

МЕТОД ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ-ОСТРИЙ
ИЗ МОНОКРИСТАЛЛОВ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ В ПОЛЕВОМ ИОННОМ МИКРОСКОПЕ

Е.Ф. Таланцев, В.А. Ивченко, Н.Н. Сюткин

Предложен модифицированный метод приготовления образцов-острий из монокристаллов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ путем механического скола для исследования атомно-кристаллической структуры в полевом ионном микроскопе. В результате впервые получены полевые ионные изображения чистой поверхности ВТСП монокристаллов типа 1-2-3 с атомным разрежением.

Применение полевой ионной микроскопии (ПИМ), ультрамикроскопического метода изучения кристаллической структуры ВТСП-материалов в объеме на уровне отдельных атомов необходимо связано с приготовлением острых образцов, имеющих радиус закругления вершины порядка 20-100 нм. Существующие способы получения иглообразных эмиттеров путем электрохимического травления [1] и механического разрушения [2] были предназначены только для керамических сверхпроводников.

В данной работе впервые сообщается об исследовании монокристаллов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ методом ПИМ и описывается методика изготовления образцов-острий из этих материалов методом механического скола. Монокристаллы были синтезированы по способу, описанному в [3], и имели температуры перехода не ниже 92 К при ширине перехода не более 0,5 К.

Образцы-острия, пригодные для исследования в полевом ионном микроскопе, изготавливались по следующим методикам.

1. Получение фрагментов из ВТСП монокристаллов. Исходные монокристаллы $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ размерами 0,5 x 0,5 x 0,05 мм раскалывали на фрагменты-осколки, чтобы получить на краях фрагментов острые иглообразные выступы, которые бы удовлетворяли стандартным требованиям [4], предъявляемым к классическим образцам-остриям, изготавливаемым методом электрохимической полировки. На рис. 1, а показан типичный фрагмент монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, наблюдаемый в оптическом микроскопе с увеличением 200 раз. Иглообразный выступ данного осколка-фрагмента удовлетворяет требованиям [4] пригодности образца для исследования в ПИМ, т. к. угол раствора конуса при вершине острия не превышает 1-2 градусов и вершина иглообразного выступа невидима при 500-кратном увеличении. При невыполнении этих условий невозможно создать напряженности электрического поля ($E=10^8$ В/см) достаточной для ионизации атомов изображающего газа на поверхности эмиттера и тем более для полевого испарения атомов самого материала, в процессе которого и происходит изучение атомно-кристаллической структуры в объеме.

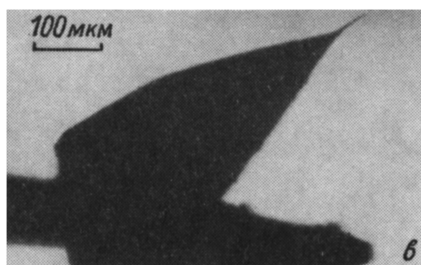
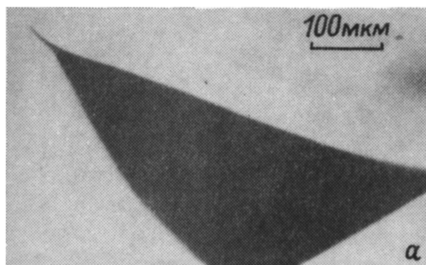


Рис. 1. Этапы изготовления образцов-острий из монокристаллов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$:

- а — Фрагмент-осколок $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ с иглообразным выступом;
 б — Игла-подложка из молибдена;
 в — Фрагмент-осколок монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, приклеенный на иглу-подложку.

2. Изготовление игл-подложек. Иглы-подложки из Мо-проволоки готовились обычным методом электрохимического травления [5] с радиусом кончика острия ~ 10 мкм (рис. 1, б). На вершину иглы наносилась токопроводящая эпоксидная смола (одна часть смолы смешивалась с тремя частями металлического мелкодисперсного порошка — диаметр частиц 10 мкм).

3. Обеспечение токопроводящего контакта иглы-подложки с монокристаллическим фрагментом. Вершина иглы-подложки с токопроводящим клеем приводилась в контакт с выбранным осколком монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ таким образом, чтобы направление иглообразного выступа по возможности совпадало с осью иглы-подложки, рис. 1, в. После этого образец помещался в специальный держатель до полного затвердевания токопроводящего клея.

