

СТРУКТУРА И СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВЕРХРЕШЕТОК Nb-Ti / Ti

О.В. Черный, Е.Н. Решетняк, А.Н. Стеценко*, А.С. Похила***

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
г. Харьков, Украина, E-mail:nsc@kift.kharkov.ua, Phone:(380-572)-356-653;*

**Национальный технический университет “Харьковский политехнический институт”, г. Харьков, Украина, E-mail:stetsenko@kpi.kharkov.ua, Fax:(380-572)-400-601;*

*** Физико-технический институт низких температур НАН Украины, г. Харьков, Украина, E-mail:pokhila@ilt.kharkov.ua, Fax:(380-572)-322-370, Phone:(380-572)-308-507*

Багатошарові періодичні структури – надрешітки (НР) – отримані методом магнетронного розпили мішеней з Ti і сплаву Nb48Ti. Проведено електронно-мікроскопічне і рентгенодифрактометричне дослідження зразків, виміряні їх резистивні переходи у надпровідний стан у магнітних полях до 5 Тл. НР із 10 шарів з товщинами надпровідника $d_s=20$ нм і нормального металу $d_N=10$ нм переходила у надпровідний стан при температурі $T_c(0 \text{ Тл})=7.47$ К з шириною переходу $\Delta T_c(0,9-0,1)R_{10K}=0,05$ К. Щільність критичного струму складала $J_c=43$ кА/см² у магнітному полі 5 Тл при $T=4,2$ К.

Многослойные периодические структуры – сверхрешетки (СР) – получены методом магнетронного распыления мишеней из Ti и сплава Nb48Ti. Проведено электронно-микроскопическое и рентгенодифрактометрическое исследование образцов, измерены их резистивные переходы в сверхпроводящее состояние в магнитных полях до 5 Тл. СР из 10 слоев сверхпроводника толщиной $d_s=20$ нм и нормального металла с $d_N=10$ нм переходила в сверхпроводящее состояние при температуре $T_c(0 \text{ Тл})=7.47$ К с шириной перехода $\Delta T_c(0,9-0,1)R_{10K}=0,05$ К. Плотность критического тока составляла $J_c=43$ кА/см² в магнитном поле 5 Тл при $T=4,2$ К.

Multilayer periodical structures, superlattices (SLs), were prepared by method of magnetron sputtering of Ti and Nb48Ti alloy. Samples were studied by TEM and X-ray diffraction. Resistive transitions of SLs in to superconducting state in a magnetic fields up to 5 T were measured. Superlattice consisting of 10 layers of superconductor with layer thickness $d_s=20$ nm and $d_N=10$ nm becomes superconductive at temperature $T_c(0 \text{ T})=7.47$ K with transition width of $\Delta T_c(0,9-0,1)R_{10K}=0,05$ K. Critical current density is $J_c=43$ kA/cm² in magnetic field 5 T at $T=4,2$ K.

В настоящее время ниобий–титановый сплав является доминирующим сверхпроводником в мире. Этот материал сочетает в себе высокую прочность, пластичность, вязкость, высокое сопротивление изгибу, кручению и т.д. Комбинация этих замечательных свойств оправдывает дальнейшие усилия, направленные на поиск новых возможностей повышения критической плотности тока j_c в широком интервале магнитных полей. В ряде исследовательских лабораторий мира на Nb-Ti-сверхпроводниках в полях до 5 Тл при температуре $T=4,2$ К получены достаточно высокие значения $j_c=(3,7\dots 5,3)\cdot 10^5$ А/см² [1-3]. Для объяснения существующего уровня критического тока в Nb-Ti-сверхпроводниках предложен ряд моделей, основанных на явлении пиннинга вихрей магнитного потока на дефектах структуры. Считается, что контролирующим механизмом пиннинга квантов магнитного потока в Nb-Ti-сплаве является пиннинг остова вихревой нити на

включениях несверхпроводящей фазы [4]. Когда размер этих включений становится соизмерим с диаметром вихря, равного удвоенной длине когерентности 2ξ (для НТ-50 сплава $2\xi\sim 10$ нм), элементарная сила пиннинга достигает максимума. Однако электронно-микроскопические исследования показали, что в оптимизированном по току состоянии оптимальная толщина t сформированных в процессе значительной пластической деформации сплава ленточных выделений α -Ti была намного меньше 2ξ и составляла 1...4 нм [5]. Для объяснения пиннинга потока на довольно тонких прослойках ($t<2\xi$) авторы работы [6] предложили учесть флуктуации локального состава термомеханически обработанного Nb-Ti-сплава. Действительно, в локальных областях, состоящих из ряда параллельных лент α -фазы, сплав обогащен титаном. Когда геометрический размер такого скопления (кластера) выделений становится

соизмерим с размером 2ξ , то наблюдается максимум силы пиннинга.

