

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

ДУБНА



14/10-75

С3933

Б-94

9 - 8605

Ю.Бух, Н.И.Балалыкин

1446/2-75

РЕНТГЕНОВСКИЙ АНАЛИЗ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ТОНКИХ ПЛЕНОК
НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

1975

9 - 8605

Ю.Бух, Н.И.Балалыкин

РЕНТГЕНОВСКИЙ АНАЛИЗ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ТОНКИХ ПЛЕНОК
НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Объединенный институт
ядерных исследований
БИБЛИОТЕКА

Бух Ю., Балалыкин Н.И.

9 - 8605

Рентгеновский анализ сверхпроводящих тонких пленок
на основе ниобия

Приводится рентгеновский анализ сверхпроводящих пленок на основе ниобия, полученных методом электронно-лучевого плазменного испарения в вакууме.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований
Дубна 1975

В ОНМУ продолжают работы по увеличению добротности сверхпроводящих /СП/ резонаторов кольцевого резонатора /1/. В одном из вариантов конструкции резонаторов рабочая поверхность создается путем электронно-лучевого плазменного напыления на медную основу СП тонких пленок на основе ниобия и его сплавов с титаном. Некоторые свойства этих пленок приводятся в работе /2/.

Сверхпроводящие свойства зависят от многих факторов, среди которых структура пленки является особо важной. Исследование и анализ структурной зависимости СП свойств - это необходимая основа разработки оптимальной технологии получения требуемой СП рабочей поверхности резонаторов. Для этой цели был использован рентгенодифрактометр марки ZEISS. Съемка производилась в CuK_α -излучении с длиной волны $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ и в MoK_α - излучении с длиной волны $\lambda = 0,7107 \text{ \AA}$. Для получения монохроматического излучения и отфильтровки CuK_β - или MoK_β -излучений мы использовали тонкие Ni или Zr фильтры соответственно. Регистрация рефлексов осуществлялась пропорциональным счетчиком с записью на бумагу. Было исследовано несколько серий образцов из Nb и NbTi тонких пленок, нанесенных на медные подложки при комнатной температуре.

Рентгенодифрактограмма пленки Nb представлена на рис. 1. Пленка была снята непосредственно с медного резонатора и наклеена на стеклянную подложку. Рассчитанные рефлексы соответствуют объемноцентрированной кубической решетке Nb. Постоянная решетки пленок /вычисленная при больших брегговских углах/ изменялась в пределах $a = 3,305 \div 3,310 \text{ \AA}$. Высокий уровень сплошного фона на рентгенодифрактограмме возникает вследствие дифракции от аморфной стеклянной подложки.

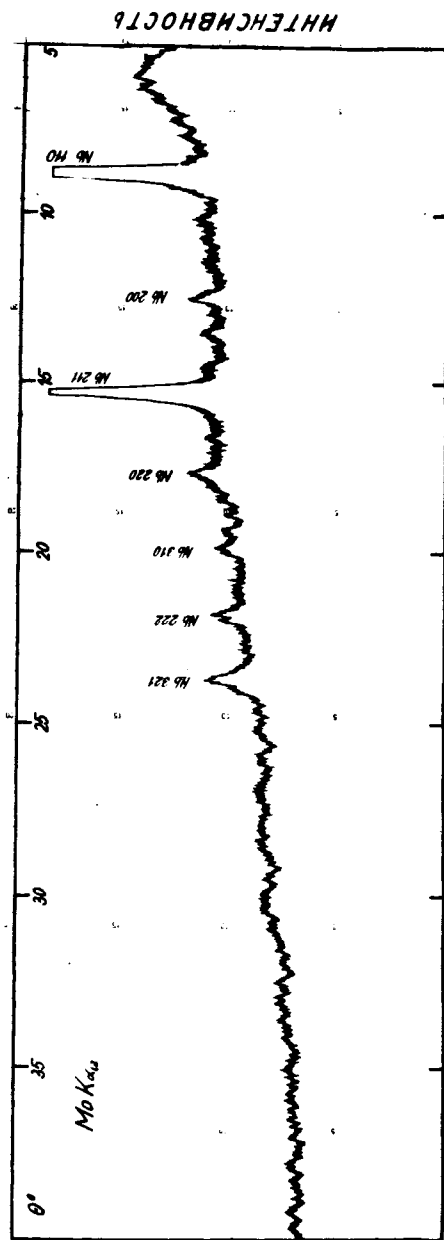


Рис. 1. Рентгенодифрактограмма СП пленки Nb на стекляной подложке. Постоянная решетки $a = 3,305 \text{ \AA}$.

На рис. 2 и 3 приведены рентгенодифрактограммы пленок, нанесенных на медные подложки с различным содержанием Ti в пленке. Так как толщина СП пленок не превышает нескольких мкм, интенсивность рефлексов от подложки велика, и можно одновременно анализировать пленку и подложку. Большинство медных подложек имело поликристаллическую структуру с преимущественной ориентацией в направлении $|220|$, хотя в некоторых случаях наблюдалась ориентировка в направлении $|200|$ /рис. 3/.

