

MORFOLOGÍA DE LA SUPERFICIE DE PELÍCULAS DELGADAS DE YBaCuO Y DE HoBaCuO Y DE CAPAS SUPERCONDUCTORAS DE BiSr(Pb)CaYCuO TRATADAS MEDIANTE IRRADIACIÓN CON LUZ LÁSER INFRARROJA

F.A. Pérez, L.F. Castro, E. Baca, E. Solarte

Departamento de Física
Universidad del Valle, AA 25360 Cali, Colombia

Resumen

La morfología superficial de Películas y Capas Superconductoras, antes y después del tratamiento con radiación de láser de CO₂ a 10.6 μm, fue investigada mediante Microscopía de Fuerza Atómica. Los resultados, para las películas delgadas, muestran disminución en la rugosidad de las muestras, indican también efectos de recristalización y de homogeneización de la estructura de terrazas. Para las capas superconductoras se presenta disminución en la rugosidad local por efecto del aplanamiento de las estructuras existentes, pero a gran escala se presentan huecos cuya densidad aumenta con el tiempo de irradiación.

Abstract

Atomic Force Microscopy was used to study the morphological surface changes of HTc superconductor probes, due to laser irradiation (CO₂ @ 10.6 μm). For HTc thin films (YBCO and HoBCO), results shown a reduction of probes surface roughness, as well as indicated re-crystallization effects, and homogenization of the surface step structures. For thick layers (BSCCO), a local decrease of the surface roughness was observed, which is strength related to the local structures smooth off caused by the laser action. In a higher scale, however, the layer surface exhibits holes, whose density grows with the irradiation time.

INTRODUCCION

Debido a la posibilidad de utilizar los superconductores de alta temperatura crítica como sensores de radiación [1], la mayor parte de los trabajos realizados se han limitado a la determinación de propiedades ópticas y, en particular, a determinar las características de la fotorrespuesta [2] de estos materiales al ser iluminados.

La posibilidad de mejorar el proceso de producción de superconductores de alta temperatura crítica, reduciendo los tiempos y los procesos de fabricación, mediante la utilización de la radiación infrarroja del láser de CO₂, fue la iniciativa fundamental que motivó este trabajo, ya que al afectar las superficies mediante la irradiación, aún en condiciones moderadas de potencia del láser, se pueden producir efectos en la superficie o en el bloque que afecten no sólo las propiedades de superconductividad, sino también las características de estructura y de superficie que hacen de las películas delgadas superconductoras objetos interesantes para aplicaciones en microelectrónica. El objeto de este trabajo es estudiar los efectos de la irradiación sobre la morfología superficial de las

muestras, estudiando su superficie mediante microscopía de fuerza atómica, (AFM) antes y después de los procesos de irradiación.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para poder estudiar el efecto de la radiación láser se deben controlar algunas variables que afectan el comportamiento de las muestras, tales como la temperatura y la presión. El control de estos parámetros se logró mediante el diseño de una cámara de vacío, para aislar las muestras durante el proceso de irradiación con el láser de CO₂, de tal manera que se pueda controlar mediante bombeo e inyección la presión de la atmósfera interna del gas que se utilice para bañar la muestra y en la cual se puede medir la temperatura alcanzada por esta durante el proceso de irradiación. La cámara de irradiación y el sistema óptico empleado fueron descritos en un trabajo anterior [3] y se muestra esquemáticamente en la Figura 1. El haz de radiación emitido por el láser se lleva a la cámara de irradiación mediante un sistema de deflexión de 90°, conformado por un espejo plano y una lente convergente. El espejo está montado sobre una base ajustable (dos grados de libertad) unida a un brazo articulado (un grado adicional), de manera que se puede alinear el sistema óptico tanto con el haz incidente del láser como con el eje óptico de la lente de enfoque. La lente convergente de ZnSe, de 12.5 mm EFL, se encuentra acoplada a la cámara de irradiación mediante una extensión de fuelle, de manera que se puede modificar la distancia entre la lente y la superficie de la muestra.

