

## АНАЛИЗ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФЕКТОВ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНКАХ $YBa_2Cu_3O_7$ МЕТОДОМ КАНАЛИРОВАНИЯ ИОНОВ

*Е.М.Вербицкая,<sup>1</sup> В.К.Еремин,<sup>1</sup> А.П.Кобзев,<sup>2</sup> С.Г.Конников,<sup>1</sup>  
Н.Б.Строкан,<sup>1</sup> Д.М.Широков,<sup>2</sup>*

### Введение

К настоящему времени накоплен значительный опыт использования пучков ионов с энергией в единицы МэВ для анализа монокристаллов и тонких пленок высокотемпературных сверхпроводящих материалов (ВТСП). В основном применяется метод резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов, позволяющий профилировать состав образцов по глубине [1-3]. Значительно меньшее количество работ связано с изучением дефектности кристаллической структуры ВТСП материалов. Как известно, для этой цели используется режим каналирования ионов, осуществление которого требует точной ориентации образцов и слабонаходящихся пучков ионов [3].

Первые результаты в этом направлении, позволившие количественно определить основные закономерности каналирования ионов  $^1H^+$  и  $^4He^+$  в объемных монокристаллах состава  $YBa_2Cu_3O_7$ , были получены в 1988 г. [4]. В дальнейшем они использовались в работах [5,6] при исследовании подрешетки  $Cu-O$  в области перехода в сверхпроводящее состояние.

Поскольку изучались весьма тонкие эффекты, то авторы использовали образцы с совершенной кристаллической структурой. При этом выход обратно рассеянных ионов при точной ориентации пучка вдоль одной из главных кристаллографических осей, характеризующий дефектность монокристалла, снижался до 3 %, что близко к теоретическим оценкам и результатам, полученным на монокристаллах  $Si$  [7].

Что касается исследований эпитаксиальных пленок ВТСП, то к настоящему времени выполнено несколько работ, содержащих данные о степени совершенства пленок [8-10]. Оказалось, что их дефектность существенно выше, чем у объемных монокристаллов. При этом, как и следовало ожидать, дефектность зависит от типа подложки, однако выход рассеяния в режиме каналирования не опускался ниже 12 %.

Настоящая работа развивает применение метода каналирования для исследования ВТСП пленок. В ней рассмотрена возможность профилирования концентрации дефектов, включая интерфейс эпитаксиальной пленки и подложки. Анализ основан на процедуре совместной обработки спектров при случайном и ориентированном вдоль оси  $C$  падении пучка, позволяющей выявлять локализацию избыточной по сравнению с объемом пленки концентрации дефектов. В приводимых ниже примерах на пленках системы  $YBaCuO$  была определена их дефектность в отношении

<sup>1</sup> ФТИ им.А.Ф.Иоффе (Санкт-Петербург).

<sup>2</sup> ОИЯИ (Дубна).

каждого из тяжелых элементов. Характерным для исследованных пленок является значительная концентрация дефектов в приповерхностном слое и в области интерфейса.

## Результаты эксперимента

В работе использовались эпитаксиальные пленки состава  $Y_1Ba_2Cu_3O_7$ , полученные методом лазерного распыления. Ось  $C$  пленок была ориентирована по нормали к поверхности. Подложками служили монокристаллические пластины  $MgO$  с ориентацией  $[100]$ . Исследования проводились на базе электростатического ускорителя ЭГЭ-5 ОИЯИ. Использовался пучок ионов  $^4He^+$  с энергией 3.07 МэВ и диаметром 1 мм. Угловая расходимость пучка составляла  $< 0.02^\circ$ . Исследуемая структура устанавливалась на головке трехосного гониометра, обеспечивающего повороты образца с точностью  $0.02^\circ$ . Угол регистрации рассеянных ионов составлял  $170^\circ$ .

