#### 05;11;12

# Характеристики тонкопленочного датчика сканирующего магнитного микроскопа на основе сквида

© Д.Е. Кириченко, А.Б. Паволоцкий, И.Г. Прохорова, О.В. Снигирев

Московский государственный университет им М.В. Ломоносова, 119899 Москва, Россия

(Поступило в Редакцию 30 июля 1998 г.)

Приводятся описания конструкции, технологии изготовления и характеристики датчика сканирующего магнитного микроскопа (CMM) на основе тонкопленочного сквида постоянного тока с шунтируванными туннельными джозефсоновскими переходами Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb. Показано, что при температуре образца 4.2 К пространственное разрешение данного датчика составляет 10  $\mu$ m при разрешении по полю на уровне 70 pT/Hz<sup>1/2</sup>.

#### Введение

Сканирующие магнитные микроскопы (СММ) на основе тонкопленочных сквидов постоянного тока с шунтированными туннельными джозефсоновскими переходами Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Nb все чаще используются в уникальных физических экспериментах (см., например, [1,2]). Пространственное разрешение  $\delta x$  этих приборов, достигшее в настоящее время 1–2  $\mu$ m, определяется наибольшей из двух величин: во-первых, расстоянием Z между объектом и приемной петлей датчика, а во-вторых, линейным размером D приемной петли датчика. При этом разрешение по регистрируемой компоненте индукции магнитного поля  $\delta B_z$  определяется спектральной плотностью эквивалентного шумового потока  $S_{\Phi n}$  в частотной полосе измерений и падает обратно пропорционально площади A приемной петли.

В связи с тем, что сигнальные и шумовые характеристики датчика СММ зависят от величин и соотношения индуктивности приемной петли  $L_p$ , индуктивности основной части контура квантования сквида, содержащей джозефсоновские переходы  $L_s$ , и индуктивности соединяющей их микрополосковой линии  $L_{str}$ , а также ряда других параметров, проектирование и оптимизация многослойной тонкопленочной структуры сквид-датчика, обеспечивающего получение выбранных значений  $\delta x$  и  $\delta B_z$ , представляют собой самостоятельную задачу.

В данной работе приводится описание конструкции, технологии изготовления и характеристики датчика СММ на основе сквида, предназначенного для работы при температуре 4.2 К с пространственным разрешением порядка  $10\,\mu$ m и разрешением по полю на уровне  $70\,\mathrm{pT/Hz^{1/2}}$ .

## Описание датчика сканирующего сквид-микроскопа

Схема датчика, аналогичная использованной в работах [1,3], представлена на рис. 1, *а*. В этой схеме приемная петля *LP* требуемого размера отнесена на значительное расстояние от основного контура сквида, содержащего джозефсоновские контакты JJ, и соединяется с ним низкоиндуктивной полосковой структурой. Такая конструкция позволяет снизить искажение магнитного поля исследуемого образца сверхпроводящими частями интегральной микросхемы сквида.

В основную часть сквида помимо джозефсоновских контактов *JJ* входят шунтирующие резисторы *RS*, катушка обратной связи, демпфирующий резистор *RD* и резисторы симметричного ввода питания *RB*. На рис. 1, *b* приведена схема интегрального датчика сквидмикроскопа. Датчик выполнен по многослойной технологии с двумя слоями основной сверхпроводящей металлизации, с минимальным воспроизводимым размером  $2.5 \,\mu$ m и планарными Nb/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / Nb джозефсоновскими контактами размером  $3.5 \times 3.5 \,\mu$ m. Датчик расположен на прямоугольной кремниевой подложке размером  $3 \times 7$  mm.

Особенностью схемы являются два резистора *RB*, предназначенные для симметричного ввода тока питания. Данный способ ввода тока питания позволяет работать с практически нулевым постоянным током в приемной петле и существенно снизить обратное влияние сквида на исследуемый объект.

