

KfK 3244  
November 1981

# **Einfluß der Präparationsparameter auf Fremdphasengehalt und Stromtragfähigkeit von Nb<sub>3</sub>Ge-Aufdampfschichten**

M. Konrad  
Institut für Technische Physik

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



Kernforschungszentrum Karlsruhe  
Institut für Technische Physik

KfK 3244

Einfluß der Präparationsparameter auf Fremdphasen-  
gehalt und Stromtragfähigkeit von Nb<sub>3</sub>Ge-Aufdampf-  
schichten

M. Konrad

Diplomarbeit, eingereicht bei der Fakultät für  
Physik der Universität Karlsruhe.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

**Als Manuskript vervielfältigt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
ISSN 0303-4003**

## Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird für NbGe-Dünnschichtsupraleiter die Variation des Fremdphasengehaltes, der Sprungtemperatur, des mittleren Korndurchmessers der A-15 Phase Nb<sub>3</sub>Ge und insbesondere der kritischen Stromdichte in Abhängigkeit von dem atomaren Konzentrationsverhältnis Nb/Ge und der Substrattemperatur bestimmt. Die Schichten sind durch gleichzeitiges Elektronenstrahlverdampfen von Reinst-Nb und Ge im UHV hergestellt. Die Schichtanalyse erfolgte durch Rutherford-Rückstreu-Messungen von 2 MeV  $\alpha$ -Teilchen sowie durch Röntgenbeugungsuntersuchungen nach dem Seemann-Bohlin-Verfahren.

Der Volumenanteil der Fremdphase, die als hexagonales Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> identifiziert wurde, variiert zwischen der unteren Nachweisgrenze (<1%) und 45 Vol.% und zeigt eine lineare Abhängigkeit vom Nb/Ge-Verhältnis. Bei Proben mit stöchiometrischer bzw. leicht unterstöchiometrischer Zusammensetzung konnten die höchsten Sprungtemperaturen und Stromdichten nachgewiesen werden, wobei selbst bei stöchiometrischen Proben ein geringer Fremdphasenanteil festzustellen war. Durch Steigerung der Substrattemperatur  $T_s$  konnte zusätzlich der Korndurchmesser der A-15 Phase erhöht werden. Bei  $T_s < 900^\circ\text{C}$  wurde eine maximale kritische Stromdichte von  $6 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  bei  $H=6$  Tesla für Proben mit 15 Vol.% Fremdphasenanteil gemessen. Für Substrattemperaturen über  $900^\circ\text{C}$  Celsius zeigte die Stromtragfähigkeit der Schichten schon bei ~5 Vol% Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> ein Maximum, was durch das Wachstum größerer Ausscheidungen begründet werden kann.

## Summary

### Influence of preparation parameters on second phase content and critical current density of Nb<sub>3</sub>Ge films

For NbGe thin film superconductors the variation of the second phase content, transition temperature, A15 (Nb<sub>3</sub>Ge)-grain size, and especially critical current density has been investigated in dependence on composition (atomic concentration ratio Nb/Ge) and substrate temperature. Films have been prepared by electron beam coevaporation of high purity Nb and Ge under UHV conditions, and analyzed by Rutherford backscattering of 2 MeV  $\alpha$  particles and x-ray diffractometry (Seemann-Bohlin).

The volume content of the hexagonal Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> could be varied between <1% and 45% and showed a linear dependence on the Nb/Ge-ratio. Stoichiometric or slightly understoichiometric (Nb-rich) samples had the highest transition temperature and current density. A small second phase content was found even for the stoichiometric composition. A15 grain size could be increased by rising the substrate temperature  $T_s$ . For  $T_s < 900^\circ\text{C}$  a critical current density of  $6 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  at 6 Tesla and 15 Vol.% Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> content was measured. At higher substrate temperature ( $>900^\circ\text{C}$ ) a lower second phase content (~5 Vol.%) lead to the maximum critical current, obviously caused by the faster growth of large precipitations.

# I N H A L T

	<u>Seite</u>
1. Einleitung	1
2. Präparation der Nb <sub>3</sub> Ge-Schichten	1
3. Experimentelle Methoden	3
3.1 Rückstreuuntersuchungen	3
3.1.1 Dickenbestimmung	3
3.1.2 Atomare Zusammensetzung	5
3.2 Röntgenbeugungsuntersuchungen	7
3.2.1 Qualitative Analyse	8
3.2.2 Bestimmung des Gitterparameters	8
3.2.3 Die Kristallitgröße	11
3.2.4 Quantitative Phasenanalyse	12
3.2.5 Berechnung des Fremdphasengehaltes	21
3.3 Sprungtemperatur und normaleitende Größen	21
3.4 I <sub>c</sub> -Messungen	23
4. Meßergebnisse und Diskussion	26
4.1 Induktiv und resistiv bestimmte Übergangstemperaturen	26
4.2 Stromtragfähigkeit der Schichten	29
4.3 Fremdphasengehalt der Schichten	31
4.4 Einfluß der Substrattemperatur	36
4.5 Atomare Zusammensetzung und Fremdphasengehalt	43
4.6 Diskussion	49
5. Zusammenfassung	59
6. Literaturverzeichnis	60
7. Anhang	

## 1. Einleitung

Die Supraleiter vom A15-Typ sind aufgrund ihrer hohen kritischen Daten sowohl technologisch als auch physikalisch interessant. Speziell bei Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten konnten hohe Übergangstemperaturen (23 K) und hohe kritische Stromdichten in hohen Magnetfeldern ( $5 \cdot 10^5$  A/cm<sup>2</sup> bei 5 T) erreicht werden. Solche hoch-Tc-Filme kann man durch Sputtern, Ausscheidung aus der Gasphase (CVD) und Elektronenstrahlverdampfen herstellen. Untersuchungen bei gesputterten Schichten [1,2,3], bei CVD-Schichten [4,5,6] und Aufdampf-Schichten [33,45] über das Pinningverhalten dieser Proben zeigten in Abhängigkeit von der Herstellungsart zwei wesentliche Pinningmechanismen. In CVD-Schichten mit hohen Stromdichten [4,6] sind Ausscheidungen der Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>-Phase als Haftzentren besonders wirksam, während in reinen CVD- und Aufdampf-Proben [5,33,45] sowie bei gesputterten Schichten [1,2,3] Pinning hauptsächlich an Korngrenzen erfolgt. Bei der Präparation von Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten können durch Variation des Nb/Ge-Verhältnisses und der Substrattemperatur unterschiedliche A15-Korndurchmesser und Fremdphasengehalte erzeugt werden. Beides charakterisiert die Mikrostruktur der Proben und beeinflusst sowohl das Pinning als auch das Verhalten der anderen kritischen Supraleitungsgrößen. Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist, den Zusammenhang zwischen den kritischen Eigenschaften, speziell der Stromtragfähigkeit und den Präparationsparametern bei Nb<sub>3</sub>Ge-Aufdampfschichten zu untersuchen und Hinweise für pinningwirksame Herstellungsbedingungen zu geben.

## 2. Präparation der Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten

Zur Durchführung der Experimente wurden mehrere Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten verwendet, deren Präparation in [7,9] ausführlich beschrieben ist. Sie erfolgte durch simultanes Verdampfen der beiden Komponenten von zwei räumlich getrennten Quellen in einer UHV-Apparatur. Der Druck im Rezipienten bei Beginn war

etwa  $2 \cdot 10^{-9}$  mbar und stieg bei der Bedampfung um etwa eine Größenordnung. Die geometrischen Verhältnisse sind in Abb. 1 skizziert. Als Substrate dienten einkristalline, willkürlich orientierte Saphire der Abmessungen  $50 \times 5 \times 1$  mm, die durch Wärmekontakt mit einem durch Stromdurchgang geheizten Tantalband auf  $810 - 970^\circ\text{C}$  erwärmt wurden. Die Temperaturen wurden mit einem Infrarotstrahlungspyrometer auf einem Ta-beschichteten Saphir gemessen, wobei für das Emissionsvermögen der Ta-Oberfläche nach einer Eichung mit einem Thermoelement 0.5 angenommen wurde. Das Tantal-Heizband ist parallel zur Verbindungslinie der beiden Quellen im Abstand von ca. 50 cm über ihnen angebracht und mit 10 - 20 Saphiren belegt. Die Verdampfungsraten wurden so eingestellt, daß sich etwa in der Mitte des Ta-Bandes ein Nb/Ge-Verhältnis von 3:1 ergab; die Raten wurden mit 2 Quadrupol-Massenfiltern registriert, wie in [7] ausführlich beschrieben ist.

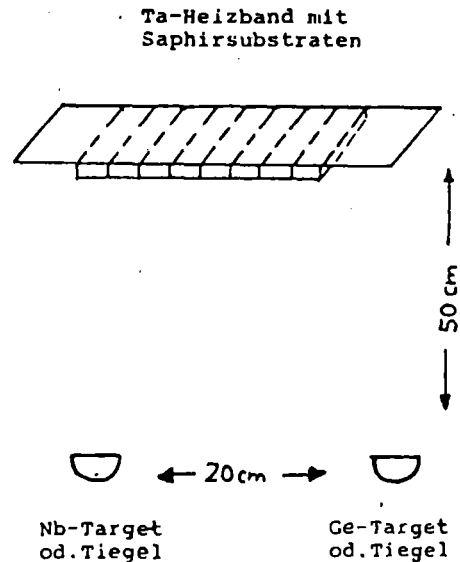


Abb. 1: Anordnung von Quellen und Substraten bei der  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ -Präparat.

