

蓝宝石基片上制备大面积 $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ 超导薄膜*

游 峰 季 鲁 谢清连 王 争 岳宏卫 赵新杰 方 兰 阎少林[†]

(南开大学电子信息科学与技术系, 天津 300071)

(2009 年 11 月 14 日收到; 2009 年 11 月 25 日收到修改稿)

在 2 英寸双面蓝宝石基片上采用 CeO_2 作为缓冲层制备了高质量 $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ (Tl-2212) 超导薄膜. 以金属铈作为溅射靶材, 采用射频磁控反应溅射法生长了 c 轴结构的 CeO_2 缓冲薄膜, 并研究了不同生长条件对于 CeO_2 缓冲层的晶体结构及表面形貌的影响. 超导薄膜采用直流磁控溅射和后热处理的方法制备. 扫描电子显微镜 (SEM) 图像显示, 超导薄膜具有致密的晶体结构和均匀平坦的表面形貌. X 射线衍射 (XRD) 结果表明, 超导薄膜为纯的 Tl-2212 相, 具有 c 轴垂直于基片表面的结构并外延生长在 CeO_2 缓冲层上. 电磁测试结果显示了薄膜的超导电性具有高度的面内均匀性和两面一致性, 临界转变温度 T_c 为 105 K 左右, 临界电流密度 J_c (77 K, 0 T) 分别为 1.2 ± 0.1 MA/cm² 和 (1.25 ± 0.1) MA/cm², 微波表面电阻 R_s (77 K, 10 GHz) 为 390 $\mu\Omega$.

关键词: Tl-2212 超导薄膜, CeO_2 缓冲层, 蓝宝石基片

PACC: 7475, 7460J

1. 引 言

当前, 高温超导 (HTS) 薄膜在微波器件中的应用得到了广泛的研究, 其中最具实用价值的应用之一就是超导微波滤波器. Tl 系和 Y 系 HTS 薄膜是目前在超导滤波器中应用最为广泛的材料. 由于 $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ (Tl-2212) HTS 薄膜具有较高的超导转变温度, 对制冷技术的要求相对较低, 并且其在空气中具有较强的稳定性^[1-3], 有利于器件的制作和实际应用, 因此在制备高性能的微波滤波器等无源器件方面具有很高的应用价值^[4].

在微波应用中, 高温超导薄膜的衬底选择是非常重要的. 目前, 制备 Tl-2212 HTS 薄膜的常用衬底主要有 $LaAlO_3$, 蓝宝石和 MgO ^[5]. 由于 $LaAlO_3$ 与 Tl-2212 的晶格失配度较小, 而且制备工艺较为成熟, 因此大部分 Tl-2212 薄膜的制备主要是以 $LaAlO_3$ 作为衬底材料. 但是, $LaAlO_3$ 具有较高的介电常数 ($\epsilon_r = 24$), 晶体在 500 °C 左右会发生结构相变^[6,7], 而 Tl-2212 薄膜的制备过程需要多次经过该

温区, 从而易在 $LaAlO_3$ 衬底内形成大量的孪晶 (畴界), 导致其内部介电常数不均匀. 由于孪晶的出现, Tl-2212 超导薄膜的结构完整性也受到破坏, 这将会为微波电路的设计和制备带来难度. 相对而言, 蓝宝石基片的介电常数较小 ($\epsilon_r = 9-12$), 介质损耗低 (在 77 K 和 8.1 GHz 条件下, $\tan\delta \approx 10^{-7}$)^[8], 具有优异的微波性能, 机械强度大, 与 $LaAlO_3$ 和 MgO 相比价格便宜, 因此是制备高质量 Tl-2212 超导薄膜和微波器件优良的衬底材料.

但是, 蓝宝石和 Tl-2212 的晶格常数和热膨胀系数差异较大, 在高温下易发生严重的互扩散, 难以直接在基片上生长高质量的 Tl-2212 超导薄膜, 因此需要在蓝宝石基片和超导膜之间生长缓冲层以解决上述问题. 在众多的缓冲层材料中^[9-13], 由于 CeO_2 结构简单, 在高温下具有很好的化学稳定性, 比较容易被制备成定向外延薄膜的形式, 并且其晶格旋转 45° 后与 Tl-2212 晶格具有较小的失配度 (仅为 0.72%), 因此 CeO_2 薄膜可以有效改善 Tl-2212 超导薄膜与蓝宝石衬底之间的晶格匹配情况并阻止超导薄膜与衬底之间的元素互扩散, 是一种良好的缓冲层材料.

* 国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2006CB601006) 和国家高技术研究发展计划 (批准号: 2009AA03Z208) 资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: slyan@nankai.edu.cn

为了生长具备优越电磁学性能的高质量超导薄膜,缓冲层的生长情况至关重要,人们对此也做了大量的研究.在之前的报道中,我们研究了采用 CeO₂ 材料作为溅射靶材制备 CeO₂ 缓冲层的情况,对制备条件进行了一系列的优化^[10,11].但是,CeO₂ 溅射靶需要由高纯度的 CeO₂ 粉末压制并高温烧结,因此较大直径溅射靶材的制作比较困难.另外,CeO₂ 溅射靶的热传导率较差,并且在溅射过程中始终处于高温的状态,因此在离子高速轰击下易出现龟裂的情况,极大地影响溅射的效果.因此,我们采用金属铈靶作为溅射源进行缓冲薄膜的溅射,取得了较好的效果,不仅延长了溅射靶的使用寿命,还大大提高了溅射的速率,减少了衬底和薄膜在高温下持续的时间,有效降低了衬底和薄膜之间的元素扩散.

在本文中,我们对采用金属铈作为溅射靶材以射频磁控溅射的方法外延生长 CeO₂ 缓冲薄膜的工艺条件进行了系统的研究,并在此基础上制备了双面的高质量大面积 Tl-2212 超导薄膜,为其在微波无源器件中的应用打下基础.

