

СВОЙСТВА СВЕРХПРОВОДЯЩИХ ПЛЕНОК НИОБИЯ,
ПОЛУЧЕННЫХ ИСПАРЕНИЕМ В ВАКУУМЕ

А. И. Головашкин, И. С. Левченко, Г. П. Мотулявич

Для многих научных и технических задач необходимы сверхпроводящие пленки ниобия с критической температурой T_c , близкой к T_c массивного металла. Существуют различные методы их приготовления /I-II/. Свойства ниобия, в частности, его критическая температура чувствительны к малым количествам примесей, особенно кислорода /I2/. Поэтому для получения пленок Nb с высокими T_c , как правило, использовался очень чистый материал, а испарение проводилось в ультравысоком вакууме 10^{-9} - 10^{-11} мм рт.ст. /I, 4,6,10,11/. В настоящей работе изучались свойства пленок ниобия, полученных испарением в обычном вакууме (10^{-5} - 10^{-6} мм рт. ст.) технического материала.

Вакуум создавался масляным диффузионным насосом со скоростью откачки 500 л/сек. Использовался ниобий чистотой 99,8%. Испарение ниобия проводилось электронным пучком. Конструкция электронной пушки описана в работе /I3/. Режим испарения: напряжение 1,5 - 4,5 кв, электронный ток 100-150 ма. В большинстве случаев ниобий испарялся с вольфрамового ядра, впрыснутого в массивную болванку. Для проверки возможного влияния загрязнения пленки ниобия вольфрамом проводилось испарение Nb с ниобиевого стержня, как впрыснутого в болванку, так и отделенного от нее пластиной сапфира или рубина. Результаты во всех случаях получились одинаковыми, что указывает на отсутствие загрязнения пленки вольфрамом. Скорость испарения ниобия составляла 2-11 мг/мин., скорость осаждения пленки - 10-50 Å/сек. Слой толщиной ~1 мк напылялся за 5-15 мин. Вся система предварительно обезгаживалась

прогревом в вакууме. В процессе всего испарения сохранялся вакуум 10^{-5} - 10^{-6} мм рт.ст.

Осаждение ниобия проводилось на нагретые полированные подложки. После напыления образцы отжигались в вакууме без промежуточного напуска воздуха в вакуумную установку. Нагрев образцов производился с помощью пропускания тока через маску, окружающую образец. В качестве подложек использовались полированные пластинки рубина, сапфира и кварца. Могут быть использованы любые подложки, выдерживающие температуру 1000-1300°C и не вступающие в реакцию с ниобием. Перед напылением подложки предварительно прогревались в вакууме при температуре, превышающей температуру последующего отжига. Оптимальный режим изготовления пленок: температура подложек при напылении - 800-1000°C, температура отжига 1000-1300°C. Время отжига - 5-10 минут. Значения T_c для пленок на кварцевой подложке были примерно на 1° ниже значений T_c пленок на сапфире или рубине. Это обстоятельство, возможно, связано с загрязнением пленки подложкой или более сильным влиянием кварцевой подложки на формирование первых слоев металла. Весь цикл изготовления пленок, включая охлаждение в вакууме, занимал 2-3 часа.

Таблица I
Характеристики напыленных пленок ниобия

Характеристика	Напыленные пленки	Массивный металл
d , мк	0,3 - 2	-
T_c , °К	$9,0 \pm 0,1$	$9,1 \pm 0,1$
$T_c^{(H)}$, °К	9,2	9,2
ΔT , °К	0,03 - 0,25	0,02
R_K/R_N	2,6 - 3,9	-
$R_K/R_{ост}$	7 - 14	25,8
σ , 10^{17} сек ⁻¹	0,57	0,59
ρ , г/см ³	8,3	8,6

Описанным методом получены сверхпроводящие пленки ниобия толщиной от 0,3 до 2 мк. Характеристики их, а также характеристики исходного массивного металла приведены в таблице, в которой приняты следующие обозначения: d - толщина, T_C - температура сверхпроводящего перехода, определяемая по середине скачка сопротивления; $T_C^{(H)}$ - начало перехода; ΔT - ширина перехода; R_x , R_H и $R_{ост}$ - соответственно сопротивления при комнатной, азотной температурах и остаточное сопротивление; σ и ρ - статическая проводимость и плотность при комнатной температуре. Сопротивление измерялось потенциометрическим методом, величина σ определялась по сопротивлению и геометрическим размерам образца, величина ρ - по весу и геометрическим размерам образца. Толщина слоев измерялась интерференционным методом.

Следует отметить, что максимальное значение $T_C^{(H)}$, наблюдавшееся нами для пленок Nb, оставило 9,35°K, однако T_C при этом было ниже 9°K.

Как видно из таблицы характеристики полученных напыленных слоев близки к характеристикам исходного массивного металла. Следует отметить, что переход в сверхпроводящее состояние был довольно резок и сопротивление падало до нуля.

Полученные пленки ниобия очень прочно сцепляются с подложкой и практически не поддаются обычным механическим воздействиям. На полированных подложках пленки имели зеркальные поверхности и не окислялись на воздухе. Пленки ниобия использовались нами для измерений T_C индуктивным методом /14/, энергетической щели /15/ и спектров термоотражения /16/.

Поступила в редакцию
20 сентября 1972 г.

Л и т е р а т у р а

1. И. Хухарева, А. Шальников. ДАН СССР, 99, 735 (1954).
2. R. Frerichs, C. J. Kircher. J. Appl. Phys., 34, 3541 (1963).
3. P. Fowler. J. Appl. Phys., 34, 3538 (1963).
4. H. London, G. R. Clark. Rev. Mod. Phys., 36, 320 (1964).
5. C. A. Neugebauer, R. A. Ekvall. J. Appl. Phys., 35, 554 (1964).

6. J. Edgcombe, L. G. Roemer, D. E. Anderson. *J. Appl. Phys.*, 35, 2198 (1964).
7. J. R. Bairden, C. A. Neugebauer. *Proc. IEEE*, 52, 1234 (1964).
8. D. Gerstenberg, P. M. Hall. *J. Electrochem. Soc.*, 111, 936 (1964).
9. J. Sosniak, G. W. Hull, Jr. *J. Appl. Phys.*, 38, 4390 (1967).
10. Y. Asada, H. Kose. *J. Phys. Soc. Japan*, 26, 347 (1969).
11. К. И. Бурменко, Г. Ф. Ивановская, А. Ф. Орлов, К. А. Осипов. *Физика и химия обработки материалов*, № 5, 62 (1969); К. А. Осипов, А. Ф. Орлов, В. П. Дмитриев, Г. Ф. Ивановская, Д. Н. Лозинский. *ФММ*, 32, 878 (1971).
12. W. DeSorbo. *Phys. Rev.*, 132, 107 (1963); J. M. Dickey, H. H. Farrell, O. F. Kammerer, M. Strongin. *Phys. Letts.*, 32A, 483 (1970).
13. А. И. Головашкин, А. А. Шубин. *Препринт ФИАН* № 65, 1969 г.
14. А. И. Головашкин, В. М. Онучкин. *Краткие сообщения по физике*, № 4, 48 (1971).
15. С. И. Веденеев, А. И. Головашкин, Г. П. Мотулевич. *Краткие сообщения по физике*, № 4, 15 (1972).
16. А. И. Головашкин, К. В. Мицен, Г. П. Мотулевич. *ФТТ*, 14, 1704 (1972).