

Б-20

ХАРЬКОВСКИЙ ОРДЕНА ЛЕНИНА
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
им. В.И.ЛЕНИНА

9-80-74

БАЛАЛЫКИН
Николай Иванович

ВОПРОСЫ СОЗДАНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ
РАБОЧЕГО СЛОЯ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ РЕЗОНАТОРОВ
В ВИДЕ ПЛЕНОК СВЕРХПРОВОДНИКОВ
ВТОРОГО РОДА

Специальность 01.04.07 - физика твердого тела

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Дубна 1980

Работа выполнена в Отделе новых методов ускорения
Объединенного института ядерных исследований

Научные руководители: доктор физико-математических наук
Саранцев В.П.
кандидат физико-математических наук
Рубин Н.Б.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Палатник Л.С.
доктор физико-математических наук
Комник Ю.Ф.

Ведущее предприятие: Научно-исследовательский институт
электрофизической аппаратуры
им. Д.В. Ефремова, Ленинград

Защита состоится "___" _____ 1980 г. в _____ часов
на заседании специализированного совета К068.39.02 при
Харьковском политехническом институте имени В.И. Ленина
(310002, - Харьков, ул. Фрунзе, 21).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института.

Автореферат разослан "___" _____ 1980 г.

Ученый секретарь
специализированного совета Сокол А.А.

Общая характеристика работы

Диссертация посвящена вопросам создания рабочей поверхности сверхпроводящих резонаторов (СПР) методами вакуумной пленочной технологии. Для решения этих вопросов был разработан, создан и введен в эксплуатацию комплекс технологического и исследовательского оборудования.

На сверхвысоковакуумной установке для нанесения сверхпроводящих пленок была отработана технология получения ниобиевых и ниобий-титановых (с заданным соотношением компонентов) конденсаторов определенной толщины на подложках сложной геометрической формы площадью до $0,25 \text{ м}^2$. Материал подложки - металлы и неметаллы.

На камере рассеяния проводился анализ элементного состава получаемых конденсаторов методом упругого рассеяния частиц ^3He .

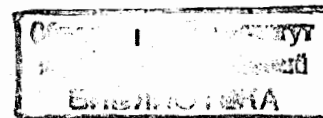
Исследование зависимости элементного состава, фазового состава и сверхпроводящих характеристик конденсаторов от физико-технологических условий их получения позволило отладить технологию нанесения пленок ниобия и ниобий-титана на подложки из металла и неметалла со сверхпроводящими характеристиками на уровне лучших характеристик соответствующих массивных материалов на постоянном токе и достаточно малым поверхностным сопротивлением на переменном высокочастотном токе.

В результате с помощью разработанной технологии создаются СПР цилиндрического типа на частоту 500 МГц на медной основе с рабочей поверхностью в виде пленки ниобия или ниобий-титана различного состава для экспериментов на прототипе ускоряющей секции коллективного ускорителя и ниобиевые тонкопленочные СПР на сапфировой основе для использования их в создании высокостабильных генераторов.

Актуальность проблемы

Разработка метода создания СПР с рабочим слоем в виде пленки диктовалась в первую очередь актуальностью проблем, решение которых предполагает использование СПР.

I. В прототипе криогенной высокочастотной ускоряющей секции коллективного ускорителя ионов СПР предназначены для ускорения электрон-ионных сгустков. Идея коллективного метода состоит в том, что каждый ион, удерживаемый кулоновскими силами внутри электронного сгустка и ускоряемый вместе с ним, должен приобретать энергию большую, чем любой из электронов во столько



раз, во сколько раз масса покоя иона больше "эффективной" массы покоя электрона.

2. Проведение точных радиофизических измерений требует создания высокостабильных источников СВЧ сигналов. Генераторы, стабилизированные СПР, становятся конкурентоспособными с квантовыми стандартами частоты. Одним из путей существенного улучшения стабильности этих генераторов является использование ниобиевых тонкопленочных СПР на сапфировой основе.

Цель и задачи исследования

Целью исследований являлось создание сверхпроводящих СВЧ резонаторов с рабочим слоем в виде пленки для применения их в ускорительной и измерительной областях техники.

В задачи входило:

1. Разработка, создание и введение в эксплуатацию вакуумной установки для нанесения сверхпроводящих пленок ниобия и пленок на основе ниобия.

2. Решение вопросов получения пленок определенного состава и заданной толщины на приемной поверхности площадью $\sim 0,25 \text{ м}^2$ сложной формы со статическими сверхпроводящими характеристиками, соответствующими массивным материалам.

3. Разработка, создание и введение в эксплуатацию установки для анализа элементного состава пленок и поверхностей твердого тела методом упругого рассеяния частиц ^3He .

4. Разработка и создание электронно-лучевой пушки для сварки стыка сверхпроводящего резонатора и отработка технологии сварки стыка.

5. Исследование технологической применимости разработанного электронно-плазменного испарителя.

6. Исследование фазового и элементного состава получаемых пленок ниобия и ниобий-титана.

7. Исследование макронапряжений в системе "пленка - медная подложка".

8. Исследование статических сверхпроводящих характеристик пленок ниобия и ниобий-титана и природы объемной силы пиннинга.

9. Исследование поверхностного импеданса пленок ниобия.

10. Исследование поверхностного сопротивления пленок ниобий-титана.