Zur Herstellung der in dieser Arbeit untersuchten Schichten diente Germanium mit Verunreinigung  $< 10$  ppm, sowie Reinst-Niob, das einige ppm Ta, W und O enthält [7].



### 3. Experimentelle Methoden

#### 3.1 Rückstreuuntersuchungen

Die Dicke und die atomare Zusammensetzung der Nb-Ge Schichten wurden mit Hilfe von Rutherford-Rückstremessungen bestimmt.

Bei der Rutherford-Rückstreuung trifft ein Strahl von Alpha-Teilchen (Energie: 2.0 MeV), die von einem Van-de-Graaff Beschleuniger geliefert werden, senkrecht auf die zu untersuchende Schicht. Ein Halbleiteroberflächensperrschichtzähler registriert die Alphateilchen, die unter einem Winkel von 165 Grad zurückgestreut werden. Die Detektorimpulse werden geformt, verstärkt, nach ihrer Energie analysiert und in einem Vielkanalanalysator gespeichert. Die Analyse von Rückstreuenspektren ist in [10] ausführlich beschrieben, so daß hier nur einige Beziehungen angegeben werden, die zur Analyse in dieser Arbeit verwendet werden.

##### 3.1.1 Dickenbestimmung

Alpha-Teilchen, die aus tiefen Lagen der Schicht zurückgestreut werden, erfahren zusätzliche Energieverluste gegenüber denjenigen, die an der Oberfläche gestreut werden. Aus dem Energieverlust, d.h. aus der Halbwertsbreite der Rückstreupeaks in der Darstellung: Zahl der Rückstreuereignisse in Abhängigkeit von der Energie (Kanalzahl), kann daher die Schichtdicke ermittelt werden.

Nach [10] gilt für die Schichtdicke:

$$d = \frac{\Delta E_{\text{Nb}}}{[\epsilon]_{\text{Nb}} N_{\text{Nb}_3\text{Ge}}}$$

$\Delta E_{\text{Nb}}$  : Breite des Niob-Peaks in der Energieskala

$N_{\text{Nb}_3\text{Ge}}$  : Anzahl der  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ -Moleküle pro Einheitsvolumen, die aus der Gitterkonstanten und der Anzahl der Atome in der Elementarzelle berechnet wird. Es wurden 6 Nb- und 2 Ge-Atome je Zelle angenommen.

$[\epsilon]_{\text{Nb}}^{\text{Nb}_3\text{Ge}}$  : Rückstreuenenergieverlustparameter für Alphateilchen bei Streuung an Nb in  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ .

Er berücksichtigt die Energieverluste der einfallenden und zurückgestreuten Alpha-Teilchen, und muß aus den Abbremsquerschnitten von Nb und Ge sowie dem kinematischen Faktor  $k$  berechnet werden. (Eine Tabelle der Abbremsquerschnitte findet man in [11]).

Bei mehrkomponentigen Targets wird hierbei vorausgesetzt, daß die Abbremsquerschnitte der Einzelkomponenten gewichtet addiert werden dürfen (Braggsche Regel). Für ein zweikomponentiges Target gilt z.B.:

$$\epsilon_{\text{Nb}_m\text{Ge}_n} = m \cdot \epsilon_{\text{Nb}} + n \cdot \epsilon_{\text{Ge}} \quad \text{mit } n + m = 1$$

$\epsilon_{\text{Nb}_m\text{Ge}_n}$  : Abbremsquerschnitt der Alphateilchen in der Verbindung  $\text{Nb}_m\text{Ge}_n$

Der Rückstreuenenergieverlustparameter für die Streuung von Alphateilchen an der Atomsorte Nb in der Verbindung  $\text{Nb}_3\text{Ge}$  ergibt sich zu:

$$[\epsilon]_{\text{Nb}}^{\text{Nb}_3\text{Ge}} = \frac{k_{\text{Nb}}}{\cos \theta_1} \epsilon_{\text{Nb}_3\text{Ge}}(E) + \frac{1}{|\cos \theta_2|} \epsilon_{\text{Nb}_3\text{Ge}}(k_{\text{Nb}}E)$$

$\theta_1$  : Einfallswinkel der Alphateilchen

$\theta_2$  : Ausfallswinkel

$k_{\text{Nb}}$  : Kinematischer Faktor für die Nb-Atome, der den Energieverlust der Alphateilchen beim elastischen Stoß beschreibt.

$E$  : Energie der Alphateilchen

Für die Verbindung Nb<sub>3</sub>Ge wurde berechnet:

$$N_{\text{Nb}_3\text{Ge}} * [\epsilon]_{\text{Nb}_3\text{Ge}} = 102.6 \text{ eV/\AA}$$

Somit gilt für die Schichtdicke der Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten:

$$d = \Delta E / 102.6 \text{ \AA} \quad [ \Delta E \text{ in eV} ]$$

Als Beispiel zeigt die Abb. 2 schematisch das Rückstreupektrum einer NbGe-Schicht.

### 3.1.2 Atomare Zusammensetzung

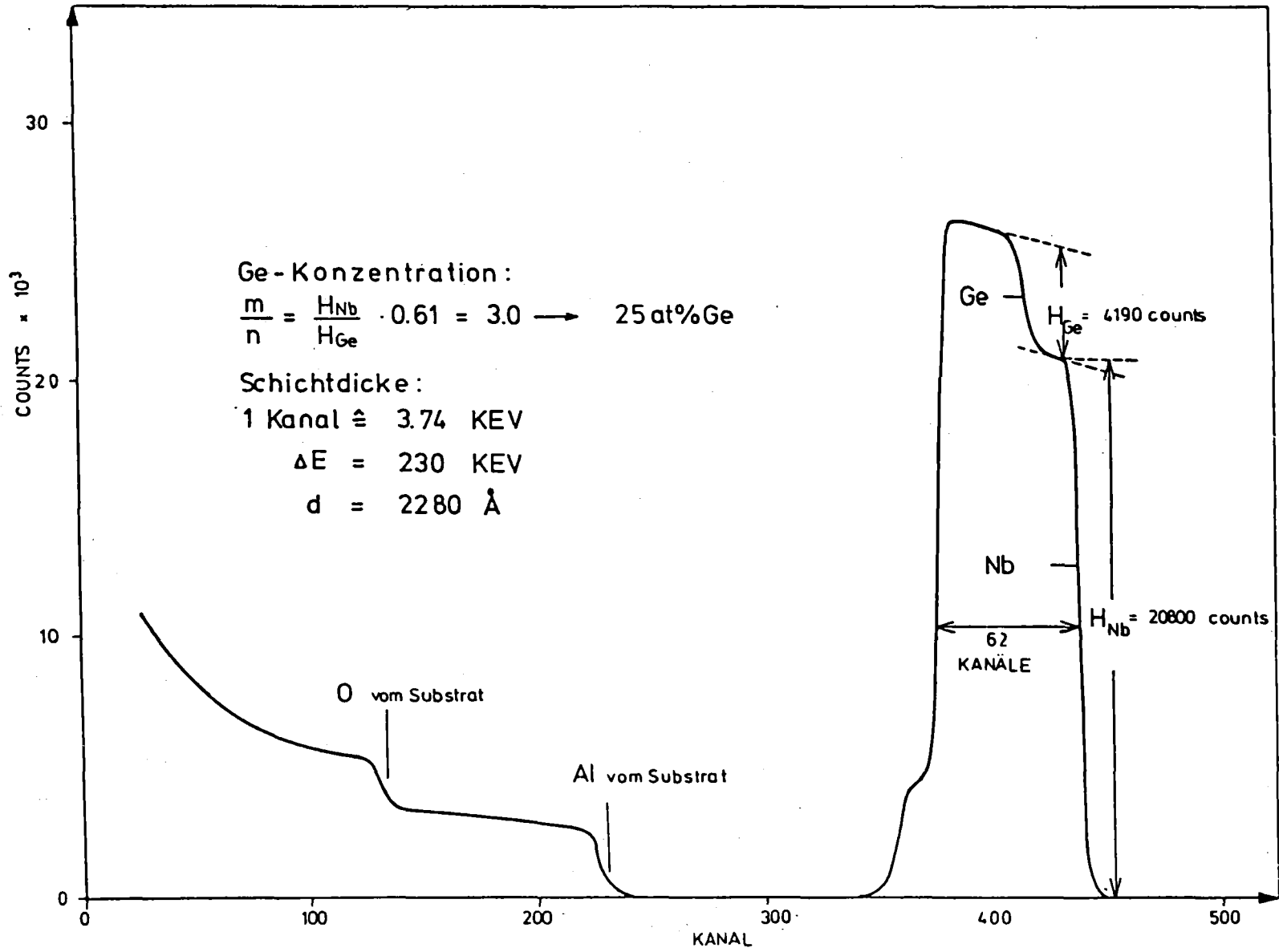
Der Energieverlust der Alphateilchen ist abhängig von der Masse des streuenden Atoms. Je größer die Masse des Streuzentrums, desto größer ist die Energie der rückgestreuten Alpha-Teilchen. Jeder Masse entspricht eine bestimmte Energie. Für die Ausbeute H der aus einem Intervall Δx zurückgestreuten Teilchen gilt für senkrechten Einfall und in Oberflächennäherung |10|:

$$H_{\text{Nb}} = \sigma_{\text{Nb}}(E) Q \Omega N_{\text{Nb}} \frac{\Delta E}{[\epsilon]_{\text{Nb}_3\text{Ge}} N_{\text{Nb}_3\text{Ge}}}$$

- H<sub>Nb</sub> : Höhe des Nb-Peaks
- σ<sub>Nb</sub> : Rutherford-Wirkungsquerschnitt der Komponente Nb
- Q : Gesamtladung der einfallenden Teilchen
- Ω : Raumwinkel des Detektors
- ΔE : Kanalbreite des Vielkanalanalysators
- N<sub>Nb</sub> : Konzentration der Nb-Atome im Target.

