

04.1;05.5

Формирование фазы Nb₃Sn путем обработки системы Nb+Sn импульсным электронным пучком

© Ю.Н. Юрьев¹, А.В. Юрьева¹, А.И. Савельев¹, М.С. Воробьев², П.В. Москвин²¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия² Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

E-mail: yurjev@tpu.ru

Поступило в Редакцию 27 сентября 2023 г.

В окончательной редакции 9 ноября 2023 г.

Принято к публикации 9 ноября 2023 г.

Исследована возможность обработки пленок Nb–Sn, осажденных на медную подложку методом магнетронного распыления, импульсным электронным пучком в источнике с плазменным катодом. Электронно-пучковая обработка покрытий приводит к формированию фазы Nb₃Sn. Пленки облучались с разной плотностью энергии пучка и длительностью импульса. Исследованы морфология поверхности и фазовый состав облученных пленок.

Ключевые слова: магнетронное распыление, пленки Nb₃Sn, электронный пучок, плазменный катод, электронно-пучковая обработка.

DOI: 10.61011/PJTF.2024.03.57043.19741

Большой интерес к пленкам Nb₃Sn обусловлен интенсивным развитием ускорительной техники, а данное соединение обладает более высокой критической температурой перехода в сверхпроводящее состояние (18.3 К) [1,2], чем чистый Nb (9.2 К) или V₃Ga (16.8 К). В связи с этим тонкие пленки станида триниобия могут применяться в качестве покрытий в сверхпроводящих радиочастотных резонаторах [3,4].

Цель настоящей работы — изучение возможности формирования фазы Nb₃Sn с помощью электронно-пучковой обработки пленок системы Nb–Sn, полученных магнетронным распылением на медных подложках.

На данный момент известно, что пленки Nb₃Sn требуемого состава (19–26 at.% Sn) успешно получают как физическими, так и химическими методами [5,6]. Магнетронное распыление обладает такими преимуществами, как высокая скорость напыления (до 10 μm/h), хорошая адгезия осаждаемых пленок и возможность формирования пленок на подложках различной формы и размера. Использование композитной мишени удобно с точки зрения контроля состава, так как изменение рабочего давления при постоянной мощности приводит к изменению соотношения потоков распыленных атомов, что влияет на концентрацию элементов в пленке [7]. В настоящей работе используется режим осаждения, полученный ранее [8].

Для достижения лучших свойств сверхпроводника необходимо получать покрытия с наибольшим содержанием необходимой фазы, крупными кристаллитами и малым количеством дефектов. Поскольку зачастую сразу после формирования пленка имеет аморфную или мелкозернистую структуру, принято проводить термическую обработку, способствующую образованию фазы Nb₃Sn и росту зерна. Сегодня основным таким методом

является вакуумный отжиг при высоких температурах [9,10]. Недостатками данного метода являются его энергозатратность и длительность процесса.

Альтернативой вакуумному отжигу может служить электронно-пучковая обработка (ЭПО) покрытия [11,12]. Возможность метода порционно вводить энергию в покрытие обеспечивает нагрев поверхностного слоя до сотен-тысяч градусов Кельвина, что может приводить к образованию требуемой фазы за меньшее время. Также существует возможность обработки изделия электронным пучком и осаждения покрытия в едином вакуумном цикле [13,14].

Пленки напылялись с использованием вакуумной ионно-плазменной установки при рабочем давлении аргона 0.3 Па с помощью магнетронной распылительной системы при мощности 1 kW в течение 1 h. В качестве распыляемого материала использовалась дисковая композитная мишень Nb₃Sn. Подробное описание процесса получения пленок представлено в [8].

Для ЭПО использовалась вакуумная импульсная электронно-пучковая установка „СОЛЮ“ с электронным источником с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления [15].

ЭПО пленок Nb₃Sn, осажденных на медные подложки, осуществлялась со стороны покрытия в среде аргона. Схема ЭПО представлена на рис. 1.