Пленки NbTi с содержанием титана больше 20% имели выраженную структуру в направлении $|110|$ /рис. 2 и 4/. Определяя положение отдельных рефлексов и параметры решетки, можно сказать, что твердый раствор NbTi кристаллизуется в объемно-центрированной кубической решетке Nb. Постоянная решетки изменялась в пределах $a = 3,288 \div 3,30 \text{ \AA}$. Если считать, что ее изменение при образовании твердых растворов происходит в соответствии с законом Вегарда, по рентгеноструктурным данным можно определить относительное содержание Nb и Ti в пленках. Оно с точностью $\pm 5\%$ совпадало с заданным технологическим режимом во время испарения. При содержании в пленках нескольких процентов Ti текстурность не наблюдалась, пленки были поликристаллическими с небольшими размерами кристаллитов. Постоянная решетки значительно отличалась от постоянной для предыдущих пленок в пределах $a = 3,271 \div 3,282 \text{ \AA}$. Такое искажение последней при малых концентрациях Ti может быть объяснено значительными геттерными свойствами Ti. Во время испарения и конденсации на подложке почти каждый атом Ti реагирует с молекулами остаточных газов в камере, образуя соединения типа TiO_2 , TiO , Ti_2O_3 , TiC , TiN , TiN и другие, которые могут приводить к такому существенному искажению постоянной решетки.

На рентгенодифрактограммах пленок с содержанием Ti более 40% наблюдался дополнительный рефлекс, который соответствует дифракции от плоскости (011) гексагональной плотно упакованной решетки /рис. 4/. Можно сказать, что этот рефлекс обусловлен образованием твер-

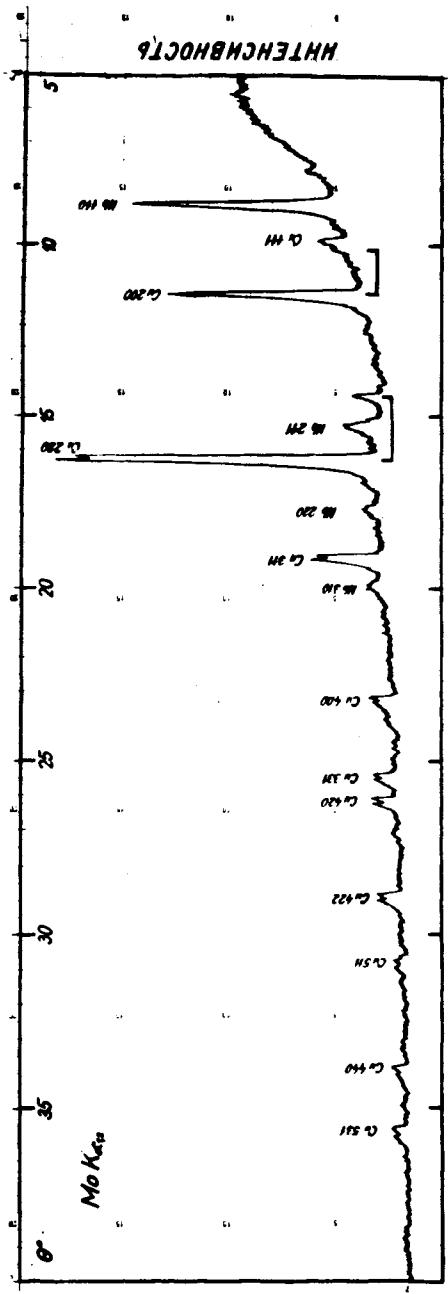


Рис. 2. Рентгенодифрактограмма СП пленки NbTi на медной подложке с содержанием 20% Ti в пленке.