В последнее время интенсивно ведутся экспериментальные и теоретические разработки по созданию сверхпроводников с искусственными центрами пиннинга. Основное их преимущество состоит в возможности реализации высоких значений плотности критического тока в области низких магнитных полей [6]. В сильных полях они пока уступают традиционным Nb-Ti-сверхпроводникам. Для обоих типов сверхпроводников авторы работы [7] предложили новый единый механизм пиннинга потока – магнитный пиннинг. Характерный масштаб длины, который контролирует этот механизм, составляет не 2ξ , как ранее, а так называемая глубина эффекта близости ξ_N (для α -Ti величина $\xi_N=6\dots 10$ нм). Субструктура этих сверхпроводников оказалась подобной и представляет собой набор тонких лент из несверхпроводящего металла, разделенных сверхпроводящими прослойками. Подобная структура может быть легко реализована в сверхрешетках, в которых толщина слоев металла и сверхпроводника может изменяться контролируемым образом от единиц до сотен нанометров. Таким образом, сверхпроводящие сверхрешетки являются удобным модельным объектом для проверки теоретических моделей пиннинга вихрей магнитного потока. В данной работе представлены результаты по изготовлению сверхрешеток Nb-Ti/Ti, исследованию их структуры и электрофизических свойств.

Одномерные сверхрешетки, состоящие из чередующихся слоев Ti и Nb-Ti, изготовлены методом магнетронного распыления мишеней из Ti и сплава Nb48Ti в атмосфере Ar. Последовательное нанесение слоев регулировалось с помощью двух шторок, каждая из которых задавала время экспозиции подложки над соответствующим магнетроном. Подложками служили супергладкое стекло со среднеквадратичной шероховатостью $\sim 0,5$ нм и пластины монокристаллической слюды фторфлогопита в ориентации (001). Образцы на стеклянных подложках в дальнейшем использовались для рентгенодифрактометрических исследований, а на фторфлогопите – для низкотемпературных электрофизических измерений и электронно-микроскопических исследований структуры. При анализе сверхрешеточных отражений на малых углах вблизи первичного пучка учитывалось смещение дифракционных пиков из-за преломления рентгеновских лучей в образце.

В процессе осаждения слоев температура подложек соответствовала комнатной, но перед этим они длительное время обезгаживались при температуре 573 К в вакууме $\sim 6 \cdot 10^{-4}$ Па. Скорость осаждения Ti и Nb-Ti составляла 0,05 и 0,08 нм/с соответственно. Общая толщина каждого многослойного образца поддерживалась постоянной и равной 300 нм. Толщина слоев нормального металла Ti (N) и сверхпроводника Nb-Ti (S) в сверхрешетке составляла $d_N=d_S=10$ нм для образца

№1 и $d_N=10$ нм, $d_S=20$ нм для образца №2.

Исследование резистивных характеристик проводилось по стандартной четырехзондовой схеме в установке со сверхпроводящим соленоидом. В соленоид, находящийся в жидком гелии, помещался антидьюар, внутри которого располагалась медная измерительная ячейка с образцами, снабженная нагревателем с управляемым источником питания. В процессе измерений образцы находились в газообразном гелии, теплоотвод обеспечивался через подложку в массивную медную измерительную ячейку. Ее конструкция обеспечивала возможность монтажа исследуемых образцов в трех различных ориентациях относительно магнитного поля: а) поле перпендикулярно плоскости образца; б) поле параллельно плоскости образца и измерительному току через образец; в) поле параллельно плоскости образца и перпендикулярно измерительному току через образец. Диапазон рабочих температур 4,2... 300 К, с магнитным полем - 4,2...120 К. В режиме заданной температуры при 4,2 К < T < 15 К стабильность не хуже 0,02 К; точность измерения температуры $\Delta T = 0,001$ К. Датчиком температуры при экспериментах в магнитном поле служил рутениевый термометр с погрешностью не хуже 0,002 К/Тл в полях до 2 Тл в интервале температур 4,2 ... 15 К.

