

Объединенный
институт
ядерных
исследований
Дубна

+

14-81-841

И.Вавра, А.В.Скрыпник

АНАЛИЗ ПЛЕНОК $Nb+Sn$
МЕТОДОМ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

Направлено в журнал "ПТЭ"

1981

Хорошо известным в технологии изготовления сверхпроводящего соединения Nb_3Sn является метод реактивной диффузии^{/1/}. На первом этапе получают на ниобиевой подложке соединения, богатые оловом: Nb_5Sn_6 и $NbSn_2$ /будем обозначать их в дальнейшем как $Nb+Sn$ /, а затем проводят окончательную термообработку, при которой образуется соединение Nb_3Sn . Понятно, что желательным является контроль состава покрытия $Nb+Sn$ после первого этапа, так как количеством атомов олова определяется и толщина слоя Nb_3Sn .

В работе методом обратного рассеяния /упругое рассеяние на большие углы/ проанализированы пленки чистых элементов Nb и Sn , которые были приготовлены на подложках из монокристаллического кремния путем электронно-плазменного испарения в вакууме $\sim 10^{-4}$ Па, а также пленки $Nb+Sn$, приготовленные в результате совместного напыления Nb и Sn .

Толщина пленок определяется методом интерференции монохроматического света с помощью микроскопа Varian с точностью не хуже ± 50 нм. Исследование образцов проводилось пучками ионов $^3He^+$, $^4He^+$ с энергией $E_0 = 3,0$ МэВ. Рассеянные частицы регистрировались кремниевым поверхностно-барьерным детектором с энергетическим разрешением 18 кэВ, расположенным под углом 135° к первичному пучку ионов. Спектры регистрировались многоканальным анализатором типа DIDAC на 1000 каналах.

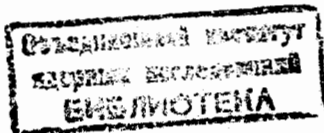
Энергия E_1 рассеивающихся от поверхности частиц определяется по известной формуле^{/2/}:

$$E_1 = K_{SC} \cdot E_0, \quad //$$

где K_{SC} - кинематический фактор рассеяния, зависящий от угла рассеяния и атомных масс частиц пучка и мишени. Вследствие энергетических потерь частиц пучка при его прохождении через пленку спектры имеют разную ширину ΔE , один из спектров схематически изображен на рис.1. Между шириной спектров ΔE и толщиной пленок d существует до определенной толщины линейная зависимость

$$\Delta E = [S] \cdot d, \quad //2/$$

где $[S]$ - параметр энергетических потерь. Коэффициент $[S]$ зависит от кинематического фактора рассеяния K_{SC} и тормозной способности материала пленки. Теоретически $[S]$ вычисляется из



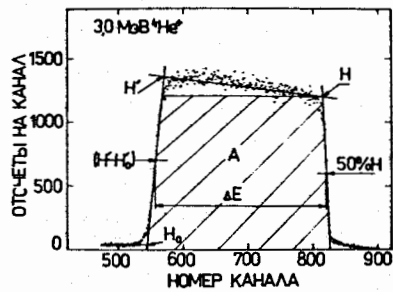


Рис.1. Энергетический спектр частиц $^4\text{He}^+$, упруго рассеянных на пленке ниобия толщиной 0,93 мкм.

зависимости атомного тормозного сечения от энергии иона. Зная величину $[S]$, можно энергетическую шкалу спектра перевести в глубинную.

Анализ спектров обратного рассеяния серий пленок ниобия

и олова разной толщины позволил получить зависимости $\Delta E = f(d)$ для ионов пучка $^3\text{He}^+$ и $^4\text{He}^+$ /рис.2/. По углу наклона прямой части зависимости $\Delta E = f(d)$ вычислены значения $[S]_{\text{Nb}}^{^3\text{He}} = 780$ эВ/нм; $[S]_{\text{Sn}}^{^3\text{He}} = 650$ эВ/нм; $[S]_{\text{Nb}}^{^4\text{He}} = 900$ эВ/нм; $[S]_{\text{Sn}}^{^4\text{He}} = 750$ эВ/нм. Постоянство параметров $[S]$ до толщины пленок $\sim 1,3$ мкм позволяет определять состав пленок Nb+Sn до такой же толщины: площадь спектра A /см. рис.1/ без учета наклона плато из-за так называемого skewing-эффекта /3/ пропорциональна количеству атомов вещества в единице объема N /4/;

$$A = \Delta E \cdot H = Q \Omega \sigma N d, \quad /3/$$

где Q - общее число частиц, попадающих на мишень; Ω - телесный угол активной поверхности детектора; σ - дифференциальное сечение упругого рассеяния*.