Aus dem Höhenverhältnis der Rückstreupeaks läßt sich daher das Konzentrationsverhältnis von Nb zu Ge: m/n berechnen.

Abb. 2.: Rückstreuenspektrum der Schicht 372



Das Konzentrationsverhältnis kann mit einer Genauigkeit von  $\pm 5\%$  [12,7] bestimmt werden. Der Fehler bei der Bestimmung der Schichtdicke beträgt ebenfalls etwa 5%.

### 3.2 Röntgenbeugungsuntersuchungen

Die Röntgenuntersuchungen wurden an einem Guinier-Dünnschichtdiffraktometer durchgeführt [13], das nach dem Fokussierprinzip von Seemann-Bohlin arbeitet. Durch eine stark asymmetrische Geometrie kann die effektive Weglänge der Röntgenstrahlen in der Probe und somit die durchstrahlte Materialmenge um einen Faktor  $1/\sin \gamma$  ( $\gamma$  = Einfallswinkel zwischen Röntgenstrahl und Schichtoberfläche,  $0 < \gamma \leq 10^\circ$ ) vergrößert werden. Es wurde ein Winkel von  $10^\circ$  verwendet. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung  $\text{CuK}\alpha_1$  war  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ; es wurden Beugungsspektren in einem Winkelbereich zwischen  $\theta = 12 \text{ Grad}$  und  $\theta = 76 \text{ Grad}$  mit einem Zählrohr erfaßt und in einem Vielkanalanalysator im "multiscaling" Verfahren gespeichert. Die Winkelauflösung des Vielkanalanalysators betrug  $0.03^\circ$  pro Kanal. Die Geometrie ist in Abb. 3 dargestellt.

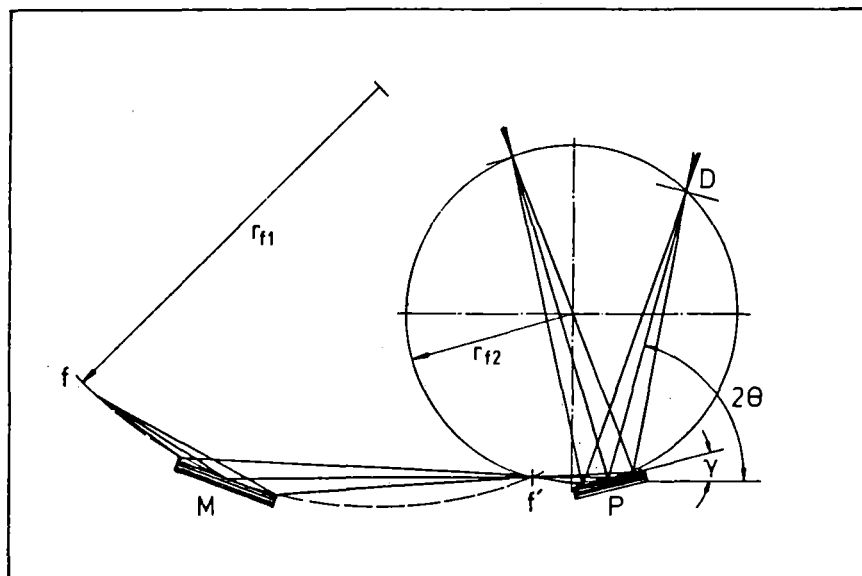


Abb. 3: Geometrie des Seemann-Bohlin-Fokussierprinzips unter Verwendung eines Monochromators.

Die Winkeleichung des Vielkanalanalysators wurde mit einer Goldschicht durchgeführt, da hier die Beugungswinkel der Reflexe sehr genau bekannt sind. Die Eichung besteht aus einer Zuordnung zwischen Winkeln und Kanalnummern der bekannten Goldreflexe. Aus den Lagen der einzelnen Reflexe wurde der Gitterparameter der A15-Verbindung  $Nb_3Ge$  bestimmt. Um eine quantitative Aussage über die Phasen der Nb-Ge Schicht machen zu können, wurden die integralen Reflexintensitäten gemessen und mit gerechneten Werten verglichen. Aus den Linienbreiten konnte als weitere Information die Korngröße der A15-Phase abgeschätzt werden.

### 3.2.1 Qualitative Analyse

Durch Vergleich der gemessenen Beugungswinkel mit den Daten aus [14,15] konnten folgende Phasen identifiziert werden. Die Schichten bestehen im wesentlichen aus der A15-Phase  $Nb_3Ge$  und haben unterschiedliche Anteile an hexagonalem  $Nb_5Ge_3$  [15]. Außerdem konnten in einigen Proben Linien festgestellt werden, die vermutlich von einer tetragonalen  $Nb_5Ge_3$ -Phase [16,17] und/oder der NbO-Phase [18] stammen. Eine eindeutige Identifikation war jedoch nicht möglich, da jeweils nur eine oder zwei Linien dieser Phasen im Beugungsspektrum festzustellen waren. In Abb. 4 sind 3 Schreiberprotokolle von Röntgenspektren einiger Schichten mit unterschiedlicher Phasenzusammensetzung dargestellt. Die wichtigsten Daten der NbGe-Phasen und die Beugungswinkel sind im Anhang angegeben.

### 3.2.2 Bestimmung des Gitterparameters

Um den Gitterparameter der A15-Phase zu bestimmen, wurde die Braggsche Gleichung verwendet. Für den Netzebenenabstand  $d$  gilt [19,20]:

$$d(h,k,l) = \lambda/2 \sin \theta$$

$\theta$  ist hierbei der Beugungswinkel, der mit Hilfe der Gittergleichung aus den Kanalnummern bestimmt wurde. In kubischen Systemen

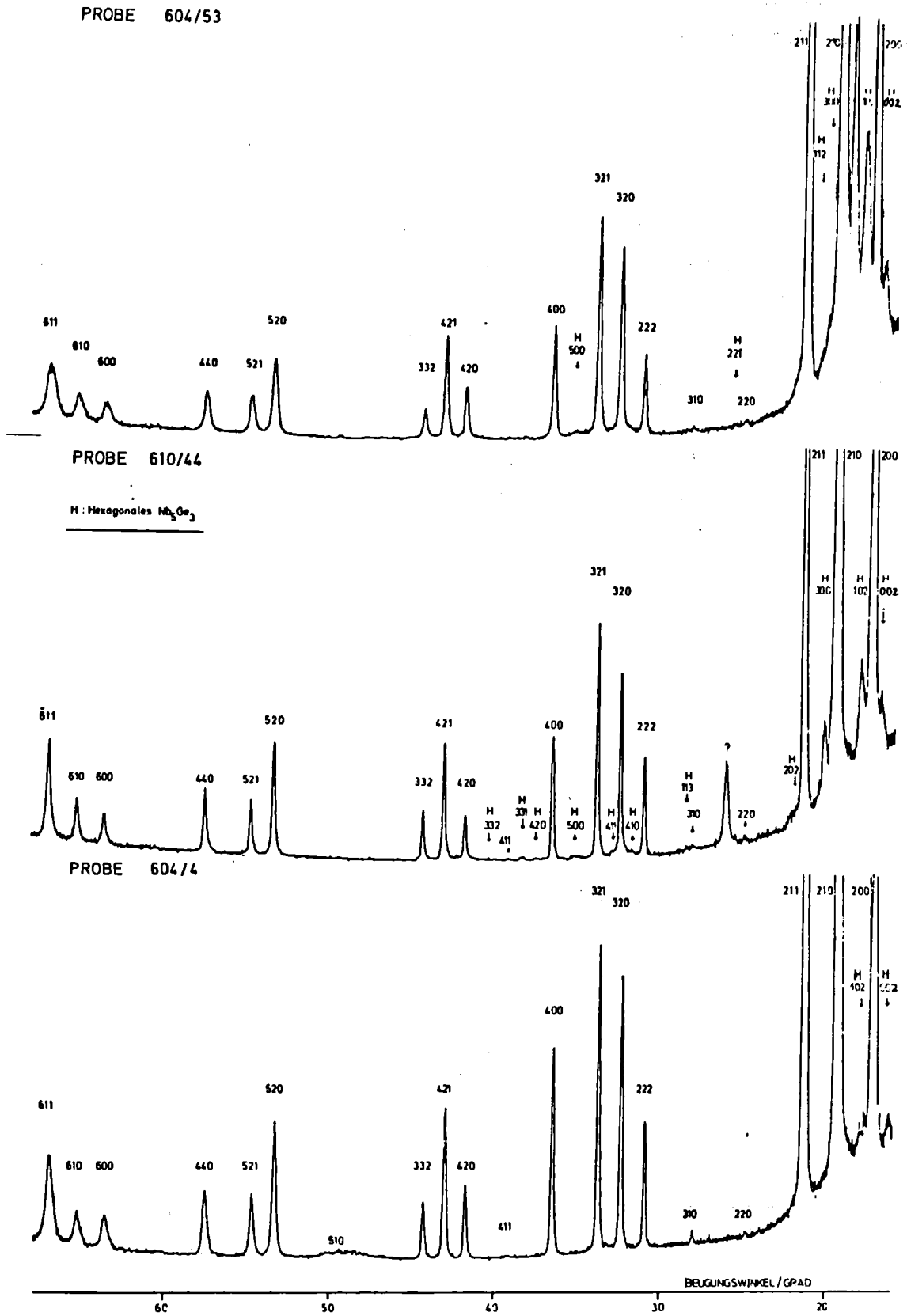


Abb. 4: Schreiberprotokolle von 3 Proben mit unterschiedlichem Anteil an hexagonalem Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>

läßt sich der Gitterparameter  $a_0$  nach folgender Gleichung |17| aus dem Netzebenenabstand  $d$  berechnen.