II. Разработка технологического процесса изготовления сверхпроводящего рабочего слоя СВЧ резонаторов.

Научная новизна и значимость

1. Впервые разработан метод создания СПР с рабочим слоем в виде пленки сверхпроводника второго рода на подложках из металлов и неметаллов. Такие СПР, в отличие от СПР, выполненных из массивных материалов, не подвержены явлению термомагнитного пробоя, которое препятствует достижению приемлемой добротности на высоком уровне мощности.

2. Разработана методика анализа элементного состава пленок и поверхностей ниобия и ниобий-титана толщиной до 2,5 мкм, основанная на упругом рассеянии частиц ^3He .

3. Исследована природа объемной силы пиннинга в ниобий-титановых пленках различного состава. Это позволило наметить пути дальнейшего повышения величины критической плотности тока в пленках из такого сплава до значения $j_k \approx 10^6 \text{ А}\cdot\text{см}^{-2}$. Пленки с указанным значением j_k могут быть использованы при создании СПР, предназначенных для работы во внешнем магнитном поле $H_e > H_{k1}$.

4. Впервые экспериментально исследован поверхностный импеданс сверхпроводящих пленок ниобия. Результаты исследования хорошо согласуются с теоретическими расчетами по модели Маттиса-Бардина.

5. В результате проведенных исследований зависимости состава пленок (фазового и элементного), прочностных и адгезионных свойств конденсаторов, их сверхпроводящих характеристик от физико-технологических условий препарирования, а также произведенного теоретического расчета распределения конденсата на вращающейся поверхности, расположенной эксцентрично оси испарительного блока, разработан, создан и введен в эксплуатацию комплекс технологического и исследовательского оборудования:

а) сверхвысоковакуумная установка для нанесения одно- и многокомпонентных пленок различных материалов с полезным объемом вакуумной камеры $\sim 1 \text{ м}^3$;

б) электронно-лучевая пушка для сварки стыка СПР;

в) установка для анализа элементного состава пленок и поверхностей твердого тела методом упругого рассеяния частиц ^3He с энергией $E_0 = 14,3 \text{ МэВ}$.

Практическая ценность

Разработанный, созданный и введенный в эксплуатацию комплекс технологического и исследовательского оборудования, а также

проведенные исследования позволяют создавать СПР на различной основе с рабочим слоем в виде пленки. Созданы тонкопленочные ниобиевые резонаторы на сапфировой основе (комплект из двух идентичных СПР с добротностью $Q_0 = 2 \cdot 10^8$ при $T = 2K$). На основе этих резонаторов в МГУ им. М.В.Ломоносова создан высокостабильный задающий высокочастотный генератор /10/.

Ведутся работы по созданию СПР с ниобиевой и ниобий-титановой пленкой на медной основе ($f_0 = 500$ МГц) с целью использования их в коллективном ускорителе ОНУ ОИЯИ.

Результаты исследований по теме данной работы нашли отражение в 19 публикациях в научных отечественных и зарубежных журналах. Десять из них составили основу диссертации. Материалы диссертации обсуждены в Отделе новых методов ускорения Объединенного института ядерных исследований.

Предварительная защита диссертации проведена на совместном заседании кафедры металлофизики и кафедры теоретической и экспериментальной физики Харьковского политехнического института им. В.И.Ленина.

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, двух приложений и списка литературы. Объем работы 153 страницы: машинописный текст на 105 страницах; 53 рисунка и 16 таблиц на 48 страницах; список литературы из 90 наименований на 7 страницах.

Краткое изложение диссертации

Во введении дана общая постановка проблемы создания тонкопленочного рабочего слоя СПР из сверхпроводников второго рода, намечены пути ее решения и кратко изложены результаты исследований и экспериментов.

В первой главе приведен анализ современного состояния вопроса создания СПР.

Одной из основных электрофизических характеристик СПР является поверхностное сопротивление R_s . В соответствии с теорией ЕКШ температурная и частотная зависимость R_s на частотах, при которых энергия $\hbar\omega$ меньше энергетической щели 2Δ , и при температурах $T < 0,5 T_K$ дается следующим выражением

$$R_s \propto \frac{\omega^k}{T} \exp\left(-\frac{\Delta}{k_B T}\right), \text{ где } k = 1,7 \div 2.$$

В экспериментах такая зависимость наблюдается до температур выше 1,5К. Ниже этой температуры существует остаточное сопротив-

ление R_0 , которое практически не зависит от температуры, а измеренное поверхностное сопротивление выражается следующим образом

$$R_s(T) = R_{skw}(T) + R_0.$$

Самыми низкими значениями остаточного сопротивления, которые были достигнуты на ниобии при $T = 1,2 \div 1,5K$ в условиях экранировки, являются значения $R_0 \approx 0,5 \div 2,0 \times 10^{-9}$ Ом. Приведенные значения рекордны и трудно воспроизводимы. Практически значения величины остаточного сопротивления выше примерно на порядок.

При наличии больших высокочастотных магнитных полей энергетическая щель уменьшается, а глубина проникновения возрастает, что ведет к увеличению R_s . Используя теорию Гинзбурга-Ландау, Хальбриттер показал, что при $T = 1,85K$ и $B_{sv} = B_k$ для ниобия $R_s(B_k)/R_s(0) = 3,3$, где B_k - термодинамическое критическое поле. На практике при изготовлении СПР из массивных кусков (листов) сверхпроводника при достижении магнитной составляющей ВЧ поля некоторого критического значения $B_k^{sv} \lesssim B_k$ наступает термомагнитный пробой, обусловленный плохой теплопроводностью стенок СПР.