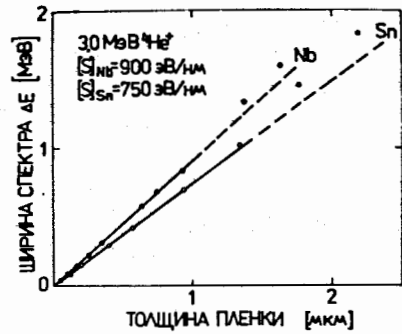
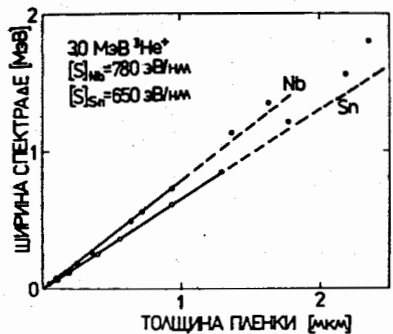


Рис.2. Зависимость энергетической ширины спектров ΔE ниобиевых и оловянных пленок от их толщины для $^3\text{He}^+$ /а/ и $^4\text{He}^+$ /б/.

* Величины K_{SC} , σ для разных элементов и $^4\text{He}^+$ частиц пучка приведены в приложении.

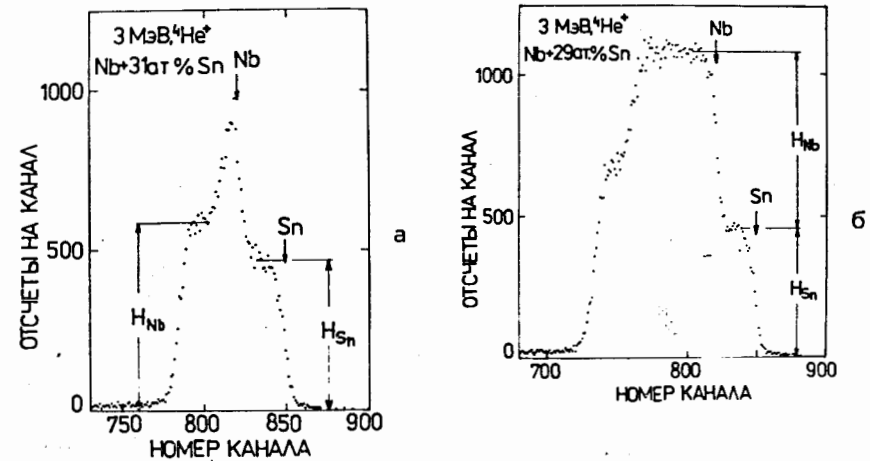


Рис.3. Энергетические спектры частиц $^4\text{He}^+$, упруго рассеянных от Nb+Sn пленок; толщина пленки 120 нм /а/ и 330 нм /б/.

Соотношение атомных концентраций вычисляется с помощью /2/ и /3/:

$$\frac{N_{\text{Sn}}}{N_{\text{Nb}}} = \frac{A_{\text{Sn}} \sigma_{\text{Nb}} [S]_{\text{Sn}} \sigma_{\text{Nb}} H_{\text{Sn}}}{A_{\text{Nb}} \sigma_{\text{Sn}} [S]_{\text{Nb}} \sigma_{\text{Sn}} H_{\text{Nb}}}. \quad /4/$$

На основе этого выражения определен состав пленок Nb+Sn, энергетические спектры которых приведены на рис.3. Следует отметить, что из-за близости значений энергий ионов, рассеиваемых от атомов Nb и Sn, находящихся на поверхности, энергетические спектры Nb и Sn накладываются друг на друга. Поэтому точность определения состава зависит от точности разложения спектра по отдельным элементам, а соответственно от точности измерения высот плато H_{Sn} и H_{Nb} , и равна ~ 1 ат%.

На рис.4 приведен спектр, характеризующий Nb_3Sn , приготовленный на подложке из ниобия. Хотя о стехиометрии соединения Nb_3Sn проще и точнее судить по измерению критической температуры перехода в сверхпроводящее состояние, обратное рассеяние дает дополнительную информацию о равномерности распределения компонент по глубине. По положению заднего фронта спектра около канала 510 /рис.4/, используя параметр энергетических потерь, можно оценить толщину слоя Nb_3Sn / $\sim 1,3$ мкм/.