2. 实 验

首先,把双面蓝宝石基片置于石英管炉中进行 1000 °C 的高温热处理,退火时间为 20 h,以改善基片的表面形貌和结晶质量. CeO₂ 缓冲薄膜的制备采用金属铈靶作为溅射源,以射频磁控反应溅射法进行原位外延生长.溅射气体为 Ar/O₂ (Ar/O₂ = 4/1) 混合气,本底压强为 1.2×10^{-3} Pa,溅射功率为 50—110 W,溅射压强为 0.5—3 Pa,基片温度为 500—750 °C.双面薄膜采用依次溅射的方式完成.

采用两步法制备 Tl-2212 超导薄膜^[1,2].首先使用对靶离轴直流磁控溅射方法在 CeO₂ 薄膜上沉积 TlBaCaCuO 非晶态先驱薄膜.先驱膜的沉积在环境温度下进行,溅射条件如下:溅射总气压为 2.5 Pa (Ar/O₂ = 4/1),溅射功率为 30 W,依据溅射时间控制薄膜的厚度.然后采用密封坩埚法在高温下对先驱薄膜进行后热处理使其转变为 Tl-2212 超导薄膜.非晶态先驱膜和 Tl-Ba-Ca-Cu-O 块材一起密封在坩埚中,然后置于石英管炉内,充入 1 atm (1 atm = 1.01325×10^5 Pa) 的 Ar 气,处理温度一般为 720—760 °C,时间为 2—6 h. Tl-Ba-Ca-Cu-O 块材主要是用来在坩埚内提供一定的 Tl₂O₃ 蒸气,以避免因 Tl 元素在高温下的

挥发而影响 Tl-2212 相的形成.

薄膜的相结构以及结晶状态通过 X 射线衍射 (XRD) 进行测试,X 射线源采用 CuK_α 射线;薄膜的表面形貌分别用扫描电子显微镜 (SEM) 和原子力显微镜 (AFM) 研究;超导薄膜的超导转变温度 T_c 采用无损电感耦合法测量,同时对均匀分布在直径 2 英寸的区域内的 13 个点进行测量,测量误差为 ± 0.2 K.临界电流密度 J_c 采用电感法测量技术进行测量.薄膜的微波表面电阻 R_s 采用蓝宝石介质谐振腔技术测量,测量结果为在 77 K,10 GHz 频率下得到的平均值.

3. 结果与讨论

3.1. CeO₂ 薄膜的生长

3.1.1. 基片温度对 CeO₂ 薄膜生长的影响

在溅射过程中,基片温度对于生长高质量的 CeO₂ 薄膜有着至关重要的作用.在保持其他溅射参数不变(溅射气压为 1.5 Pa,溅射功率为 90 W,溅射时间为 10 min)的情况下,研究了基片温度(500—750 °C)对于 CeO₂ 薄膜生长的影响.

图 1 给出了基片温度分别为 500,600,700 和 750 °C 沉积的 CeO₂ 薄膜样品的 XRD θ - 2θ 扫描图谱,反映了基片温度对于 CeO₂ 薄膜晶体结构的影响.从衍射结果可以看出,在较低的温度(500 °C)下,薄膜具有较为明显的(111)取向,(002)衍射峰则相对较弱($\frac{I_{111}}{I_{002}} \times 100\% = 88.6\%$),其半峰全宽(FWHM)为 0.541°;当温度升高到 600 °C 时,(111)衍射峰完全消失,得到纯 c 轴取向的 CeO₂ 薄膜,(002)衍射峰的 FWHM 降低至 0.475°;基片温度升至 700 °C,(002)峰的强度达到最大,FWHM 也降至最低的 0.42°;温度继续升高至 750 °C 时,(002)衍射峰的强度又趋于降低,而 FWHM 则增加到 0.494°.

对于外延生长的薄膜来说,要求沉积粒子或粒子团在基片上占据势能最低的位置而形成完全有序排列,而足够高的沉积温度才能提供必需的能量以保证样品形成外延生长.当基片温度较低时,溅射粒子无法进行足够的化学反应且不能从基片的晶格振动中获得足够的能量进行迁移,因此在没有到达合适的位置就成核或者凝结下来.由于 CeO₂ 为立方结构,其密排面为(111)面,而形成密排面结

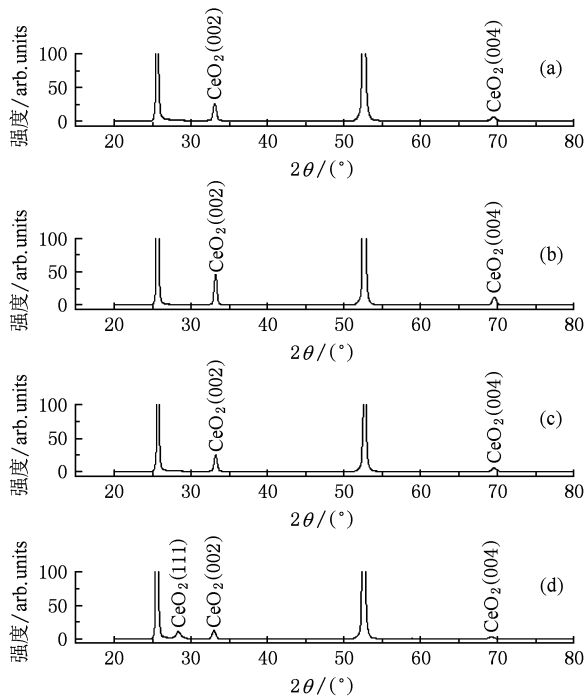


图1 不同基片温度生长的 CeO_2 薄膜的 XRD $\theta-2\theta$ 扫描图谱
(a) 750 °C, FWHM 为 0.494°; (b) 700 °C, FWHM 为 0.42°; (c) 600 °C, FWHM 为 0.475°; (d) 500 °C, FWHM 为 0.541°

构所需要的能量要小于形成其他结构所需要的能量,因此沉积粒子在基片表面易于按照能量较低的

(111)取向生长. 当温度升高时,溅射粒子可以获得更高的能量迁移到较低的势能位置,且沉积粒子的扩散速度较快,原子和原子团之间发生化学反应的速度也加快,使得晶粒的生长更加完整,促进了薄膜的有序结晶,从而形成更加稳定的(001)取向,与基片形成外延取向^[12]. 当温度继续升高,过高的基片温度将会使基片和 CeO_2 薄膜的界面处形成扩散而影响 CeO_2 的结晶质量,从而使 CeO_2 的(002)衍射峰变弱. 同时,由于温度的升高,使得溅射粒子的解吸附能力增强,造成薄膜的厚度减小,从而减弱了衍射峰的强度.