$$a_0 = d (hkl) \cdot (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$$

Bei den meisten der untersuchten Schichten war zu beobachten, daß der Gitterparameter  $a_0$  mit wachsendem Beugungswinkel zunahm. Diese Beobachtung ist auf elastische Spannungen zwischen der aufgedampften Schicht und dem Saphirsubstrat zurückzuführen, die durch die unterschiedliche thermische Kontraktion entstehen, wenn die heiß aufgedampften Schichten auf Raumtemperatur abgekühlt werden. Thermische Spannungen in dünnen Schichten wurden von Feder und Berry |21| quantitativ behandelt. Ausgehend von der Annahme, daß die Verspannungen senkrecht zur

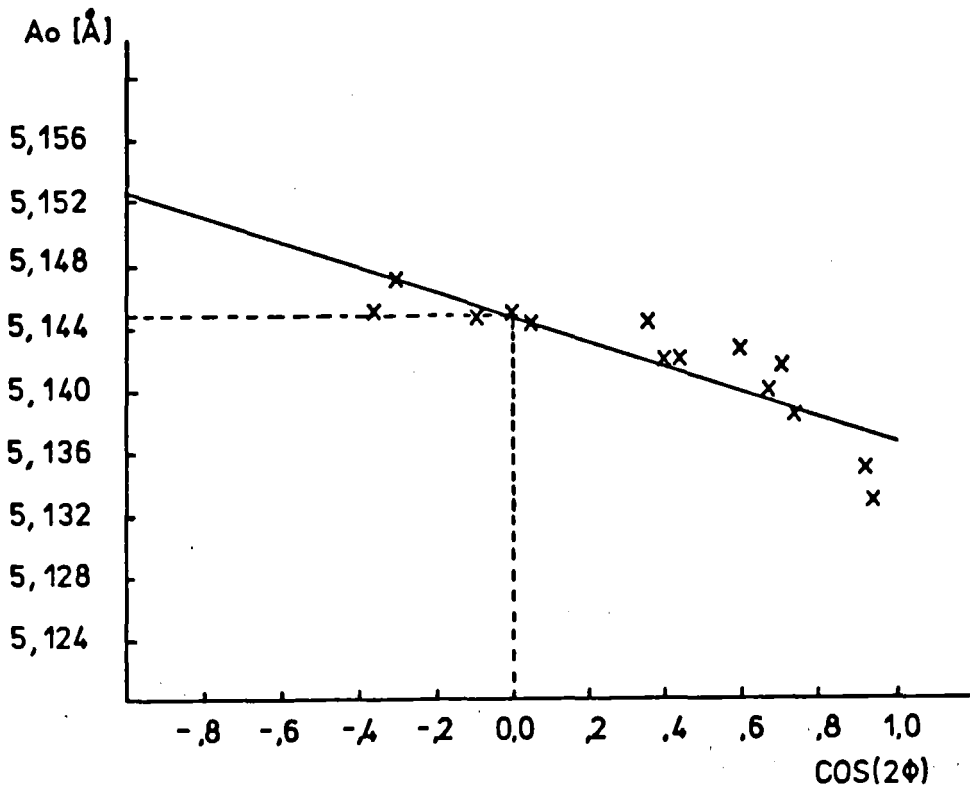


Abb. 5: Bestimmung des Gitterparameters



Schichtoberfläche aus Gleichgewichtsgründen gleich null und die Spannungskomponenten in der Schichtoberfläche gleich groß sind, weisen sie nach, daß die Gitterkonstante bei einem Beugungswinkel von  $\theta = \phi + \gamma$ ,  $\phi = \pi/4$  unabhängig ist von Verspannungen. Der Gitterparameter wurde deshalb bei allen Messungen bei  $\theta = 55$  Grad bestimmt; dies entspricht in einem Auftrag von  $a_0$  über  $\cos(2\phi)$  dem Wert der Ausgleichsgeraden bei  $\cos(2\phi) = 0$  (Abb. 5).

### 3.2.3 Die Kristallitgröße

Die endliche Breite |20| der Reflexe eines Röntgenspektrums ist apparativ bedingt, hat darüber hinaus aber noch zwei weitere Ursachen:

- a) Die Kristallite in der Schicht haben infolge von Defekten oder Verspannungen voneinander abweichende Gitterparameter.
- b) Die Kristallite sind so klein, daß die Reflexe durch die geringe Zahl reflektierender Netzebenen unscharf werden.

Für ein Pulver, dessen Reflexe eine physikalische Linienbreite  $\beta$  haben, ist der Korndurchmesser  $h$  mit der Halbwertsbreite  $\beta$  durch die Scherrer-Formel |19| verknüpft.

$$\beta = k \lambda / h \cos \theta \quad (1)$$

$\theta$  ist der Beugungswinkel,  $\lambda$  die Wellenlänge und  $k$  ein Zahlenfaktor zwischen 0.89 und 1, der von der jeweiligen Kristallitgeometrie abhängt. Für Pulver mit kugelförmigen Kristalliten ist

$k \sim 1$ . Von der gemessenen Linienbreite ist die apparative Verbreiterung abzuziehen. Zur Trennung der Einflüsse von Kristallitgrößen und Gitterverzerrungen kann man Gleichung (1) zufolge  $\beta \cdot \cos\theta$  bzw.  $\beta/\tan\theta$  (Differentiation der Bragg'schen Gleichung ergibt  $\delta\theta = \frac{\Delta d}{d} \tan\theta$ ) als Funktion von  $\theta$  auftragen. Ist der Zusammenhang für  $\beta \cdot \cos\theta$  dabei konstant, so liegt reine Teilchengrößenverbreiterung vor; ist  $\beta/\tan\theta$  konstant, dann sind überwiegend Gitterverzerrungen für die Linienverbreiterung verantwortlich [19].

### 3.2.4 Quantitative Phasenanalyse

Um die integrale, relative Intensität  $g$ , die von einer ideal pulverförmigen Substanz mit dem Volumen  $V$  reflektiert wird, zu berechnen, verwendet man den Darwin-Ausdruck [22]:

$$g = \frac{E \cdot \omega}{I_0} = N^2 \lambda^3 L p \left( \frac{e^2}{mc^2} \right)^2 |F|^2 m V \frac{1}{2} \cos \theta \quad (2)$$

- $\omega$  : Winkelgeschwindigkeit, mit der die Reflexbedingung durchfahren wird
- $E$  : Energie, die vom Zählrohr aufgenommen wird
- $I_0$  : Intensität des einfallenden Röntgenstrahls
- $N$  : Zahl der Elementarzellen pro Einheitsvolumen
- $\lambda$  : Wellenlänge der Röntgenstrahlen
- $L$  : Lorentzfaktor
- $p$  : Polarisationsfaktor
- $\frac{e^2}{m c^2}$  : Klassischer Elektronenradius
- $F$  : Strukturamplitude
- $m$  : Häufigkeitsfaktor
- $\theta$  : Bragg-Winkel
- $V$  : Volumen des Pulvers

In Formel (2) berücksichtigt der Faktor  $1/2 \cos\theta$  die Zahl der Kristallite, die bei einem Winkel  $\theta$  die Reflektionsbedingung erfüllen, wenn man annimmt, daß die Netzebenennormalen eine gleichmäßige Verteilung auf der Lagekugel haben, d.h. isotrop orientiert sind. Zusätzlich zu den in Formel (2) genannten Faktoren wird die Intensität bei Pulververfahren noch durch den Temperaturfaktor und durch kameraabhängige Faktoren wie den Absorptionsfaktor  $A_1$  in der Probe, den Absorptionsfaktor  $A_2$  in der Luft und dem Geometriefaktor  $G$  beeinflusst. Im folgenden werden diese Faktoren einzeln behandelt.

#### A. Lorentzfaktor L

Der Lorentzfaktor berücksichtigt die Tatsache, daß die Reflexion nicht bei einem scharfen Winkel  $\theta$  erfolgt, sondern über einen Winkelbereich ausgedehnt ist. Man kann sich dies so vorstellen, daß man keine scharfen Punkte mehr im reziproken Gitter hat, sondern daß die Punkte etwas verwaschen sind. Wenn man die Entstehung des Beugungsbildes (bei Einkristallaufnahmen) dadurch erklärt, daß sich das reziproke Gitter um seinen Ursprung dreht, dann ist der Lorentzfaktor ein Maß für die Geschwindigkeit mit der die Punkte des Gitters durch die Ewaldkugel gedreht werden. Für ein Pulver ergibt sich zusammen mit dem Faktor  $1/2 \cos\theta$ :

$$L = \frac{1 \cos(\theta)}{2 \sin(2\theta)} = \frac{1}{4 \sin(\theta)}$$

#### B. Geometriefaktor G

Bei dem hier verwendeten Diffraktometer schneidet das Zählrohr eine konstante Länge  $h$  aus den Beugungskegeln aus. Mit zunehmendem Winkel nimmt jedoch der Umfang der Beugungskegel zu, so daß das Zählrohr eine geringere Intensität erfaßt. Der Geometriefaktor:

$$G = \frac{h}{4\pi R \sin 2\theta \cdot \sin(2\theta - \gamma)}$$

$\gamma$  : Einfallswinkel zwischen Röntgenstrahl und Schichtoberfläche

$h$  : Höhe des Zählrohrspaltes

ermittelt die Intensität pro Einheitslänge des Beugungskegels. Die geometrischen Größen zur Ableitung des Geometriefaktors sind in Abb. 6 dargestellt.

