

# 大面积双面外延 YBCO 超导薄膜研制

李言荣<sup>1</sup>, 陶伯万<sup>1</sup>, 刘兴钊<sup>1</sup>, 罗 安<sup>1</sup>, J. Geerk<sup>2</sup>, F. Ratzel<sup>2</sup>, R. Smithy<sup>2</sup>

(1. 电子科技大学, 成都 610054; 2. INFP, FZK of Karlsruhe, Germany)

摘 要: 本文通过倒筒式直流对靶溅射 (ICP) 方法, 在 3 英寸范围内 LaAlO<sub>3</sub> 和蓝宝石 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 单晶基片上成功实现了两面同时沉积 YBCO (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub>) 高温超导外延薄膜, 其  $T_{C0} = 88 \sim 91\text{K}$ ,  $J_C = 1 \sim 5 \times 10^6 \text{A/cm}^2$ ,  $R_S (77\text{K}, 145\text{GHz}) = 20 \sim 40\text{m}\Omega$ , 双面薄膜的两面一致性和面内均匀性都非常良好, 可以满足微波器件研制的要求。

关键词: 高温超导; YBCO; 外延薄膜

中图分类号: TN451 文献标识码: A 文章编号: 0372-2112 (2000) 12-0131-02

## Large Area Double-sided YBCO Epitaxial Superconducting Thin Film

LI Yan rong<sup>1</sup>, TAO Bo-wan<sup>1</sup>, LIU Xing-zhao<sup>1</sup>, LUO An<sup>1</sup>, J. Geerk<sup>2</sup>, F. Ratzel<sup>2</sup>, R. Smithy<sup>2</sup>

(1. Institute of Information Material & Engineering, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China  
2. INFP, FZK of Karlsruhe, Germany)

Abstract: Epitaxial YBCO (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub>) thin film of large area sized at  $\Phi 30\text{mm}$  3 inch are deposited at the same time on LaAlO<sub>3</sub> and sapphire substrates by inverted cylindrical opposed target sputtering technology (ICP). These films show the values of  $T_{C0} = 88 \sim 91\text{K}$ ,  $J_C = 1 \sim 5 \times 10^6 \text{A/cm}^2$ ,  $R_S (77\text{K}, 145\text{GHz}) = 20 \sim 40\text{m}\Omega$ . The homogeneity of film at any side and reproducibility of film at both sides are good enough, to be applicable in microwave devices.

Key words: superconductor; YBCO; thin film

### 1 引言

由高温超导薄膜制作的微波无源器件 (如滤波器、谐振器、延迟线等) 在高灵敏度接收机前端和卫星通信地面接收站等上的应用是当前高温超导技术的主要应用方向之一, 而这些器件的关键是研制出高质量的沉积在大面积 ( $\Phi > 30\text{mm}$ , 特别是 3 英寸) 尺寸的低损耗基片 (如蓝宝石、LaAlO<sub>3</sub>、MgO 等) 上的 YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> (简称 YBCO) 外延薄膜。对 YBCO 双面膜, 目前国内外主要采用单面分别沉积和双面旋转同时沉积两种方法, 但单面分别沉积由于基片翻转前后所得薄膜的两面性能相差很大, 常常第一面的微波表面电阻 ( $R_S$ ) 比第二面的高出好几倍, 甚至数十倍, 而双面旋转沉积虽然两面性能基本一致, 但基片面积较大时膜中央和边缘厚度相差 1/3 左右<sup>[1,2]</sup>。对沉积大面积 YBCO 薄膜, 主要有 MOCVD、PLD 和直流磁控溅射等法, 但 PLD 和 MOCVD 法是高瞬时沉积, 过饱和度大、膜内缺陷多, 尤其是阳离子无序来不及通过升高基片温度 (简称基温) 而重新排列, 对制备取向薄膜是不利的<sup>[3]</sup>。直流磁控溅射法溅射率低、膜面平整光亮、工艺成熟、简单易控, 已广泛应用于多元无机氧化物薄膜的沉积。