Применялись два режима ЭПО с использованием длительности пучка 50 и 150 μs. Для обоих режимов были выбраны диапазоны изменения плотности энергии пучка: для 50 μs — 10–25 J/cm² с шагом 5 J/cm², для 150 μs — 30–60 J/cm² с шагом 10 J/cm². В каждом режиме выполнялось по три импульса воздействия с интервалом 3 с. Далее режимы обработки обозначаются следу-

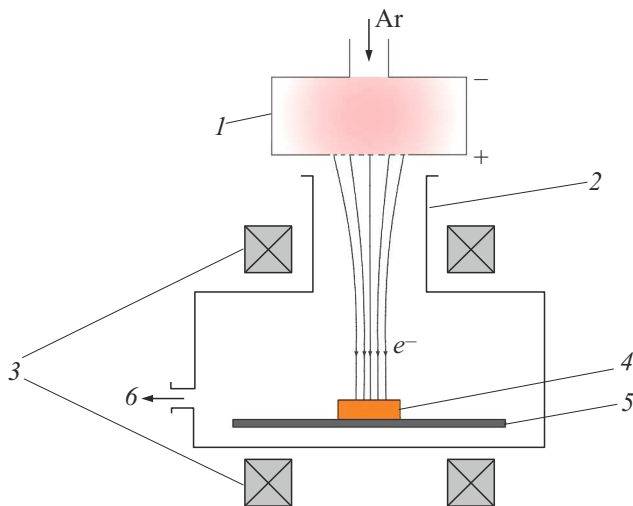


Рис. 1. Схема обработки изделия электронным пучком. 1 — плазменный катод, 2 — труба дрейфа, 3 — катушки магнитного поля, 4 — подложка с покрытием, 5 — двухкоординатный манипулятор, 6 — безмасляная откачка.

ющим образом: длительность импульса (μs)-плотность энергии (J/cm^2).

Исследование поверхности образцов до и после ЭПО производилось с помощью металлографического микроскопа Альтами МЕТ 3С при увеличениях от

Таблица 1. Элементный состав пленок Nb_3Sn

Режим обработки	Содержание, at.%	
	Nb	Sn
50-10	77.98	22.02
50-15	77.11	22.89
50-20	77.35	22.65
50-25	81.45	18.55
150-30	77.09	22.91
150-40	83.62	16.38
150-50	89.24	10.76
150-60	88.97	11.03

$\times 50$ до $\times 800$. Фазовый состав образцов определялся с помощью дифрактометра Shimadzu XRD-7000S с $CuK\alpha$ -излучением при ускоряющем напряжении рентгеновской трубки 40 kV и токе 30 mA. Шаг по углу θ составлял 0.03° в диапазоне измерений 2θ от 10 до 90° .

Изображения пленок Nb_3Sn после ЭПО показаны на рис. 2. Для образцов, облученных при длительности импульса $50 \mu s$, характерно отсутствие зон плавления, кроме режима 50-25. Для образцов, облученных при длительности импульса $150 \mu s$, наоборот, характерны зоны плавления для всех режимов, кроме режима 150-30.

На рис. 3 представлены рентгенограммы покрытий после ЭПО.