Современное состояние работ по созданию СПР из массивных материалов в исследовательских центрах в СССР и за рубежом показывает, что, несмотря на преодоленные трудности изготовления СПР и сохранения их высоких рабочих характеристик, явление термомагнитного пробоа ограничивает применение таких СПР для получения требуемых напряженностей электрического поля. Следует также отметить, что для освоенной технологии изготовления СПР из массивного куска сверхпроводника имеется ряд ограничений, главными из которых являются: ограничение по рабочему диапазону (реально - не менее 4ГГц) из-за резкого увеличения размеров резонатора; неэкономичность - объем отходов около 75%.

Перспективным представляется использование сверхпроводников II рода в виде пленок, нанесенных на подложки с высокой теплопроводностью. Кроме того, в некоторых областях СВЧ-техники для создания СПР требуется применение сверхпроводника только в виде пленки. Например, СПР на сапфировой основе для создания высокостабильного задающего генератора.

Во второй главе приводится описание разработанного и созданного технологического и исследовательского оборудования, а также результаты проведенных в связи с этим исследований.

Установка для нанесения сверхпроводящих пленок /1/ состоит из:

1) вакуумной камеры объемом $\sim 1 \text{ м}^3$, выполненной из нержавеющей стали; 2) системы безмасляной откачки, включающей блок цеолитовых насосов, электроразрядный насос НОРД-250 и титановый криосублимационный насос; 3) испарительного блока, включающего четыре автономных электронно-плазменных (ЭП) испарителя; 4) электронно-лучевой пушки для сварки стыка СПР; 5) систем электропитания, управления, сигнализации, блокировки и контроля; 6) систем магистралей - газовой, водоохлаждения, жидкого азота.

Размеры вакуумной камеры позволяют оперировать с резонаторами СВЧ диапазона вплоть до 500 МГц (площадь подложки $\sim 0,25 \text{ м}^2$). Рабочий вакуум не хуже $6,6 \cdot 10^{-6} \text{ Па}$ ($5 \cdot 10^{-8} \text{ мм.рт.ст.}$). Основным компонентом остаточных газов является аргон. ЭП испарители позволяют получать одно- и многокомпонентные пленки различных элементов на подложках из металлов и неметаллов. Для исследовательских целей были получены пленки Nb, Ta, Mo, Ti, Zr, U, W, NbTi, NbZr, Nb₃Sn и др. При расположении подложки на высоте 150 мм скорость конденсации ниобия, вольфрама достигает значения $800 \text{ А} \cdot \text{мин}^{-1}$; титана $4000 \text{ А} \cdot \text{мин}^{-1}$.

Произведен расчет характера распределения конденсата на вращающейся поверхности большой площади, расположенной эксцентрично оси испарителя. Получено следующее выражение для коэффициента распределения

$$\eta = \frac{Q}{Q_0} = \frac{1 + (z_0/H)^2 + (z/H)^2}{\left\{ \left[1 + (z_0/H)^2 + (z/H)^2 \right]^2 - \left(\frac{2z_0z}{H^2} \right)^2 \right\}^{3/2}}, \text{ где}$$

Q - количество конденсата на единичной площадке за период обращения подложки;

Q_0 - количество конденсата на единичной площадке при неподвижной подложке;

z_0 - расстояние между осью вращения подложки и осью испарителя;

z - текущий радиус;

H - высота расположения плоскости подложки от плоскости испарителя.

Расположение вращающейся приемной поверхности согласно произведенному расчету эксцентрично относительно оси блока ЭП испарителей и контроль расчетных режимов испарения позволили достигнуть удовлетворительной равномерности распределения конденсата по химическому составу и толщине на рабочей поверхности резонатора с

$f_0 = 500 \text{ МГц}$ ($\varnothing 464 \text{ мм}$)^{1/2/}. Для достижения качественных результатов при создании СПР требуется определение с большой точностью ($10^{-3} + 10^{-4} \text{ ат}\%$) элементного состава рабочего слоя, определяющего СВЧ свойства резонатора. С этой целью был использован ядерно-физический метод, основанный на упругом рассеянии частиц на большие углы. Исследования проводились на камере рассеяния $\varnothing 350 \text{ мм}$, смонтированной под ускоритель ЭГ-5 на пучке частиц ^3He с энергией $1+4,3 \text{ МэВ}$.^{1/3/} В зависимости от выбора коллиматора анализируемая площадь образцов составляла $0,8+2,0 \text{ мм}^2$. Регистрация энергетических спектров рассеянных частиц осуществлялась поверхностно-барьерными кремниевыми детекторами, расположенными под углом 135° и 90° . На рис. 1 и 2 представлены типы спектров от ниобий-титановых пленок различной толщины и состава. Анализ таких спектров позволяет определить элементный состав исследуемых пленок и поверхностей. Этот метод наряду с четким определением пиков рассеяния на соответствующих атомных массах в широком интервале (от лития до золота) обеспечивает точность $10^{-3} + 10^{-4} \text{ ат}\%$ и не приводит к разрушению объекта. Расчет и проектирование электронно-лучевой пушки для сварки стыка СПР проводились с учетом использования ее в вакуумной камере нанесения СП пленок. После экспериментальной доводки пушки была выполнена сварка стыков СПР с $f_0 = 1,5 \text{ ГГц}$ с использованием вставки из материала НТ-20 толщиной 1 мм при следующих режимах:

$$U_a = 40 \text{ кВ}; I_{\text{луч}} = 10 \text{ мА}; I_{\text{фок.кат.}} = 0,6 \text{ А}; \nu_{\text{св.}} = 15 \text{ мч}^{-1}.$$