同时,基片温度对 CeO_2 薄膜的表面粗糙度也造成了较大的影响,图2为分别在不同基片温度下制备样品的 AFM 测试结果. 从图2可以看出,(a)图样品晶粒排列疏松,表面较为粗糙,其均方根粗糙度(R_{ms})为 0.223 nm,最大粗糙度(R_{max})为 3.369 nm;随着温度的升高,薄膜晶粒变大,排列逐渐致密,表面的粗糙度逐渐降低,(b)图样品的 R_{ms} 降低到 0.198 nm, R_{max} 为 1.583 nm;当温度为 700 °C 时,薄膜的 R_{ms} 达到最小值 0.171 nm,且表面变得比较平坦, R_{max} 仅为 1.421 nm;而当温度继续升高至 750 °C 时,薄膜的粗糙度又开始增大, R_{ms} 为 0.254 nm, R_{max} 达到 2.935 nm. 从测试结果分析,较低的基片温度下,溅射粒子在表面的迁移能力较差,无法到达

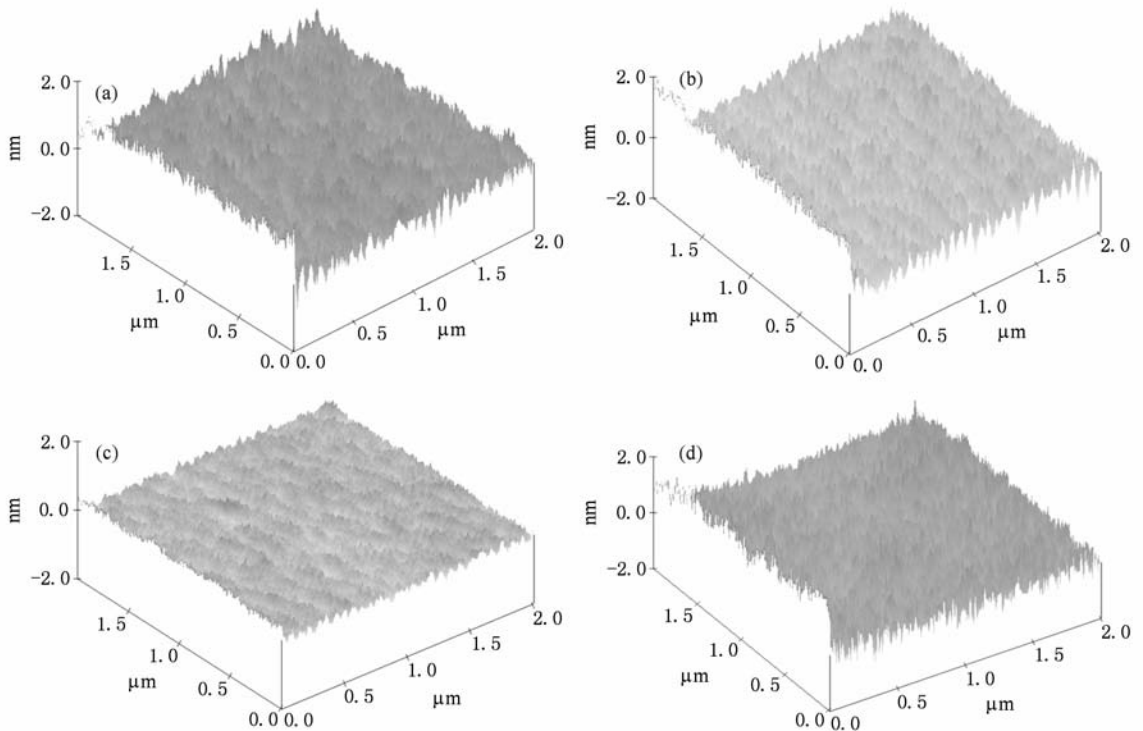


图2 不同基片温度制备样品的 AFM 形貌图谱(2 $\mu m \times 2 \mu m$) (a) 500 °C, (b) 600 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

势能最低位置,因此易形成较多的成核中心且成核中心相对比较杂乱,晶粒生长缓慢,表面粗糙度较大.随着基片温度的升高,溅射粒子在表面获得更高的能量进行更好的迁移和重排,有利于形成较少且较为规则的成核中心,并缩短形成稳定结构的时间,使晶粒的生长速度加快,结晶更加完整有序,排列更加致密.同时,样品表面的原子获得更多能量后将向势能较低的位置扩散,从而降低了样品表面的粗糙度.然而,当基片的温度过高时,粒子的轰击以及界面处的元素互扩散使基片表面形成较多的缺陷,又造成了样品的粗糙度增加.

3.1.2. 溅射气压对 CeO_2 薄膜生长的影响

溅射气压对于 CeO_2 薄膜的生长也至关重要.为了研究溅射气压对于 CeO_2 薄膜生长的影响,保持其他溅射参数不变(基片温度为 $700\text{ }^\circ\text{C}$,溅射功率为 90 W),分别在不同的溅射气压下制备了不同的样品.图3和图4分别给出了在 0.5 、 1.5 和 3 Pa 的气压条件下溅射生长的 CeO_2 薄膜的 XRD θ - 2θ 扫描图谱和 AFM 显微图像.