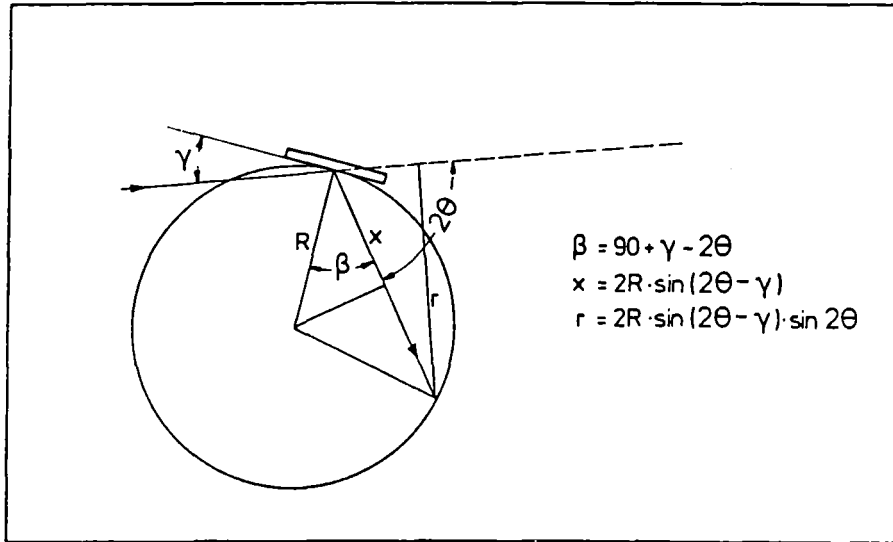


Abb. 6: Bestimmung des Geometriefaktors

C. Flächenhäufigkeitszahl m

Die Flächenhäufigkeitszahl m gibt an, wieviele äquivalente Netzebenen zu einem Reflex beitragen [17]. Die A15-Verbindungen haben die Raumgruppe Pm3n und sind der Laueklasse m3 zugeordnet. Tab. 1 zeigt in der untersten Zeile die Flächenhäufigkeitszahlen verschiedener Reflexe für diese Laueklasse; die Tabelle ist [17] entnommen. In Tab. 2 sind die Flächenhäufigkeitszahlen für diejenigen Reflexe aufgeführt, die mit dem Diffraktometer erfasst wurden.

System: kubisch									
Laueklasse: m3									
$\{h00\}$ (zykl.)	$\{hh0\}$ $\{hh\bar{0}\}$ (zykl.)	$\{hhh\}$ $\{\bar{h}hh\}$ $\{hh\bar{h}\}$ $\{h\bar{h}\bar{h}\}$	$\{hk0\}$ $\{\bar{h}k0\}$ (zykl.)		$\{hh1\}$ $\{\bar{h}h1\}$ $\{hh\bar{1}\}$ $\{h\bar{h}\bar{1}\}$ (zykl.)		$\{hkl\}$ $\{\bar{h}kl\}$ $\{hk\bar{l}\}$ $\{h\bar{k}\bar{l}\}$ (zykl.)		
			(h>k)	(h<k)	(h>1)	(h<1)	(h>k>1)	(h<k<1)	
6	12	8	12	12	24	24	24	24	24

Tabelle 1: Flächenhäufigkeitszahlen der Laueklasse m3

h k l	Multiplizität	h k l	Multiplizität
2 0 0	6	5 1 0	24
2 1 0	24	4 3 1	48
2 1 1	24	5 2 0	24
2 2 0	12	4 3 2	48
3 1 0	24	5 2 1	48
2 2 2	8	4 4 0	12
3 2 0	24	5 3 0	24
3 2 1	48	4 3 3	24
4 0 0	6	6 0 0	6
4 1 1	24	4 4 2	24
3 3 0	12	6 1 0	24
4 2 0	24	6 1 1	24
4 2 1	48	5 3 2	48
3 3 2	24	6 2 0	24
4 2 2	24		

Tabelle 2: Flächenhäufigkeitszahlen (Multiplizität)  
für Nb<sub>3</sub>Ge-Reflexe

D. Polarisationsfaktor p

Für einen unpolarisiert einfallenden Röntgenstrahl ist der Polarisationsfaktor:

$$p = \frac{1}{2} ( 1 + \cos^2 2\theta )$$

Bei dem verwendeten Guinier-Verfahren wurde der Röntgenstrahl durch Beugung an einem Ge-Einkristall monochromatisiert und dadurch auch polarisiert. Nach [19] ergibt sich in diesem Fall der Polarisationsfaktor für einen Realkristall zu:

$$p = \frac{1 + \cos^2 2\theta_m * \cos^2 2\theta}{1 + \cos^2 2\theta_m}$$

$\theta$  : Braggwinkel

$\theta_m$  : Braggwinkel des Monochromators ( $\theta_m = 13.641^\circ$ )

### E. Absorptionsfaktor

#### a. Absorption in Luft

Für die Strahlungsleistung  $I$  als Funktion der Weglänge  $x$  in einem absorbierenden Medium (z.B. Luft) gilt das Lambertsche Gesetz |23|

$$I = I_0 \cdot \exp (- \mu_L \cdot X)$$

$\mu_L$  : Absorptionskoeffizient von Luft

$x$  : Weglänge der Röntgenstrahlen

$I_0$  : Strahlungsleistung, die bei  $x = 0$  in das Medium eindringt.

Da der Weg der gebeugten Röntgenstrahlen in der Luft bei dem asymmetrischen Seemann-Bohlin-Verfahren für jeden Beugungswinkel unterschiedlich groß ist, werden die Reflexe unterschiedlich stark geschwächt. Dieser Einfluß läßt sich durch den Absorptionsfaktor  $A_1$

$$A_1 = \frac{I}{I_0} = \exp (- \mu_L \cdot 2 R \sin (2\theta - \gamma))$$

$R$  : Kameraradius

korrigieren, wobei man den Weg  $x = (2 R \sin (2\theta - \gamma))$  aus der Abb. 6 herleiten kann.

Der lineare Absorptionskoeffizient wurde nach folgender Formel berechnet |24|:

$$\mu/\rho = \sum_i g_i (\mu/\rho)_i,$$

$g_i$  : Massenanteil des Elements  $i$  mit Massenabsorptionskoeffizient  $(\mu/\rho)_i$

Um  $\mu_L$  zu ermitteln, wurde die folgende Luftzusammensetzung (Gewichtsprozent) verwendet |25|.

N <sub>2</sub> = 75.46 %	$(\mu/\rho)_{\text{N}_2} = 7.52 \text{ cm}^2/\text{g},$
O <sub>2</sub> = 23.19%	$(\mu/\rho)_{\text{O}_2} = 11.5 \text{ cm}^2/\text{g},$
Ar = 1.3 %	$(\mu/\rho)_{\text{Ar}} = 123 \text{ cm}^2/\text{g}.$

Mit der Dichte  $\rho = 0.00122 \text{ g/cm}^3$  (unter Normalbedingungen) ergibt sich:

$$\mu_L = 0.012127 \text{ 1/cm}$$

Die Absorptionskoeffizienten der NbGe-Phasen wurden mit Hilfe der Massenabsorptionskoeffizienten aus [25] berechnet, wobei die Dichten jeweils aus der Zahl der Atome pro Elementarzelle und den Gitterkonstanten bestimmt wurden:

$$\mu(\text{Nb}_3\text{Ge}) = 1146.717 \text{ 1/cm}$$

$$\mu(\text{Nb}_5\text{Ge}_3) = 1009.0325 \text{ 1/cm}$$

Bei der Berechnung des Absorptionskoeffizienten der Schicht wurde eine Zusammensetzung von 9 Teilen Nb<sub>3</sub>Ge und einem Teil Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> angenommen. Der exakte Wert müßte durch ein iteratives Verfahren ermittelt werden, indem mit einem geschätzten Wert der Fremdphasenanteil ausgerechnet und dieser dann benutzt wird, den richtigen Absorptionskoeffizienten zu berechnen. Da sich in den aufgedampften Schichten der Fremdphasenanteil wegen auftretender Texturen nicht quantitativ bestimmen läßt, ist der Fehler, den man durch das konstante Verhältnis macht, bei diesen Untersuchungen zu vernachlässigen.

#### b. Absorption in der Probe

Der allgemeine Ausdruck für den Absorptionsfaktor ist:

$$A = \frac{1}{V} \int e^{-\mu x} dV$$

Der Weg in der Probe, beziehungsweise die Beiträge von verschiedenen Volumenelementen zur Absorption lassen sich der Abb. 7 entnehmen.