В связи с тем, что при получении пленок тугоплавких материалов (ниобия) особенно высокие требования предъявляются к испарителю, были проведены исследования технологической применимости разработанного ЭП испарителя. В качестве тестовых материалов были выбраны вольфрам - один из самых тугоплавких материалов, и уран - материал, который в расплавленном состоянии агрессивен по отношению к металлам, находящимся с ним в контакте. Анализ результатов исследований фазового и элементного состава конденсатов этих материалов показал, что разработанные ЭП испарители пригодны для получения СП пленок ниобия и пленок на основе ниобия^{4,5,6/}.

В третьей главе приведены результаты исследований состава пленок ниобия и ниобий-титана по мере совершенствования оборудования и технологии. Показано, что в условиях масляного вакуума $P_r 1 \cdot 10^{-4} \text{ Па}$ ($1 \cdot 10^{-6} \text{ мм.рт.ст.}$) и при использовании тит-

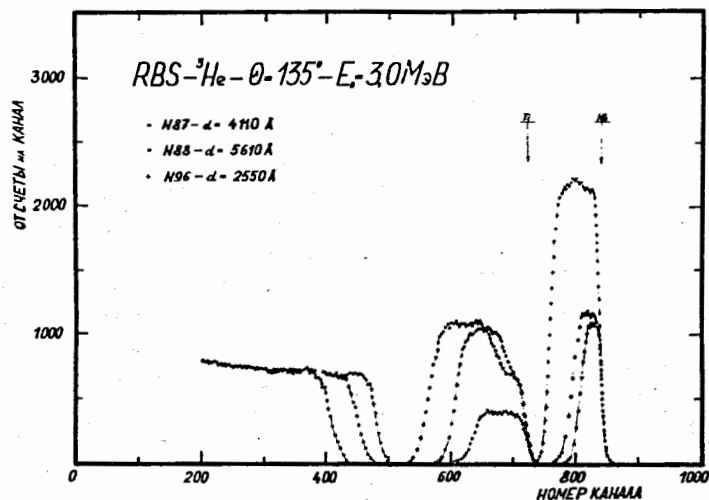


Рис.1 Энергетические спектры частиц ^3He , упруго рассеянных от пленок NbTi различной толщины и состава. Содержание ниобия < 10 ат.%.
 - N87 - $d = 410 \text{ \AA}$
 - N88 - $d = 5610 \text{ \AA}$
 - N96 - $d = 2550 \text{ \AA}$

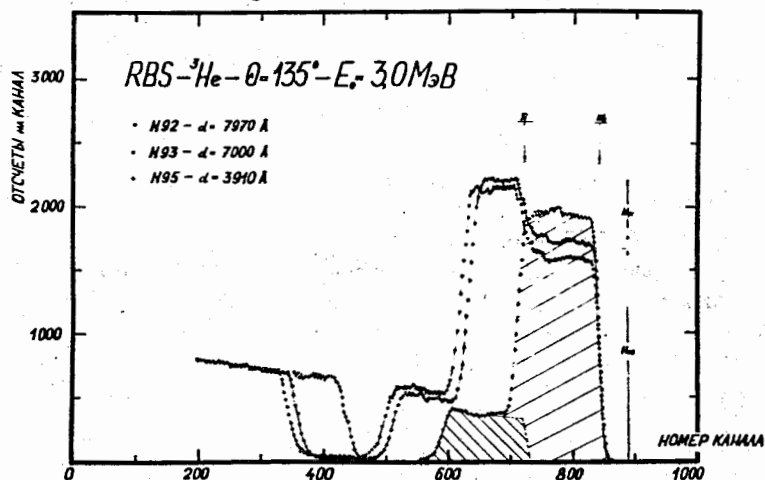


Рис.2 Энергетические спектры частиц ^3He , упруго рассеянных от пленок NbTi различной толщины и состава. Содержание ниобия > 50 ат.%.
 - N92 - $d = 7970 \text{ \AA}$
 - N93 - $d = 7000 \text{ \AA}$
 - N95 - $d = 3910 \text{ \AA}$

лей-анодов ЭП испарителей небольших размеров (полезный объем $\sim 1,5 \text{ см}^3$) в целом для всех исследованных образцов характерным является: 1) появление дополнительных фаз; 2) несоответствие измеренных толщин с их расчетными значениями; 3) неравномерность фазового состава по площади и толщине пленок. Было установлено, что дополнительные фазы в конденсатах для указанных вакуумных условий отсутствуют при скоростях конденсации более $26 \text{ \AA} \cdot \text{с}^{-1}$ для ниобий-титана и $18 \text{ \AA} \cdot \text{с}^{-1}$ для ниобия, а ответственной за неравномерность фазового состава и различие между заданными и полученными толщинами конденсатов является конструкция ЭП испарителей. С учетом результатов проведенных исследований был осуществлен перевод вакуумной камеры на безмасляную откачку и конструктивно доработаны ЭП испарители (полезный объем тиглей увеличен до $\sim 3 \text{ см}^3$). Полученные после реконструкции установки ниобиевые и ниобий-титановые пленки были подвергнуты рентгеновскому анализу [7]. На рисунках 3 и 4 представлены рентгенодифрактограммы пленок ниобия и ниобий-титана. Рентгеноструктурные данные относительного содержания ниобия и титана в пленках с точностью $\pm 5\%$ совпадали с соотношением, заданным технологическим режимом.

