

05;06;12

## Влияние имплантации $\text{He}^+$ , $\text{O}^+$ , $\text{V}^+$ , $\text{Cd}^+$ на структуру поверхности подложек из оксида магния для пленок ВТСП

© Ю.М. Яковлев, Г.А. Николайчук, Н.М. Шибанова, Т.А. Крылова, Л.А. Калюжная, В.В. Петухова

Научно-исследовательский институт "Домен",  
196084 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 13 октября 2000 г.)

Экспериментально исследовано изменение структуры и морфологии поверхности полированной подложки из оксида магния  $\text{MgO}$  (100) в зависимости от проводимых обработок, включающих ионную имплантацию и лазерный отжиг. Сочетание ионной имплантации с последующим лазерным отжигом изменяют структуру поверхности подложки  $\text{MgO}$  (100), создавая монокристаллический поверхностный слой. Согласно электронографическим исследованиям сплошной монокристаллический слой получен только при имплантации ионами  $\text{Cd}^+$ .

### Введение

Одним из основных материалов современной криоэлектроники является высокотемпературный сверхпроводник  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Он обычно применяется в виде тонких пленок на диэлектрических подложках [1] или гетероструктур  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{MgO}(100)$ . Качество гетероструктур зависит как от технологии получения сверхпроводящего слоя, так и от степени совершенства диэлектрической подложки. В частности, подложкам, изготовленным методами доводочного шлифования и последующего химико-механического полирования, свойственна неплоскостность, которая отрицательно влияет на характеристики приборов на основе структур иттрий-железный гранат–сверхпроводник [2]. Поэтому изменение структуры нарушенного приповерхностного слоя подложек  $\text{MgO}$  (100) путем максимального его приближения к свойствам самого материала другими, альтернативными химико-механическому полированию способами, должно иметь не только научный, но и практический интерес. В данной работе проведены исследования влияния ионной имплантации и лазерного отжига на структуру и морфологию поверхности подложек  $\text{MgO}$  (100).

### Образцы и эксперимент

Подложки из монокристаллов оксида магния  $\text{MgO}$  (100) изготавливались традиционными способами механической резки, доводочного шлифования и последующего механического полирования, которое выполнялось алмазным порошком зернистостью не более  $0.5 \mu\text{m}$  и заканчивалось при получении свободной от царапин поверхности с шероховатостью  $R_z \leq 0.05 \mu\text{m}$ . Угол разориентации поверхности подложки относительно кристаллографической плоскости (100) не превышал  $1^\circ$ . Наши исследования показали, что в приповерхностном слое возникали разориентированные области и слой приобретал квазиполикристаллическое строение.

Имплантация проводилась ионами-имплантантами  $\text{He}^+$ ,  $\text{O}^+$ ,  $\text{Cd}^+$ ,  $\text{V}^+$  с энергиями  $E = 50\text{--}300 \text{ keV}$ , дозами

