

11;12

## Получение пленок оксида церия на сапфире методом ВЧ магнетронного распыления

© Е.К. Гольман, С.В. Разумов, А.В. Тумаркин

Государственный электротехнический университет (ЛЭТИ), С.-Петербург

Поступило в Редакцию 2 февраля 1999 г.

Приведены результаты экспериментов по получению пленок  $\text{CeO}_2$  с преимущественной ориентацией (200), без механических напряжений, на подложках  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Использование пленок высокотемпературных сверхпроводников и сегнетоэлектриков в приборах и устройствах СВЧ диапазона предъявляет ряд требований как к самим пленкам, так и к материалу используемых подложек. Во-первых, материал подложки должен обеспечивать возможность эпитаксиального выращивания пленки, во-вторых, диэлектрические свойства подложки должны удовлетворять требованиям СВЧ применений.

Одним из перспективных материалов подложек для нанесения качественных пленок ВТСП и сегнетоэлектриков (в частности, STO) для СВЧ применений является сапфир ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [1]. Однако при высоких температурах осаждения, которые необходимы для эпитаксиального выращивания пленок, возможно химическое взаимодействие между растущей пленкой и сапфиром. Трудности, связанные с получением таких пленок, как YBCO и титанат стронция на сапфире, компенсируются их хорошими диэлектрическими свойствами и высокой механической прочностью.

Решение задачи совмещения материалов подложки и растущей пленки как с точки зрения кристаллического соответствия, так и с точки зрения взаимодиффузии элементов подложки и пленки возможно при использовании буферных слоев. В качестве буферного слоя для сапфира используют материалы, соответствующие YBCO и STO с химической и со структурной точек зрения. Распространено применение таких соединений, как  $\text{PrBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , оксид циркония, стабилизированный иттрием, диоксид церия и пр. [1].

Диоксид церия является на сегодня одним из наиболее перспективных буферных слоев для получения пленок YBCO и STO на сапфире [2]. Кристаллическая решетка диоксида церия, имеющего кубическую симметрию с постоянной  $a = 5.420 \text{ \AA}$ , согласуется как с ориентированной ( $r$ -срез) решеткой  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , так и с решетками титаната стронция и YBCO. Кроме того, температурный коэффициент линейного расширения диоксида церия близок по значению к температурным коэффициентам STO и YBCO.

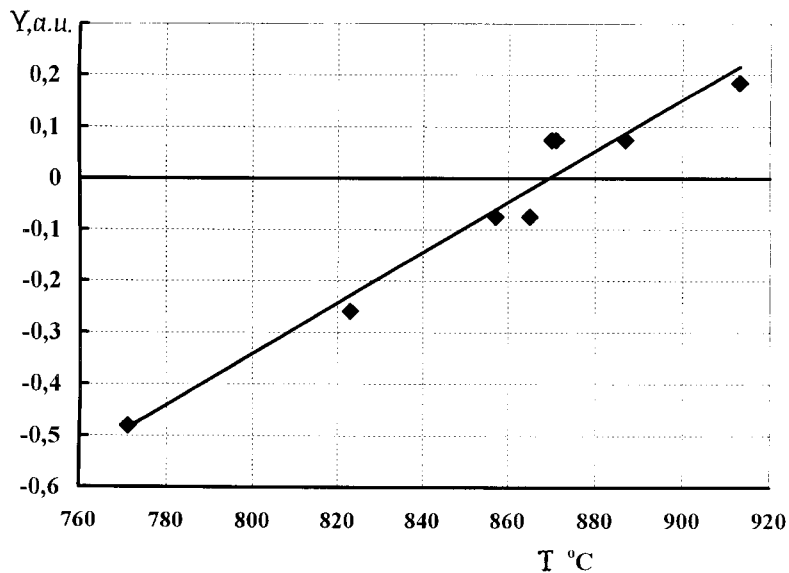
Качество буферного слоя  $\text{CeO}_2$ , а именно наличие в пленке блоков только одной ориентации или присутствие блоков с различной ориентацией к поверхности подложки, а также величина деформации растяжения или сжатия решетки во многом определяют дальнейший рост структурно совершенных пленок YBCO и STO.

В данной работе были проведены исследования роста пленок оксида церия на подложках  $r$ -ориентированного сапфира с целью получения покрытий данного буферного слоя с преимущественной ориентацией (200) к поверхности подложки при минимальных деформациях решетки.

Для получения пленок оксида церия использовался метод ВЧ магнетронного распыления керамической мишени  $\text{CeO}_2$ . Осаждение пленок проводилось в атмосфере чистого кислорода. Время предварительного распыления на закрытую заслонку составляло 15–20 min. Рабочее давление, составлявшее в начале процесса осаждения 60 Pa, в течение 30 min уменьшалось до 8 Pa, после чего не менялось в течение процесса роста пленки. Общее время осаждения пленки составляло 120 min. Температура нагревателя подложек при получении пленок варьировалась от 770 до 910°C. По окончании процесса роста пленки охлаждались в чистом кислороде при атмосферном давлении.

Фазовый состав и структурное совершенство пленок  $\text{CeO}_2$  были исследованы методом рентгеновской дифрактометрии.