从图3可以看出,当溅射气压为 1.5 Pa 时, CeO_2 薄膜(002)衍射峰具有最高的强度,且其半峰宽最窄(0.42°).而当溅射气压过高(3 Pa)或者过低(0.5 Pa)时, CeO_2 薄膜均出现了明显的(111)取向衍射峰,薄膜的(002)衍射峰强度较低,且具有较宽的半峰宽(分别为 0.56° 和 0.62°),说明过高或过低的溅射气压降低了 CeO_2 薄膜的结晶质量.

在溅射过程中,工作总气压决定着粒子平均自由程的大小,控制着粒子的发射特征和传递方式,并影响粒子在基片表面的附着和迁移.同时,溅射气压的大小还决定了 Ar 离子浓度高低,随之影响对于靶材的溅射率,因此溅射总气压在一定程度上影响薄膜的成分和结构.在较高的溅射气压下,溅射粒子通过空间输运到达基片的过程中,必然会与工作气体发生大量的碰撞,从而使溅射粒子的能量发

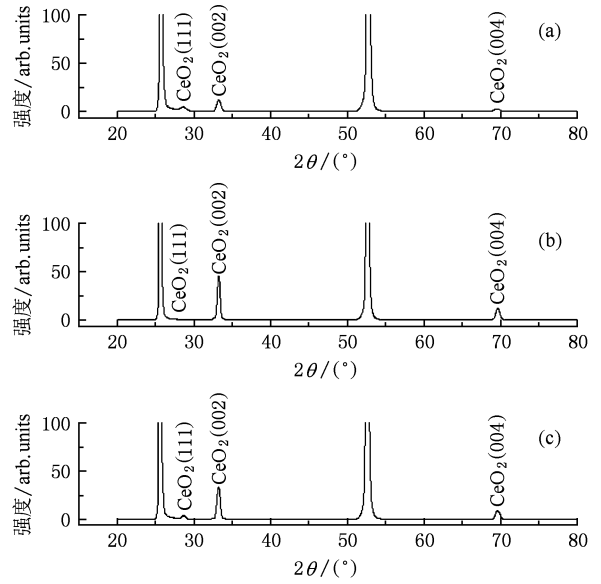


图3 不同溅射气压生长的 CeO_2 薄膜的 XRD θ - 2θ 扫描图谱 (a) 0.5 Pa , FWHM 为 0.62° ; (b) 1.5 Pa , FWHM 为 0.42° ; (c) 3.0 Pa , FWHM 为 0.56°

生损耗,沉积到基片上的粒子能量较低,无法在基片表面进行足够的迁移,从而影响薄膜的结晶质量.而当溅射气压过低时,溅射粒子在到达基片表面前与工作气体的碰撞较少,发生的散射少,沉积速率会大大增加,从而使溅射到基片上的粒子还没有进行足够的迁移和扩散就会和其他粒子碰撞而凝聚,使薄膜按照(111)的取向生长.另外,过低的气压导致到达基片表面的粒子具有较高的能量,在较高的温度下,高能粒子的轰击使得基片表面产生缺陷,从而影响了 CeO_2 薄膜的结晶质量.

从图4的 AFM 测试结果分析,在溅射气压为 0.5 Pa 的情况下,由于溅射粒子具有较高的能量和沉积速率,在基片表面快速碰撞凝聚成核,形成较多且杂乱的成核中心,从而导致生长的薄膜表面具有较大的粗糙度(R_{ms} 和 R_{max} 分别为 0.209 和 2.843

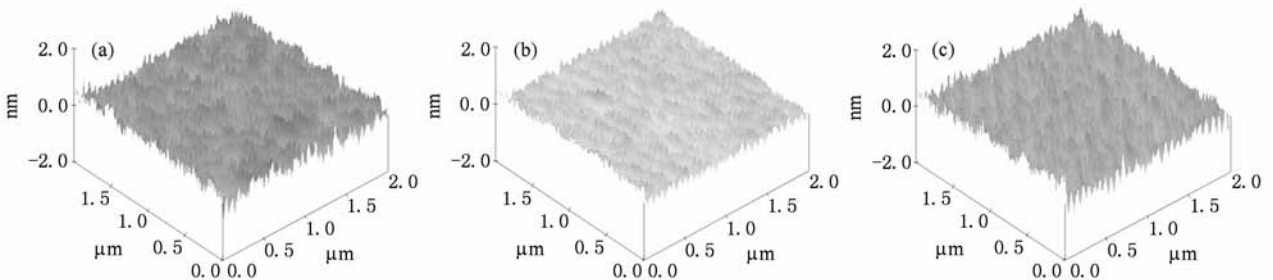


图4 不同溅射气压生长的 CeO_2 薄膜的 AFM 显微图像($2\text{ }\mu\text{m} \times 2\text{ }\mu\text{m}$) (a) 0.5 Pa , (b) 1.5 Pa , (c) 3 Pa

nm);随着工作气压的升高(1.5 Pa),溅射粒子的结晶和排列更加有序,使薄膜的表面粗糙度得到了很大的改善(R_{ms} 和 R_{max} 分别为0.171和1.418 nm);然而,溅射气压为3 Pa时,由于溅射粒子空间输送过程中的碰撞而造成的能量损耗,使其在基片表面的结晶质量降低,从而导致薄膜表面的粗糙度增大(R_{ms} 和 R_{max} 分别为0.183和2.577 nm).

3.1.3. 溅射功率对 CeO_2 薄膜生长的影响

实验发现,溅射功率对 CeO_2 薄膜的生长具有重要的影响.为了研究溅射功率对于 CeO_2 薄膜生长所带来的影响,我们保持其他的溅射条件不变(基片温度为700 °C,溅射气压为1.5 Pa),采用不同的溅射功率分别制备样品.图5和图6给出了溅射功率分别为50,70,90和110 W时生长在蓝宝石基片上的 CeO_2 薄膜样品的XRD θ - 2θ 扫描图谱和AFM显微图像.