Для того чтобы достичь пространственного разрешения сквид-микроскопа, близкого к эффективному размеру приемной петли, необходимо чтобы расстояние между петлей и поверхностью исследуемого образца было порядка или меньше размера самой петли. Для этого кремниевую подложку чика со сквид-сенсором изготавливают с угловым сужением вблизи приемной петли (рис. 1, *b*). В сканирующем микроскопе чип с сенсором крепится на подпружиненном рычаге под малым углом к поверхности исследуемого образца, причем вершина угла чипа скользит непосредственно по поверхности образца (рис. 1, *c*).

В процессе работы сканирующего микроскопа в индуктивный контур сквид-сенсора может быть захвачен (или заморожен при охдаждении) магнитный поток, значительно больший измеряемого. Для удаления из контура сквида без извлечения всего устройства из жидкого гелия предусмотрен локальный нагреватель *RTS*. Нагреватель представляет собой резистивную "змейку", расположенную над частью контура сквида. При пропускании тока через нагреватель эта часть контура локально перегревается выше критической температуры и теряет сверх-проводящие свойства, тем самым выпуская захваченный магнитный поток из контура.

#### Технология изготовления

Микросхема датчика изготавливается на подложке из монокристаллического неокисленного кремния ориентации {100} и включает в себя следующие слои: 1) подслой-изоляция  $Al_2O_3$  между подложкой и вспомогательной сверхпроводящей металлизацией, 2) вспомогательная сверхпроводящая Nb металлизация, 3) нижний Nb электрод трехслойки Nb/AlO<sub>x</sub>/Nb, 4) верхний Nb электрод трехслойки, 5) два слоя изоляции  $Al_2O_3$  между нижним электродом и основной сверхпроводящей металлизацией, 6) слой Ti резисторов, 7) основная сверхпроводящая Nb металлизация, 8) слой контактных площадок Ti/Au.

Подслой из рентгеноаморфного Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> играет роль барьерного слоя, защищающего подложку в последующем процессе травления слоя вспомогательной металлизации. Напыление окиси алюминия производилось на установке Z-400 фирмы "Leybold AG" ВЧ магнетронным распылением в смеси Ar и O<sub>2</sub>. Давление Ar при этом составляло 1 Pa, а кислорода — 0.25 Pa. Толщина напыленного диэлектрика составляла 150 nm. Далее с помощью фотолитографии "под взрыв" в подслое формировались окна, обеспечивающие электрический контакт слоя вспомогательной металлизации с кремниевой подложкой, необходимый для выполнения последующей операции анодирования нижнего электрода.

Вспомогательная сверхпроводящая металлизация, используемая также и для электрических соединений между нижним электродом и другими элементами схемы, представляет собой слой Nb толщиной 200 nm. Напыление Nb производилось с помощью магнетронного напыления на постоянном токе при давлении Ar  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar и токе разряда 2.5 A на установке L-560 фирмы "Leybold AG". Скорость напыления составляла 140 nm в минуту. При откачке перед напыление Nb применяли охлаждение жидким азотом ловушки Мейсснера. В результате остаточное давление в камере было порядка  $2 \cdot 10^{-7}$  mbar. Подложки закрепляли на водоохлаждаемый держатель, причем для улучшения термического контакта они наклеивались на вакуумную смазку.

После напыления пленки Nb на ней фотолитографически формировалась маска для травления рисунка. Последнее выполнялось методом реактивного ионного травления в SF<sub>6</sub> 20 норм. ст<sup>3</sup>/s при давлении 10 Pa и мощности разряда 50 W. Окончание травления слоя определяли по изменению коэффициента отражения лазерного излучения от поверхности пленки.

Как известно, для получения качественных туннельных переходов с ниобиевыми электродами необходимо "in situ" создавать последовательность из нижнего ниобиевого электрода, тонкого алюминиевого слоя, термически затем окисляемого для формирования туннельного барьера и, наконец, верхнего ниобиевого электрода. Мы напыляли нижний ниобиевый электрод толщиной 200 nm (при тех же параметрах процесса напыления, что и слой вспомогательной сверхпроводящей металлизации). Затем, сделав 30-минутную паузу для стабилизации температуры подложки, напыляли 6 nm алюминия с помощью ВЧ магнетронного распыления при давлении Ar  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar и мощности 30 W. Скорость напыления при таких условиях составляла порядка 9 nm/min, Благодаря специфическому механизму роста алюминиевая пленка планаризует ростовые неровности на поверхности ниобия и тем самым создает условия для создания однородного слоя термического оксида, выполняющего роль туннельного барьера. Мы проводили окисление в чистом кислороде при давлении 4 mbar в течение 25 min, после чего напыляли ниобиевый верхний электрод толщиной 100 nm.