本文利用德国 FZK 科研中心的倒筒式直流溅射装置 (不加磁环)<sup>[4,5]</sup>, 通过对加热腔体中基片旋转系统的进一步改进, 成功的研制出了 3 英寸、双面同时沉积的 YBCO 薄膜, 双面膜性能均匀、一致性好、稳定易重复。

### 2 实验过程

在倒筒式磁控溅射装置上采用辐射式加热, 如图 1 所示装置<sup>[5]</sup>。为了引出靶辉光, 在加热腔上开有 60mm 两圆孔, 两靶 ( $\Phi 70\text{mm}$ ) 间距 120mm, 两靶与基片对称分布, 内有特殊 CrNi (inconel 材料) 加热薄片 (0.1mm) 制成的长方形腔体加热箱形成黑体辐射条件, 通过欧姆加热 (电流可达 200A) 基温可达 1000 °C, 在 3 英寸基片尺度范围内温度不均匀性在  $\pm 5^\circ\text{C}$ 。基片夹具通过夹持杆固定, 夹具是自行设计的、可以固定  $\Phi 30\text{mm} - 3\text{inch}$  范围的各种尺寸和形状的基片边缘, 通过计算机控制步进马达伺服系统使基片既自转又可改变  $x$  轴 ( $\pm 30\text{mm}$ ) 和  $y$  轴 ( $\pm 20\text{mm}$ ) 距离, 因为如果基片中央正对靶中心线, 形成的膜则中间较厚、边缘较薄, 现使基片表面偏离靶中心线 20mm 距离后固定  $x$ 、 $y$  坐标, 这样两靶对溅射时虽然辉

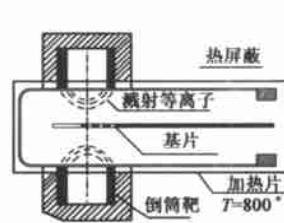


图 1 倒筒式直流溅射  
双面同时沉积装置

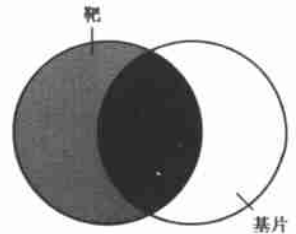


图 2 溅射过程中靶 (左) 和  
基片 (右) 的几何位置

光只能照射到 3 英寸基板的大约 40% 面积, 如图 2 所示, 但溅射成膜过程中齿轮传动带动基板自转, 以使整个 3 英寸基板被辉光覆盖的时间和强度相近. 这样在参考文献[5]的基础上再通过以上的改进, 可确保膜厚的均匀分布和超导性能的面内均匀性, 通过两靶溅射参数的分别优化调整等过程以确保膜两面性能的一致性.

### 3 实验结果与讨论

在该改进的装置上分别沉积 3 英寸范围内的各种尺寸 YBCO/LaAlO<sub>3</sub>(100)/YBCO 和 YBCO/CeO<sub>2</sub>/rf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub>/YBCO 薄膜. 溅射速率控制在 ~ 0.4nm/min, 通过大量实验选定最佳溅射条件见表 1.

表 1 3 英寸 YBCO 双面膜的最佳溅射参数

工艺条件	薄膜	YBCO	CeO <sub>2</sub>
Mode		DC	RF
Target		YBCO Sinter	CeO <sub>2</sub> Sinter
P(O <sub>2</sub> )		2 × 10 <sup>-1</sup> mbar	0.5 × 10 <sup>-1</sup> mbar
P(Ar)		2 × 10 <sup>-1</sup> mbar	0.5 × 10 <sup>-1</sup> mbar
Time(hr)		20	2
Thickness(nm)		350-400	10
Ts(°C)		730-750	800-850
P(W)		130	100

RBS 分析薄膜的成分为 Y<sub>1</sub>Ba<sub>1.7-1.8</sub>Cu<sub>3.2-3.3</sub>O<sub>y</sub>, 感应法测试 T<sub>C</sub> 值在 88K-91K, 刻蚀成 30μm × 100μm 微桥后测试其 J<sub>c</sub> 值分布在 1-5 × 10<sup>6</sup>A/cm<sup>2</sup>, 在蓝宝石基板上超导膜的 R<sub>s</sub> 值主要为 20-40mΩ(77K, 14.5GHz); 在 LaAlO<sub>3</sub> 大面积基板上超导双面膜的典型 R<sub>s</sub> 值为 ~ 400μΩ(77K, 8.5GHz) 见图 3.