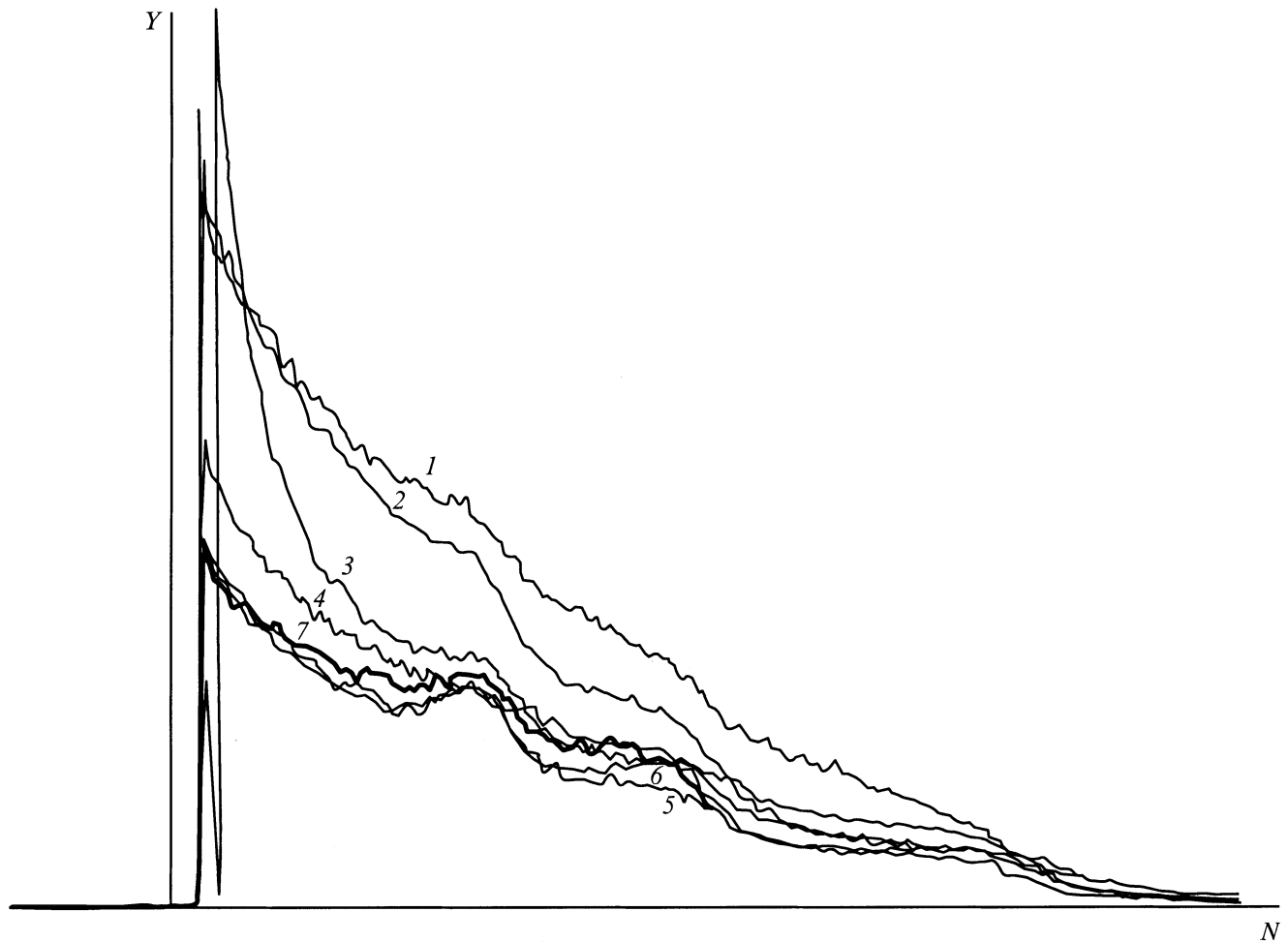
$D = 10^{13}\text{--}1 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ . Подложки как сразу после механического полирования, так и после имплантации подвергались лазерному отжигу. Лазерный отжиг проводился лазером с длиной волны когерентного излучения  $10.6 \mu\text{m}$ , мощностью  $25 \text{ W}$ .

Структура поверхности исходных полированных подложек оксида магния  $\text{MgO}(100)$ , степень ее радиационного повреждения, внесенного имплантацией, структура поверхности подложек после рекристаллизации исследовались методом резерфордского обратного рассеяния ионов  $\text{He}^+$  ( $E_0 = 860 \text{ keV}$ ,  $\Theta = 165^\circ$ ) с использованием режима каналирования. Спектры в режиме каналирования были получены, когда анализируемый пучок был параллелен направлению  $\langle 100 \rangle$ . Кроме того, тип структуры поверхностного слоя определялся методом рентгеноструктурного анализа (ДРОН-2,  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение) и электронографии на отражение в электронном микроскопе с дифракционной приставкой. Поверхностный слой по своей структуре может быть аморфным, поликристаллическим и монокристаллическим.

Как известно, на электронограммах аморфные слои не дают хорошо обозначенных дифракционных колец. Поликристаллические слои дают четкие дифракционные кольца. На электронограммах от монокристаллических поверхностей появляются симметрично расположенные пятна — монокристаллические рефлексы.

Были проведены исследования кристаллической структуры поверхностного слоя полированных подложек  $\text{MgO}$  (100), прошедших различную технологическую обработку: 1) исходная подложка (после механического полирования); 2) исходная подложка, подвергшаяся лазерному отжигу; 3) исходная подложка (после имплантации); 4) имплантированная подложка после лазерного отжига.