从图5可见,溅射功率从50到110 W均可以得到纯 c 轴取向的 CeO_2 薄膜.当溅射功率为50 W时,样品的 $CeO_2(002)$ 衍射峰强度较弱,并且其半高宽较大,约为 0.659° .在溅射功率小于90 W时,随着功率的增加, $CeO_2(002)$ 衍射峰的强度呈现单调增大的趋势,且其半高宽也随之减小.当溅射功率为

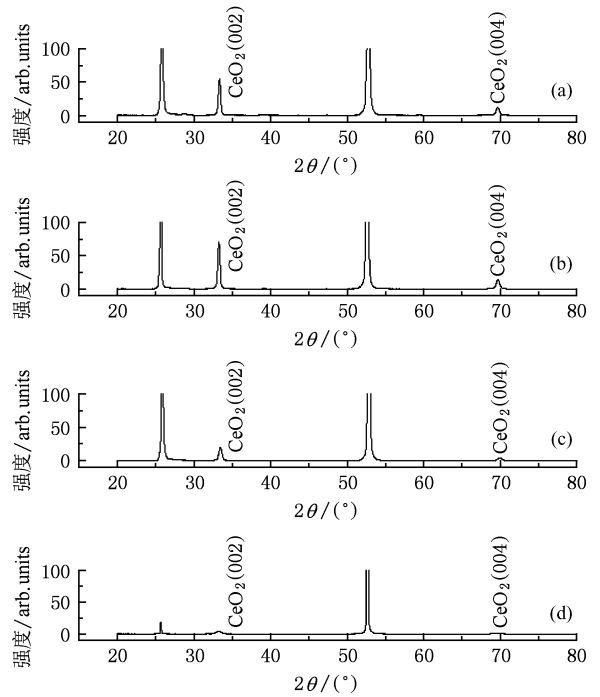


图5 不同溅射功率生长的 CeO_2 薄膜的XRD θ - 2θ 扫描图谱 (a)110 W, FWHM为 0.35° ; (b)90 W, FWHM为 0.32° ; (c)70 W, FWHM为 0.494° ; (d)50 W, FWHM为 0.659°

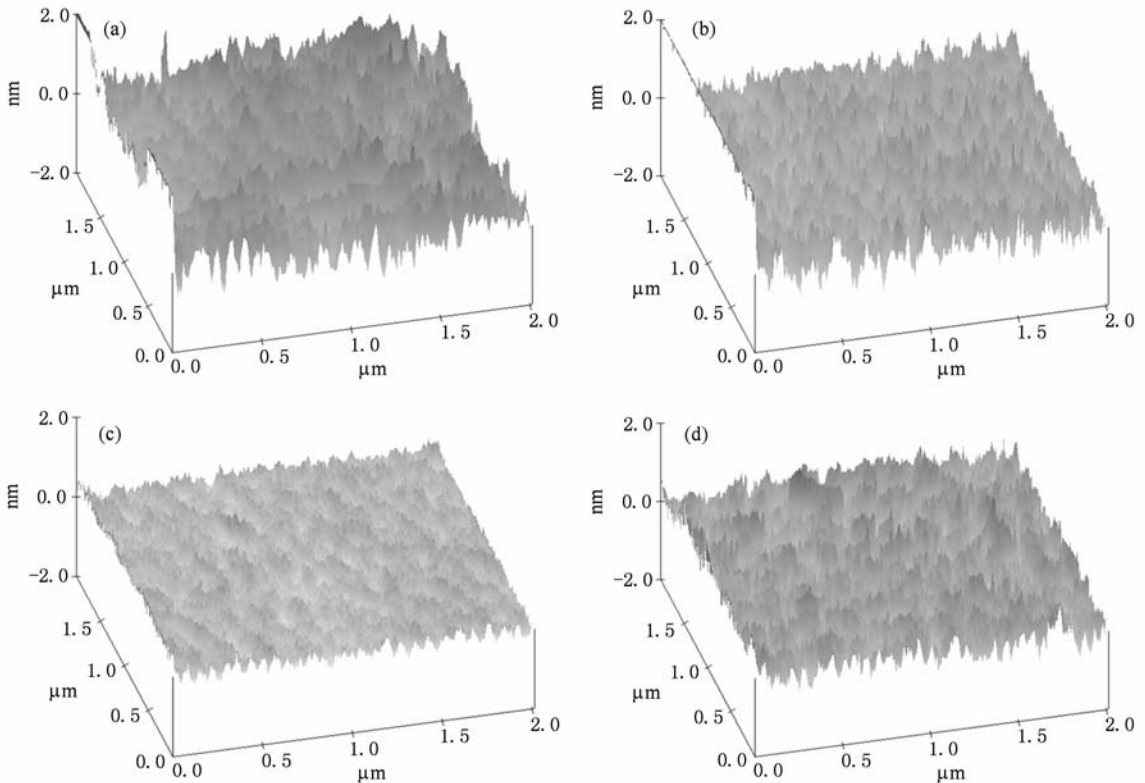


图6 不同溅射功率生长的 CeO_2 薄膜的AFM扫描图谱 (a)50 W, (b)70 W, (c)90 W, (d)110 W

90 W 时, $\text{CeO}_2(002)$ 衍射峰的强度达到最大, 半高宽达到最小值 (0.32°). 当溅射功率继续增加到 110 W 时, 样品 $\text{CeO}_2(002)$ 衍射峰的强度又呈现降低的状况, 其半高宽也随之增大.

根据图 6 的 AFM 扫描结果所示, 当溅射功率分别为 50 W 时, 薄膜具有较大的表面粗糙度, R_{ms} 和 R_{max} 分别为 0.411 和 4.650 nm; 随着溅射功率的增大, 薄膜的表面粗糙度逐渐降低, 且晶粒的排列更加致密有序, 70 W 时薄膜的 R_{ms} 和 R_{max} 分别降低至 0.267 和 2.748 nm, 90 W 时薄膜的表面变得非常平坦, R_{ms} 仅为 0.149 nm, R_{max} 为 1.708 nm, 且表面呈现片状分布的结构; 继续增加溅射功率至 110 W 时, 薄膜表面的粗糙度则又会增大, R_{ms} 和 R_{max} 增至 0.214 和 2.128 nm.