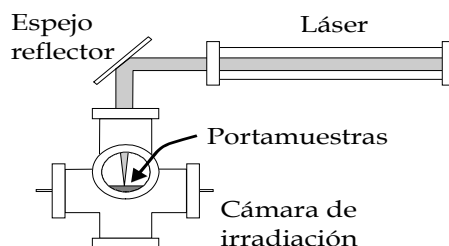


Figura 1. Esquema del sistema de irradiación de las muestras.

Se fabricaron muestras de películas delgadas epitaxiales de YBa₂Cu₃O_{7-δ} y de HoBa₂Cu₃O_{7-δ} sobre sustratos de SrTiO₃ por el método de deposición catódica, y muestras de capas gruesas de Bi₂Sr_{1.4}(Pb)Ca_{1.7}Y_{0.3}Cu₃O₁₀, sobre sustratos de MgO, por el método de fundido y recocido, siguiendo las técnicas desarrolladas por el grupo de Películas Delgadas de la Universidad del Valle [4, 5]. Las muestras de 200 nm de espesor fueron sometidas a una serie de irradiaciones con las características que se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de las irradiaciones efectuadas a las muestras gruesas de $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,4}(\text{Pb})\text{Ca}_{1,7}\text{Y}_{0,3}\text{Cu}_3\text{O}_{10}/\text{MgO}$, y en películas delgadas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{SrTiO}_3$ y de $\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}/\text{SrTiO}_3$

$\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,4}(\text{Pb})\text{Ca}_{1,7}\text{Y}_{0,3}\text{Cu}_3\text{O}_{10}/\text{MgO}$	Irradiación			
	1	2	3	4
Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	198	195	210	180
Potencia del láser [W]	1,5	1,4	2,0	1,0
Tiempo [min]	10	10	20	10
Presión de O_2 [Torr]	1×10^{-5}	1×10^{-4}	1×10^{-4}	760

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}/\text{SrTiO}_3$	Irradiación		
	1	2	3
Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	187	198	180
Potencia del láser [W]	1,2	1,3	1,0
Tiempo [min]	10	20	10
Presión de O_2 [Torr]	1×10^{-5}	1×10^{-4}	760

$\text{HoBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}/\text{MgO}$	Irradiación
Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	192
Potencia del láser [W]	1,2
Tiempo [min]	10
Presión de O_2 [Torr]	760

La caracterización morfológica de las muestras se realizó antes y después de cada irradiación. Para la caracterización morfológica por AFM de las muestras se eligieron 5 sitios sobre la película. En cada análisis, se efectuó el barrido de la superficie de la muestra y se obtuvo la imagen digital de la región estudiada. Se realizó posteriormente el procesamiento de la imagen para definir la topografía de la superficie y obtener los valores promedio de distribuciones de altura.

RESULTADOS Y DISCUSION

En la Figura 2 se presenta un mosaico de imágenes de la muestra de $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,4}(\text{Pb})\text{Ca}_{1,7}\text{Y}_{0,3}\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ antes de las irradiaciones y después de cada irradiación. El área barrida corresponde a $5 \times 5 \text{ m}$. De las imágenes obtenidas se puede observar a lo largo de los cinco sitios escogidos, una topografía irregular, sin un patrón definido, formada de montículos aislados, cadenas de montículos y algunas depresiones. En algunos lugares de estas elevaciones y depresiones se presentan terrazas o gradas. Estas terrazas se pueden observar con mayor claridad en el corte en sección transversal. El resultado del promedio de la altura de los escalones acompañado del resultado de promedio de las variables estadísticas que miden la topografía (Altura P-V, Altura media, Altura mediana, Rugosidad media y Rugosidad RMS), se consignan en la Tabla 2.