4. Приготовление атомногладкой поверхности сверхпроводника. Атомногладкую поверхность монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ получали *in situ* в процессе формирования ионного изображения путем последовательного полевого испарения атомов самого материала с наи-

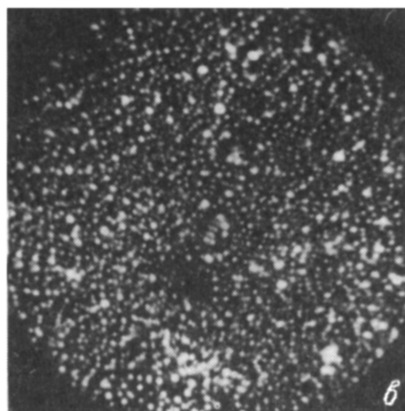
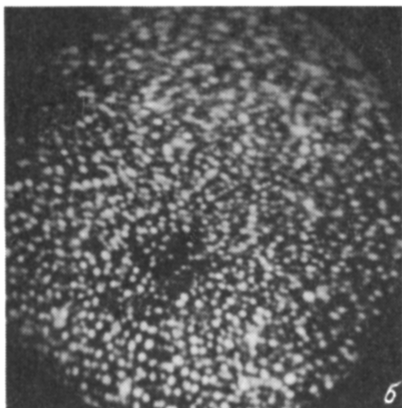
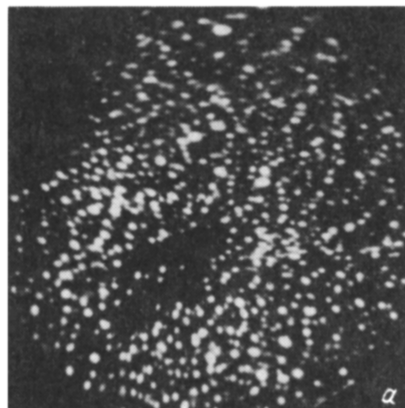


Рис. 2. Полевые ионные изображения поверхности монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ в процессе формирования „end form“:
а – Исходное, $V=5$ кВ;
б – Испарено несколько десятков атомных слоев, $V=7$ кВ;
в – Испарено несколько сот атомных слоев, $V=15$ кВ.

более выступающих мест вершины острия. В большинстве случаев при напряжении 3–6 кВ наблюдалось первичное несформированное полевое ионное изображение монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, (рис. 2, а), которое при дальнейшем медленном полевом испарении атомов материала с наиболее выступающих мест вершины острия становилось атомногладким (рис. 2, б). На рис. 2, в приведена полностью сформированная полевая ионная микрокартина атомногладкой поверхности монокристаллического сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.

Таким образом, в данной работе предложена методика получения эмиттеров из монокристаллов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ путем механического скола. Использование этого метода значительно расширяет возмож-

ности полевой ионной микроскопии в исследовании атомнокристаллической структуры ВТСП-материалов.

Авторы выражают благодарность А.А. Самохвалову и Н.Н. Чеботаяву за помощь в работе.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] K e l l o g g G.I., B r e n n e r S.S. // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. P. 1851-1853.
- [2] M e l m e d A.J., S h u l l R.D., C h i a h g C.K. F o w l e r H.A. // Science. 1988. V. 239. P. 176-179.
- [3] А р б у з о в а Т.И., С а м о х в а л о в А.А., Ч е б о т а е в Н.М., Н а у м о в С.В. В сб.: Тезисы докладов 1-го Всесоюзного совещания по высокотемпературной сверхпроводимости. Харьков. 1989. Т. 1. С. 153-154.
- [4] Г о м е р Р. Катализ. Электронные явления / Под ред. Баландина А.А. М., 1958. С. 104-151.
- [5] М ю л л е р Э., Ц о н ь Т. Автоионная микроскопия (принципы и применение). М.: Металлургия. 1972. с. 360.

Институт электрофизики
УрОАН СССР, Свердловск

Поступило в Редакцию
22 июня 1989 г.

Письма в ЖТФ, том 15, вып. 18 26 сентября 1989 г.
07

ЭФФЕКТ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ МОДУЛЯЦИИ РАССЕЯННОГО СВЕТА В ДВУПРЕЛОМЛЯЮЩИХ КРИСТАЛЛАХ

Л.А. Ф и л и м о н о в а, А.Н. А л е к с е е в

В кристаллах с микронеоднородностями можно наблюдать эффект пространственной модуляции интенсивности рассеянного света, ранее не описанный в литературе по кристаллооптике. Проявление эффекта сводится к тому, что пучок линейно-поляризованных оптических лучей, распространяющийся в двупреломляющем кристалле, представляется пространственно периодически промодулированным по интенсивности при наблюдении в направлении, перпендикулярном направлению его распространения, при этом период модуляции оказывается зависящим от направления распространения пучка света в кристалле. Рис. 1, а, б иллюстрирует это явление в кристалле молибдата гадолиния.

Можно предложить следующее объяснение этого эффекта. Войдя в кристалл, падающая волна делится на две волны, рас-