

## EFFECTO DE LA EROSIÓN QUÍMICA CON Br-METANOL SOBRE LA SUPERFICIE DE PELÍCULAS DELGADAS DE $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$

W. Lopera<sup>1</sup>, L. F. Castro<sup>2</sup>, F. Pérez<sup>2</sup>, D. Giratá<sup>1</sup>, E. Baca<sup>2</sup>

[1] Instituto de Física, Universidad de Antioquia, A.A. 1226, Medellín

[2] Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360, Cali

### RESUMEN

En este trabajo se realiza un estudio de la topografía superficial en películas delgadas superconductoras de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  por la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Las películas que fueron crecidas usando un sistema de pulverización catódica (sputtering) a alta presión de oxígeno, presentan alta calidad epitaxial y buenas propiedades superconductoras. Sobre las muestras se realizó un proceso de ataque químico con una solución no acuosa de Br-metanol para disminuir el espesor de las capas. El efecto del ataque químico sobre la superficie de las películas es discutido en términos de su utilización en la elaboración de dispositivos basados en  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ .

### INTRODUCCIÓN

Una de las aplicaciones de las películas de los materiales conocidos como superconductores de alta temperatura crítica (SATC) es la fabricación de dispositivos basados en multicapas. Para este efecto, una de las propiedades más importantes que deben tener las películas es una superficie lisa con baja rugosidad media (del orden de nanómetros). Esto hace que la caracterización de la topografía superficial de las películas sea un elemento clave para el desarrollo de dispositivos superconductores. También es importante estudiar los efectos que puedan tener algunos agentes químicos o físicos durante el proceso de elaboración de los dispositivos que puedan modificar las características de las superficies.

El cuprato más comúnmente estudiado actualmente es el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) [1-3] pero es también muy importante estudiar la topografía superficial en otros cupratos como los basados en Bismuto (Bi-Sr-Ca-Cu-O).

Un ataque químico con una solución no acuosa de Bromo en etanol o en metanol, ha sido reportado remover la capa superficial no superconductora en los SATC resultando en una superficie la cual es cercana a la estequiometría ideal sin afectar el estado de oxidación del  $\text{Cu}(2+)$  [4]. Este agente químico ha sido también ampliamente utilizado para el diseño y elaboración de dispositivos para aplicaciones [5].

En este trabajo se realizaron medidas de microscopía de fuerza atómica de alta resolución en películas superconductoras de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  (BSCCO) de alta calidad epitaxial, con el fin de caracterizar la topografía superficial de estas muestras y observar el efecto de las capas al entrar en contacto con un ataque químico de una solución no acuosa de Br-metanol a medida que reduce su espesor con el transcurso del tiempo.

**EXPERIMENTAL**

Las películas de BSCCO se depositaron usando un sistema de Sputtering DC con alta presión de oxígeno [6]. Como gas de sputtering, se usó oxígeno puro a una presión de 3.6 mbar. Las temperaturas de sustrato utilizadas durante la deposición oscilaron entre 890 y 910°C. Las películas fueron recocidas durante 30 min a la temperatura y presión de deposición, para luego ser postrecocidas durante 45 min a una temperatura de 700°C y una presión de oxígeno de 0.01 mbar. El espesor de las películas fue inicialmente de 200 nm, siendo luego reducido con el Br-metanol varias veces para obtener espesores desde 50 hasta 150 nm. Los valores del espesor de las películas se determinaron usando el tiempo y la rata de erosión química. El valor obtenido para la rata de erosión fue de 12.5 nm/min usando una solución de Br-metanol con una concentración de 0.005% en volumen. Los sustratos utilizados fueron sustratos monocristalinos de SrTiO<sub>3</sub> con orientación (100).

Medidas de resistividad como función de la temperatura muestran un buen comportamiento metálico de las películas en el estado normal, y altas temperaturas críticas alrededor de 89 K.

Se usó la técnica de Microscopía de Fuerza Atómica Force (AFM) para analizar la topografía de las muestras. Las imágenes se obtuvieron usando el modo contacto con una fuerza de punta seleccionada entre 1 y 10 nN. Para la realización de las medidas no fue necesario realizar ningún tipo de preparación especial previa, sino que las películas se guardaron en un desecador para luego ser examinadas en el microscopio sin dejar pasar muchos días después de la preparación.