Одним из критериев качества поверхности подложки являются сверхпроводящие свойства пленок ВТСП, синтезированных на них. Пленки ВТСП состава  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  были получены на подложках  $\text{MgO}$  (100) с различной предысторией методом пиролиза керамической шихты с органическим связующим. Керамическая шихта синтезировалась из растворов нитратов иттрия, бария и меди химическим методом [3]. Для полученных



**Рис. 1.** Энергетические спектры ROP в режиме каналирования ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $E_0 = 860 \text{ keV}$  монокристаллических подложек  $\text{MgO}(100)$ : 1 — случайный спектр; 2–6 — после имплантации ионами  $\text{He}^+$  с энергией  $100 \text{ keV}$  и дозами  $1 \cdot 10^{16}$ ,  $5 \cdot 10^{15}$ ,  $1 \cdot 10^{15}$ ,  $5 \cdot 10^{14}$ ,  $1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  соответственно; 7 — от исходной подложки.  $Y$  — выход обратного рассеяния,  $N$  — номер канала.

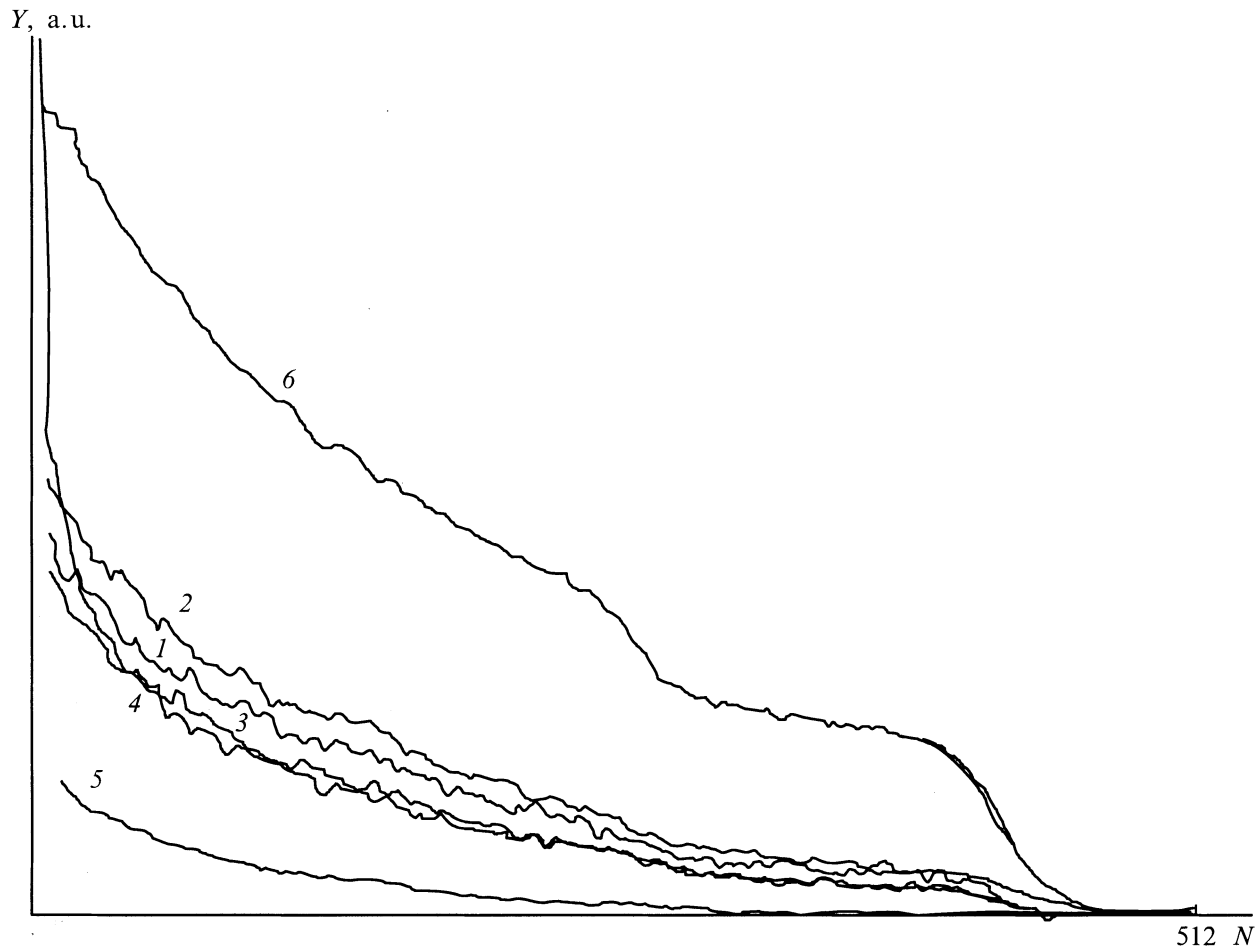
образцов были измерены температурные зависимости сопротивления  $R(T)$  пленок ВТСП в интервале температур 77–300 К. Измерения проводились стандартным четырехконтактным методом при постоянном токе  $100 \mu\text{m}$ .