由于溅射功率的大小决定了沉积过程中轰击靶材的离子的能量, 从而决定了沉积粒子的能量. 在一定的溅射气压和基片温度下, 溅射功率过低, 沉积粒子的能量也就较低, 其在基片上进行迁移、成核和长大的能力就弱, 不利于薄膜晶粒的有序排列和外延生长. 而过高的溅射功率使得沉积粒子具有很高的能量, 高能粒子对于基片的轰击则会造成在基片表面形成缺陷, 从而影响 CeO_2 的结晶质量和表面形貌. 另外, 在高速沉积粒子轰击基片表面的微小作用点上, 部分粒子能量瞬间产生的热能也

会产生局部的高温, 对薄膜的外延生长产生不利的影响. 因此, 适当的溅射功率对于 CeO_2 薄膜的生长至关重要.

3.2. Tl-2212 超导薄膜

基于以上的研究结果, 我们以金属铊为溅射靶材, 溅射过程中保持基片温度为 700°C , 溅射气压为 1.5 Pa, 溅射功率为 90 W, 在 2 英寸直径的双面抛光蓝宝石基片上生长了 40 nm 厚的 CeO_2 缓冲薄膜, 然后利用两步法制备了厚度为 500 nm 的 Tl-2212 超导薄膜, 并分别进行了晶体结构和超导电性的测试.

图 7 为制备样品的 SEM 的显微图像. 从图 7 可以看出, Tl-2212 超导薄膜具有均匀致密的晶体结构和平坦光滑的表面形貌, 表面呈现出层状生长的结构, 薄膜两面的形貌大致相当, 并无太大的差别. 我们根据对薄膜的表面形貌进行观测, 薄膜表面呈现的较多孔洞仅仅分布在薄膜的浅层, 并未到达薄膜深层甚至缓冲层表面. 薄膜表面有纳米级的小颗粒出现, 根据对小颗粒进行的能量色散 X 射线荧光光谱 (EDX) 分析, 其化学成分为 $\text{Tl}_{1.98}\text{Ba}_2\text{Ca}_{0.993}\text{Cu}_{2.41}\text{O}_x$, 由不纯的 Tl-2212 相构成, 但由于颗粒的所占的比例非常小, 因此并未对薄膜的超导特性构成影响. 另外, 在厚度达 500 nm 的薄膜表面并未发现其他报道中所提及的裂纹出现.

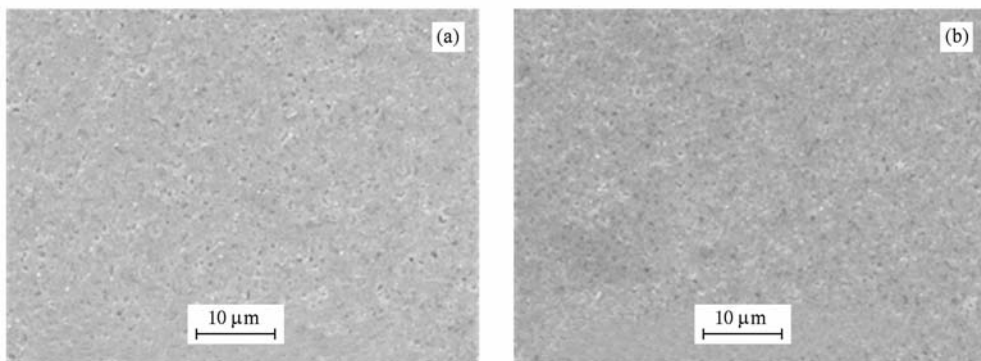


图 7 Tl-2212 超导薄膜 SEM 显微图像 (a) 正面, (b) 反面

图 8 给出了所制备样品的 XRD θ - 2θ 图谱. 从图谱分析, 除了单晶基片和 $\text{CeO}_2(001)$ 的衍射峰之外, 其他的衍射峰均为 Tl-2212 相的 (001) 峰, 并未出现其他的杂峰, 可以证明薄膜为纯 Tl-2212 超导相, 并无其他的衍生相出现, 并且 CeO_2 缓冲层和 Tl-2212 超导薄膜晶体的 c 轴均垂直于衬底表面, 能够保证超导电流沿 a - b 面的传输, 对于提高超导电性具有非常重要的作用. 图 8 内插图 of $\text{Tl-2212}(0012)$ 峰

的摇摆曲线, 其半高宽仅为 0.56° , 且曲线具有较好的对称性, 说明薄膜的晶粒结晶较为完整, 其 c 轴取向具有较好的一致性.

薄膜的面内排列情况通过 XRD φ 扫描测试表征. 图 9 分别为样品的 Tl-2212 (0019) 面和 $\text{CeO}_2(402)$ 面的 φ 扫描图谱. 从图 9 可见, 所有的衍射峰均为四次对称结构, 证明了在 a - b 面内 Tl-2212 超导薄膜和 CeO_2 薄膜都是高度织构的, 具有良好的面内

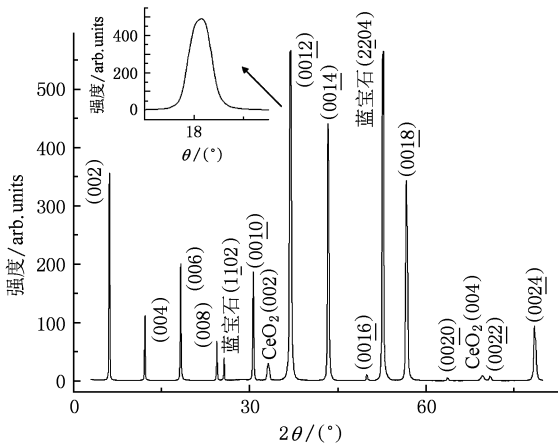


图 8 CeO_2 缓冲层上生长 Tl-2212 超导薄膜的 XRD 图谱 内插图
为 Tl-2212(00 12) 峰的摇摆曲线

取向. 另外, Tl-2212 晶格的 a 轴相对于 CeO_2 的 a 轴有 45° 的偏转, 同样证明了 Tl-2212 薄膜和 CeO_2 缓冲层的外延生长关系.