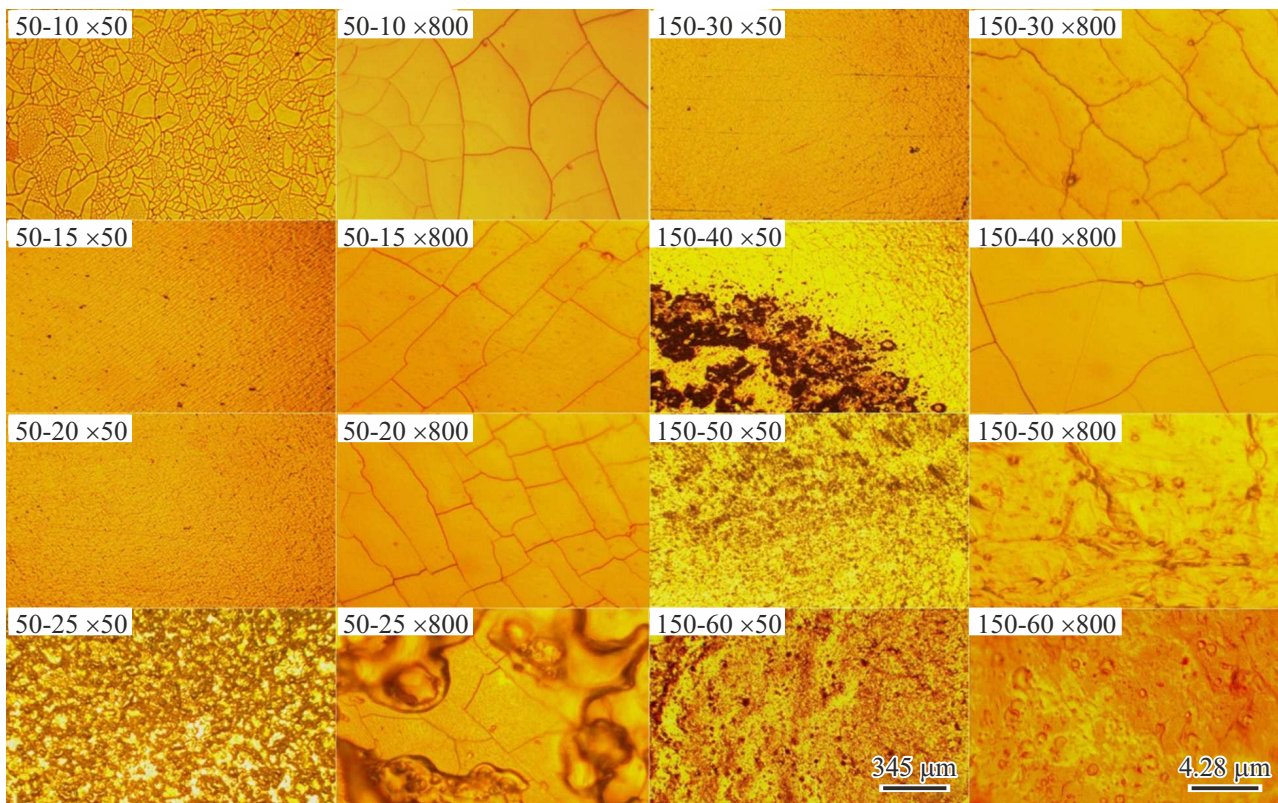


Рис. 2. Фотографии поверхности после обработки при увеличении $\times 50$ и $\times 800$.

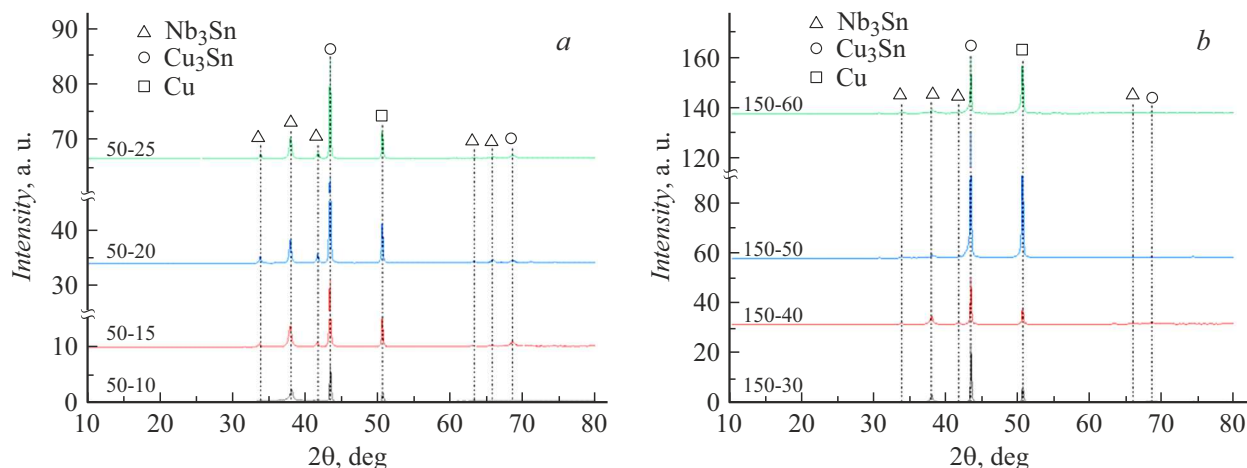


Рис. 3. Рентгенограммы пленок, облученных при длительности импульса 50 (a) и 150 μs (b).