### Результаты модификации поверхности подложек ионной имплантацией и лазерным отжигом

а) Имплантация  $\text{He}^+$ . На рис. 1 приведены спектры резерфордского обратного рассеяния для подложек, облученных различными дозами ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $100 \text{ keV}$ . В режиме каналирования спектр 7 для исходного образца практически не отличался от спектров образцов, имплантированных дозами  $1 \cdot 10^{15}$ ,  $5 \cdot 10^{15}$  (спектры 3, 4) и  $1 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  (спектр 2) — степень повреждения нарушенного при механическом полировании поверхностного слоя материала толщиной  $0.28 \mu\text{m}$  практически не изменялась. На больших глубинах (порядка  $0.28 \mu\text{m}$ ) наблюдались небольшие

по сравнению с аморфизацией повреждения. Слабое влияние величины дозы при имплантации  $\text{He}^+$  на тип структуры поверхностного слоя подложки  $\text{MgO}(100)$  подтверждается слабым изменением сверхпроводящих свойств пленок, нанесенных на эти подложки. Электросопротивление при комнатной температуре изменялось в интервале  $0.7\text{--}0.8 \Omega$ , температура завершения перехода в сверхпроводящее состояние — в интервале 77–79 К.

Следует отметить, что спектры, полученные в разных точках поверхности подложек, несколько различаются (рис. 2). Это может быть объяснено наличием блоков и их разориентацией, характерных для монокристаллического оксида магния, что подтверждается рентгеноструктурными исследованиями (рис. 3). При этом масштаб неоднородности соизмерим с размером анализирующего пучка (порядка  $1 \text{ mm}^2$ ). При фиксированной величине дозы  $10^{14} \text{ cm}^{-2}$  увеличение энергии в интервале 50–300 keV, согласно электронографическим исследованиям, не привело к изменению степени дефектности нарушенного слоя. Полученные результаты позволяют утверждать, что вследствие малой массы ионы гелия



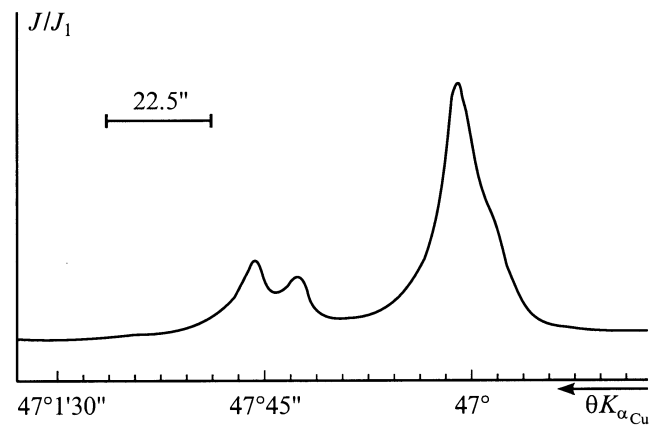
**Рис. 2.** Энергетические спектры ROP в режиме каналирования ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $E_0 = 860 \text{ keV}$  подложек  $\text{MgO}(100)$  с поликристаллическим характером структуры нарушенного поверхностного слоя (1–4) и монокристаллическим поверхностным слоем (5), 6 — случайный.

не могут создавать поверхностные слои с характером структуры, близким к аморфному. Электронографические исследования показали, что лазерный отжиг как исходных, так и имплантированных ионом гелия подложек не изменил поликристаллического характера структуры поверхности подложек  $\text{MgO}(100)$ .

б) Имплантация  $\text{O}^+$ . Электронографические исследования подложек, имплантированных  $\text{O}^+$  ( $E = 100 \text{ keV}$ ,  $5 \cdot 10^{13} \leq D \leq 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ), свидетельствуют о получении поверхностных слоев со структурой, близкой к аморфной. На электронограммах же, полученных с подложек, подвергшихся ионной имплантации  $\text{O}^+$  с последующим лазерным отжигом, наблюдаются рефлексы, подтверждающие монокристаллическую структуру поверхностного слоя.