В эксперименте снимались два вида спектров: случайный в условиях, когда направление падения пучка не совпадало с какой-либо осью или плоскостью пленки, и осевой спектр при ориентации пучка вдоль оси  $C$ . На рис. 1 приведен случайный спектр и результаты его моделирования. Удовлетворительное совпадение модели с экспериментом для глубинных слоев пленки наблюдается при составе  $Y_{1.25}Ba_{2.0}Cu_{2.7}O_{7.0}$ . Однако как в приповерхностной области, так и в еще большей степени для области интерфейса однородность пленки по глубине нарушается. Путем вариации профиля тяжелых элементов на передней и задней границах пленки была проведена подгонка модельного спектра к экспериментальному. Полу-

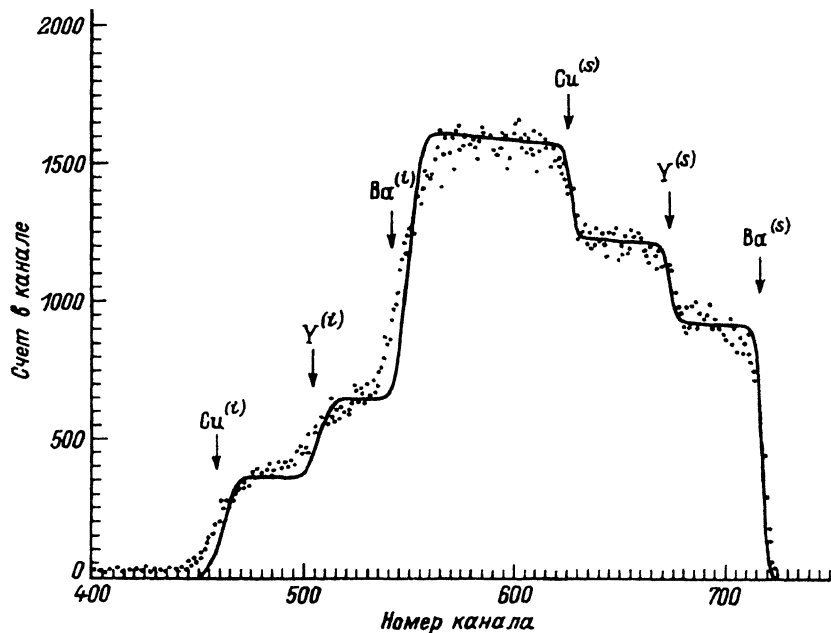


Рис. 1. Спектры обратнорассеянных ионов  $^4He^+$  с энергией 3.07 МэВ от пленки ВТСП на подложке  $MgO$  при неориентированном падении пучка на пленку (пунктир) и результат его моделирования для состава  $Y_{1.25}Ba_{2.0}Cu_{2.7}O_{7.0}$  (сплошная линия).

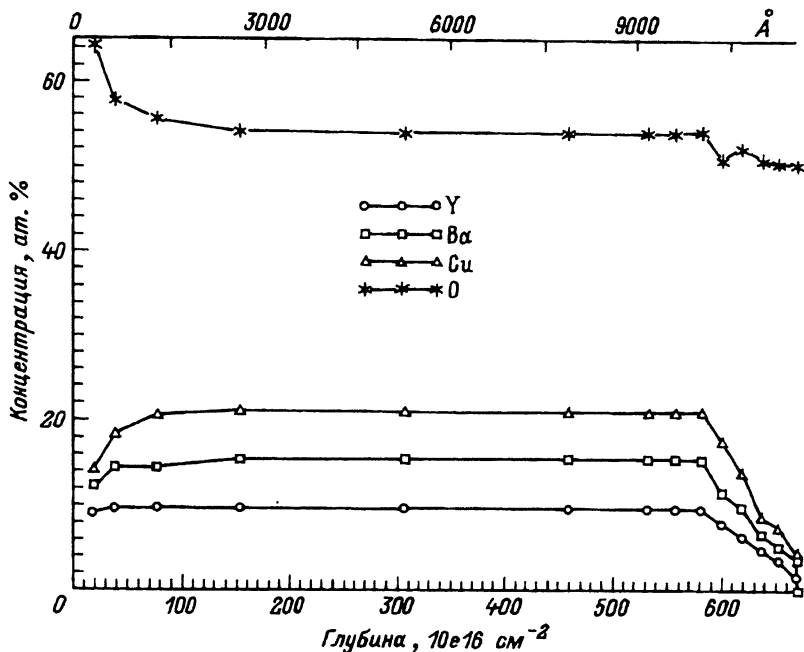


Рис. 2. Профили концентрации элементов Y, Ba, Cu по глубине пленки, полученные путем детального моделирования спектра рис. 1.