Таблица 2. Рентгеноструктурный анализ пленок Nb₃Sn

Режим обработки	Фаза	Содержание, vol.%	Параметр решетки, Å
50-10	Nb ₃ Sn	15.8	5.2787
	Cu	84.2	3.6023
50-15	Nb ₃ Sn	23.7	5.3092
	Cu	76.3	3.6106
50-20	Nb ₃ Sn	26.8	5.3061
	Cu	73.2	3.6123
50-25	Nb ₃ Sn	13.1	5.2939
	Cu	86.9	3.6053
150-30	Nb ₃ Sn	18.2	5.2984
	Cu	81.8	3.6060
150-40	Nb ₃ Sn	12.8	5.2947
	Cu	87.2	3.6063
150-50	Nb ₃ Sn	4.6	5.2828
	Cu	95.4	3.6082
150-60	Nb ₃ Sn	3.5	5.2896
	Cu	96.5	3.6083

После обработки электронным пучком с целью изучения элементного состава было проведено исследование пленок методом энергодисперсионной спектроскопии с использованием электронного микроскопа Hitachi S-3400N. Полученные результаты приведены в табл. 1.

Для определения содержания фаз использовалась программа Powder Cell. При исследовании проводился анализ Nb₃Sn и Cu. Полученные результаты представлены в табл. 2.

После ЭПО покрытий при длительности импульса 50 μs рентгенограммы показывают наличие фаз Nb₃Sn и Cu₃Sn, а также пик, соответствующий медной подложке. Пик с наибольшей интенсивностью соответствует Cu₃Sn, что свидетельствует о произошедшей взаимной диффузии медной подложки и олова из покрытия. По-

крытие, облученное в режиме 50-10, имеет минимальное количество пиков Nb₃Sn, что может указывать на недостаточную энергию пучка. Покрытие, облученное в режиме 50-25, также имеет мало пиков Nb₃Sn, что может объясняться недостаточным содержанием олова, которое испарилось вследствие плавления поверхности.

Рентгеноструктурный анализ образцов, облученных в течение 150 μs, также показал наличие пиков, соответствующих Nb₃Sn, Cu₃Sn и Cu. Для всех пленок рефлексу с наибольшей интенсивностью соответствует Cu₃Sn. Интенсивность пиков Nb₃Sn мала, так как большая часть Sn могла диффундировать из пленки в медную подложку и испариться вследствие сильного разогрева, который привел к плавлению покрытия. Наибольший пик Nb₃Sn наблюдается для пленки, облу-

ченной в режиме 150-30, на которой не видно следов плавления.