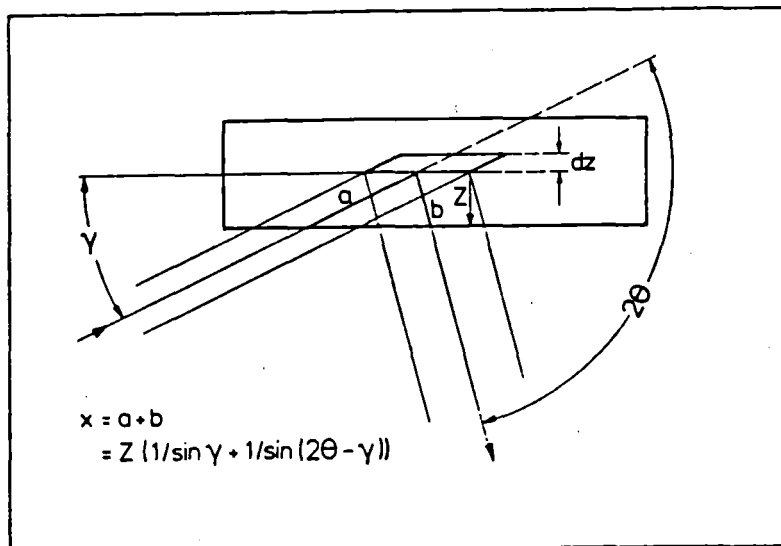


Abb. 7: Weg der Röntgenstrahlen in der Probe zur Berechnung der Absorptionskorrektur.

und somit:

$$A_2 = \frac{1}{d} \int_0^d e^{-\mu g z} dz$$

$$A_2 = \frac{1}{d} \frac{1}{\mu g} (1 - e^{-\mu g d})$$

$$g = \frac{1}{\sin \gamma} + \frac{1}{\sin (2\theta - \gamma)}$$

#### F. Der Temperaturfaktor

Da die Röntgenaufnahmen bei Raumtemperatur gemacht wurden, muß bei der Berechnung der Intensitäten noch die Intensitätsabnahme durch Temperaturschwingungen der Einzelatome berücksichtigt werden. Es gilt hierfür die Debye-Waller-Formel [19,26,27]:

$$I(T) = \text{const} \exp \left( -16 \pi^2 \langle u_1^2 \rangle \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \right) I(0)$$

$\langle u_1^2 \rangle$  ist die mittlere quadratische Auslenkung der Atome senkrecht zur Netzebene. Sie wurde aus [28] mit  $\langle u_1^2 \rangle = 0.0049 \text{ \AA}^2$  abgeschätzt und mit diesem Wert bei der Berechnung der Intensitäten verwendet.



G. Die Strukturamplitude

für die Strukturamplitude gilt |19|:

$$F(hkl) = \sum_{j=1}^N f_j \cdot \exp(-2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j))$$

Hierbei ist  $f_j$  der Atomstreu­faktor des Atoms  $j$ .  $x_j, y_j, z_j$  sind die Komponenten des Ortsvektors des Atoms  $j$ , und  $h, k, l$  sind die Millerschen Indizes. Im folgenden sind die Raumgruppen und die speziellen Punktlagen der betrachteten Verbindungen angegeben, mit denen die im Anhang angegebenen Strukturamplituden berechnet wurden.

Nb<sub>3</sub>Ge: Die Verbindung hat die Raumgruppe Pm3n, die speziellen Punktlagen für die jeweiligen Atome sind wie folgt |17|:

Nb Atome:

6c 1/4, 0, 1/2; 1/2, 1/4, 0; 0, 1/2, 1/4; 3/4, 0, 1/2;  
1/2, 3/4, 0; 0, 1/2, 3/4

Ge Atome:

2a 0, 0, 0; 1/2, 1/2, 1/2

Der Gitterparameter wurde mit  $a = 5.1444 \text{ \AA}$  angenommen.

Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>: Die hex. Phase Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> gehört zum Strukturtyp D8<sub>8</sub> und hat die Raumgruppe P 6<sub>3</sub>/mcm |15,16,17|.

Nb Atome:

4d 1/3, 2/3, 0; 2/3, 1/3, 0; 1/3, 2/3, 1/2; 2/3, 1/3, 1/2  
6g +- (x, 0, 1/4; 0, x, 1/4;  $\bar{x}, \bar{x}, 1/4$ ) mit  $x = 0.25$

Ge Atome:

6g +- (x, 0, 1/4; 0, x, 1/4;  $\bar{x}, \bar{x}, 1/4$ ) mit  $x = 0.615$

Die Gitterparameter waren  $a = 7.71 \text{ \AA}$   
 $c = 5.37 \text{ \AA}$   
 $c/a = 0.695$

Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>: Die tetr. Phase Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> hat die Raumgruppe I 4/mcm  
Die speziellen Punktlagen sind |16|:

Nb Atome:

16 k (0, 0, 0; 1/2, 1/2, 1/2) +  
x, y, 0;  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$ , 0;  $\bar{y}$ , x, 0; y,  $\bar{x}$ , 0;  
x,  $\bar{y}$ , 1/2;  $\bar{x}$ , y, 1/2  
y, x, 1/2;  $\bar{y}$ ,  $\bar{x}$ , 1/2 mit x = 0.074 und  
y = 0.277

Ge Atome:

8 h (0, 0, 0; 1/2, 1/2, 1/2) +  
x, 1/2+x, 0;  $\bar{x}$ , 1/2-x, 0; 1/2+x,  $\bar{x}$ , 0; 1/2-x, x, 0  
mit x = 0.17

Die Gitterparameter waren  $a = 10.14 \text{ \AA}$   
 $c = 5.15 \text{ \AA}$

Mit diesen Werten wurden die Strukturformfaktoren dieser Verbindungen berechnet, wobei die Atomstreuformfaktoren durch die Funktion

$$f_j \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) = \sum_{i=1}^4 a_i \exp \left( - b_i \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \right) + c$$

mit a, b, c Werten aus |29| approximiert wurde.

### 3.2.5 Berechnung des Fremdphasengehaltes

Zusammenfassend ergibt sich für die integrale relative Intensität die Formel:

$$(2) \quad g = \frac{I}{I_0} = K \cdot |F|^2 \cdot T \cdot V \cdot L \cdot p \cdot A_1 \cdot A_2 \cdot G \cdot m,$$

mit  $K = \text{const.}$

Mit der Kenntnis aller winkelabhängigen Faktoren, der Häufigkeitsfaktoren und des Braggwinkels wurde für das Volumenverhältnis zweier Phasen in einem Pulver aus den gemessenen integralen Intensitäten folgende Formel hergeleitet:

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2^2 (\sum I_1(hkl)) \cdot (\sum F_2^2(hkl) C_2(hkl) m_2(hkl))}{N_1^2 (\sum I_2(hkl)) \cdot (\sum F_1^2(hkl) C_1(hkl) m_1(hkl))} \quad (3)$$

$I(h, k, l)$  = Gemessene integrale Intensität der Linie  $hkl$   
 $C = L p A_1 A_2 G T$ .

Hierbei kann die Summation bei ideal pulverförmigen texturfreien Proben über beliebig viele Reflexe der jeweiligen Phase durchgeführt werden. Um diese Aussage zu testen, wurde in Ermangelung von Nb- und Ge-Pulvern sehr feiner Körnung aus Ni-Pulver der Körnung  $1 \mu\text{m}$  und aus Wolframpulver mit einer Körnung von  $0.5 \mu\text{m}$  ein Gemenge hergestellt und der Volumenanteil an Nickel bestimmt, wobei unterschiedlich viele Reflexe der Einzelphasen zur Bestimmung verwendet wurden. Die Ergebnisse sind im Anhang zusammengefaßt. Die Genauigkeit betrug in diesem Fall etwa 5%.

### 3.3 Sprungtemperatur und normaleitende Größen

Die Übergangstemperatur der NbGe-Schichten wurde auf zwei verschiedene Arten gemessen. Die erste Methode verwendet den Meissner-Ochsenfeld-Effekt und mißt auf induktivem Wege die Veränderung des magnetischen Verhaltens beim Übergang in den supraleitenden Zustand. Für die Messung an dünnen Schichten wurde ein Probenhalter benutzt, der in [30] beschrieben ist. Eine flache Sensorpule liegt zwischen der

Erregerspule und der zu messenden Schicht, wie in Abb. 8 schematisch dargestellt ist. Durch die Erregerspule wird mit einer Wechselspannung konstanter Amplitude und Frequenz ein Magnetfeld von etwa 100 Oerstedt erzeugt und damit ein Signal von etwa 1 mV in der Sensorspule induziert. Die Spannung wird mit einem Lock-in-Verstärker auf etwa 0.1 V verstärkt und mit Hilfe eines digitalen Voltmeters von einem Computer (HP 9845B) registriert. Die Temperatur wird mit Hilfe einer geeichten Ge-Sonde gemessen und ebenfalls vom Rechner erfaßt. Die Reproduzierbarkeit der Messungen war etwa 0,2 K. Bei Erreichen der Sprungtemperatur wird die Sensorspule aufgrund der Feldverdrängung in der Schicht von weniger Fluß durchsetzt. Der Rechner registriert die damit verbundene Änderung der Induktionsspannung mit einer Schrittweite von 10 mV ( $\sim 300$  Meßpunkte) plottet die Übergangskurve und berechnet die Werte bei 95% (Tconset), 50% (Midpoint) und 5% (Downset) der Sprunghöhe.

