

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА



16/i-78

P14 - 11000

Б-94

Ю.Бух, Н.И.Балалыкин, Ш.Лубы

404/2-78

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТЕЙ
МАССИВА И ПЛЕНОК ИЗ NiTi

1977

P14 - 11000

Ю.Бух, Н.И.Балалыкин, Ш.Лубы*

**ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТЕЙ
МАССИВА И ПЛЕНОК ИЗ NbTi**

Направлено в "Thin Solid Films"

* Электротехнический институт САН, Братислава,
ЧССР.

Бух Ю., Балалакин Н.И., Лубы Ш.

P14 - 11000

Химический анализ состава поверхностей массива и пленок из NbTi

В работе дан анализ химического состава основных компонент сверхпроводящих материалов из NbTi методом упругого рассеяния ^3He . Показано, что состав пленок, поверхностей и массивных материалов из NbTi можно анализировать при их толщинах до 2,5 мкм на основе полученных значений параметров энергетических потерь для чистых элементов: $|S|_{\text{Ti}} = 68$ (эВ/Å) и $|S|_{\text{Nb}} = 81$ эВ/Å. Точность определения основных компонент Nb и Ti лучше 0,4 весовых %.

Работа выполнена в Отделе новых методов ускорения ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1977

Buch J., Babalykin N.I., Luby Sh.

P14 11000

The Determination of Chemical Composition of Superconducting NbTi Films and Surface of Bulk Materials

The analysis is given of the chemical composition of the main components of superconducting NbTi materials by the elastic scattering of 3 MeV ^3He particles. It is shown that the composition of NbTi films, surfaces and the bulk materials can be analysed up to the thicknesses of 2.5 μm on the base of the obtained values for the parameters of the energy losses for pure elements $|S|_{\text{Ti}} = 68$ eV/Å and $|S|_{\text{Nb}} = 81$ eV/Å.

The accuracy of the main Nb and Ti component determination is better than 0.4 weight per cent.

The investigation has been performed at the Department of New Acceleration Methods, JINR.

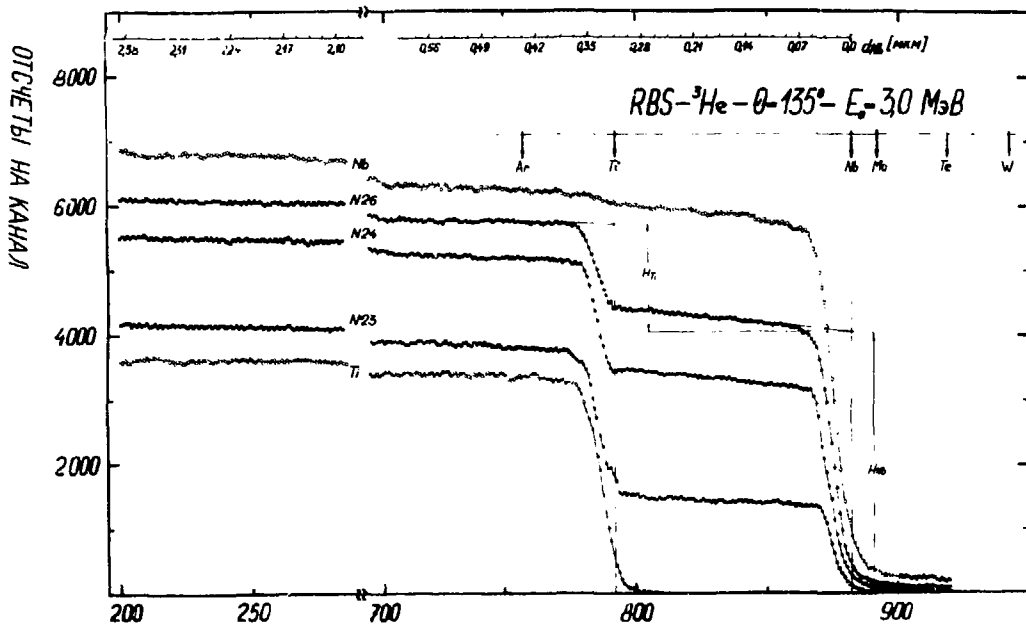
Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1977

Создание сверхпроводящих ускоряющих резонаторов кольцептрона с собственной добротностью $Q_0 \approx 10^7$, предназначенных для работы во внешнем магнитном поле с индукцией 2Т, требует применения сверхпроводников II рода с соответствующими электрическими и металлофизическими параметрами [1].

В ОНМУ изучаются резонаторы /собственная частота $f_0 = 500$ МГц, диаметр ≈ 460 мм/, рабочая поверхность которых создается путем электронно-плазменного /ЭП/ вакуумного испарения ниобия и титана в соответствующих пропорциях [2].

В связи с тем, что добротность резонатора определяется СВЧ потерями в скин-слое, именно этот приповерхностный слой и требуется анализировать. В случае нашего конкретного сверхпроводника /пленка состава NT-50 вес. %/, находящегося в смешанном состоянии во внешнем поле 2Т, глубина скин-слоя на частоте 500 МГц составляет ≈ 3 мкм.