Масштаб глубин приведен в единицах произведения числа молекул в  $\text{см}^3$  на глубину слоя (нижняя ось) и пересчитан в  $\text{Å}$  для плотности пленки  $6.5 \text{ г/см}^3$ .

ченные при этом распределения по глубине каждой из компонент пленки представлены на рис. 2.

Естественно предположить, что наблюдаемые отклонения состава пленки от стехиометрии  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  и ее неоднородность у поверхности и на интерфейсе должны приводить к дефектам кристаллической структуры. В результате отдельные атомы или группы атомов, вышедшие в каналы решетке, будут вызывать дополнительное к совершенному кристаллу рассеяние каналированных ионов, что должно отразиться на форме осевого спектра.

Действительно, экспериментальный спектр в режиме каналирования ионов вдоль оси  $C$  пленки (рис. 3,а) имеет ряд особенностей. Во-первых, существенно меньшее ( $\sim 50\%$ ) падение средней по глубине интенсивности по сравнению с более чем  $90\%$ -ным снижением выхода для совершенных монокристаллов [6]. Во-вторых, форма правых границ осевого спектра, определяемая рассеянием в приповерхностных слоях пленки, отличается от соответствующих участков случайного спектра. Наибольшее различие наблюдается для Ba, в спектре которого возникает пик рассеяния на поверхности. Что касается левой части спектра, несущей информацию об интерфейсе, то отличия существенно слабее.

Для получения более контрастной картины распределения дефектов по толщине пленки был построен спектр минимального выхода  $\chi_{\text{min}}$ . Он получается путем деления осевого спектра на случайный и представляет поканальное отношение выходов спектров (рис. 3,а). Такая нормиров-

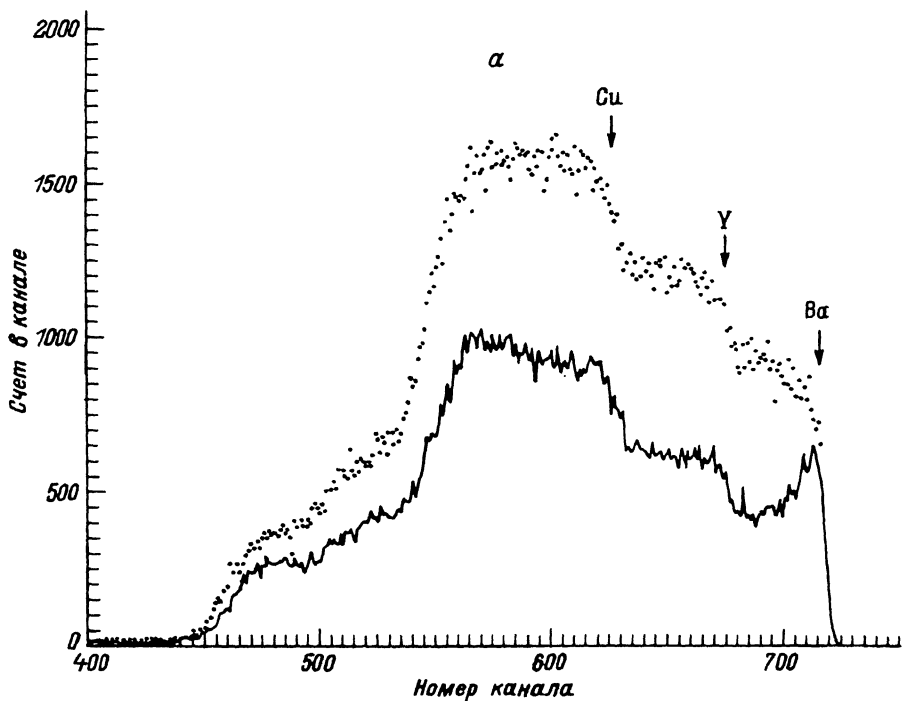


Рис. 3.  
 а — спектр обратнорассеянных ионов  ${}^4\text{He}^+$  с энергией 3.07 МэВ при случайном (точки) и ориентированном (сплошная линия) падении пучка, б — спектр  $\chi_{\min}$ , полученный как поканальное отношение спектров на рис. 3, а.