Анализ фазового состава полученных пленок  $\text{CeO}_2$  показал, что в зависимости от температуры синтеза пленка либо является преимущественно ориентированной, с ориентацией (200) относительно поверхности подложки, либо в ней присутствуют две фазы с ориентацией (200) и (111). При этом пленки смешанной ориентации (содержащие фазы (200) и (111)) образуются при температурах синтеза меньших, чем пленки с преимущественной ориентацией блоков (200). Данный анализ проводился сравнением интегральных интенсивностей пиков (200) и (111), нормированных на соответствующие интенсивности, измеренные для порошковых образцов [3].

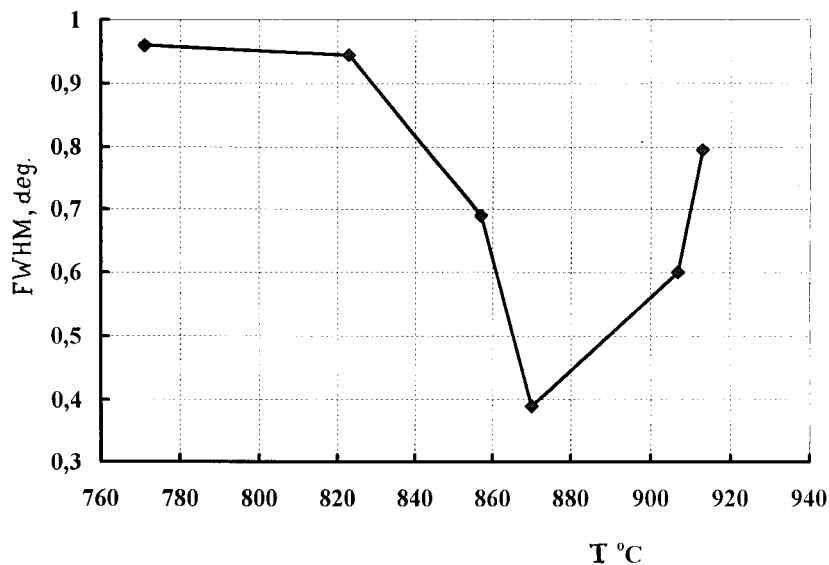


**Рис. 1.** Зависимость напряженности пленок  $\text{CeO}_2$  от температуры держателя подложек.

Для более точной оценки температурного диапазона синтеза, в котором формируются пленки оксида церия с преимущественной ориентацией (200) и параметрами решетки, соответствующими монокристаллическим образцам, проведен детальный анализ рентгенограмм полученных образцов, позволяющий определить величину деформации растяжения или сжатия решетки. Данный анализ проводился путем сравнения межплоскостных расстояний, измеренных для фазы (200) полученных пленок, с межплоскостным расстоянием для той же фазы порошкового образца

$$Y = \frac{d - d_{\text{п}}}{d_{\text{п}}} \cdot 100,$$

где  $Y$  — относительная напряженность пленки,  $d$  — межплоскостное расстояние для исследуемых образцов,  $d_{\text{п}}$  — межплоскостное расстояние для порошкового образца.



**Рис. 2.** Зависимость интегральной ширины пика (200) от температуры держателя подложек.

Зависимость величины деформации решетки, определяющей общую напряженность пленки, от температуры синтеза приведена на рис. 1. Результаты исследования позволяют сделать вывод о том, что оптимальная температура держателя подложек составляет в нашем случае  $\sim 870^\circ\text{C}$ . Получаемые при данной температуре пленки обладают наименьшей напряженностью решетки при отсутствии включений фаз с ориентацией (111).

Зависимость интегральной ширины пика (200) от температуры держателя подложек, говорящая о структурном качестве самой фазы (200), приведена на рис. 2. Необходимо отметить, что температура синтеза, позволяющая получать пленки  $\text{CeO}_2$  с преимущественной ориентацией (200) к поверхности подложки и минимальными напряжениями в решетке (рис. 1), является также оптимальной с точки зрения размеров кристаллитов. Фактическое отсутствие напряжений в пленках, полученных при температуре держателя подложек  $\sim 870^\circ\text{C}$ , говорит о том, что при оптимальной температуре синтеза абсолютная величина

ширина пика (200) определяется, по-видимому, только величиной области когерентного рассеяния рентгеновских лучей в пленке.

Таким образом, проведенные исследования позволяют сделать вывод о том, что температура держателя подложки в процессе роста пленки является одним из определяющих факторов для формирования высококачественных пленок оксида церия. Наличие минимума в зависимости ширины рентгеновского пика от температуры говорит о существовании оптимальной температуры синтеза пленок  $\text{CeO}_2$ . В нашем случае оптимум температуры нагревателя приходится на  $\sim 870^\circ\text{C}$ . Таким образом, вышеописанный технологический режим позволяет получать структурно совершенные пленки буферного слоя  $\text{CeO}_2$ , что открывает широкие возможности для дальнейшего получения высококачественных пленок YBCO и STO на сапфире.

## Список литературы

- [1] *Hollmann E.K., Vendik O.G., Zaitsev A.G.* // Supercond. Sci. Technol. 1994. V. 7. P. 609–622.
- [2] *Zaitsev A.G., Ockenfuss G.* // J. Appl. Phys. 1997. V. 81(7). P. 3069–3072.
- [3] *Vassenden F., Linker G., Geerk J.* // Physica C. 1991. V. 175. P. 566–572.