**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En la figura 1 se presentan imágenes de AFM obtenidas sobre la superficie de una película delgada de BSCCO de 200 nm de espesor, con un tamaño de barrido de la sonda de **a.** 4x4 μm y **b.** 1.6x1.6 μm. La figura muestra un patrón de crecimiento de terrazas sobre la superficie de la película. Esto sugiere que las películas de BSCCO depositadas por la técnica de Sputtering D.C. a alta presión de oxígeno sobre sustratos monocristalinos de SrTiO<sub>3</sub>, crecen formando una distribución de granos rectangulares alargados, los cuales tienen una estructura de terrazas donde las alturas de los escalones son del orden de la celda unitaria del BSCCO. Los granos muestran un ancho aproximado de 0.4 μm y una longitud promedio del orden de las micras.

Las imágenes de AFM tomadas sobre la superficie de una película de BSCCO antes y después de ser atacada químicamente con Br-metanol para diferentes tiempos de erosión se muestran en la figura 2. Se observa como la topografía superficial es fuertemente modificada por el agente químico, eliminando las estructuras de las terrazas y aumentando la rugosidad de las superficies. Este comportamiento de la rugosidad con el tiempo de erosión química es mostrado en la figura 3. La rugosidad aumenta desde 11.8 hasta 46.1 nm cuando el tiempo de erosión varía de 0 a 12 min, lo cual corresponde a una variación de la profundidad de erosión desde 0 hasta 150 nm. Esto contrasta con el comportamiento de otros cupratos del sistema 123 como el HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> cuando son atacados químicamente con una solución de Br-Etanol, donde la estructura original de los granos se mantiene y la rugosidad media de la superficie disminuye apreciablemente

al menos hasta profundidades de erosión de 150 nm [7]. Esto sugiere que las soluciones de Br-etanol o Br-metanol que han sido tan exitosamente utilizados en la fabricación de dispositivos basados en SATC del sistema 123, no son los agentes químicos adecuados para la fabricación de los mismos tipos de dispositivos basados en compuestos SATC de la familia del Bismuto.

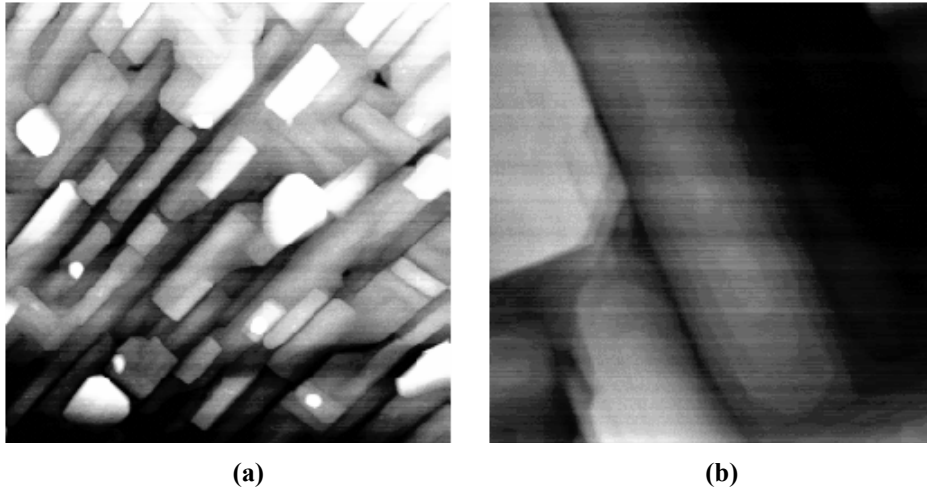


Fig. 1. Imágenes AFM sobre la superficie de una película de BSCCO de 200 nm de espesor para un barrido de sonda de a.  $4 \times 4 \mu\text{m}$  y b.  $1.6 \times 1.6 \mu\text{m}$ .