超导转变温度 T_c 的测试结果如图 10 所示, 图 10 (a) 显示了对 Tl-2212 超导薄膜进行测试的曲线图, 从图中可以看出, 薄膜具有较高的 T_c 值, 且转变宽度较为陡峭, ΔT 小于 0.3 K, 说明薄膜的结晶情况良好. 图 10 (b) 给出了在超导薄膜上 13 个测量点的位置分布及其所对应 T_c , 其中最高转变温度 T_c (max) 约为 105.5 K, 最低超导转变温度 T_c (min) 为 104.3 K, 并且从 T_c 分布情况来看, Tl-2212 薄膜具有均匀的超导特性分布.

图 11 为 2 英寸直径双面薄膜在液氮温度下的临界电流密度 J_c 的分布情况. 从图中可以看到, 薄膜的两面电流密度的分布基本均匀, 在 77 K 温度下正面薄膜和反面薄膜的临界电流密度分别为 $J_{c1} =$

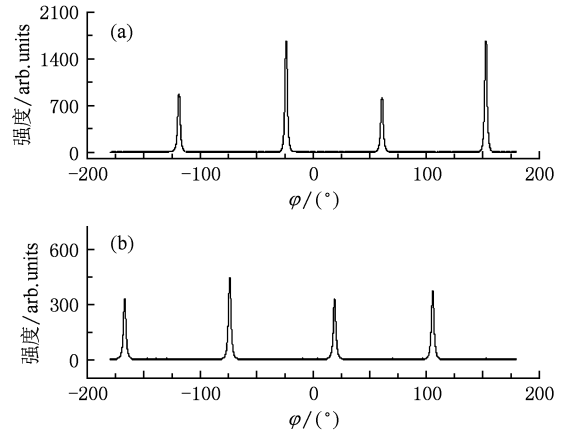
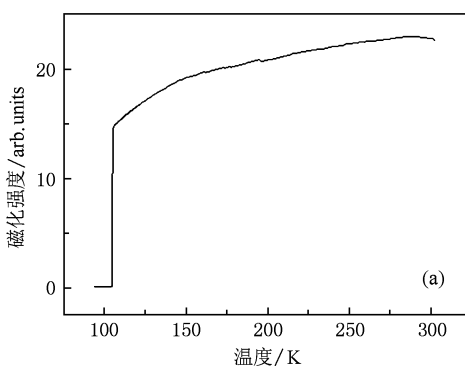


图 9 Tl-2212 超导薄膜 φ 扫描图谱 (a) Tl-2212(1019) 面,
(b) CeO_2 (402) 面

(1.2 ± 0.1) MA/cm^2 和 $J_{c2} = (1.25 \pm 0.1)$ MA/cm^2 (由于测试探头在边缘位置不一定完全覆盖于薄膜上, 因此边缘区域的测试数据不予采纳).

采用蓝宝石介质谐振腔法对薄膜的表面电阻 R_s 进行了测量. 根据测量结果计算, 双面薄膜的微波表面电阻基本一致, 77 K 温度, 10 GHz 微波频率下 R_s 约为 $390 \mu\Omega$, 表明薄膜具有良好的微波性能.

4. 结 论

以金属铈作为溅射靶材, 采用射频磁控反应溅射的方法生长了 c 轴织构的 CeO_2 缓冲薄膜, 研究了不同生长条件对于缓冲层的结构及表面形貌的影响, 并进一步在 2 英寸直径的双面蓝宝石基片上采用 CeO_2 作为缓冲层制备了高质量 $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ (Tl-2212) 超导薄膜. 薄膜的表面形貌和超导特性具

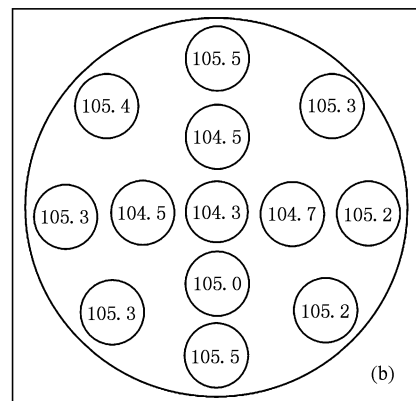


图 10 2 英寸 Tl-2212 超导薄膜超导转变温度分布情况 (a) 测试曲线, (b) 测试点位置分布及其 T_c .

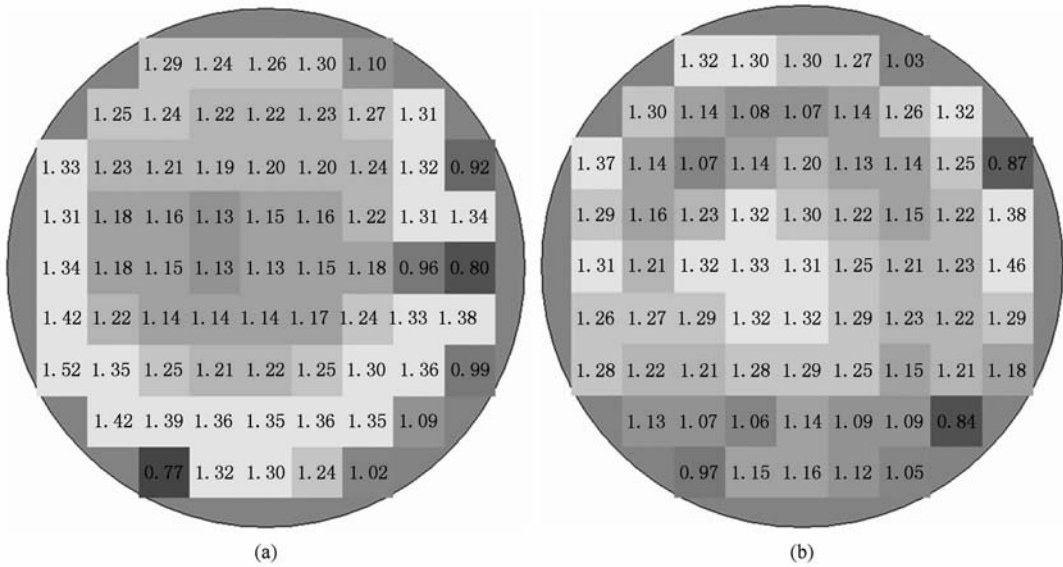


图 11 双面 2 英寸 TI-2212 超导薄膜临界电流密度分布情况(单位:MA/cm²) (a)正面,(b)反面

有高度的两面一致性和面内均匀性. 测试结果表明,超导薄膜为纯的 TI-2212 超导相,高度 c 轴取向外延生长在 CeO₂ 缓冲层上,并且具有良好的超导电性,临界转变温度 T_c 为 105 K 左右,两面的临界