Рисунок в нижнем электроде формировался с помощью реактивного ионного травления, которое выполнялось в 3 этапа. Сначала в плазме  $SF_6$  (20 норм. cm<sup>3</sup>/s, 10 Pa, 50 W) травили верхний слой ниобия до слоя барьера, на котором травление естественным образом прекращалось. Затем давление снижали до 1 Pa, мощность повышали до 100 W, что позволяло протравить насквозь барьерный слой и слой остаточного алюминия (момент окончания травления этих слоев определяли с помощью лазерного интерферометра). После этого давление и мощность возвращали к первоначальным значениям и травили оставшийся нижний электрод.

Далее в верхнем электроде трехслойки формировался рисунок, определяющий джозефсоновские переходы "столбики" высотой 0.1  $\mu$ m и размером в плане 3.5 × 3.5  $\mu$ m. Эта операция выполнялась с помощью реактивного ионного травления в плазме SF<sub>6</sub> (20 норм. cm<sup>3</sup>/s, 10 Pa, 50 W) до естественной остановки на слое барьера.

Затем формировались изоляционные слои между нижним электродом и основной сверхпроводящей металлизацией. Причем первый слой изоляции состоит фактически из двух слоев: слоя анодного оксида ниобия и напыленного слоя Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Для его формирования использовалась та же фоторезистная маска, что и для вытравливания верхнего электрода (так называемый самосовмещенный процесс). Для этого через фотомаску, оставшуюся от предыдущей операции травления, проводилась жидкостная анодизация боковых поверхностей полученных джозефсоновских переходов и открытой поверхности нижнего электрода трехслойки. Анодизация велась до напряжения 20 V со скоростью нарастания последнего 1 V/s. Затем, используя ту же фоторезистивную маску, напылялся рентгеноаморфный Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Толщина напыленного диэлектрика составляла 200 nm. После







**Рис. 1.** Датчик сквид-микроскопа. a — эквивалентная электрическая схема датчика; 1 — ввод тока питания сквида, 2 — вывод напряжения сквида, 3 — общий вывод, 4 — выводы катушки обратной связи сквида, 5 — выводы локального нагревателя; b — схема сенсора: LP — приемная петля (вариант  $40 \times 40 \,\mu$ m); SQ — основная часть сквида с джозефсоновскими контактами JJ, резисторами RS и RD и катушкой обратной связи; RTS — резистор локального нагревателя; RB — резисторы симметричного ввода питания, CB — края подложки сенсора; контактные площадки обозначены цифрами в соответствии с рис. 1, a; c — схематичное расположение сенсора и исследуемого образца в процессе сканирования образца: 1 — сенсор, 2 — поверхность образца (вид от поверхности образца.)

этого приготавливалась негативная маска для второго слоя изоляции, отличающаяся от первой для снижения вероятности закороток сквозь оба слоя изоляции, и через нее напылялся второй слой Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> толщиной 200 nm.

Предусмотренные в схеме шунтирующие, нагрузочные и демпфирующий резисторы получали ВЧ магнетронным напылением титана через негативную фоторезистивную маску. Напыление титана производили на установке Z-400 фирмы "Leybold AG". Давление Ar при этом со-

ставляло 1 Ра. Толщина напыленного металла составляла 130 nm, а результирующее сопротивление 1  $\Omega$ /квадрат.

В качестве основной сверхпроводящей металлизации, соединяющей электрически все элементы схемы датчика, служил слой Nb толщиной 200 nm, напыленный "под взрыв" в негативную фотомаску.

Необходимые для присоединения к терминалам измерительной системы контактные площадки формировали напылением через негативную фотомаску подслоя тита-



**Рис. 2.** Вольт-амперные (1) и вольт-полевые (2, 3) характеристики сенсоров 1 (a, b) и 2 (c, d).

на толщиной 50 nm, использованного для достижения необходимой адгезии напыляемого затем слоя золота толщиной 100 nm.