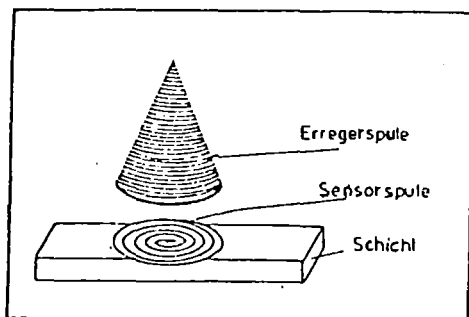


Abb. 8: Induktive Bestimmung der Sprungtemperatur

Durch diese induktive Meßmethode wird eine Kreisfläche von etwa 5 mm Durchmesser (= Schichtbreite) erfaßt. Sie wurde verwendet, um die Homogenität der aufgedampften Schichten zu untersuchen. Zu diesem Zweck wurde längs der Schichten in Abständen von 6-10 mm  $T_c$  induktiv gemessen und die  $T_c$ -Variation bei unterschiedlichen Substrattemperaturen und bei verschiedenen Substraten der gleichen Charge bestimmt.

Die zweite Methode mißt  $T_c$  resistiv nach dem 4 Punkte Verfahren und registriert das Verschwinden des Gleichstromwiderstandes bei Eintritt der Supraleitung. Durch die äußeren Kontakte an den Probenenden wird ein konstanter Meßstrom von  $100 \mu\text{A}$  zugeführt. Die inneren Kontakte in einem festen Abstand von  $26 \text{ mm}$  dienen zum Spannungsabgriff längs der Schicht. Die Sprungkurven wurden mit einem X-Y-Schreiber festgehalten, wobei die Temperaturmessung wiederum mit einer geeichten Ge-Sonde erfolgte. Diese Messung längs eines ganzen Substrats wurde durchgeführt, um aus den 20 Substraten einer Charge die Schichten mit einem Anteil an höchst- $T_c$ -Material herauszusuchen.

### 3.4 I<sub>c</sub>-Messungen

Die kritischen Ströme wurden bei  $4.2 \text{ K}$  (He-Bad) in einem äußeren transversalen Magnetfeld von  $0$  bis  $13 \text{ T}$  gemessen. Das Feld wird von einem aus  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Bandleitern gefertigten Solenoiden von IGC [31] in einer Bohrung von  $65 \text{ mm}$  erzeugt. (Beschreibung siehe [32]). Die zur Feldmessung seitens des Herstellers eingebauten Cu-Magnetowiderstandsonden sind aufgrund des Hysterese- und Remanenzverhaltens der  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Spulen nicht geeignet, das Feld am Probenort unterhalb  $\sim 5 \text{ T}$  hinreichend reproduzierbar zu bestimmen. Deshalb diente eine Hallsonde in der Nähe der  $I_c$ -Meßstrecke zur Feldmessung, die jeweils beim "virgin run" des Magneten mittels der Cu-Sonde geeicht wurde. Als  $I_c$ -Meßmethode dient eine übliche 4-Punktmessung mit  $10 \mu\text{V/cm}$   $I_c$ -Kriterium. Unterhalb ca.  $6.5 \text{ T}$  trat i.a. "take off" (thermisch nicht stabilisierter Übergang in die Normalleitung) vor Erreichen des Spannungskriteriums auf und bestimmte so  $I_c$ . Abb. 9 zeigt ein Beispiel der mit einem X-Y-Schreiber direkt aufgezeichneten Meßkurven. Die Reproduzierbarkeit des kritischen Stroms bei konstanten äußeren Verhältnissen lag im Bereich einiger Prozent. Die Stromkontakte wurden an der Probe durch ein Ultraschall-Lötverfahren angebracht, bei dem die Schicht bis auf eine Länge von etwa  $8 \text{ mm}$  mit

einer  $\sim 0.5$  mm dicken Indiumschicht überzogen wurde. Die Spannung wurde dann mit 2 Kontakten abgegriffen, die einen Durchmesser von 1 mm und einen Abstand von 5 mm hatten. Dies bedeutet einen Fehler im  $I_c$ -Kriterium von etwa 20%, beim kritischen Strom von  $\sim 2\%$ . Dieser Fehler bezieht sich jedoch nur auf Meßwerte bei 13 Tesla, da dort der Flux-Flow am deutlichsten war. Er nimmt unterhalb 13 T kontinuierlich ab und ist unter 6 Tesla, wo "take-off" den kritischen Strom begrenzt, nicht mehr nachweisbar.

PROBE 591/46  
 Y: 25  $\mu\text{V}/\text{cm}$   
 $J_c = J_c(B, T) = 4,2 \text{ K}$

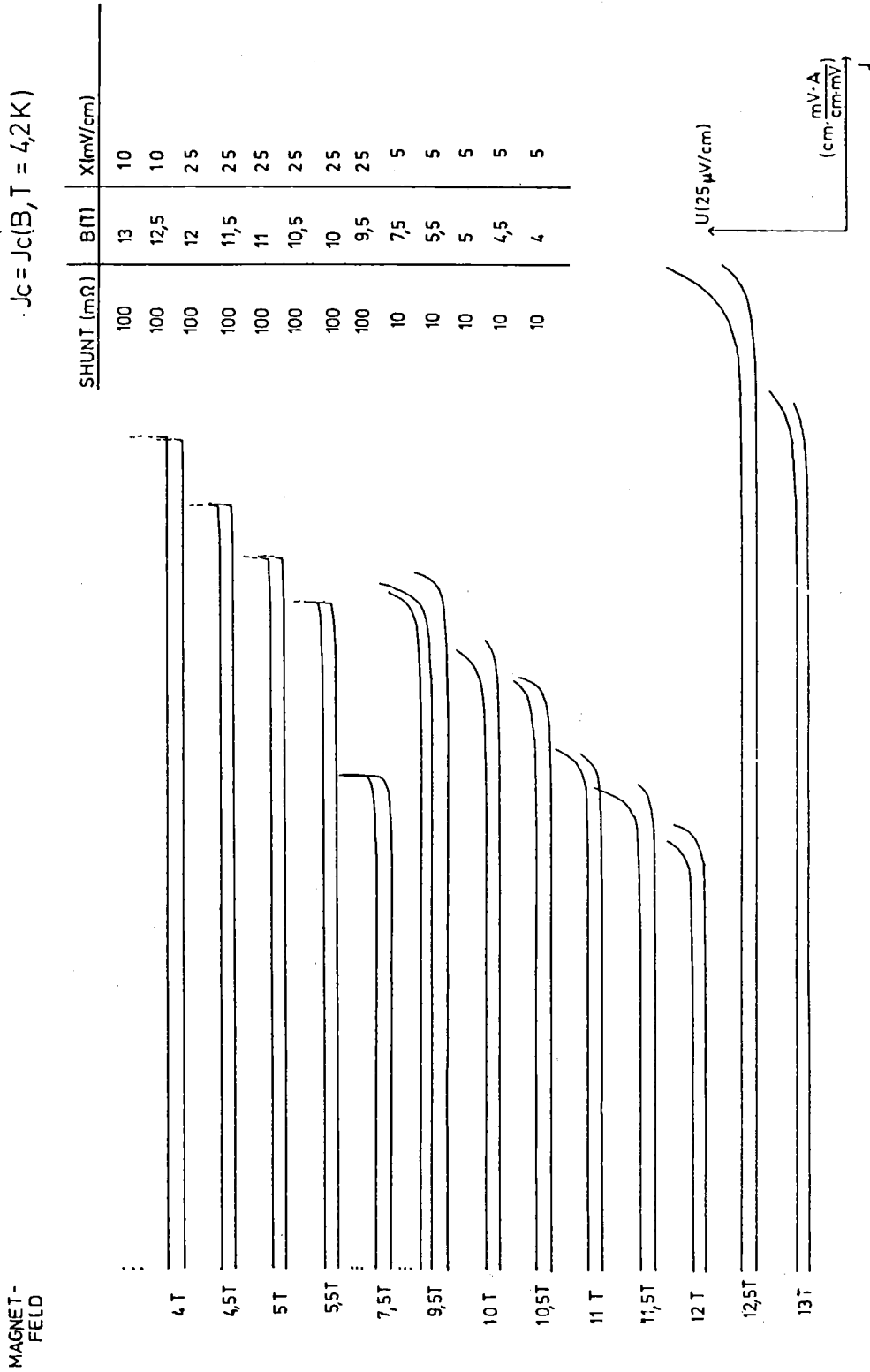


Abb. 9: Beispiel für Strom-Spannungscharakteristiken zur Bestimmung des kritischen Stroms der  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ -Schichten (Schreiberprotokoll).

#### 4.0 Meßergebnisse und Diskussion

Die wichtigsten Meßdaten sind in Tab. 3 zusammengefaßt. Die induktiven  $T_c$ -Werte sind an den Positionen auf den Substraten bestimmt worden, an denen auch die weiteren Messungen wie Röntgenanalysen und  $J_c$ -Messungen durchgeführt wurden.