Магнитная система обеспечивала поддержание магнитного поля до 6,7 Тл с точностью не хуже 0,004 Тл вне зависимости от температуры образца. Также возможно плавное изменение поля со скоростями 0,02...0,4 Тл/мин. Предельная чувствительность по напряжению и току составляла 0,1 мкВ и 0,01 нА. Сбор данных во время эксперимента осуществлялся измерительным комплексом на базе компьютера с использованием специально разработанного программного обеспечения.

Задание постоянного измерительного тока через образец осуществлялось стабилизированным источником тока с точностью не хуже 0,01 %. При записи вольт-амперных характеристик использовался управляемый источник тока с максимальным током 1 А и скоростями развертки $10^{-6} \dots 10$ А/мин.

Температура сверхпроводящего перехода T_c определялась по середине резистивного перехода; значение критического тока – по появлению на образце напряжения 0,2 ... 0,3 мкВ.

Ширина мостика, через который протекал измерительный ток, $W=140$ мкм для образца №1 и $W=270$ мкм для образца №2.

На рис.1, а, б приведены дифрактограммы от сверхрешеток Nb-Ti/Ti, отличающихся друг от друга величиной периода $L=d_N+d_S$. Наличие пиков на малых углах скольжения свидетельствует о периодичности расположения слоев, а асимметрия дифракционных максимумов в сторону больших углов указывает на увеличение периода сверхрешетки в направлении от подложки к поверхности пленки. Малое количество порядков отражения может быть обусловлено также

шероховатостью границ раздела слоев. Хотя шероховатость в данной работе не изучалась, развитый рельеф интерфейса наблюдался в [8], где методом просвечивающей электронной микроскопии поперечного среза показана структурная неоднородность границ раздела в многослойной композиции Nb-Ti/Ti.

Электронно-микроскопические исследования структуры и фазового состава единичных слоев Ti и Nb-Ti представлены на рис.2. Прежде всего обращает на себя внимание не свойственная для α -Ti дифракционная картина, которую можно интерпретировать, как отражения от окисла TiO с кубической кристаллической решеткой типа NaCl.

Однако экспериментально найденное значение периода решетки $a=0,429$ нм существенно превышает величину, приведенную для TiO в справочной литературе ($a=0,418$ нм). Структура пленки очень дисперсная, средний размер зерна не превышает 5 нм.

В отличие от единичного слоя титан в сверхрешетке не теряет свою индивидуальность. По данным рентгеновской дифрактометрии титан в слоях сверхрешетки имеет свойственную для массивного состояния низкотемпературную кристаллическую ГПУ-модификацию, но с увеличенными параметрами a и c . Если предположить, что изменение параметров кристаллической решетки обусловлено только растворенным в ней кислородом, то средняя концентрация его составляет $\sim 5 \dots 6$ ат. %.

По данным электронной микроскопии и рентгеновской дифракции ОЦК-решетка для Nb-Ti-сплава наблюдается как в слоях сверхрешетки, так и в единичной пленке, а средний размер зерна составляет ~ 15 нм, что значительно превышает размер зерен в слоях Ti.

Переход сверхрешетки Nb-Ti/Ti в сверхпроводящее состояние в различных по величине магнитных полях показан на рис.3. Узость резистивного перехода ($\Delta T_c = 0,05$ К) и отсутствие влияния транспортного тока на форму перехода говорят о высокой однородности образца, а небольшие значения плотности критического тока по сравнению с приведенными в [8], скорее всего, лимитируются не очень высокой температурой сверхпроводящего перехода в нулевом магнитном поле.