### Результаты измерения и электродинамическая модель

В таблице представлены основные параметры двух из исследованных сенсоров с различными размерами приемных петель. Здесь D — размер приемной петли;  $I_C$ ,  $R_N$ ,  $V_C$ ,  $L_S$  — максимальный критический ток, нормальное сопротивление, характеристическое напряжение и индуктивность контура сквида;  $\Delta V$  — глубина модуляции вольт-полевой характеристики сквида;  $R_S/R_D$  отношение сопротивлений шунтирующих и демпфирующего резисторов. Экспериментальные вольт-амперные и вольт-полевые характеристики указанных сенсоров приведены на рис. 2. На них хорошо заметны особенности в виде ступенек при различных напряжениях, отмеченные, например, цифрами 1-3 на рис. 2, a.

№ сенсора	D, µm	$I_C,$ $\mu A$	$R_N,$ $\Omega$	$V_C, \mu V$	$R_S/R_D$ ,	L <sub>s</sub> , pH	$\Delta V, \mu V$	$\Delta V/V_C$
1	$\begin{array}{c} 10 \times 10 \\ 20 \times 20 \end{array}$	45	3.3	150	1	60	66	0.43
2		40	2.2	70	1	80	31	0.43

8\* Журнал технической физики, 1999, том 69, вып. 7

Известно, что особенности такого типа связаны с возбуждением джозефсоновскими колебаниями с частотой, соответствующей данному напряжению, резонансных колебаний в микрополосковых структурах сквида, представляющих собой высокодобротные резонаторы. Появления таких резонансов ведет к различным нежелательным последствиям и в первую очередь к значительному повышению уровня шума сквида в окрестностях этих ступенек.

В практических устройствах резонансы устраняются частично или полностью введением и подбором демпфирующих резисторов. Сравнение характеристик сенсоров показывает, что снижение сопротивления шунтирующих и демпфирующего резисторов в сенсоре 2 по сравнению с сенсором 1 привело к сглаживанию вольт-полевых характеристик сенсора, хотя и не подавило полностью резонансы.

Спектр потокового шума сенсора *1*, измеренный с использованием предусилителя на основе сквида [4], приведен на рис. 3, и соответствует  $3.5\mu\Phi_0/\text{Hz}^{1/2}$ . Такой уровень шума обеспечивает хорошее разрешение (70 рТ/Hz<sup>1/2</sup>) по регистрируемой компоненте магнитного поля при размерах приемной петли ( $10 \times 10 \mu$ m), однако значительно превышает известную оценку [5] уровня белого шума.

В связи с тем что одной из возможных причин избыточного шума датчика могут быть не полностью подавленные резонансы, были более подробно исследованы его резонансные свойства. В ряде работ [6,7] для



Рис. 3. Спектр эквивалентного шумового потока сквид-сенсора (1).

исследования резонансных свойств сквидов была развита электродинамическая модель, описывающая частотную зависимость импеданса контура применительно к сквидам традиционной конфигурации с хорошо связанными многовитковыми планарными входными катушками. Относительная простота электродинамической системы



**Рис. 4.** К расчету резонансов сенсора сквид-микроскопа: a — электрическая схема модели для расчета импеданса контура сквида; b — зависимость импеданса контура сквида от частоты (RD = 100 (1), 6  $\Omega$  (2)).

рассматриваемого сенсора по сравнению с традиционными сквидами постоянного тока позволяет оценить на основе простой модели резонансные свойства его индуктивного контура, включая полосковую структуру, соединяющую приемную петлю и основную часть сквида.