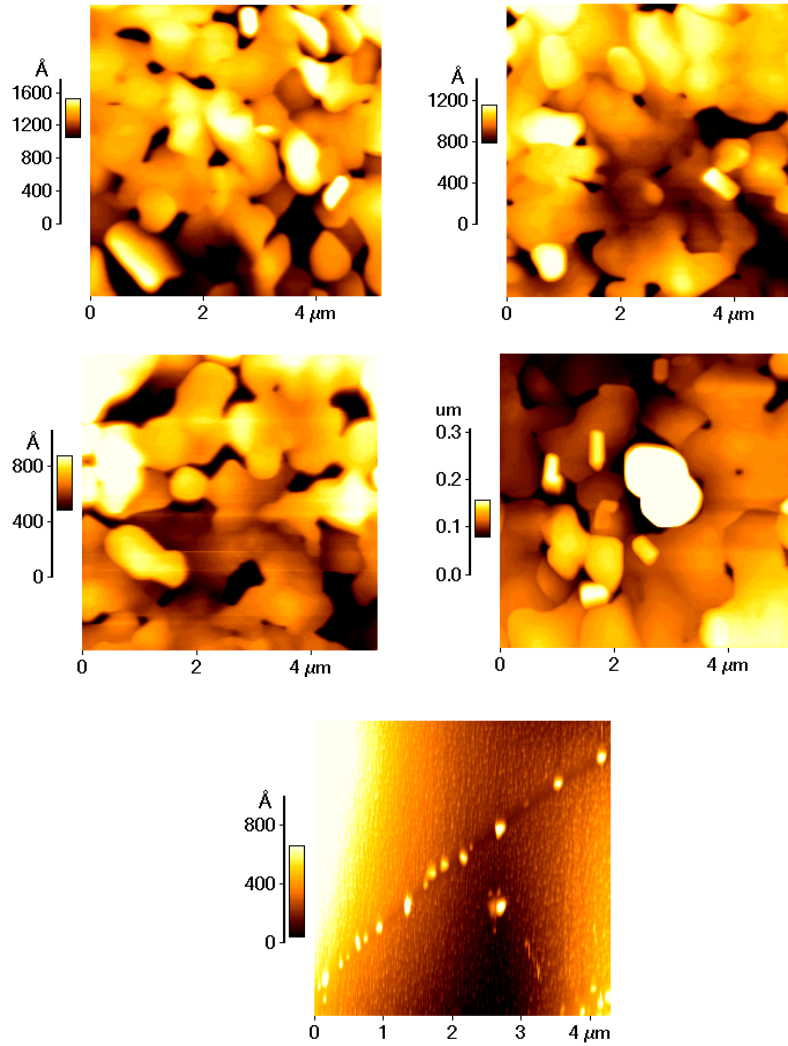


Figura 2. Resultados obtenidos de la caracterización morfológica de una capa de $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.4}(\text{Pb})\text{Ca}_{1.7}\text{Y}_{0.3}\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ antes de la irradiación y después de la cada irradiación.

Los datos obtenidos sugieren que la irradiación afecta la rugosidad superficial de la película. Antes de la irradiación la muestra presenta una rugosidad RMS de 178 (y rugosidad media 127) que disminuye con la primera irradiación a 120 (y rugosidad media 96), aumenta sólo levemente después de la segunda a 124 (y rugosidad media constante en 96), aumenta fuertemente con la tercera a 323 (y rugosidad media 208) y disminuye con la cuarta a 183 (y rugosidad media 146).

Para encontrar una explicación a este comportamiento se debe revisar detenidamente las condiciones en las cuales se llevaron a cabo cada una de las irradiaciones, presentadas en la Tabla 1. Se observa que un parámetro correlacionado podría ser el tiempo de irradiación de la muestra, es decir, esencialmente con 10 minutos de irradiación la rugosidad de la muestra disminuye y con 20 minutos de irradiación la rugosidad aumenta.

Tabla 2. Resultados encontrados en la topografía de la muestra superconductora de BSCCO antes de iniciar las irradiaciones y después de la cada irradiación.

