии CeO₂ и угла отклонения γ . Один домен наблюдался для типа эпитаксии Ia, два — для типов Ib, Ib на подложках (130) NGO, три — для типа IIa на подложке (120) NGO. Морфология таких пленок, изу-

ченная с помощью микроскопа атомных сил (рис. 3, *c*), демонстрирует характерную пирамидальную структуру, аналогичную наблюдавшейся в [6] с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Причиной образования такой морфологии является преимущественный рост YBCO вдоль направлений $[100]_Y$ и $[010]_Y$, которые совпадают с отклоненными от нормали $\langle 110 \rangle_c$.

Два типа эпитаксии, наблюдаемые в зависимости от скорости напыления при осаждении пленок YBCO на тонкий эпитаксиальный слой CeO₂ с отклонением $\langle 110 \rangle_c$ от нормали, аналогичны двум типам эпитаксии, наблюдаемым при осаждении эпитаксиального слоя CeO₂ на ПНО NGO. В обоих случаях при низких скоростях осаждения структура кислородной подрешетки определяет структуру растущей пленки, обеспечивая следование оси $[001]_Y$ за направлениями $\langle 001 \rangle_c$ и $[001]_c$ за $\langle 110 \rangle_c$. Увеличение скорости осаждения приводит к неполному окислению осаждаемого материала, поэтому структура кислородной подрешетки не сохраняется и эпитаксиальный рост определяется кинетикой осаждения. При этом на первый план выходит условие минимизации поверхностной энергии, а следовательно, пленка растет с поворотом плоскостей наименьшей энергии параллельно плоскости подложки. Такими плоскостями в YBCO являются плоскости $(001)_Y$, что и приводит к формированию *c*-ориентированных пленок. Аналогичные явления наблюдались ранее при осаждении пленок YBCO на наклонные срезы подложек и буферных слоев при заметном отличии кристаллической решетки пленки и подложки [2,5,15–17], однако авторы связывали такое

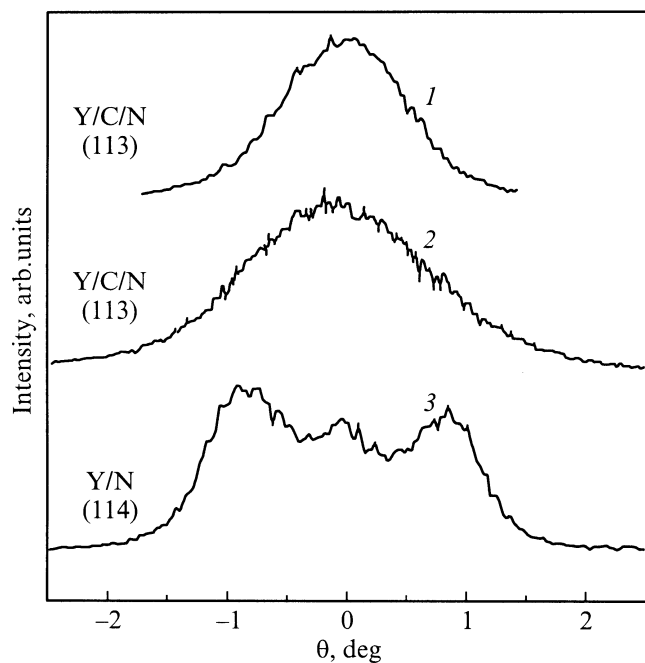


Рис. 8. Кривые качания пиков дифракционного отражения пленок YBCO в гетероструктурах YBCO/CeO₂ на ПНО NGO. 1 — пленка YBCO ориентированная вдоль $\langle 100 \rangle_c$, 2 — *c*-ориентированная пленка YBCO. 3 — двойникованная пленка YBCO на подложке (772) NGO (приведена для сравнения).

