

Винахід належить до області безконтактного визначення ефективності обробки поверхні високотемпературних надпровідників (ВТНП). Він може бути використаний в галузях мікроелектроніки, де існує необхідність контролювати якість поверхні надпровідного матеріалу та досліджувати характеристики отриманих на ВТНП функціональних шарів.

Створення поверхневих неоднорідностей є ключовим напрямом в сучасній технології виробництва мікросхем. Такі способи модифікації поверхні як іонне та електронне опромінення, а також різного роду травлення широко використовуються для обробки напівпровідників та знаходять велике розповсюдження відносно ВТНП. Таким чином, виникає потреба розробляти засоби для вивчення отримуваних змін та для контролю технологічних операцій при формуванні на поверхні матеріалу необхідної топології. Поверхневі неоднорідності зазвичай формуються або шляхом обробки поверхні через маску, або за допомогою інших методів (сфокусований пучок часток, скануючий зонд тощо) локальної зміни властивостей матеріалу що модифікується. В результаті вздовж поверхні виникає потенційний рельєф, який визначається залежністю параметрів матеріалу від координат.

Потенційний рельєф на поверхні ВТНП формують за допомогою опромінення прискореними частками або шляхом хімічної обробки. Використання даних методів обробки поверхні призводить до зміни її властивостей, при цьому геометрії механічного та надпровідного рельєфів не обов'язково співпадають, оскільки на межах розподілу оброблених і необроблених областей формується ненадпровідна фаза. Саме тому при формуванні рельєфу на ВТНП та при контролі його властивостей необхідно визначити положення меж між надпровідним і ненадпровідним матеріалом, що неможливо при використанні тільки методів контролю механічних параметрів рельєфу. Наявність надпровідних властивостей поширює можливості щодо виявлення поверхневих пошкоджень.

Для виявлення модифікації поверхневих властивостей та визначення ефективності різних впливів на ВТНП можна використовувати локальні виміри стану надпровідного матеріалу [1]. Проте вони багато коштують і не завжди можуть використовуватися, оскільки потребують відсутності ненадпровідної фази на надпровідному рельєфі. Потужною методикою дослідження ВТНП також є вимірювання і аналіз відгуку зразка на змінне магнітне поле, котрі в багатьох роботах (дивись, наприклад, [2-8]) використовуються для визначення глибини проникнення магнітного поля, знаходження величин полів, що визначають входження магнітного потоку у зразок, дослідження поверхневого імпедансу і т. д.

В малих магнітних полях зміна діаманітного відгуку зумовлена зміною розміру області простору, яка доступна для полів розсіювання вимірювальних датчиків. Так, при визначенні першого критичного поля [2, 3] зміна розмірів простору відбувається завдяки зсуванню межі між мейснерівською фазою та фазою змішаного стану вглиб зразка. При точних вимірах глибини проникнення поля в зразок зсування цієї межі відбувається при зміні температури [4, 5]. Зміна поверхневого імпедансу при прикладенні зовнішнього сталого поля також може бути пов'язана з її переміщенням [6]. У вимірах діаманітного відгуку досягається висока чутливість щодо знаходження відносного положення цієї межі, особливо, коли використовуються резонансні методи. Так, в

роботі [7] було досягнуто чутливість у 10 А/Гц . Даний ефект може бути використаний для контролю процесів обробки поверхні.

Хоча методи виміру діаманітного відгуку і мають високу чутливість, але в них є вада, яка пов'язана з необхідністю високої точності розміщення зразка поблизу вимірювального датчика. Ця особливість ускладнює використання перерахованих способів для контролю поверхневої обробки, оскільки виникає необхідність точного позиціонування датчику та поверхні зразка як до, так і після обробки. У тих випадках, коли нема можливості двічі відтворити взаємне розташування зразка що досліджується і датчика, вживають додаткові шари надпровідного матеріалу, котрі використовуються як внутрішні еталони [4, 8].

Серед способів, що можуть бути використані для виявлення змін поверхневих властивостей, найбільш близьким до запропонованого тут є метод [9]. Він дозволяє виявляти неоднорідний розподіл надпровідних властивостей на поверхні зразка. В основі способу [9] лежить аналіз параметрів магнітного відгуку на змінне поле в залежності від ступеня проникнення магнітного потоку у надпровідний матеріал, який, в свою чергу, визначається фізичними та хімічними властивостями останнього. Це дозволяє відрізнити надпровідні і ненадпровідні ділянки на поверхні ВТНП шляхом виміру локального магнітного відгуку при механічному скануванні поверхні малогабаритним вимірювальним датчиком.

При використанні способу [9] для контролю пошкоджень поверхні проявляються його вади, які пов'язані з необхідністю точної установки відстані між зразком та вимірювальним датчиком. Крім того, складна система механічного сканування в способі [9] потребує забезпечення строгої паралельності між поверхнею зразка та площиною, в якій переміщується датчик.