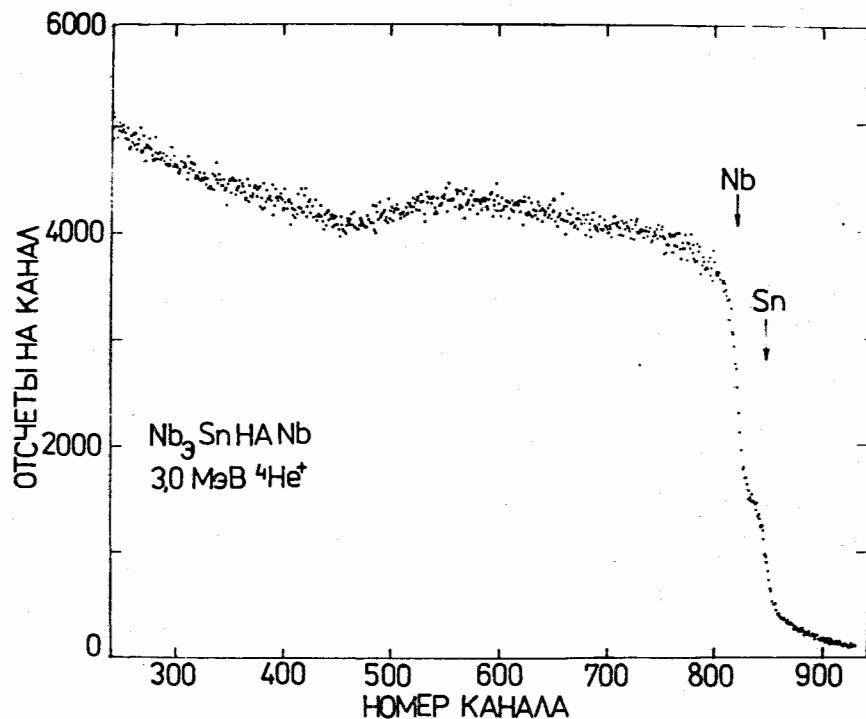


Рис.4. Энергетический спектр ${}^4\text{He}^+$, упруго рассеянных от Nb_3Sn - пленки, приготовленной на ниобии.

Приложение

Значения кинематического фактора рассеяния K_{sc} и дифференциального сечения упругого рассеяния σ для некоторых элементов периодической таблицы Менделеева

| Элемент | Z_2 -ат. номер | m_2 -ат. масса | σ, m^2 | K_{sc} |
|---------|------------------|------------------|----------------------|----------|
| Li | 3 | 6,941 | $4,7713\text{E}-51$ | 0,10272 |
| Be | 4 | 9,10248 | $1,1288\text{E}-50$ | 0,19356 |
| B | 5 | 10,811 | $1,9674\text{E}-50$ | 0,26347 |
| C | 6 | 12,01115 | $2,9619\text{E}-50$ | 0,30492 |
| N | 7 | 14,0067 | $4,2313\text{E}-50$ | 0,36548 |

| Элемент | Z_2 -ат. номер | m_2 -ат. масса | σ, m^2 | K_{sc} |
|---------|------------------|------------------|----------------------|----------|
| O | 8 | 15,9994 | $5,6973\text{E}-50$ | 0,41703 |
| F | 9 | 18,9984 | $7,4179\text{E}-50$ | 0,48124 |
| Ne | 10 | 20,179 | $9,2291\text{E}-50$ | 0,50295 |
| Na | 11 | 22,9898 | $1,1322\text{E}-49$ | 0,54816 |
| Mg | 12 | 24,305 | $1,3539\text{E}-49$ | 0,56668 |
| Al | 13 | 26,98154 | $1,6012\text{E}-49$ | 0,60011 |
| Si | 14 | 28,086 | $1,8617\text{E}-49$ | 0,61247 |
| P | 15 | 30,9738 | $2,1487\text{E}-49$ | 0,64150 |
| S | 16 | 32,064 | $2,4488\text{E}-49$ | 0,65138 |
| Cl | 17 | 35,453 | $2,7761\text{E}-49$ | 0,67890 |
| Ar | 18 | 39,948 | $3,1248\text{E}-49$ | 0,70938 |
| K | 19 | 39,098 | $3,4793\text{E}-49$ | 0,70407 |
| Ca | 20 | 40,08 | $3,8581\text{E}-49$ | 0,71019 |
| Sc | 21 | 44,956 | $4,2664\text{E}-49$ | 0,73722 |
| Ti | 22 | 47,90 | $4,6889\text{E}-49$ | 0,75124 |
| V | 23 | 50,942 | $5,1309\text{E}-49$ | 0,76424 |
| Cr | 24 | 51,996 | $5,5888\text{E}-49$ | 0,76844 |
| Mn | 25 | 54,938 | $6,0698\text{E}-49$ | 0,77940 |
| Fe | 26 | 55,847 | $6,5667\text{E}-49$ | 0,78258 |
| Co | 27 | 58,9332 | $7,0870\text{E}-49$ | 0,79272 |
| Ni | 28 | 58,71 | $7,6213\text{E}-49$ | 0,79202 |
| Cu | 29 | 63,546 | $8,1836\text{E}-49$ | 0,80625 |
| Zn | 30 | 65,38 | $8,7605\text{E}-49$ | 0,81114 |
| Ga | 31 | 69,72 | $9,3605\text{E}-49$ | 0,82181 |
| Ge | 32 | 72,59 | $9,9778\text{E}-49$ | 0,82823 |
| As | 33 | 74,9216 | $1,0614\text{E}-48$ | 0,83311 |
| Se | 34 | 78,96 | $1,1272\text{E}-48$ | 0,84094 |
| Br | 35 | 79,904 | $1,1946\text{E}-48$ | 0,84267 |
| Kr | 36 | 83,80 | $1,2642\text{E}-48$ | 0,84941 |
| Rb | 37 | 85,4678 | $1,3356\text{E}-48$ | 0,85212 |
| Sr | 38 | 87,62 | $1,4090\text{E}-48$ | 0,85549 |
| Y | 39 | 88,9059 | $1,4843\text{E}-48$ | 0,85742 |
| Zr | 40 | 91,22 | $1,5616\text{E}-48$ | 0,86078 |
| Nb | 41 | 92,9064 | $1,6408\text{E}-48$ | 0,86313 |
| Mo | 42 | 95,94 | $1,7221\text{E}-48$ | 0,86716 |
| Tc | 43 | 98,9062 | $1,8054\text{E}-48$ | 0,87088 |
| Ru | 44 | 101,07 | $1,8905\text{E}-48$ | 0,87346 |