Таким образом, пленки системы Nb+Sn были получены магнетронным распылением с использованием композитной мишени. Формирование кристаллической структуры Nb₃Sn осуществлялось посредством ЭПО покрытия импульсным электронным пучком. Использовались два режима ЭПО образцов: с длительностью импульса 50 и 150 μs и плотностью энергии электронного пучка 10–25 J/cm² для 50 μs и 30–60 J/cm² для 150 μs. Для пленок, обработанных при большей плотности энергии пучка (режимы 50-25, 150-40, 150-50, 150-60), наблюдаются области плавления. Вследствие более сильного разогрева и плавления происходит интенсивное испарение олова из пленки, приводящее к снижению содержания Nb₃Sn, что подтверждается данными, представленными в табл. 1. Пленки, содержащие максимальное количество фазы Nb₃Sn, были получены при режимах ЭПО 50-15 и 50-20.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научно-го фонда (грант РНФ № 21-12-00364).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] M.N. Sayeed, U. Pudasaini, G.V. Eremeev, H.E. Elsayed-Ali, *Vacuum*, **212**, 112019 (2023). DOI: 10.1016/j.vacuum.2023.112019
- [2] M.S. Shakel, M.N. Sayeed, G.V. Eremeev, A.-M. Valente-Feliciano, U. Pudasaini, H.E. Elsayed-Ali, *Vacuum*, **217**, 112563 (2023). DOI: 10.1016/j.vacuum.2023.112563
- [3] N. Schäfer, N. Karabas, J.P. Palakkal, S. Petzold, M. Major, N. Pietralla, L. Aff, *J. Appl. Phys.*, **128** (13), 133902 (2020). DOI: 10.1063/5.0015376
- [4] C. Dong, Z. Lin, P. Sha, B. Liu, L. Ye, X. He, *Physica C*, **600**, 1354107 (2022). DOI: 10.1016/j.physc.2022.1354107
- [5] M. Lu, F. Pan, H. Guo, S. Huang, Z. Yang, Q. Chu, F. Liu, A. Wu, T. Tan, *Mater. Lett.*, **292**, 129557 (2021). DOI: 10.1016/j.matlet.2021.129557
- [6] M.N. Sayeed, U. Pudasaini, C.E. Reece, G.V. Eremeev, H.E. Elsayed-Ali, *J. Alloys Compd.*, **800**, 272 (2019). DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.06.017
- [7] M.N. Sayeed, U. Pudasaini, C.E. Reece, G.V. Eremeev, H.E. Elsayed-Ali, *Appl. Surf. Sci.*, **541**, 148528 (2021). DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.148528
- [8] Ю.Н. Юрьев, Ю.С. Бордулев, А.Е. Харисова, Т.В. Селезнева, А.И. Савельев, А.И. Казимиров, *Изв. вузов. Физика*, **65** (11), 191 (2022). DOI: 10.17223/00213411/65/11/191 [Yu.N. Yurjev, Yu.S. Bordulev, A.E. Kharisova, T.V. Selezneva, A.I. Savelev, A.I. Kazimirov, *Russ. Phys. J.*, **65** (11), 1996 (2023). DOI: 10.1007/s11182-023-02861-z].
- [9] E.A. Ilyina, G. Rosaz, J.B. Descarrega, W. Vollenberg, A.J.G. Lunt, F. Leaux, S. Calatroni, W. Venturini-Delsolaro, M. Taborelli, *Supercond. Sci. Technol.*, **32** (3), 035002 (2019). DOI: 10.1088/1361-6668/aaf61f
- [10] L. Xiao, X. Lu, Z. Yang, W. Tan, Y. Yang, L. Zhu, D. Xie, *Physica C*, **586**, 1353894 (2021). DOI: 10.1016/j.physc.2021.1353894
- [11] М.С. Воробьев, П.В. Москвин, В.И. Шин, Н.Н. Коваль, К.Т. Ашурова, С.Ю. Дорошкевич, В.Н. Девятков, М.С. Торба, В.А. Леванисов, *Письма в ЖТФ*, **47** (10), 38 (2021). DOI: 10.21883/PJTF.2021.10.50972.18719 [M.S. Vorobyov, P.V. Moskvin, V.I. Shin, N.N. Koval, K.T. Ashurova, S.Yu. Doroshkevich, V.N. Devyatkov, M.S. Torba, V.A. Levanisov, *Tech. Phys. Lett.*, **47**, 528 (2021). DOI: 10.1134/S1063785021050291].
- [12] M. Vorobyov, T. Koval, V. Shin, P. Moskvin, M.K.A. Tran, N. Koval, K. Ashurova, S. Doroshkevich, M. Torba, *IEEE Trans. Plasma Sci.*, **49** (9), 2550 (2021). DOI: 10.1109/TPS.2021.3089001
- [13] V.N. Devyatkov, Y.F. Ivanov, O.V. Krygina, N.N. Koval, E.A. Petrikova, V.V. Shugurov, *Vacuum*, **143**, 464 (2017). DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.04.016
- [14] A.B. Markov, A.V. Mikov, G.E. Ozur, A.G. Padei, *Instrum. Exp. Tech.*, **54** (6), 862 (2011). DOI: 10.1134/s0020441211050149
- [15] V.N. Devyatkov, N.N. Koval, P.M. Schanin, V.P. Grigoryev, T.V. Koval, *Laser Particle Beams*, **21** (2), 243 (2003). DOI: 10.1017/S026303460321212X