Как показано выше, в зависимости от толщины пленок энергетические спектры от них получаются различными: с отдельными пиками; с расширенными и наложенными пиками; с плато. Для пленок толщиной более 1 мкм (спектры с плато), зная параметры энергетических потерь $[S]_x$, при фиксированном угле рассеяния и постоянстве энергии части ^3He представляется возможным проводить элементный анализ без учета зависимости тормозного сечения от энергии. Между толщиной пленок d и шириной спектров ΔE до определенной толщины пленок существует зависимость $\Delta E = [S] \cdot d$. Экспериментально были получены зависимости ΔE от толщины пленок ниобия и титана (см. рис. 5), определены значения $[S]_{\text{Nb}} = 81 \text{ эВ/\AA}$ и $[S]_{\text{Ti}} = 68 \text{ эВ/\AA}$ и оценена возможность использования этих значений при анализе рабочего слоя СПР с \int_0 вплоть до 500 МГц (т.е. до толщин $2,5 \pm 3 \text{ мкм}$) по энергетическим спектрам от листов ниобия титана и ниобий-титана различного состава. На этих спектрах (см. рис. 6) видно, что плато линейно возрастает до толщины порядка $2,5 \text{ мкм}$. Это свидетельствует о том, что линейные потери энергии dE/dx (тормозная способность) остаются постоянными и, следовательно, параметрами $[S]_{\text{Nb}} = 81 \text{ эВ/\AA}$ и $[S]_{\text{Ti}} = 68 \text{ эВ/\AA}$ можно пользоваться для пленок из ниобий-титана толщиной $2,5 \text{ мкм}$. Высота

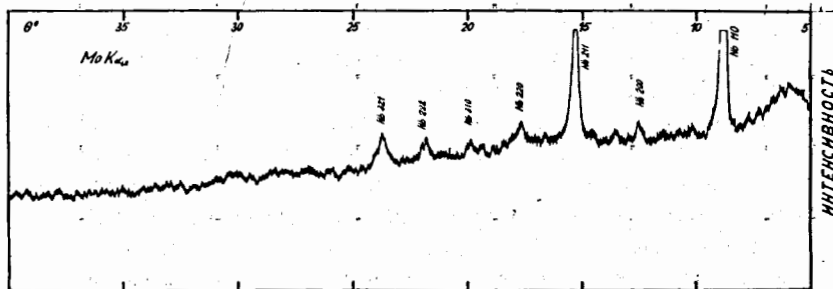


Рис.3 Рентгенодифрактограмма пленки ниобия на стек-
лянной подложке. Постоянная решетки $a=3,305\text{\AA}$.

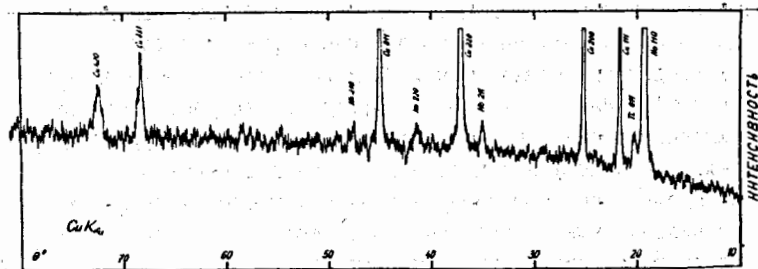


Рис.4 Рентгенодифрактограмма пленки ниобий-титана на
медной подложке. Содержание титана в пленке
 $40 \pm 0,2$ ат.%.

плато H пропорциональна $H_x \approx N_x \cdot \sigma_x \cdot [S]_x^{-1}$ и соотношение между атомными концентрациями (для титана и ниобия) вычисляются следующим образом:

$$\frac{N_{Ti}}{N_{Nb}} = \frac{H_{Ti}}{H_{Nb}} \cdot \frac{\sigma_{Nb}}{\sigma_{Ti}} \cdot \frac{[S]_{Ti}}{[S]_{Nb}} = 2,9275 \frac{H_{Ti}}{H_{Nb}},$$

где σ_{Ti} и σ_{Nb} - дифференциальные сечения упругого рассеяния Ti и Nb соответственно;

H_{Ti} и H_{Nb} - высота плато (в отсчетах на канал) спектров от Ti и Nb соответственно. С помощью этой методики было проведено исследование элементного состава значительного количества образцов как в процессе отработки технологии нанесения пленок, так и при изучении их сверхпроводящих характеристик [8,9].