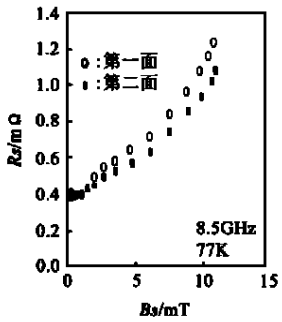


图 3 典型大面积 YBCO/LaAlO<sub>3</sub>/YBCO 双面膜的 R<sub>s</sub> 曲线

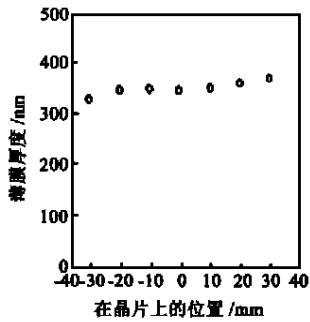


图 4 3 英寸双面膜径向膜厚分布

图 4 是双面膜中任选一面的位置——膜厚分布示意图, 可见 3 英寸范围内厚度分布基本是均匀的. 图 5 是 3 英寸 YBCO/CeO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub>/YBCO 双面膜两面选取点的 T<sub>C0</sub> 值大小, 可见膜面内和膜外两面的电性能是相似的. 任一面的 XRD 曲线, 其(005)峰摇摆曲线半高宽(FWHM)为 0.436°, 可见 YBCO 结晶和外延取向性能良好.

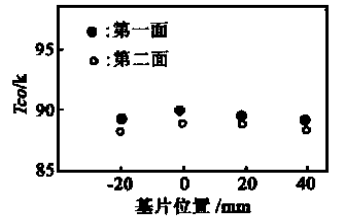


图 5 3 英寸双面膜的选点 T<sub>C0</sub> 值分布

另外, 本文还通过光学显微镜对比研究了薄膜沉积前后 LaAlO<sub>3</sub> 基板中的缺陷移动, 发现了沉积前单晶基板内的孛晶缺陷经过高温沉积膜后缺陷相互融合并长大的现象, 说明基板的质量及基板的清洁程度对高质量的外延薄膜是至关重要的.

总之, 我们成功地通过倒筒式直流溅射装置, 基板在 xy 面内自转、特殊的加热腔体结构, 实现了在一个溅射腔体中 3 英寸基板的两面同时均匀沉积, 所得双面膜的面内和面间的微观结构和宏观电性能一致性好, 可以满足无源微波器件对双面膜性能的要求.

作者之一(李)感谢德国 FZK 中心 Prof. Dr. J. Geerk 的邀请和资助.

#### 参考文献:

[1] 李言荣, 等. 低温物理学报. 1997, 19: 222.  
 [2] H. Kittle, Y. R. Li et al. IEEE Trans. Appl. Supercond., 1997, 7: 2784.  
 [3] R. Schinder et al. FZK Report [R]. Karlsruhe of Germany, 1998.  
 [4] J. Geerk, G. Linker, O. Meyer, Mater. Sci. Rep., 1989, 4: 193.  
 [5] J. Geerk et al. IEEE Trans. Appl. Supercond., 1999, 9: 1543.

#### 作者简介:



李言荣 1962 年出生, 1992 年获中科院理学博士, 现为电子科技大学教授、博士生导师, 信息材料工程学院院长. 目前主要从事高温超导薄膜材料及微波器件、铁电薄膜材料、材料物理与化学、钙钛矿固态化学等方面的科研、教学及人才培养等工作; 已发表学术论文 70 余篇, 发明专利 3 项, 被 SCI、EI、ISTP 等检索、国外同行索取、引用共 100 余次.