в) Имплантация  $\text{V}^+$  и  $\text{Cd}^+$ . Приведенная выше схема обработки подложек использовалась и при исследовании поверхности подложек после имплантации ионами  $\text{V}^+$  и  $\text{Cd}^+$  в различных режимах. Характер изменения структуры поверхности подложек при имплантации и имплантации с последующим лазерным

отжигом был аналогичен описанному для иона кислорода. Однако следует отметить, что для более тяжелого по массе иона кадмия (имплантация в режиме



**Рис. 3.** Дифрактограмма монокристаллической подложки  $\text{MgO}(100)$ .

Влияние характера обработки подложки на сверхпроводящие свойства пленок  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 

Технология подготовки подложки	Температура перехода в сверхпроводящее состояние, К			Электросопротивление, $\Omega$
	$T_R$	$T_{R=0}$	$\Delta T_C$	
Имплантация $\text{V}^+$ , $E = 300 \text{ keV}$ , $D = 10^{15} \text{ cm}^{-2}$	85	< 77	> 8	1.6
Имплантация $\text{V}^+$ , $E = 300 \text{ keV}$ , $D = 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ с последующим лазерным отжигом	85	83	2	0.3
MgO исходный, контрольный образец	86	77	9	0.84

Примечание.  $T_R$  — температура начала перехода в сверхпроводящее состояние, значение  $T_{R=0}$  соответствует нулевому сопротивлению образца,  $\Delta T_C$  — ширина резистивного перехода.

$E = 200 \text{ keV}$ ,  $D = 5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ) в отличие от более легких по массе ионов монокристаллические рефлексии наблюдаются по всей поверхности подложки MgO. Островковый характер изменения типа структуры поверхностного слоя по площади подложки при имплантации ионами  $\text{V}^+$  и  $\text{O}^+$  вызван, по-видимому, их малой по сравнению с ионами  $\text{Cd}^+$  массой, так как подобное же изменение типа структуры поверхностного слоя наблюдалось и при имплантации этими ионами подложек иттрий-железного граната [4].

Так как оксид магния плавится при температуре ( $2800^\circ\text{C}$ ) выше, чем максимальная температура, обеспечиваемая используемым нами лазером в режиме сканирования ( $2000^\circ\text{C}$ ), то можно предположить, что монокристаллический слой образуется путем рекристаллизации в твердой фазе.

г) Свойства пленок  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  на имплантированных подложках. Было проведено исследование влияния структуры поверхности подложки MgO (100) на электрофизические свойства нанесенных пленок ВТСП, для чего были изготовлены две серии образцов: 1 серия — пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{MgO}(100)$ , имплантированные  $\text{V}^+$  с энергией  $300 \text{ keV}$ ,  $D = 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ; 2 серия — пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{MgO}$ , имплантированные при тех же режимах, но с последующим лазерным отжигом.

С целью контроля технологического процесса изготовления пленок ВТСП и получения базы сравнения каждая серия содержала контрольные образцы (пленки  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , нанесенные на подложки после механического полирования). Они подвергались термообработке вместе с образцами соответствующей серии. Температура начала перехода в сверхпроводящее состояние одинакова для всех образцов. Пленки ВТСП на имплантированных ионами  $\text{V}^+$ ,  $\text{Cd}^+$  и затем отожженных лазером подложках обладают лучшими сверхпроводящими свойствами: выше температура завершения перехода в сверхпроводящее состояние; ниже электросопротивление при комнатной температуре по сравнению с пленками, синтезированными на исходной подложке и имплантированной ионами  $\text{V}^+$ ,  $\text{Cd}^+$ , но без отжига подложек. В таблице приведены результаты измерения сверхпроводящих свойств пленок, полученных на подложках, имплантированных  $\text{V}^+$ .

Таким образом, показана возможность формирования монокристаллического поверхностного слоя полированной подложки MgO (100) путем применения ионной имплантации с последующим лазерным отжигом. Согласно электронографическим исследованиям, сплошной монокристаллический слой получен только при имплантации ионами  $\text{Cd}^+$ .

## Список литературы

- [1] Shen Z.-Y. High Temperature Superconducting Circuits. Nortwood, MA: Artech house, 1994. 420 p.
- [2] Lutsev L.V., Yakovlev S.V. // J. Appl. Phys. 1998. Vol. 83. N 11. P. 1–3.
- [3] Николайчук Г.А., Яковлев С.В., Крылова Т.А. и др. // Неорганические материалы. 1998. Т. 34. № 6. С. 718–721.
- [4] Лебедь Б.М., Яковлев С.В., Николайчук Г.А. и др. // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 2. № 10. С. 18–22.