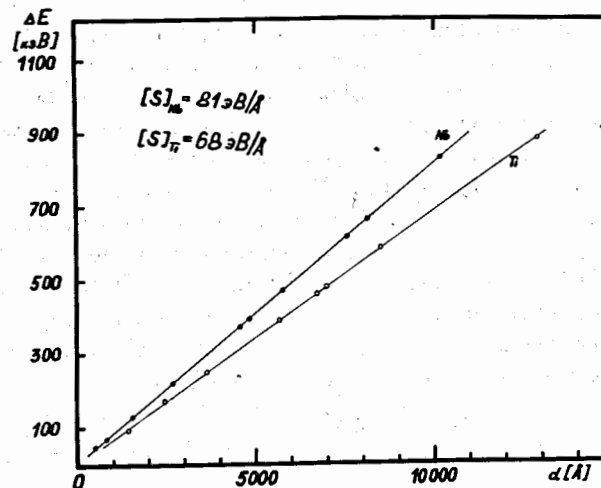


Рис.5 Зависимость энергетической ширины спектров ΔE титана и ниобия от толщины пленок.

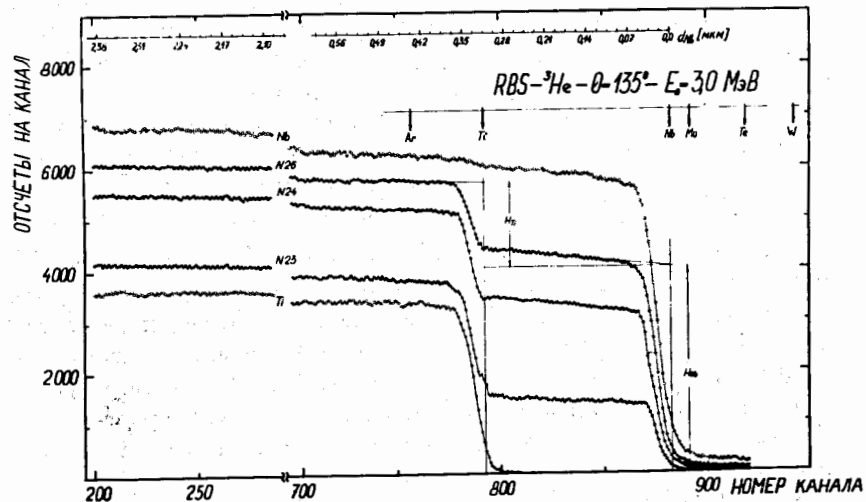


Рис.6 Энергетические спектры частиц ^3He , упруго рассеянных от листов ниобий-титана различного состава, а также от листов из титана и ниобия.

В четвертой главе приведены результаты исследований сверхпроводящих (СП) характеристик пленок и резонаторов. Показана зависимость СП характеристик конденсаторов от их толщины, состава, технологических условий препарирования [2]. Получены пленки с характеристиками, соответствующими аналогичным массивным материалам, начиная с толщин 0,5 мкм, при конденсации на подложку, нагретую до температуры ~700 К. Проведено исследование объемной силы пиннинга $P_v = j_k \cdot B \cdot \frac{dH_c(B)}{dB}$ в ниобий-титановых пленках на серии образцов, содержащих титан от 23 до 62% вес. Как показано выше (см. рис. 4), при содержании титана в пленках более 40% вес. наблюдается появление второй фазы ($\alpha-Ti$). Таким образом, исследованная серия образцов состояла как из однофазных, так и из двухфазных пленок. Большинство теоретических выражений для силы пиннинга можно записать следующим образом:

$$P_v = B \cdot j_k = S \cdot \frac{B_{k2}^2}{2\alpha} \cdot \beta^m (1-\beta)^c,$$

где S - геометрический фактор, зависящий от микроструктуры образца;

β - приведенная магнитная индукция; $\beta = \frac{B}{B_{k2}}$, α - безразмерный параметр.

Наиболее точные количественные измерения получаются при исследовании зависимости j_k (или $B \cdot j_k$) от поля и температуры. Кривая $P_v(\beta)$ обычно проходит через максимум. Как показывает накопленный к настоящему времени различными исследователями опыт, для многих материалов с высоким значением параметра α (к таким материалам относится ниобий-титан), содержащих включения второй фазы или плоские границы, максимум кривой $P_v(\beta)$ имеет место при $\beta \approx 1/3$; в случае пиннинга на дислокациях максимум может находиться между $\beta = 0,25$ и $\beta = 0,85$ в зависимости от структуры деформаций. Кривые, снятые при различных температурах $T < T_k$, являются подобными. Анализ полученных результатов (см. рис. 7) показал, что: 1) причиной пиннинга в однофазных ниобий-титановых пленках являются дислокации; 2) основной причиной пиннинга в двухфазных пленках являются границы выделения фазы $\alpha-Ti$; 3) наибольшее значение объемной силы пиннинга получено на образце, обладающем средними значениями T_k и H_{k2} ($P_v = 1,1 \cdot 10^{10}$ Н·м⁻³; $T_k = 9,74$ К; $\mu_0 H_{k2} \approx 8,8$ Т). Исследован поверхностный импеданс $Z_s = R_s + iX_s$ и остаточное сопротивление R_0 . Измерения $R_s(T)$, $R_s(B)$ и $X_s(B)$ проводились на частоте

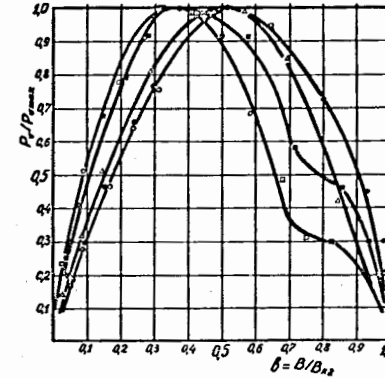


Рис.7 Зависимость $P_v/P_{v_{max}}$ от приведенной магнитной индукции β для ниобий-титановых пленок.