ка выявляет особенности в области поверхности и интерфейса для всех тяжелых компонент пленки (Y, Ba, Cu).

Ограничиваясь интерпретацией лишь качественного характера, будем исходить из простейшей модели взаимодействия ориентированного пучка с кристаллом. В ней полагается, что процесс обратного рассеяния обусловлен дефектами структуры, т.е. можно положить

$$\chi_{\min} = \frac{n}{N}.$$

Здесь  $n$  и  $N$  — соответственно концентрация дефектов и полная концентрация атомов данного сорта в пленке. Это допущение справедливо при локализации дефектов в тонких по сравнению с длиной деканализации ионов слоях, когда рассеяние атомами решетки относительно мало. Что касается среднего уровня  $\chi_{\min}$  для пленки, то его величина включает как компоненту рассеяния на дефектах, так и рассеяния деканализированных ионов на всех атомах пленки и не имеет простой количественной интерпретации.

Как видно из спектра рис. 3, б, при общем монотонном ходе наблюдаются области повышенных значений  $\chi_{\min}$ . Правый, наиболее высокий пик соответствует дефектам Ba в приповерхностном слое пленки. Следующие два локальных повышения отражают дефектность этого слоя по атомам Y и Cu. Аналогичная картина прослеживается и для области интерфейса. Наблюдаемые здесь три подъема  $\chi_{\min}$  относятся соответственно к

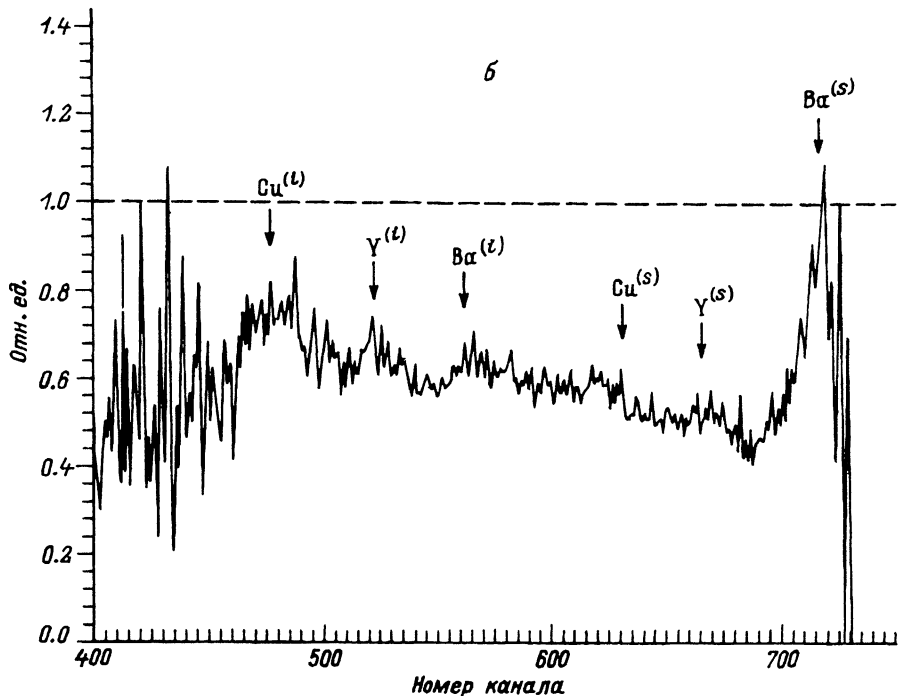


Рис. 3. (продолжение).

дефектам в подрешетках Ва, У и Си. Из сравнения их формы следует, что наиболее сильные нарушения возникают в подрешетке Си.