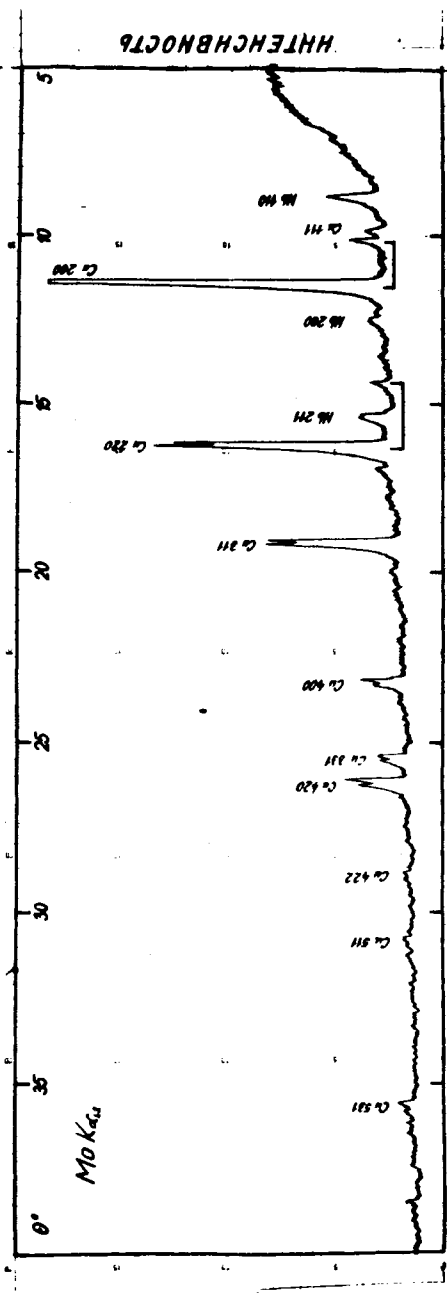


Рис. 3. Рентгенодифрактограмма СП пленки NbTi на медной подложке с содержанием нескольких процентов Ti в пленке.

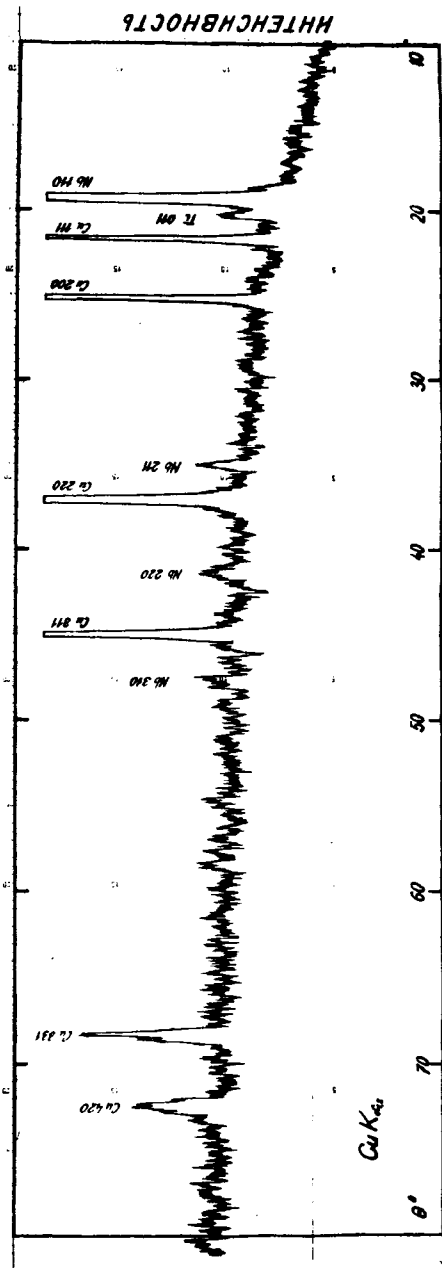


Рис. 4. Рентгенодифрактограмма СП пленки NbTi на медной подложке с содержанием Ti в пленке больше 40%. Замечен рефлекс (011) от ГПУ решетки фазы α -Ti.

дого раствора на основе α -Ti / α -фаза/, который кристаллизуется в ГПУ-решетке.

Таким образом, была отработана рентгенодифракционная съемка тонких СП пленок на медных подложках. Исследование удобно вести в $\text{MoK}\alpha$ -излучении, так как в этом случае вследствие низкого уровня фона повышается разрешающая способность. Возможен одновременный анализ структур пленки и подложки.

Пленка Nb - поликристаллическая без преимущественной ориентировки. Постоянная решетки изменялась в пределах $a = 3,305 \div 3,310 \text{ \AA}$.

Пленки NbTi с содержанием Ti в пределах 20÷40% текстурны в направлении $[110]$ и кристаллизовались в решетке Nb. При содержании Ti в пленке более 40% он выпадал самостоятельно в своей ГПУ-решетке как α -Ti.

При толщине NbTi пленок порядка 1 мкм наблюдалось влияние подложки на нарастание кристаллитов /гетероэпитаксия/. Пленки текстурны в направлении $[110]$. При более толстых пленках влияние подложки менее заметно.

Пленки NbTi с малым содержанием Ti /несколько процентов/ имеют сильно искаженную постоянную решетку. Она изменяется в пределах $a = 3,271 \div 3,282 \text{ \AA}$. Последнее может быть объяснено геттерными свойствами Ti и образованием соединений типа TiO, TiO_2 , Ti_2O_3 , TiC, TiN, TiN и других.

В заключение авторы благодарят сотрудников ЭИ САН в Братиславе Я.Шилдера и Ф.Захара за предоставление возможности проведения исследований и за помощь при снятии рентгенодифрактограмм.

Литература

1. Н.Г.Анищенко и др. ОИЯИ, Р9-5488, Дубна, 1970.
2. Н.И.Балалыкин и др. ОИЯИ, Р8-6863, Дубна, 1972.

Рукопись поступила в издательский отдел
13 февраля 1975 года.