- - пленка Nb+62вес.%Ti; $T=7,05$ К; $\mu_0 H_{k2}=7,1$ Т;
- - пленка Nb+60вес.%Ti; $T=8,00$ К; $\mu_0 H_{k2}=12,1$ Т;
- △ - пленка Nb+40вес.%Ti; $T=9,74$ К; $\mu_0 H_{k2}=8,8$ Т;
- - пленка Nb+25вес.%Ti; $T=10,18$ К; $\mu_0 H_{k2}=9,3$ Т;
- - пленка Nb+23вес.%Ti; $T=9,98$ К; $\mu_0 H_{k2}=10,0$ Т;

2,89 ГГц с помощью тонкопленочных ниобиевых резонаторов на сапфировой основе. Величины R_s и ΔX_s определялись по измерению добротности и собственной частоты резонаторов из соотношений $R_s = \frac{\Gamma}{Q}$ и $\Delta X_s = -2\Gamma \frac{\Delta\omega}{\omega}$, где Γ - геометрический фактор, $\Delta\omega$ - изменение собственной частоты резонатора.

На рис. 8 в качестве примера приведена зависимость измеренных значений R_s от температуры. Там же показаны теоретические зависимости $R_s(T)$, рассчитанные по формулам моделей Маттиса-Бардина и Абрикосова-Горькова-Халатникова. Сопоставление данных показывает, что: 1) для пленки с $T_k = 9,2$ К величина R_0 принимает минимальное значение $R_{0,мин} = 3,5 \cdot 10^{-7}$ Ом; 2) зависимость $R_s(T)$ для пленки близка к теоретическим расчетам по модели Маттиса-Бардина, несмотря на то, что измеренное значение $R_0 \approx 4,1 \cdot 10^{-3}$ Ом более чем в два раза превосходит теоретическое значение $\frac{10}{\omega}$.

По мере проведения исследований СП на медной основе были решены вопросы - механической работоспособности системы "пленка-медная подложка"; стыковки половинок СП с помощью индиевой прокладки; сохранения СП свойств рабочего слоя при хранении резонаторов. Проведенные измерения ВЧ свойств таких СП показали, что

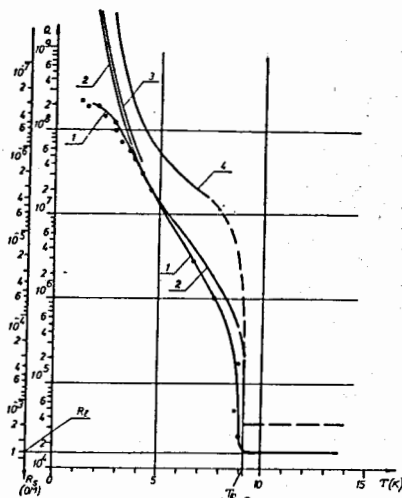


Рис. 8 Зависимость Q и R_s от температуры: 1 - измерено для пленок ниобия с $T_k = 9,2$ К; 2 - рассчитано по формулам Маттиса-Бардина; 3 - пересчитано с лучших экспериментальных данных для СПР из массивного ниобия; 4 - рассчитано по формулам Абрикосова-Горькова-Халатникова.

поверхностное сопротивление ниобий-титановой пленки ~ в 10 раз выше, чем ниобиевой.

Результатом проведенных исследований большого количества резонаторов широкого СВЧ диапазона явилась разработка технологического процесса создания СПР с рабочим слоем в виде пленок ниобия и ниобий-титана.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные результаты работы можно кратко сформулировать следующим образом:

1. Разработан метод создания сверхпроводящих резонаторов с рабочим слоем в виде пленки сверхпроводника второго рода. Пленка сверхпроводника наносится на окончательно отполированную поверхность заготовки резонатора путем конденсации исходного (-ых) материала (-лов), испаряемого (-ых) с помощью электронно-плазменных испарителей в вакууме. При необходимости рабочий слой может быть защищен нитридной пленкой на окончательной стадии напыления.

2. Разработана и освоена методика анализа элементного состава пленок и поверхностей ниобия и ниобий-титана толщиной до 2,5 мкм с использованием упругого рассеяния частиц ^3He .

3. Выполнен расчет распределения конденсата на врацающейся поверхности, расположенной эксцентрично оси испарительного блока. Исследовано распределение конденсата по толщине на приемной поверхности резонатора с $f_0 = 500$ МГц ($\phi = 464$ мм): отклонение от

заданной толщины не превышает $\pm 10\%$. Исследовано соотношение компонентов в пленках NbTi для СПР с $f_0 = 500$ МГц. Расхождение между данным и фактическим составом рабочей поверхности, начиная с одной трети радиуса от центра, лежит в пределах $0,7 \pm 2,7$ ат. %.

4. Исследована природа объемной силы пиннинга в ниобий-титановых пленках. Показано, что основной причиной пиннинга в однофазных пленках являются дислокации, а в двухфазных - границы выделения второй фазы ($\alpha\text{-Ti}$).