поведение пленок с заметным рассогласованием решеток пленки и подложки (более 5% для Y-стабилизированного ZrO₂ и более 8% для MgO). Используемый нами CeO₂ имеет очень хорошее согласование решетки с растущей пленкой (рассогласование постоянной решетки CeO₂ и трансляции $[110]_Y$ менее 1%), что указывает на различие в типе кристаллической структуры пленки и подложки как на причину *c*-ориентированного роста YBCO на подслое CeO₂ с наклонными осями.

Независимо от взаимной ориентации пленки YBCO, слоя CeO₂ и плоскости подложки пленка YBCO имела значительную (более 60%) недвойникованную часть (рис. 8). Двойниковые комплексы были ориентированы обычным образом. Следовательно, картина двойникования аналогична наблюдавшейся нами ранее на подложках сапфира с буферным слоем CeO₂ [22].

Таким образом, в настоящей работе получены пленки YBCO и гетероструктуры YBCO/CeO₂ на подложках NGO с отклонением нормали подложки от $[110]$ (угол отклонения от 5 до 26.6°), исследован их рост, структура и электрофизические свойства. Показано, что наличие симметрично-эквивалентных направлений подложки $[110]_N$ и $[\bar{1}\bar{1}0]_N$ приводит к образованию при больших углах отклонения второй системы доменов YBCO, развернутых на 90° по отношению к исходной. Двойникование в пленках YBCO на ПНО NGO происходит по той же схеме, что и в обычных подложках, однако с ростом

угла отклонения наблюдается подавление двойникования. Нарушение симметрии расположения двойниковых комплексов при повороте плоскости подложки вокруг направления $[111]_N$ приводит к подавлению одного из двойниковых комплексов.

Ориентация тонкого эпитаксиального слоя CeO₂ на ПНО NGO относительно кристаллографических осей подложки изменяется при увеличении угла отклонения, причем использование для осаждения CeO₂ метода реактивного магнетронного ВЧ-распыления приводит к более раннему изменению типа эпитаксии, чем в случае электронно-лучевого распыления. Наличие тонкого эпитаксиального слоя CeO₂ принципиально меняет ориентацию растущей на ПНО NGO пленки YBCO. При высоких скоростях осаждения (лазерное распыление) пленка сверхпроводника растет в ориентации (001) (*c*-ориентированная пленка), ее доменная и двойниковая структура соответствует структуре пленки на буферном слое CeO₂ на подложке сапфира ($\bar{1}\bar{1}02$). При малых скоростях осаждения (катодное распыление) растет многодоменная пленка YBCO с направлениями $[001]_Y$ вдоль симметрично-эквивалентных направлений $\langle 100 \rangle_c$ слоя CeO₂. Двойникование в пленках YBCO на слое CeO₂ подавлено независимо от ориентации слоя CeO₂ и пленки YBCO.

Авторы выражают благодарность К.Ш. Якобсену за помощь в проведении бесконтактных измерений электрофизических свойств пленок, Ю.А. Бойкову, И.В. Борисенко, З.Г. Иванову, Т. Клаесону и Е.А. Степанцову за полезные обсуждения.

Список литературы

- [1] Л.П. Горьков, Н.Б. Копнин. УФН **156**, 1, 117 (1988).
- [2] F.C. Wellstood, J.J. Kingston, J. Clarke. J. Appl. Phys. **75**, 2, 683 (1994).
- [3] F. Vassenden, G. Linker, J. Geerk. Physica **C175**, 566 (1991).
- [4] M. Mukaida, S. Miyazawa, M. Sasaura. Jpn. J. Appl. Phys. **30**, 8, 1474 (1991).
- [5] J.A. Edwards, J.S. Satchell, N.G. Chew, R.G. Humphreys, M.N. Keene, O.D. Dosser. Appl. Phys. Lett. **60**, 19, 2433 (1992).
- [6] C.B. Eom, A.F. Marshall, Y. Suzuki, T.H. Geballe, B. Boyer, R.F.W. Pease, R.B. van Dover, J.M. Phillips. Phys. Rev. **B46**, 18, 11902 (1992).
- [7] K. Hermann, G. Kunkel, M. Siegel, J. Schubert, W. Zander, A.I. Braginski, C.L. Jia, B. Kabius, K. Urban. J. Appl. Phys., **78**, 2, 1131 (1995).
- [8] J.W. Seo, B. Kabius, C.L. Jia, H. Soltner, U. Poppe, K. Urban. Physica **C225**, 158 (1994).
- [9] J.P. Zheng, S.Y. Dong, D. Bharattacharya, H.S. Kwok. J. Appl. Phys. **70**, 11, 7167 (1991).
- [10] H. Sato, H. Akoh, S. Takada. Appl. Phys. Lett. **64**, 10, 1286 (1994).
- [11] F. Gire, D. Robbes, C. Gonzalez, F.R. Ladan, J.P. Senateur. IEEE Trans. Appl. Supercond. **7**, 2, 3200 (1997).
- [12] T. Haage, H.-U. Habermeyer, J. Zegenhagen. Surf. Sci. Lett. **370**, 158 (1997).