		Pre-irradiación	Post-irradiación			
			1 ^a	2 ^a	3 ^a	4 ^a
Altura P-V	[Å]	1710	1370	933	3280	1000
Altura Media	[Å]	1270	899	568	1116	290
Altura Mediana	[Å]	1240	885	568	1120	332
Rugosidad RMS	[Å]	178	120	124	323	183
Rugosidad Media	[Å]	127	96	96	208	146
Altura del escalón	[Å]	4,9	7,7	4,8	6,5	11,3

Para entender lo observado en el análisis morfológico, se puede suponer que durante una irradiación ocurren dos fenómenos que tienen efectos opuestos sobre la rugosidad de la muestra. En primer lugar, que la irradiación modifica fuertemente la textura de la película, produciendo la aparición de precipitados y el ensanchamiento de los agujeros existentes sobre la superficie de la muestra. Esto al parecer se debe a fluctuaciones locales en el perfil del láser. Por otra parte, se tiene otro efecto de la irradiación que es el aplanamiento de los picos más altos. Al parecer el efecto de elevamiento local de la temperatura, favorece el desplazamiento de material desde las partes más altas hacia las bajas.

Imágenes típicas de la caracterización morfológica de las muestras de YBaCuO se muestran en la Figura 3.

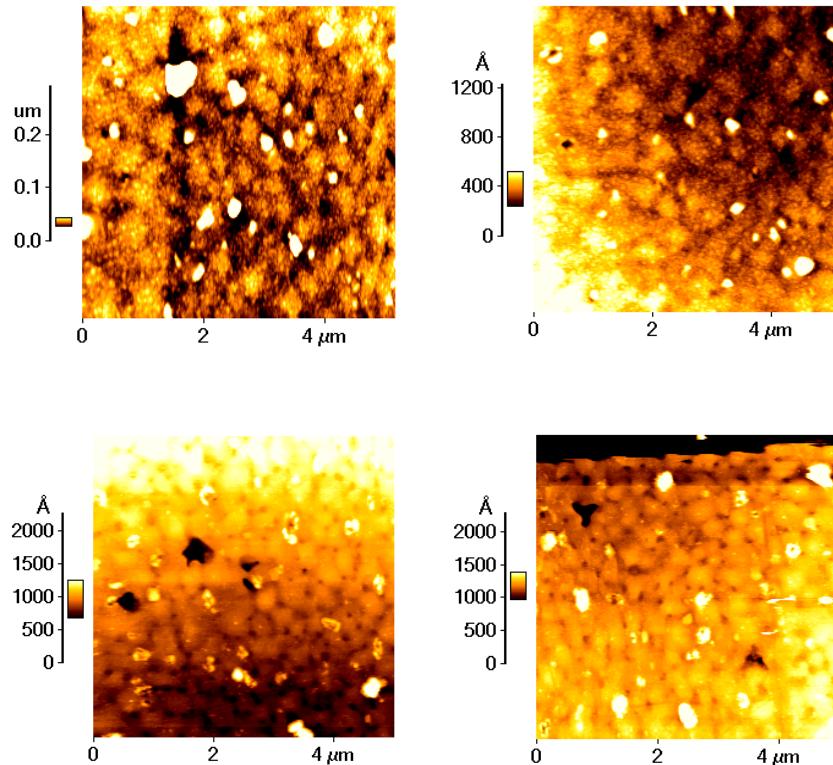


Figura 3. Resultados obtenidos de la caracterización morfológica de una película delgada de YBaCuO antes de la irradiación y después de la cada irradiación.

Como en el caso anterior de las capas de $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,4}(\text{Pb})\text{Ca}_{1,7}\text{Y}_{0,3}\text{Cu}_3\text{O}_{10}$, las imágenes de las superficies de YBaCuO , reflejan una topografía irregular en los cinco sitios explorados, con la diferencia de que ahora se observa claramente una textura granulosa en toda la superficie, lo cual pudo observarse con mayor detalle en el corte en sección transversal. Por otra parte, también en estas muestras se observó la aparición de depresiones sobre la superficie a medida que se irradia, no obstante, las terrazas no fueron observadas en sitio alguno.