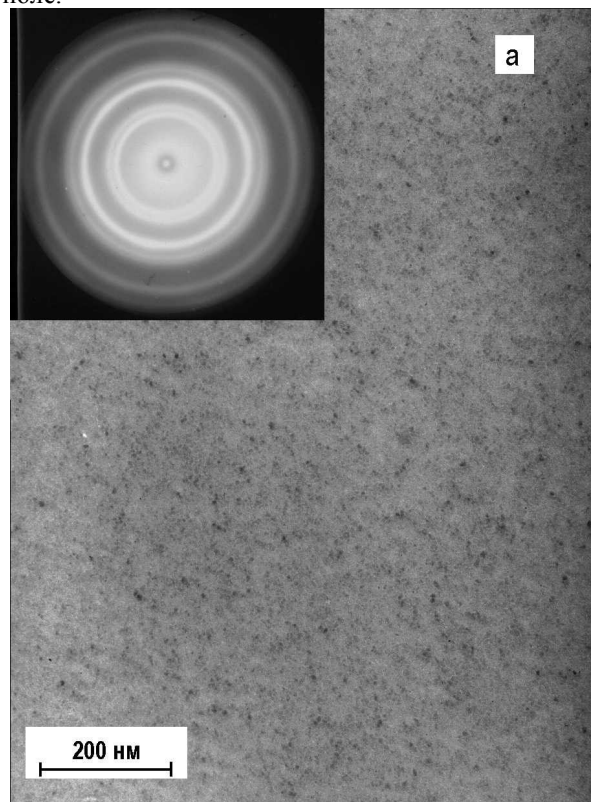
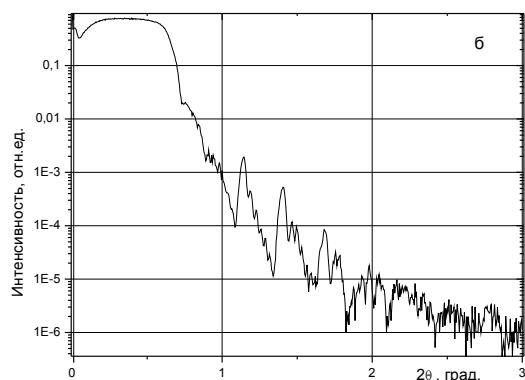
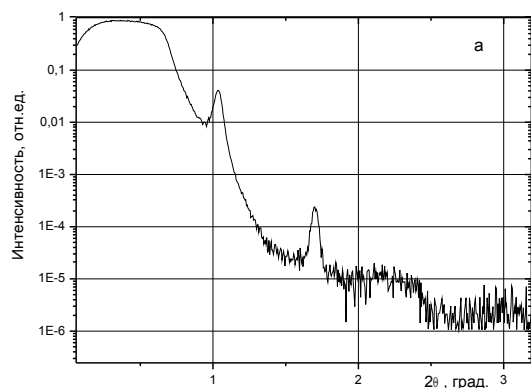


Рис.1. Дифрактограммы сверхрешеток Nb-Ti/Ti в излучении $\text{CuK}\alpha_1$. Период сверхрешетки $L=20$ нм для образца №1 (а) и $L=30$ нм для образца №2 (б)

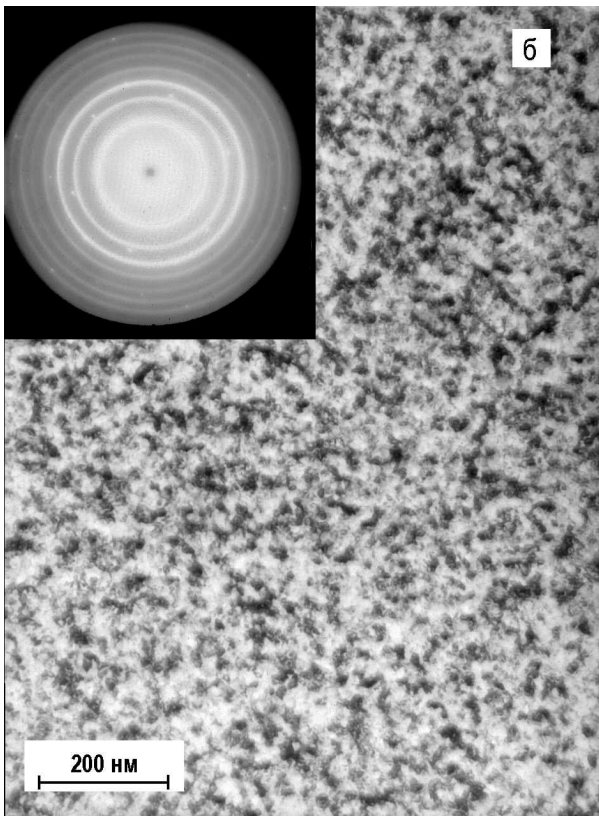


Рис.2. Электронно-микроскопическое изображение и электронная дифракция единичных слоев:

а - провазимодействовавший с газовыми примесями Ti, б - сверхпроводник Nb-Ti

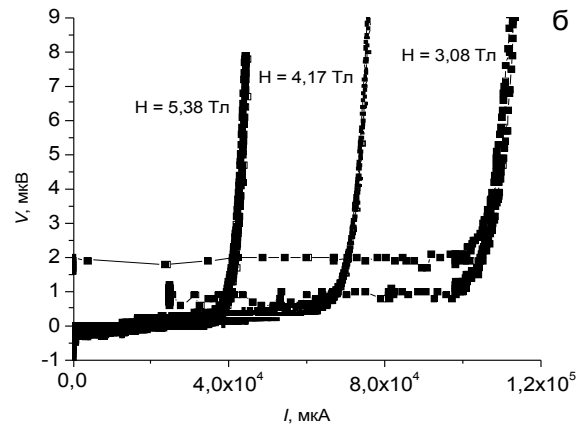
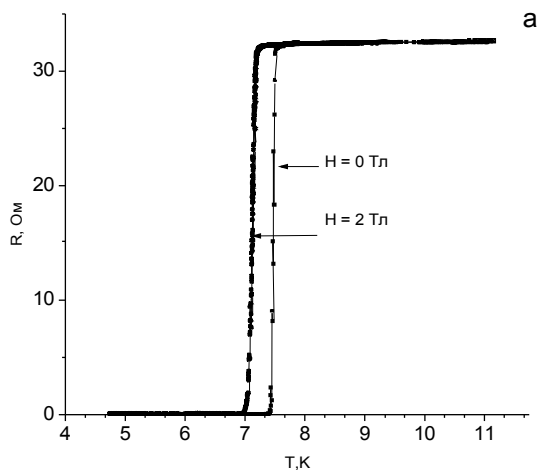


Рис.3. Переход в сверхпроводящее состояние (а) и ВАХ (б) сверхрешетки Nb-Ti/Ti с периодом $L=30$ нм в различных по величине магнитных полях, ориентированных параллельно плоскости образца и измерительному току через образец

Таким образом, на основании результатов исследования можно сделать следующие выводы. Во-первых, насыщение Ti кислородом происходит в основном не в процессе осаждения слоев, а во время их контакта с атмосферой воздуха. Во вторых, слои Nb-Ti частично ослабляют диффузию кислорода вглубь сверхрешетки и, таким образом, выполняют роль диффузионного барьера. Разная степень насыщения слоев Ti кислородом в зависимости от глубины их залегания в сверхрешетке приводит к разному изменению удельного объема слоев и, как следствие, к увеличению периода сверхрешетки в направлении от подложки к свободной поверхности.

Работа выполнена в рамках программы CRDF (проект UE2-2071).

Литература

1. P.J.Lee, D.C.Larbalestier and Mc Kinnel. High titanium Nb-Ti alloys - initial microstructural studies // *Advanced Cryogenics Engineering Materials*. 1988, v.34, p. 967-974.
2. L.Chengren and D.C.Larbalestier. Development of high critical current densities in niobium 46,5wt% titanium. // *Cryogenics*. 1987, v.27(3), p.171
3. О.В.Черный, Г.Е.Сторожилов, Г.Ф.Тихинский, В.Ф.Гоголя, В.Л.Метте. Получение Nb-Ti сверхпроводников с высокой плотностью тока // *Cryogenics*. 1992, v.32 ICMC Supplement, p.601-604.
4. А.Кемпбелл, Дж. Иветс. *Критические токи в сверхпроводниках*. М.: "Мир", 1975.
5. C.Meingast, P.J.Lee and D.C.Larbalestier. Quantitative description of a high Nb-Ti superconductor during its final optimization strain, cross section structure, T_c , H_{c2} and resistivity // *J. Appl. Phys.* 1989, v.66, p.5962-

- 5970.
6. K.Matsumoto, H.Takewaki and Y.Tanaka. Enhanced j_c properties in superconducting Nb-Ti composites by introducing Nb artificial pins with a layer structure // *Appl. Phys. Lett.* 1994, v.64(1), №3, p.155-117.
 7. L.D.Cooley, P.J.Lee, and D.C.Larbalestier. Flux-pinning mechanism of proximity-coupled planar defects in conventional superconductors : Evidence that magnetic pinning is the dominant pinning mechanism in niobium-titanium alloy // *Phys. Rev. B.* 1996, v.53, p.6638-6652.
 8. L.D.Cooley, C.D.Hawes, P.J.Lee, and D.C.Larbalestier. Superconducting properties and critical current density of Nb-Ti/Ti multilayers.// *IEEE Transaction on Applied Superconductivity.* 1999, v.9, №2, p.1743-1746.