В основу запропонованого тут винаходу поставлена задача про розробку способу виявлення змін поверхневих властивостей високотемпературних надпровідників, в якому створення на поверхні зразка ділянки свідка анізотропної форми з незмінними властивостями в поєднанні з обертанням надпровідника у постійному магнітному полі забезпечують можливість визначення ефективності модифікації поверхні по наявності немонотонної кутової залежності діаманітного відгуку та за рахунок цього дозволяють використовувати цей спосіб для оперативного контролю технологічних процесів мікроелектроніки.

Поставлена задача вирішується тим, що в запропонованому способі виявлення змін поверхневих властивостей високотемпературних надпровідників, який включає в себе безконтактне вимірювання діаманітного відгуку зразка, що знаходиться у надпровідному стані, за допомогою вимірювального датчика, згідно винаходу в процесі обробки на поверхні зразка формується область свідка анізотропної форми з незмінними властивостями і досліджується зміна параметру діаманітного відгуку A в залежності від кута φ між віссю анізотропії свідка та напрямком зовнішнього сталого магнітного поля, яке прикладається в площині поверхні що досліджується і його значення не перебільшує величини першого критичного поля H_{c1} для даного матеріалу. В запропонованому способі виявлення змін властивостей, які відбулися під час обробки,

здійснюється по наявності немонотонної кутової залежності параметра відгуку $A(\varphi)$ за умовою $\Delta A > \Delta A_0$, де ΔA - розмах анізотропії, а ΔA_0 - поріг вимірювальної системи.

На поверхні в процесі обробки формується спеціальна область (ділянка свідка) анізотропної форми (наприклад, система смуг), яка не підпадала під зовнішній вплив.

До зразка прикладається стале магнітне поле, величина H якого не перебільшує значення першого критичного поля H_{c1} для даного матеріалу.

При обертанні поля в площині модифікованої поверхні фіксується залежність параметру діаманітного відгуку A , що вимірюється за допомогою датчика, від кута φ між віссю анізотропії свідка та напрямком поля.

По кутовій залежності параметру $A(\varphi)$ визначається величина розмаху анізотропії, яка дорівнює різниці його максимального та мінімального значень $\Delta A = A_{\max} - A_{\min}$ на всьому діапазоні зміни φ . При наявності на поверхні ділянок анізотропної форми з немодифікованими властивостями експериментальна крива $A(\varphi)$ демонструє немонотонну поведінку, критерієм якої виступає реєструєма відмінність розмаху ΔA від рівня порогу вимірювальної системи ΔA_0 . Таким чином, наявність надпровідного рельєфу виявляється по анізотропії залежності $A(\varphi)$ за умовою $\Delta A > \Delta A_0$.

Основою запропонованого способу є та обставина, що при зовнішніх полях H , менших першого критичного поля H_{c1} , глибина проникнення магнітного потоку у надпровідник мала, тобто межа мейснерівської фази розташована достатньо близько від поверхні, а її форма визначається розподілом поверхневих надпровідних властивостей та напрямом поля. При повороті останнього відносно анізотропного рисунку просторова конфігурація даної межі змінюється так, що вона сканує приповерхневі шари надпровідника. Процес можна зареєструвати за рахунок впливу зразка на вимірювальний датчик. В разі наявності на поверхні ділянок анізотропної форми з незмінними властивостями експериментальна залежність $A(\varphi)$ має немонотонний характер, критерієм якого є реєструєма відміна розмаху ΔA від рівня порогу вимірювальної системи ΔA_0 . Важливу роль при обертанні поля грає вибір кута φ між віссю анізотропії свідка та напрямком поля. Його величина повинна бути такою, щоб при обертанні поля сигнал що вимірюється проходив через значення A_{\min} та A_{\max} . Цього можна досягти, якщо φ змінюється від нуля до $360^\circ/(2n)$ (де n - порядок симетрії ділянки свідку відносно її центру) за умовою, що при $\varphi = 0$ поле орієнтовано вздовж одної з вісей симетрії. Так, для тонкої смуги, порядок симетрії якої дорівнює 2, кут φ повинен змінюватися від $\varphi = 0$ до 90° , тоді як для квадрату ($n = 4$) достатньо повертати поле в інтервалі $0 \leq \varphi \leq 45^\circ$.

Як показали дослідження, наявність на надпровідній поверхні виступаючої ділянки анізотропної форми може бути виявлена по анізотропії діаманітного відгуку всього зразка при обертанні його в зовнішньому сталому магнітному полі за умовою, що зразок до обробки був ізотропним. Цей ефект дозволяє відділяти сигнал, що дає поверхневий шар, і в тому випадку, коли внесок обробленої поверхні у загальну сприйнятливості системи малий, тому що зміну малої величини на фоні великою сталою можна проаналізувати окремо. Дана обставина суттєво знижує вимоги до конструкції датчиків що використовуються, оскільки нема необхідності приймати спеціальні заходи щодо збільшення відносного вкладу обробленої поверхні. Крім того, зміна анізотропної складової діаманітного відгуку при зміні амплітуди зовнішнього сталого магнітного поля може бути використана для визначення умов входження вихорів магнітного потоку в зразок. Тому виникає можливість не тільки виявляти сформований поблизу поверхні потенційний рельєф, але й оцінювати те, як обробка поверхні вплила на умови входження магнітного потоку в зразок.

