

05.1;05.4

©1995

ЭПИТАКСИЯ МОНОДОМЕННЫХ СЛОЕВ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ИЗ ОГРАНИЧЕННОГО ОБЪЕМА РАСТВОРА-РАСПЛАВА

И.Е.Марончук, А.М.Журба, С.Р.Сороколет

В настоящее время тонкие монокристаллические пленки ВТСП на монокристаллических подложках получают преимущественно методами газофазного осаждения. Однако наиболее структурно-совершенные монокристаллические слои получаются при низком пересыщении, которое реализуется в процессе жидкофазной эпитаксии из растворов-расплавов. В связи с этим изучалась возможность получения тонких монокристаллических монокристаллических пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ из раствора-расплава с составом исходных компонентов $(0.1)\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7 + (0.54)\text{BaCuO}_2 + (0.36)\text{CuO}$ (в весовых долях), ограниченного двумя подложками из монокристаллической окиси магния [1].

Подложки имели толщину не более 1 мм и располагались в рабочей зоне печи горизонтально и параллельно друг к другу с зазором не более 200–250 мкм. Для улучшения смачиваемости подложек раствором-расплавом и улучшения адгезии получаемых монокристаллических слоев ВТСП к подложке на поверхность подложек наносилась методом катодного распыления тонкая (20–100 нм) пленка.

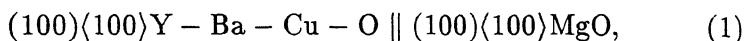
Выращивание эпитаксиальных слоев ВТСП осуществлялось в атмосфере воздуха в вертикальной резистивной печи путем принудительного охлаждения раствора-расплава от 960 до 920°C со скоростью охлаждения в диапазоне от 3 до 30°C/ч. К тыльной стороне верхней подложки постоянно подавался поток воздуха для создания в области выращивания осевого и радиального градиентов температуры 10–70°C/см.

Выращенные слои исследовались с помощью металлографического и электронного микроскопов. Наличие диамагнетизма и фазового перехода в сверхпроводящее состояние определялось магнитограмметрическим, индукционным и 4-зондовым методами.

При исследовании начальных стадий роста на поверхности подложек окиси магния с ориентацией (100) наблюдали микрокристаллы $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ в виде прямоугольных пластинок с осью C , перпендикулярной поверхности подложки, и имеющих зеркально-гладкую поверхность.

Высокое морфологическое совершенство поверхности эпитаксиально выросших микрокристаллов со средними размерами по площади 30×30 мкм свидетельствует о преобладающем слоистом механизме их роста.

Азимутальная ориентация микрокристаллов ВТСП в плоскости поверхности подложки описывалась двумя эпитаксиальными соотношениями:



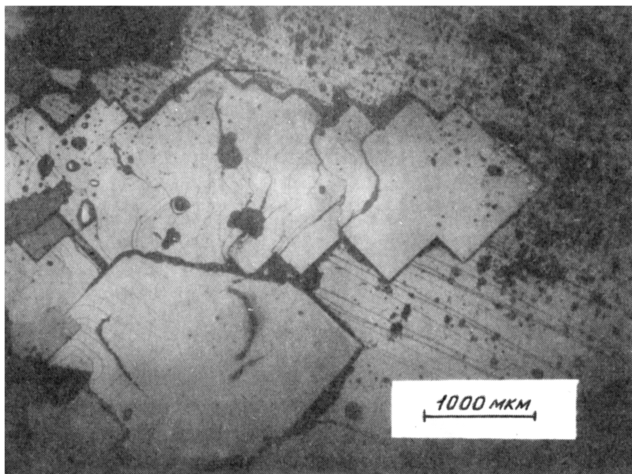
Возникновение указанных эпитаксиальных соотношений обусловлено различием постоянных решеток подложки и монокристаллов ВТСП. Ориентация микрокристаллов Y-Ba-Cu-O в эпитаксиальном соотношении первого типа наблюдается в два раза реже, чем ориентация микрокристаллов в эпитаксиальном соотношении второго типа. Наличие одновременно двух эпитаксиальных соотношений свидетельствует об относительно слабой адгезии кристаллизуемого вещества к материалу подложки, т. е. образование эпитаксиальных осуществляется по механизму Фольмера-Вебера.

Адгезия эпитаксиальных микрокристаллов ВТСП на подложке проверялась химическим травлением полученных образцов в водных и безводных травителях. Эти эксперименты показали, что между подложкой окиси магния и эпитаксиальными микрокристаллами ВТСП осуществляется химическая связь и отсутствует слой застывшего раствора-расплава.

В условиях достаточно слабой адгезии конденсата к подложке существенное влияние на процессы эпитаксии оказывают условия осаждения: температура, пересыщение, степень и характер дефектности подложки. Из проведенных экспериментов следует, что увеличение пересыщения раствора-расплава приводит к снижению степени эпитаксии и увеличению концентрации зародышей.

Увеличение осевого градиента температуры приводит к возрастанию концентрации зародышей, а радиального градиента температуры — к увеличению площади этих зародышей, т. е. к увеличению их тангенциального роста.

В зависимости от величины радиального градиента температуры в области роста выращивание монокристаллических пленок ВТСП осуществлялось либо путем срастания отдельных зародышей, либо путем разрастания единичных зародышей. В первом случае удавалось получать пленки больших размеров, чем во втором случае. Однако полученные в первом случае пленки состояли из нескольких доменов, в то время как пленки, полученные во втором случае, были монодоменными.



Типичная морфология поверхности эпитаксиальных монодоменных слоев $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, выращенных методом ЖФЭ.

Для получения монодоменных областей с большей площадью исследовалась возможность разрастания отдельных зародышей при понижении осевых и повышенных радиальных градиентах температуры в условиях процесса кристаллизация–растворение при колебаниях температуры с амплитудой 10°C около температуры 950°C . Такая технология позволяла выращивать эпитаксиальные монодоменные слои площадью 6.0×5.0 мм.

Типичная морфология поверхности таких эпитаксиальных монодоменных пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ представлена на рисунке.

Полученные эпитаксиальные монодоменные слои после дополнительной обработки при температуре 500°C в потоке кислорода в течение 40–50 ч имели фазовый переход в сверхпроводящее состояние при $T_c = 88$ К и $\Delta T_c = 3$ К.

Микромеханические свойства выращенных эпитаксиальных монодоменных слоев ВТСП изучались методом микроиндентирования. Нанесение отпечатков осуществлялось с помощью микротвердомера ПМТ-3, индентомером служила пирамида Виккерса. Отпечатки наносились при оптимальной нагрузке 30–40 г, температуре 20°C с последующим отжигом в течение 2 ч при 650°C . Изучение полученных отпечатков проводилось с помощью металлографического микроскопа.

Микротвердость на грани (100) для образцов толщиной 50 мкм составила 2.7 и 1.9 ГПа для эпитаксиальных соотношений (1) и (2) соответственно. Такая величина микротвердости характерна для монокристаллов ВТСП с низким содержанием дислокаций.

Список литературы

- [1] *Журба А.М., Марончук И.Е., Яковенко С.Н.* // Материалы Международной конф. по физике технологии тонких пленок. Ч. 2. Т. 1. Май 1993 г. Ивано-Франковск, 1993. С. 199.

Херсонский государственный
технический университет

Поступило в Редакцию
12 июля 1995 г.