电流密度 $J_c(77\text{ K}, 0\text{ T})$ 分别为 $(1.2 \pm 0.1)\text{ MA/cm}^2$ 和 $(1.25 \pm 0.1)\text{ MA/cm}^2$,微波表面电阻 $R_s(77\text{ K}, 10\text{ GHz})$ 为 $390\ \mu\Omega$,为进一步的微波器件制备打下了良好的基础.

- [1] Yan S L, Fang L, Song Q X, Yan J, Zhu Y P, Chen J H, Zhang S B 1993 *Appl. Phys. Lett.* **63** 1845
- [2] Yan S L, Fang L, Si M S, Cao H L, Song Q X, Yan J, Zhou X D, Hao J M 1994 *Supercond. Sci. Tech.* **7** 681
- [3] Yan S L, Fang L, Si M S, Wang J, Cao H L, Song Q X, Zhou X D 1996 *Solid State Communications* **98** 723
- [4] Yi C H, Hu F R, Zhang Q G, Chen Y F, Xu X P, Zheng D N 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 3525 (in Chinese) [伊长虹、胡芳仁、张庆刚、陈莺飞、徐小平、郑东宁 2004 物理学报 **53** 3525]
- [5] Xie Q L, Yan S L, Fang L, Zhao X J, You S T, Zhang X, Zuo T, Zhou T G, Ji L, He M, Yue H W, Wang Z, Li J L, Zhang Y T 2008 *Cryo. Supercond.* **36** 1 (in Chinese) [谢清连、阎少林、方兰、赵新杰、游石头、张旭、左涛、周铁戈、季鲁、何明、岳宏卫、王争、李加蕾、张玉婷 2008 低温与超导 **36** 1]
- [6] Yu Y D, Xie S S 1993 *Acta Phys. Sin.* **42** 605 (in Chinese) [俞育德、解思深 1993 物理学报 **42** 605]
- [7] Xu X Y, Zhang X K, Fan D P, Jiang D M 1993 *Acta Phys. Sin.* **42** 72 (in Chinese) [徐秀英、张杏奎、范德培、蒋冬梅 1993 物理学报 **42** 72]
- [8] Mazierska J, Wilker C 2001 *IEEE Trans. Appl. Superconduct.* **11** 4140
- [9] Speller S C, Wu H Z, Grovenor C R M 2003 *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **13** 2713
- [10] Zhao X J, Ji L, Zhang C, Chen E, Zhou T G, Zhang X, Xie Q L, Li S, Li Y G, Zuo X, Fang L, Yan S L 2006 *Journal of the Korean Physical Society* **48** 1143
- [11] Xie Q L, Yan S L, Zhao X J, Fang L, Ji L, Zhang Y T, You S T, Li J L, Zhang X, Zhou T G, Zuo T, Yue H W 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 519 (in Chinese) [谢清连、阎少林、赵新杰、方兰、季鲁、张玉婷、游石头、李加蕾、张旭、周铁戈、左涛、岳宏卫 2008 物理学报 **57** 519]
- [12] Kim L, Kim J, Lee H, Jung D, Roh Y 2000 *Thin Solid Films* **360** 154
- [13] Schneidewind H, Manzel M, Bruchlos G, Kirsch K 2001 *Supercon. Sci. Technol.* **14** 200

Fabrication and properties of large area $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ superconducting thin film on sapphire substrate^{*}

You Feng Ji Lu Xie Qing-Lian Wang Zheng Yue Hong-Wei
Zhao Xin-Jie Fang Lan Yan Shao-Lin[†]

(*Department of Electronic Information Science and Technology, Nankai University, Tianjin 300071, China*)

(Received 14 November 2009; revised manuscript received 25 November 2009)

Abstract

High quality large area $Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$ (Tl-2212) superconducting thin films were fabricated on CeO_2 buffered two-side sapphire substrates. Using metallic cerium target as the sputtering source, CeO_2 buffer film with c -axis orientation was deposited by radio frequency reactive magnetron sputtering, and the influence of preparation conditions on the structure and surface morphology of the CeO_2 layer was studied. The Tl-2212 superconducting thin film was fabricated on CeO_2 buffered sapphire substrate by direct current magnetron sputtering and post annealing. Scanning electron microscope showed that the film has a compact microstructure with uniform flat surface. The X-ray diffraction indicated that the film was pure Tl-2212 phase with c -axis perpendicular to the substrate surface, and epitaxially grown on the CeO_2 buffered sapphire. The superconducting film exhibited excellent uniform electric properties. The critical transition temperature T_c was around 105 K, the critical current density $J_c(77\text{ K}, 0\text{ T})$ was around $(1.2 \pm 0.1)\text{ MA/cm}^2$ and $(1.25 \pm 0.1)\text{ MA/cm}^2$, respectively, and the microwave surface resistance $R_s(77\text{ K}, 10\text{ GHz})$ of the film was as low as $390\ \mu\Omega$.

Keywords: Tl-2212 superconducting thin film, CeO_2 buffer layer, sapphire substrate

PACC: 7475, 7460J

^{*} Project supported by the National Basic Research Program of China (Grant No. 2006CB601006) and the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2009AA03Z208).

[†] Corresponding author. E-mail: slyan@nankai.edu.cn