Загальною ознакою запропонованого способу та прототипу є безконтактне вимірювання діаманітного відгуку зразка, що знаходиться у надпровідному стані, за допомогою вимірювального датчика.

Приклад конкретного виконання. Запропонований спосіб включає в себе таку послідовність операцій:

- формування на поверхні зразка ділянки свідка анізотропної форми, яка не підлягає впливу;
- охолодження зразка нижче температури надпровідного переходу;
- прикладення сталого магнітного поля $H < H_{c1}$ вздовж поверхні зразка;
- запис залежності $A(\varphi)$, порівняння величин ΔA та ΔA_0

Запропонований спосіб випробувано на полікристалічних зразках $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, які були виготовлені за стандартною керамічною технологією. Як вимірювальний датчик використовувалась плоска котушка, що одночасно була індуктивністю в коливальному контурі автогенератору, частота коливачь f (початкове значення для всіх експериментів складало 1 МГц) якого грала роль вимірювального параметру діаманітного відгуку A .

Значення Δf_0 (в даному випадку ця величина відповідає ΔA_0) визначалося амплітудою шуму вимірювального генератора і складало 2 Гц. Параметри A_{\min} і A_{\max} позначалися як f_{\min} і f_{\max} і відповідно уявляли собою мінімальне та максимальне значення частоти генератора на всьому діапазоні зміни φ . Δf - це розмах анізотропії, який відповідає ΔA .

В першому випадку потенційний рельєф на поверхні надпровідника формувався за рахунок створення механічного рельєфу при розпиленні ВТНП похилим пучком іонів Ar^{+4} з енергією 25 кеВ через маску у вигляді

смуг. Глибина травлення при цьому складала 6000 Å. Зразок розташовувався в магнітній системі з кріостатом ($T=77K$) так, щоб модифікована поверхня була безпосередньо поблизу від плоского датчика. Надпровідник охолоджувався в нульовому зовнішньому полі. Потім до нього прикладалося планарне поле $H=5E$ і воно оберталося навколо датчика із зразком. На рис. 1 представлено схематичний вигляд отриманої

залежності $f(\varphi)$ при зміні кута φ від 0 до 360°. Розмах анізотропії Δf складав 150 Гц, що дозволило визначити чутливість методу по відношенню до глибини механічного рельєфу. Відповідно було встановлено,

що запропонований спосіб дозволяє визначати пошкодження глибиною 60 Å по зміні частоти резонансного контуру на 1 Гц. Дану величину можна легко зафіксувати експериментальним шляхом за допомогою стандартних методів виміру частоти.

У другому випадку запропонований спосіб був використаний для дослідження деградації поверхні ВТНП у вологій атмосфері (час перебування зразка у ній складав 1 хвилину). Потенційний рельєф було створено за рахунок області свідка, отриманої через маску анізотропної форми, при цьому механічний рельєф не формувався. Для величини зовнішнього поля $H=20$ Е було досягнуто значення розмаху анізотропії $\Delta f=35$ Гц. Отримана кутова залежність мала вигляд, аналогічний тому, що показаний на фіг.

Таким чином запропонований спосіб виявлення змін поверхневих властивостей високотемпературних надпровідників забезпечує достатньо високу чутливість і дозволяє з високим ступенем точності оцінювати ефективність впливу на поверхню ВТНП як при наявності механічного рельєфу, так і в разі його відсутності.

Джерела інформації, що були прийняті до уваги при складанні заявки:

1. S. J. Bending // *Advances in Physics* - 1999. - v. 48, № 4. - P. 449.
2. S. Sridhar, Dong-Ho Wu, W. Kennedy // *Phys. Rev. Lett.* - 1989. - v. 63, № 17. - P. 1873.
3. Dong-Ho Wu, C. A. Shiftman, S. Sridhar // *Phys. Rev. B.* - 1988. - v. 38. - P. 9311.
4. R. Prozorov, R. W. Giannetta, A. Carrington et al. // *Appl. Phys. Lett.* - 2000. - v. 77, № 25. - P. 4202.
5. R. Prozorov, R. W. Giannetta, A. Carrington, F. M. Araujo-Moreira // *Phys. Rev. B.* - 2000. - v. 62, № 1. - P. 115.
6. A. I. Dyachenko, V. V. Chabanov // *J. Low Temp. Phys.* - 1994. - v. 20 (3). - P. 185.
7. Е. 3. Мейлихов, В. Г. Шапиро // *СФХТ* - 1991. - Т. 4, № 8. - С. 1437.
8. Two-coil apparatus for measuring the absolute value of magnetic penetration depth α of superconductor films: United States Patent № 5781009, 14 July 1998, МКИ G01R 033/035; G01R 033/12.
9. Apparatus and method for mapping inhomogeneities on the surface of bulk and thin film superconductors: United States Patent № 5030912, 9 July 1991, МКИ G01R 033/14; G01N 027/80. (прототип).