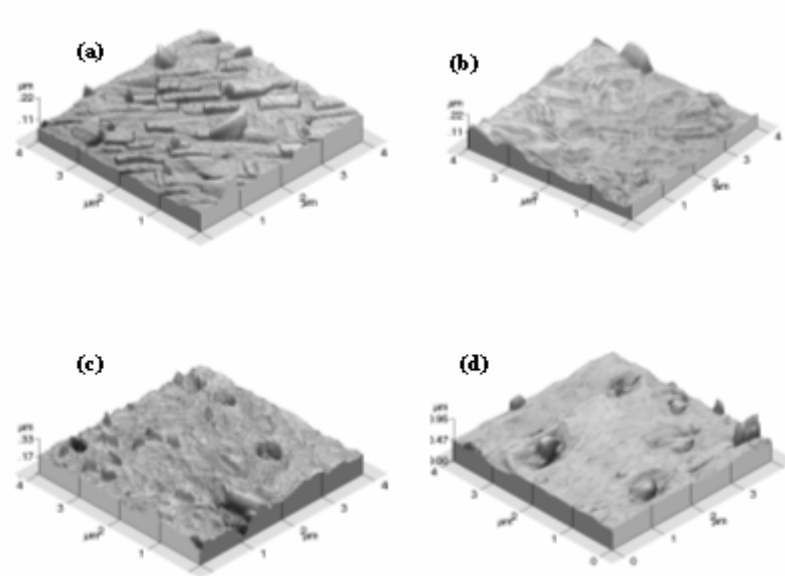


Fig. 2. Imágenes AFM de una película de BSCCO con a. 200 nm de espesor sin erosión, b. 150 nm con erosión de 4 min, c. 100 nm con erosión de 8 min y d. 50 nm con 12 min de erosión química.

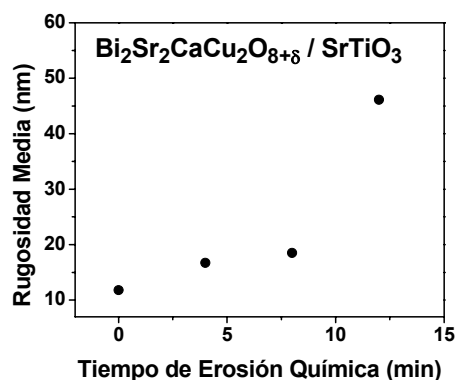


Fig. 3. Dependencia de la rugosidad media con el tiempo de erosión química con Br-metanol al 0.005 % en volumen, medida en una película de BSCCO depositada sobre SrTiO<sub>3</sub>.

### CONCLUSIONES

Las medidas de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) sobre la superficie de películas delgadas de Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> crecidas sobre SrTiO<sub>3</sub> con un sistema de sputtering a altas presiones de oxígeno muestran un crecimiento de granos rectangulares alargados con un ancho aproximado de 0.4 μm, los cuales tienen una estructura de terrazas donde las alturas de los escalones son del orden de la celda unitaria del BSCCO. La topografía superficial en las películas de BSCCO es fuertemente modificada por el Br-Metanol, eliminando las estructuras de terrazas y aumentando la rugosidad de las superficies, a diferencia de lo que sucede con películas del sistema 123 tales como el HoBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> donde inicialmente la rugosidad disminuye con el ataque químico. Para la realización de dispositivos a base de BSCCO que involucren procesos de fotolitografía con erosión química es necesario evaluar otros agentes químicos diferentes al Bromo-etanol que mejoren las superficies de las muestras durante el proceso.

### AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue financiado por la Universidad de Antioquia a través del proyecto CODI No. IN369CE.

### REFERENCIAS

- [1] M.E. Hawley, I.D. Raistrick, et al., *Science* **251** (1991) 1587.
- [2] L. Luo, M.E. Hawley, et al., *Appl. Phys. Lett.* **62** (1993)485.
- [3] F.J.B. Stork, J.A. Beall, et al., *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **7** (1997) 1921.
- [4] R.P. Vasquez, M.C. Foote, and B.D. Hunt, *Appl. Phys. Lett.* **54** (1989) 1060.
- [5] M.I. Faley, U. Poppe, et al., *Physica C*, **235-240** (1994) 591.
- [6] P. Prieto, M.E. Gómez, et al., *Solid State Comm.* **76** (1990) 697.
- [7] W. Lopera, D. Giratá, L.F. Castro, et al., *Physica C* **354** (2001) 433.