Con los resultados obtenidos en estos sitios se calculó un promedio de las variables estadísticas que miden la topografía (Altura P-V, Altura media, Altura mediana, Rugosidad media y Rugosidad RMS), estos resultados se consignan en la Tabla 3. Dado que se trata de una película delgada, los valores de la rugosidad son menores que los encontrados en el caso de las capas de BSSCO. No obstante, los datos obtenidos sugieren que la irradiación afecta fuertemente la rugosidad superficial de la película delgada. Antes de la irradiación la muestra presenta una rugosidad RMS de 151 (y rugosidad media 53,8) que disminuye con la primera irradiación a 89,2 (y rugosidad media aumenta a 67,9), aumenta fuertemente con la segunda a 183 (y rugosidad media 153), y disminuye con la cuarta a 109 (y rugosidad media 72,4). La consideración de las condiciones de irradiación, permite observar que un parámetro correlacionado es el tiempo de irradiación de la muestra. Siendo así, las irradiaciones con el láser de CO_2 sobre $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}/\text{SrTiO}_3$ estarían produciendo un efecto similar al observado en el BSSCO/MgO, es decir, con 10 minutos de irradiación la rugosidad de la muestra disminuye (excepto la rugosidad media durante la segunda irradiación) y con 20 minutos la rugosidad aumenta.

Tabla 3. Resultados encontrados en la topografía de la muestra superconductora de YBaCuO antes de iniciar las irradiaciones y después de la cada irradiación.

	Pre-irradiación	Post-irradiación		
		1	2	3
Altura P-V [Å]	2960	1240	2230	2250
Altura Media [Å]	330	350	945	1220
Altura Mediana [Å]	347	364	962	1220
Rugosidad RMS [Å]	151	89,2	183	109
Rugosidad Media [Å]	53,8	67,9	153	72,4

Para la caracterización morfológica por AFM de las muestras de HoBaCuO también se eligieron 5 sitios (5 zonas) en toda la película. Se calculó un promedio de las variables estadísticas que estiman la topografía (Altura P-V, Altura media, Altura mediana, Rugosidad media y Rugosidad RMS), estos resultados se consignan en la Tabla 4.

Tabla 4. Resultados encontrados en la topografía de la película delgada de HoBaCuO antes y después de la irradiación.

		Pre-irradiación	Post-irradiación
Altura P-V	[Å]	3040	2280
Altura Media	[Å]	1550	1250
Altura Mediana	[Å]	1540	1290
Rugosidad RMS	[Å]	699	466
Rugosidad Media	[Å]	587	374

Los datos obtenidos indican que la irradiación durante 10 minutos aumenta la rugosidad superficial de la película, antes de la irradiación la muestra presenta una rugosidad RMS de 699 (Rugosidad media 587) mucho mayor que después de la irradiación 466 (Rugosidad media 374). Este hecho también fue evidenciado directamente, ya que no fue posible tomar imágenes menores de $0,9\mu\text{m} \times 0,9\mu\text{m}$ antes de la irradiación pero que si fueron posibles después de la irradiación. La figura 4 muestra imágenes típicas de la superficie de HoBaCuO, antes y después de la irradiación.

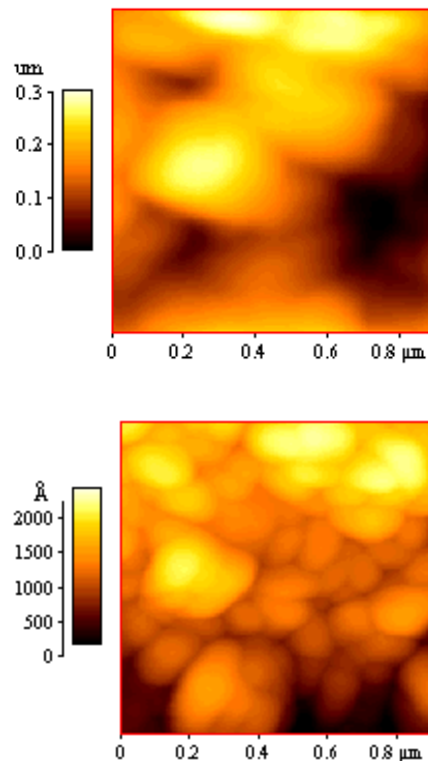


Figura 4. Resultados obtenidos de la caracterización morfológica de una película delgada de HoBaCuO antes de la irradiación y después de la irradiación.