5. Исследован поверхностный импеданс сверхпроводящих пленок ниобия. Данные измерений подтверждают теоретические расчеты по модели Маттиса-Бардина (различие $\sim 30\%$ в диапазоне температур $3,8 \pm 7,0$ К).

6. Исследованы сверхпроводящие статические характеристики Nb и NbTi пленок. Пленки обладают характеристиками, соответствующими массивным материалам, начиная с толщины ~ 5000 Å, при конденсации на подложку, нагретую до температуры ~ 700 К.

7. На основании проведенных исследований технологической применимости электронно-плазменного испарителя на примере получения пленок W и ^{238}U , фазового и элементного состава пленок ниобия и ниобий-титана, механической работоспособности системы "пленка-медная подложка" - разработан, создан и введен в эксплуатацию комплекс технологического и исследовательского оборудования:

а) Установка для нанесения одно- и многокомпонентных пленок различных материалов. Целевое назначение установки - создание сверхпроводящего рабочего слоя резонаторов. Размеры вакуумной камеры ($\sim 1 \text{ м}^3$) позволяют оперировать с резонаторами СВЧ диапазона вплоть до 500 МГц. Рабочий вакуум $P \approx 6,5 \cdot 10^{-6}$ Па ($\approx 5 \cdot 10^{-8}$ мм.рт.ст.), основным компонентом остаточных газов является аргон. Электронно-плазменные испарители работоспособны при давлении остаточных газов $P \approx 10^{-2}$ Па и ниже.

б) Электронно-лучевая пушка ($U_a = 40$ кВ, $I_a = 40$ мА) позволяет при необходимости осуществлять сварку стыка СПР.

в) Установка для анализа элементного состава пленок и поверхностей твердого тела методом упругого рассеяния частиц ^3He на больших углах. Энергия частиц $E_0 = 1,4,3$ МэВ. Анализируемая площадь - $0,8 \pm 2,0 \text{ мм}^2$, чувствительность - $10^{-2} + 10^{-1}$ монослоя; точность - $\pm 5\%$.

8. Созданы и продолжают создаваться СПР ($f_0 = 500$ МГц) на медной основе с рабочим слоем в виде пленок ниобия и ниобий-ти-

тана для экспериментов на прототипе сверхпроводящей ускоряющей секции коллективного ускорителя.

9. Создан комплект из двух идентичных тонкопленочных ниобиевых СНР ($f_0 \approx 3$ ГГц) на сапфировой основе с добротностью $Q_0 = 2 \cdot 10^8$ при $T = 2$ К. В МГУ им. М.В.Ломоносова с применением этих СНР реализован автогенератор СВЧ диапазона с нестабильностью $\frac{\Delta f}{f} \approx 5 \cdot 10^{-12}$ для использования в точных радиофизических измерениях и физических экспериментах.

Содержание диссертации отражено в следующих основных работах:

1. Балалыкин Н.И., Муратов Ю.В., Рубин Н.Б. Установка для нанесения сверхпроводящих пленок. Препринт ОИЯИ, Р8-6855, Дубна (1972).
2. Балалыкин Н.И., Муратов Ю.В., Смирнов Ю.И., Шабратов В.Г. Некоторые характеристики напыленных сверхпроводящих тонких пленок. Препринт ОИЯИ, Р8-6863, Дубна (1972).
3. Бух Ю., Балалыкин Н.И., Осетинский Г.М., Ван Сын Чан. Микрoхимический анализ тонких пленок методом упругого рассеяния ^3He . ИТЭ, №5, Москва (1977).
4. Балалыкин Н.И., Бух Ю., Катрасев В.В., Скрипник А.В. Получение тонких пленок вольфрама. Препринт ОИЯИ, 9-9538, Дубна (1976); "*Thin Solid Films*", 38 255-260 (1976).
5. Балалыкин Н.И., Бух Ю., Катрасев В.В., Скрипник А.В. Пленки урана для мишеней. Препринт ОИЯИ, Р13-9783, Дубна (1976); "*Nuclear Instr. and Methods*", 137, p.381-384 (1976).
6. Балалыкин Н.И., Бух Ю., Влияние вакуумных испарителей на состав металлических пленок. Препринт ОИЯИ, Р14-10298, Дубна (1976).
7. Балалыкин Н.И., Бух Ю. Рентгеновский анализ сверхпроводящих тонких пленок на основе ниобия. Препринт ОИЯИ, 9-8605, Дубна (1975); "*Thin Solid Films*", 32, 375-377 (1976).
8. Buch J. and Balalykin N.I. Determination of the composition of NbTi films by elastic scattering of ^3He . "*Thin Solid Films*", 51, 167-173 (1978).
9. Балалыкин Н.И., Бух Ю., Лубы Ш. Химический анализ состава поверхностей массива и пленок из NbTi . Препринт ОИЯИ, Р14-11000, Дубна (1977); "*Thin Solid Films*", 51, №2 (1978).
- Ю. Балалыкин Н.И., Панов В.И., Зубиетов П.И. Поверхностный импеданс сверхпроводящих пленок ниобия. "Письма в ЖТФ", том 4, вып. 7, №7 (1978).

Рукопись поступила в издательский отдел
1 февраля 1980 года.