- [13] Yu.Ya. Divin, U. Poppe, J.-W. Seo, B. Kabius, K. Urban. *Physica* **C235**, 675 (1994).
- [14] Y.Y. Divin, U. Poppe, C.L. Jia, J.W. Seo, V. Glyantsev. *IoP Conf. Ser.* **167**, 29 (1999).
- [15] M.G. Norton, B. Moeckly, C.B. Carter, R.A. Buhrman. *J. Crystal Growth* **114**, 258 (1991).
- [16] J.H. Kim, D. Youm. *Physica* **C275**, 273 (1997).
- [17] F. Tafuri, F. Miletto Granocio, F. Carillo, F. Lombardi, U. Scotti Di Uccio, K. Verbist, O. Lebedev, G. Van Tendeloo. *Physica* **C326–327**, 63 (1999).
- [18] P.B. Mozhaev, P.V. Komissinski, N.P. Kukhta, G.A. Ovsyannikov, J.L. Skov. *J. Supercond.* **10**, 3, 221 (1997).
- [19] I.K. Bdikin, I.M. Kotelyanskii, E.K. Raksha, A.D. Mashtakov, P.B. Mozhaev, P.V. Komissinskii, G.A. Ovsyannikov. *IoP Conf. Ser.* **167**, 121 (1999).
- [20] U. Poppe, Y.Y. Divin, M.I. Faley, J.S. Wu, C.L. Jia, P. Shadrin, K. Urban. *IEEE Trans. Appl. Supercond.* (2001), in press.
- [21] T. Haage, J.Q. Li, B. Leibold, M. Cardona, J. Zegenhagen, H.-U. Habermeyer, A. Forkl, Ch. Jooss, R. Warthmann, H. Kronmueller. *Solid State Commun.* **99**, 8, 553 (1996).
- [22] И.К. Бдикин, А.Д. Маштаков, П.Б. Можяев, Г.А. Овсянников. *ФТТ* **40**, 4, 609 (1998).
- [23] Yu.A. Boikov, Z.G. Ivanov. *J. Alloys Compounds* **251**, 193 (1997).
- [24] M.A.A.M. van Wijck, M.A.J. Verhoeven, E.M.C.M. Reuvekamp, G.J. Gerritsma, D.H.A. Blank, H. Rogalla. *Appl. Phys. Lett.* **68**, 4, 533 (1996).
- [25] A.L. Vasiliev, G. Van Tendeloo, A. Amelinckx, Yu. Boikov, E. Olsson, Z. Ivanov. *Physica* **C244**, 373 (1995).
- [26] Yu.A. Boikov, T. Claeson, D. Erts, F. Bridges, Z. Kvitky. *Phys. Rev.* **B56**, 17, 11 312 (1997).
- [27] П.Б. Можяев, Г.А. Овсянников, Й.Л. Сков. *ЖТФ* **44**, 2, 242 (1999).
- [28] I.M. Kotelyanskii, V.A. Luzanov, Y.M. Dikaev, V.B. Kravchenko, B.T. Melekh. *Thin Solid Films* **280**, 163 (1996).