Para entender lo observado en el análisis morfológico de las películas de YBaCuO y HoBaCuO, se puede suponer que durante una irradiación ocurren dos fenómenos que afectan de manera distinta la rugosidad de la muestra. En primer lugar, que la irradiación

produce pequeñas depresiones (o huecos) sobre la superficie de la muestra. Este efecto fue observado sobre las películas, como puede verse en la secuencia de las figuras 3 y 4, a medida que se irradia la muestra, aumenta el número de huecos en la superficie.

En segundo término, se tiene el aplanamiento de los picos más altos, efecto que fue observado por B. Kim y otros [6], con AFM sobre películas delgadas de YBaCuO/MgO durante recocidos a 1000 °C. El hecho de subir la temperatura produce un desplazamiento de material desde las partes más altas hacia las bajas. Se debe tener en cuenta que las zonas más altas a las que se hace referencia son regiones de aproximadamente 0,01 μm x 0,01 μm . El primer efecto mencionado es mayor en las películas de YBaCuO que en las de HoBaCuO. El segundo fue observado más fácilmente en la muestra de HoBaCuO.

CONCLUSIONES

La caracterización morfológica obtenida mediante la Microscopía de Fuerza Atómica, AFM, sugiere que la topografía de las películas gruesas de BiSr(Pb)CaYCuO/MgO y delgadas de YBaCuO/SrTiO y HoBaCuO/MgO utilizadas, es fuertemente afectada por la radiación infrarroja de 10,6 μm . Más precisamente, para todas las muestras se encontró que la Rugosidad disminuye cuando se irradian durante 10 minutos y también se encontró que para las muestras de BiSr(Pb)CaYCuO/MgO e YBaCuO/SrTiO la rugosidad aumenta cuando se irradian durante 20 minutos. Al parecer esto se puede entender suponiendo que durante la irradiación se presentan dos fenómenos que tienen efectos opuestos en la rugosidad.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue realizado con el apoyo de la Universidad del Valle, bajo el proyecto 1106-05-10107 financiado por COLCIENCIAS.

REFERENCIAS

-
- [1] M, Leung, P.R. Brousard, J. H. Claassen, M. Osofsky, S. A. Wolf y U. Strom, *Appl. Phys. Lett.* **51** (1987) 2046.
 - [2] B. Moix, D. P. Scherrer y K. F. Kneubühl, *Infrared Phys.* **37** (1996) 43.
 - [3] F.A. Pérez, Tesis de Maestría, Universidad del Valle, Octubre de 2000.
 - [4] E, Bacca, G. Bolaños, M. Chacón, M.E. Gómez y P. Prieto. "Superconductividad y comportamiento aislante-metal en películas gruesas de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8-x}$ "; Anales XV Congreso Nacional de Física, Ed. por M.E. Gómez, Centro de Publicaciones de Ciencias, Universidad del Valle. Pags. 85-89 (1993).
 - [5] D. Giratá, M.E. Gómez, P. Prieto. "Preparación de películas delgadas del YBCO deficientes en oxígeno"; *Rev. Colombiana de Física* **30** 363-366 (1998).
 - [6] B. I. Kim, J. W. Hong, G. T. Jeong, S. H. Moon, D. H. Lee, T. U. Shim, and Z. G. Khim "Effect of $\text{Mg}(\text{OH})_2$ on YBCO Thin-Film on MgO Substrate Studied by Atomic-Force Microscope", *J. Vac. Sci. Tec.* **B 12**, 1631 (1994)