Профилерование концентрации дефектов по каждой из подрешеток, т.е. переход от шкалы энергий  $E$  к шкале глубин  $x$  может быть осуществлен с использованием величины удельных потерь энергии каналированным ионом. В литературе [8] она оценивается как  $\epsilon_k \approx 0.76\epsilon$ , где  $\epsilon$  — удельные потери энергии ионом при случайном падении на кристалл. Однако в нашем случае мы можем принять  $\epsilon_k = \epsilon$ , поскольку ширина парциальных спектров при случайном и ориентированном падении ионов одинакова (рис. 3, а). По-видимому, это является следствием высокой дефектности пленки в целом, приводящей к значительному деканалированию ионов.

Таким образом, в нашем случае для анализа осевого спектра можно использовать шкалу глубин, полученную при расчете концентрационных профилей рис. 2, что дает масштаб энергетической шкалы осевого спектра  $1 \text{ кан.} = 40 \text{ \AA}$ .

### Заключение

Анализ спектра  $\chi_{\min}$  приводит к следующим выводам.

Пленка имеет две области избыточной концентрации дефектов: приповерхностный слой и область интерфейса пленка-подложка.

У поверхности основные дефекты относятся к подрешетке Ва. Это может быть связано с взаимодействием Ва с окружающей атмосферой на поверхности в силу его большей химической активности как металла по

сравнению с Y и Cu. Концентрация дефектов спадает от поверхности на глубину  $\approx 800 \text{ \AA}$ . Следует отметить, что совпадение профилей дефектов в подрешетке Y и Cu с распределением нарушений в подрешетке Ba может указывать на их взаимодействие.

В области интерфейса существенно разрушены каждая из подрешеток, хотя профили дефектов различны. Для подрешетки Cu, содержащей большую концентрацию дефектов, толщина нарушенного слоя составляет  $1500 \text{ \AA}$ , тогда как для Ba и Y она приблизительно в 2 раза меньше. Отметим, что при этом, согласно рис. 2, масштаб диффузионного размытия концентрации для Y, Ba и Cu примерно одинаков.

Результаты работы показывают, что простая процедура поканального деления осевого спектра на случайный дает наглядную картину распределения дефектов по глубине пленки независимо для каждой из компонент. Что касается количественного анализа, то известные в литературе подходы относятся к моноатомным объектам. Для многоэлементных образцов, какими являются пленки ВТСП, вопрос количественного профилирования дефектов в настоящее время является открытым.

### Список литературы

- [1] *Фельдман Л., Майер.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. М.: Мир, 1989. 342 с.
- [2] *Кобзев А.П., Мизайдик Д., Шандрин Р.* и др. Препринт ОИЯИ № Р14-91-94. Дубна, 1991.
- [3] *Комаров Ф.Ф., Кумазов М.А., Ташлыков И.С.* Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Минск, 1987. 256 с.
- [4] *Stottel N.G., Morris P.A., Bonner W.A., Wilkens B.I.* // *Phys. Rev. B.* 1988. Vol. 37. P. 2297-2300.
- [5] *Sharma R.P., Rehu L.E., Baldo P.M., Lin I.Z.* *Phys. Rev. B.* 1989. Vol. 38. P. 9287-9290.
- [6] *Haga T., Yamaya K., Abe Y.* // *Phys. Rev. B.* 1980. Vol. 41. P. 826-829.
- [7] *Devies J.A.* // *Can. J. Phys.* B1. 1967. Vol. 45. P. 4053-4059.
- [8] *Lubig A., Buohal Ch., Frohlingsdorf I.* et al. // *Nucl. Instr. Meth.* 1990. Vol. B-50. P. 114-118.
- [9] *Sokhi R.S., Gilbert P.W., Earwaker L.G.* // *Nucl. Instr. Meth.* 1990. Vol. B-50. P. 140-144.
- [10] *Ihans H., Earwaker L.G., Chew N.G.* et al. // *Nucl. Instr. Meth.* 1991. Vol. B 56/57. P. 768-771.

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе  
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию  
17 апреля 1992 г.