В предыдущей нашей работе [3] приведен анализ химического состава сверхпроводящих пленок из NbTi толщиной до 10000 Å /1 мкм/, осуществленный методом упругого рассеяния $^3\text{He}^{+4}$. На основе измерения энергетических спектров упруго рассеянных частиц ^3He от чистых пленок Ti и Nb в большом интервале их толщин определены параметры энергетических потерь $[S]_{\text{Ti}} = 68$ эВ/Å и $[S]_{\text{Nb}} = 81$ эВ/Å. Так как параметры, определяющие методику и условия анализа / $E_0 = 3,0$ МэВ; $\Theta = 135^\circ$ / постоянны, представляется возможным использование значений $[S]_{\text{Ti}}$ и $[S]_{\text{Nb}}$ для химического анализа состава и более толстых пленок или поверхностей массивных сверхпроводников из NbTi. Оценим эту возможность.



Энергетические спектры упруго рассеянных частиц ^3He от листов NbTi разного химического состава, а также от чистых листов из Ti и Nb. Стрелками показаны начала плато для некоторых элементов.

Энергетические спектры упруго рассеянных частиц ^3He от листов NbTi толщиной 1 ± 2 мм различного состава, а также от чистых массивных листов Ti и Nb представлены на *рисунке*. Спектры от чистых материалов имеют плато, начало которого определяется кинематикой рассеяния от соответствующих атомов на поверхности. Высота плато H_x пропорциональна $^{5, 6/}$

$$H_x = N_x \cdot \sigma_x / [S]_x, \quad /1/$$

и соотношение между атомными концентрациями основных компонент N_{Ti} и N_{Nb} вычисляется следующим образом:

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

где σ_{Ti} , σ_{Nb} - дифференциальные сечения упругого рассеяния Ti и Nb соответственно; H_{Ti} , H_{Nb} - высота плато /в отчетах на канал/ спектров от Ti и Nb соответственно.

Из *рисунка* видно, что плато спектров линейно возрастает при толщине образцов Nb порядка 2,5 мкм. Это свидетельствует о том, что линейные потери энергии dE/dx /тормозная способность/ остаются постоянными и, следовательно, параметрами $[S]_{\text{Ti}} = 68 \text{ эВ/Å}$ и $[S]_{\text{Nb}} = 81 \text{ эВ/Å}$ можно пользоваться для анализа пленок и поверхностей массивных материалов из NbTi в случае, если их толщины не превышают этого значения. В случае неомогенности материала по толщине при анализе необходимо применять технологию ступенчатого химического травливания, распыление и т.п.

Параллельно с приведенным выше анализом был осуществлен химический анализ состава исследуемых образцов по характеристическому излучению на электронном микроскопе JXA-5A.

Приведенные в *таблице* данные показывают хорошее совпадение результатов: ошибка в определении состава основных компонент не превышает 0,4 весовых %. Вероятно, она связана с разницей в анализируемых площадях образцов, т.к. диаметры электронного и ионного пучков неодинаковы.

Таблица

Результаты химического анализа состава основных компонент образцов NbTi, осуществленного методом упругого рассеяния ^3He и методом с использованием характеристического рентгеновского излучения.

Методы	Образец, хим. состав	23	24	26
$^3\text{He} \div 0 = 135^\circ$	N _{Ti} : N _{Nb} в атомных %	<u>88,72</u>	<u>64,5</u>	<u>46,95</u>
		13,28	35,5	53,05
$^3\text{He} \div 0 = 135^\circ$	N _{Ti} : N _{Nb} в весовых %	<u>77,1</u>	<u>48,40</u>	<u>36,8</u>
		22,9	51,60	63,2
Характ. рентген. излучение	N _{Ti} : N _{Nb} в весовых %	<u>77,4</u>	<u>48,3</u>	<u>36,9</u>
		22,6	51,7	63,1
	Ошибка в весовых %	0,3	0,1	0,1

Подводя итоги данной и предыдущей ³ наших работ, можно сказать, что освоена методика химического анализа сверхпроводящих пленок и поверхностей из NbTi разного состава упругим рассеянием ^3He на большие углы $\theta = 135^\circ$.

Анализ состава пленок и поверхностей массивных материалов из NbTi с толщинами 25000 Å /2,5 мкм/ можно проводить на основе полученных значений параметров энергетических потерь $|S|_{Ti}$ и $|S|_{Nb}$.

Точность определения основных компонент Nb и Ti лучше чем 0,4 весовых %.

В заключение хочется еще раз отметить, что описанный метод имеет следующие основные достоинства:

- не приводит к разрушению исследуемого образца и служит для одновременного анализа всех присутствующих в образце элементов /от Be до U /;

- удовлетворяет требованиям экспресс-анализа /проводится в течение 10-30 минут - в зависимости от интенсивности пучка и требуемой точности/;

- позволяет анализировать состав или концентрационный профиль примесей по толщине;

- дает возможность исследовать условия получения материала и его технологической обработки /влияние вакуумных условий, отжиг, диффузия, имплантация, образование оксидных, нитридных пленок на поверхности и т.д./ по изменению спектров упругого рассеяния.

ЛИТЕРАТУРА

1. Агеев А. и др. ОИЯИ, 9-9363, Дубна, 1975.
2. Балалыкин Н. и др. ОИЯИ, Р8-6863, Дубна, 1972.
3. Бух Ю. и др. ОИЯИ, Р14-10446, Дубна, 1977.
4. Бух Ю. и др. ОИЯИ, Р14-10021, Дубна, 1976.
5. Chu W. e.a. Thin.Sol.Films, 1973, 17, p.1.
6. Linker G., Meyer O., Gettings M. Thin.Sol.Films, 1973, 19, p.177.

Рукопись поступила в издательский отдел
7 октября 1977 года.