Эквивалентная электрическая схема модели приведена на рис. 4, а. Здесь сосредоточенными элементами представлены компоненты контура сквида, размеры которых много меньше длины волны по крайней мере для частот до 500 GHz, соответствующих напряжению на джозефсоновских контактах до 1 mV (много больше рабочего). Это — индуктивности приемной петли LP, щели в основной части сквида LS и сужения в полосковой структуре для эффективной работы локального нагревателя LTS, а также демпфирующий резистор RD. Два отрезка полосковой структуры представлены отрезками передающей линии TL1 и TL2 с различными длинами и волновыми сопротивлениями. Исходя из геометрии сенсора величины элементов в схеме были оценены следующим образом: LS = 30 pH, LTS = 2 pH, LP = 16 pH (для петли размером  $10 \times 10 \,\mu m$ ),  $RD = 4 \,\Omega$ .

Характеристики передающих линий были определены в соответствии с традиционными формулами для Nb сверхпроводниковой полосковой линии в отсутствии потерь

$$Z_0 = 120 \, p i rac{d}{w} \sqrt{rac{1+2\lambda/d}{arepsilon_r}}, \qquad c = rac{c_0}{\sqrt{arepsilon_r (1+2\lambda/d)}},$$

где  $Z_0$  — волновое сопротивление, c — скорость волны в линии,  $c_0$  — скорость света в вакууме,  $\lambda = 85 \text{ nm}$  — глубина проникновения магнитного поля в сверхпроводник,

 $\varepsilon_r = 8$  — диэлектрическая проницаемость изолятора между полосками, d = 400 nm — толщина изолятора,  $w = 110 \,\mu\text{m}$  — ширина полосок.

На рис. 4, *b* приведены результаты расчета импеданса контура сквида при двух различных значениях сопротивления демпфирующего резистора *RD*. На приведенных кривых хорошо видна резонансная структура зависимости импеданса контура от частоты. Частоты первых трех резонансов были оценены как 9, 36 и 66 GHz, что эквивалентно напряжению на джозефсоновских контактах 18, 72 и  $132 \,\mu$ V. Их положение соответствует цифрам *1–3* на рис. 2, *a*. Видно, что резонансы вблизи 2 и 3 действительно имеют место. Резонанс *I* вблизи 18  $\mu$ V, возможно, незаметен из-за близости к сверхпроводящей ветви и значительного размытия вольт-амперной характеристики. Таким образом, проведенные расчеты позволили идентифицировать резонансы и проследить влияние шунтирующих резисторов на их добротность.

#### Заключение

Разработан и экспериментально исследован датчик магнитного сквид-микроскопа. Получены размер приемной петли  $10 \times 10 \,\mu$ m и уровень шумов датчика  $3.5 \mu \Phi_0 / \text{Hz}^{1/2}$ , что обеспечивает разрешение по регистрируемой компоненте магнитного поля на уровне  $70 \,\text{pT/Hz}^{1/2}$ . На основе электродинамической модели контура квантования датчика получена оценка резонансного поведения датчика, удовлетворительно согласующаяся с результатами измерений.

Работа поддерживалась Российским фондом фундаментальных исследований (проект № 96-02-19250) и проектом "Интерсквид" Министерства науки и технологий РФ.

Мы благодарны С.Н. Полякову, С.А. Гудошникову и Ю.В. Масленникову за помощь на различных этапах работы.

#### Список литературы

- [1] Jeffery M., Van Duzer T., Kirtley J.R. // Appl. Phys. Lett. 1995. Vol. 67. P. 1769–1771.
- [2] *Tsuei C.C., Kirtley J.R., Rupp M.* et al. // Science. 1996. Vol. 271. P. 329.
- [3] *Ketchen M.B., Kirtley J.R., Bhushan M. //* IEEE Trans. on Appl. Supercond. 1997. Vol. 7. N 2. P. 3139–3142.
- [4] Kirichenko D.E., Pavolotskij A.B., Prokhorova I.G. et al. // Inst. Phys. Conf. Ser. N 158. Applied Superconductivity. IOP Publishing Ltd., 1997. P. 727–730.
- [5] Tesche C.D., Clarke J. // J. Low Temp. Phys. 1977. Vol. 29. P. 301–331.
- [6] Enpuku K., Koch H. // Jap. J. Appl. Phys. 1993. Vol. 32. P. 3811-3816.
- [7] Enpuku K., Cantor R., Koch H. // J. Appl. Phys. 1992. Vol. 71.
  N 5. P. 2338–2346.