| Элемент | Z ₂ -ат. номер | m ₂ -ат. мвсса | σ, m^2 | K _{sc} |
|---------|------------------------------|------------------------------|----------------------|-----------------|
| Rh | 45 | 102,9055 | 1,9776E-48 | 0,87558 |
| Pd | 46 | 106,4 | 2,0667E-48 | 0,87941 |
| Ag | 47 | 107,868 | 2,1577E-48 | 0,88095 |
| Cd | 48 | 112,40 | 2,2508E-48 | 0,88547 |
| In | 49 | 114,82 | 2,3458E-48 | 0,88774 |
| Sn | 50 | 118,69 | 2,4428E-48 | 0,89120 |
| Sb | 51 | 121,75 | 2,5417E-48 | 0,89379 |
| Te | 52 | 127,60 | 2,6427E-48 | 0,89840 |
| I | 53 | 126,9044 | 2,7453E-48 | 0,89787 |
| Xe | 54 | 131,30 | 2,8501E-48 | 0,90112 |
| Cs | 55 | 132,9054 | 2,9567E-48 | 0,90226 |
| Ba | 56 | 137,34 | 3,0655E-48 | 0,90525 |
| La | 57 | 138,906 | 3,1760E-48 | 0,90628 |
| Hf | 72 | 178,49 | 5,0700E-48 | 0,92628 |
| Ta | 73 | 180,94E | 5,2119E-48 | 0,92725 |
| W | 74 | 183,85 | 5,3558E-48 | 0,92835 |
| Re | 75 | 186,207 | 5,5017E-48 | 0,92923 |
| Os | 76 | 190,2 | 5,6495E-48 | 0,93066 |
| Ir | 77 | 192,22 | 5,7992E-48 | 0,93136 |
| Pt | 78 | 195,09 | 5,9509E-48 | 0,93234 |
| Au | 79 | 196,9665 | 6,1046E-48 | 0,93296 |
| Hg | 80 | 200,59 | 6,2602E-48 | 0,93413 |
| Tl | 81 | 204,37 | 6,4179E-48 | 0,93531 |
| Pb | 82 | 207,19 | 6,5774E-48 | 0,93616 |
| Bi | 83 | 208,9804 | 6,7389E-48 | 0,93669 |
| Po | 84 | 209 | 6,9022E-48 | 0,93670 |
| At | 85 | 210 | 7,0676E-48 | 0,93699 |
| Rn | 86 | 222 | 7,2353E-48 | 0,94029 |
| Fr | 87 | 223 | 7,4045E-48 | 0,94055 |
| Ra | 88 | 226,0254 | 7,5758E-48 | 0,94132 |
| Ac | 89 | 227 | 7,7490E-48 | 0,94157 |
| Th | 90 | 232,0381 | 7,9243E-48 | 0,94280 |
| Pa | 91 | 231,0359 | 8,1013E-48 | 0,94256 |
| U | 92 | 238,03 | 8,2806E-48 | 0,94420 |

ЛИТЕРАТУРА

1. Сверхпроводящие материалы /под ред. Е.М.Савицкого/. "Металлургия", М., 1976.
2. Ziedler J. Thin Solid Films, 1973, 19, p. 289.
3. Brice D.K. Thin Solid Films, 1973, 19, p. 121.
4. Feng I.S.-Y. et al. Thin Solid Films, 1973, 19, p. 175.

Рукопись поступила в издательский отдел
29 декабря 1981 года.