##### 4.1 Induktiv und resistiv bestimmte Übergangstemperaturen

Die Übergangstemperaturen der Nb-Ge-Schichten wurden auf 2 Arten bestimmt. Durch die resistive Meßmethode, bei der die Spannung zunächst über 26 mm abgegriffen wurde, wurden aus den 10-20 Substraten einer Charge die besten Substrate ausgesucht. Durch die induktiven Messungen wurden diese Substrate dann in Abständen von 6-10 mm untersucht und es wurde hierbei festgestellt, daß die Sprungtemperaturen längs der Substrate stark variierten, was auf inhomogenes Schichtwachstum schließen läßt. Diese Inhomogenität der Schichten konnte auch durch die Rutherford-Rückstreuanalyse bestätigt werden, da auch die atomare Zusammensetzung längs der Substrate stark variierte. Die Inhomogenität wird wahrscheinlich durch Blenden im Rezipienten bzw. durch unterschiedlich starke Anpressung der Saphirsubstrate auf das Heizband (Temperaturvariation) verursacht. In Abb. 10 sind als Beispiel die Nb/Ge-Verhältnisse und die Sprungtemperaturen von 3 Substraten der Charge 592/ in Abhängigkeit von der Position auf der Schicht dargestellt.

Durch die induktiven  $T_c$ -Werte wurde auf jedem Substrat eine Position bestimmt (maximales  $T_c$ ), an der die weiteren Analysen durchgeführt wurden. Beim Vergleich der resistiv und der induktiv gemessenen Sprungtemperaturen fällt auf, daß selbst die besten induktiv bestimmten Werte noch 2-3 Grad kleiner sind als die resistiven Übergangstemperaturen. Um die Meßmethoden besser vergleichen zu können, wurden einige Proben nochmals resistiv gemessen, wobei die Spannung nur über eine Länge von



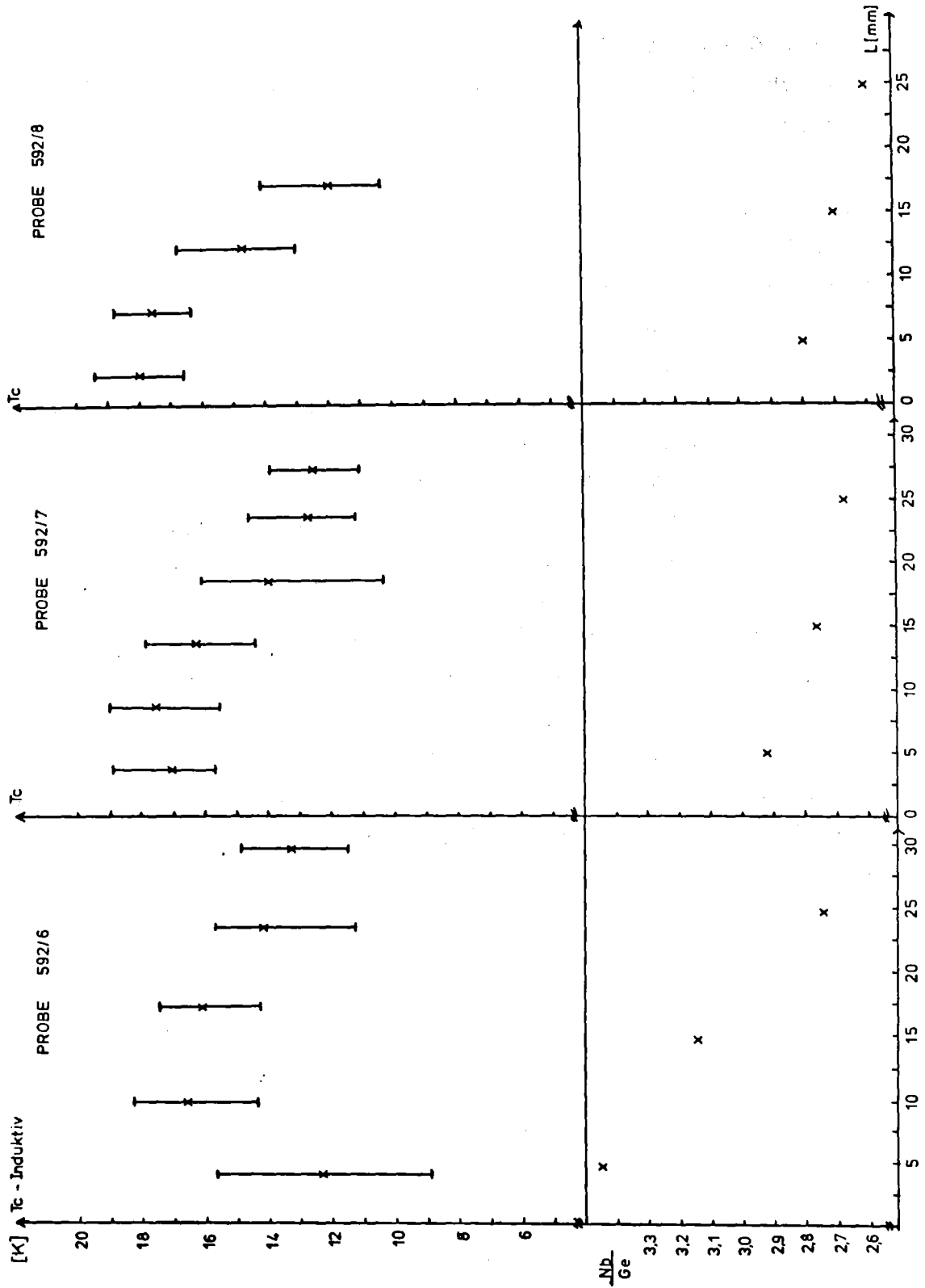


Abb. 10: Atomare Zusammensetzung und Sprungtemperaturen der Schichten 592/6, 592/7 und 592/8.

3 bzw. 6 abgegriffen wurde. In Tab. 4 sind Sprungtemperaturen angeführt, die durch die verschiedenen Meßmethoden ermittelt wurden.

Der Unterschied der Meßverfahren besteht darin, daß bei der resistiven Messung der Übergang durch den ersten durchgehenden supraleitenden Strompfad bestimmt wird, während der induktive Übergang durch Abschirmströme im Schichtvolumen verursacht wird. Die Differenz von etwa 3 Grad kann dabei durch die Temperaturabhängigkeit der Eindringtiefe verursacht werden. Wenn man als Temperaturabhängigkeit der Eindringtiefe die Formel  $\lambda^2(T) = \lambda^2(0) T_C^4 / (T_C^4 - T^4)$  [34] annimmt, für  $T_C$  den resistiven Onset von 21 K einsetzt und  $\lambda(0)$  grob mit 2000 Å abschätzt, kann man ausrechnen, daß erst bei einer Temperatur von ~18 K die Eindringtiefe und die Schichtdicke gleich groß sind. Wenn also für Temperaturen oberhalb 20 K resistive  $T_C$ -onsets nachweisbar sind, verhalten sich diese Proben bei induktiver  $T_C$ -Bestimmung, d.h. hinsichtlich der Feldverdrängung, noch weitgehend normalleitend. Mit dieser groben Abschätzung könnten demnach die Unterschiede zwischen resistiv und induktiv bestimmten  $T_C$ -Werten erklärt werden.

#### 4.2 Stromtragfähigkeit der Schichten

Abb.10a zeigt die kritischen Stromdichten in Abhängigkeit vom Magnetfeld für Proben, die bei Substrattemperaturen zwischen 810 und 870 Grad Celsius hergestellt wurden und unterschiedliche Fremdphasenanteile haben. Als Querschnittsfläche wurde bei der Berechnung der Stromdichte das Produkt aus der Breite des Saphirs mit der durch Rückstreuexperimente bestimmten Schichtdicke verwendet. Wie in [7] gezeigt wurde, ist bei Aufdampfschichten eine Schichtdicke von mindestens 400 Å für das Wachstum der hoch- $T_c$  Phase notwendig. Die effektiven Stromdichten sind somit um 15% größer als die hier berechneten Werte, wenn man berücksichtigt, daß die ersten 400 Å aus stark gestörtem Nb-Ge ( $T_c \leq 6$  K) bestehen. Um den Fehler, der durch diese Wachstumseigenschaft auftritt, möglichst klein zu halten, wurde bei allen Proben eine konstante Schichtdicke von 3000 Å angestrebt. Wie oben beschrieben, konnten bei Temperaturen über 935 Grad bei gleicher Aufdampfzeit nur noch 2300-2400 Å Schichtdicke erreicht werden. Wenn man annimmt, daß die Mindestschichtdicke für die Entstehung der A15-Phase nicht empfindlich von der Substrattemperatur abhängt, sind die effektiven Stromdichten in diesem Bereich sogar um 17% größer als die in Tab. 3 angegebenen Werte. Allgemein beträgt der Fehler, der durch die Ungenauigkeit der Schichtdickebestimmung entsteht, etwa 7%. Des weiteren treten bei der Bestimmung der kritischen Stromdichte statistische Fehler auf, die durch nicht genau reproduzierbare Montage der Proben auf der Meßhalterung (longitudinale Magnetfeldkomponenten) und durch unterschiedliche Verhältnisse bei der Stromeinspeisung aufgrund der stabilisierenden Kontaktierungsbeschichtung mit Indium-Lot auftreten können. Durch das verwendete  $I_c$ -Kriterium entsteht bei Feldern, wo kein "take-off" zu beobachten ist, wie zuvor erwähnt, ein systematischer Fehler, der bei Proben mit geringer Stromtragfähigkeit bei 13 T bis zu 4% betragen kann. Diese Fehler sind jedoch im Vergleich zu dem Fehler, der durch die Dickenbestimmung gemacht wird gering, sodaß man den Fehler bei der Berechnung der Stromdichte insgesamt mit ~10% abschätzen kann.

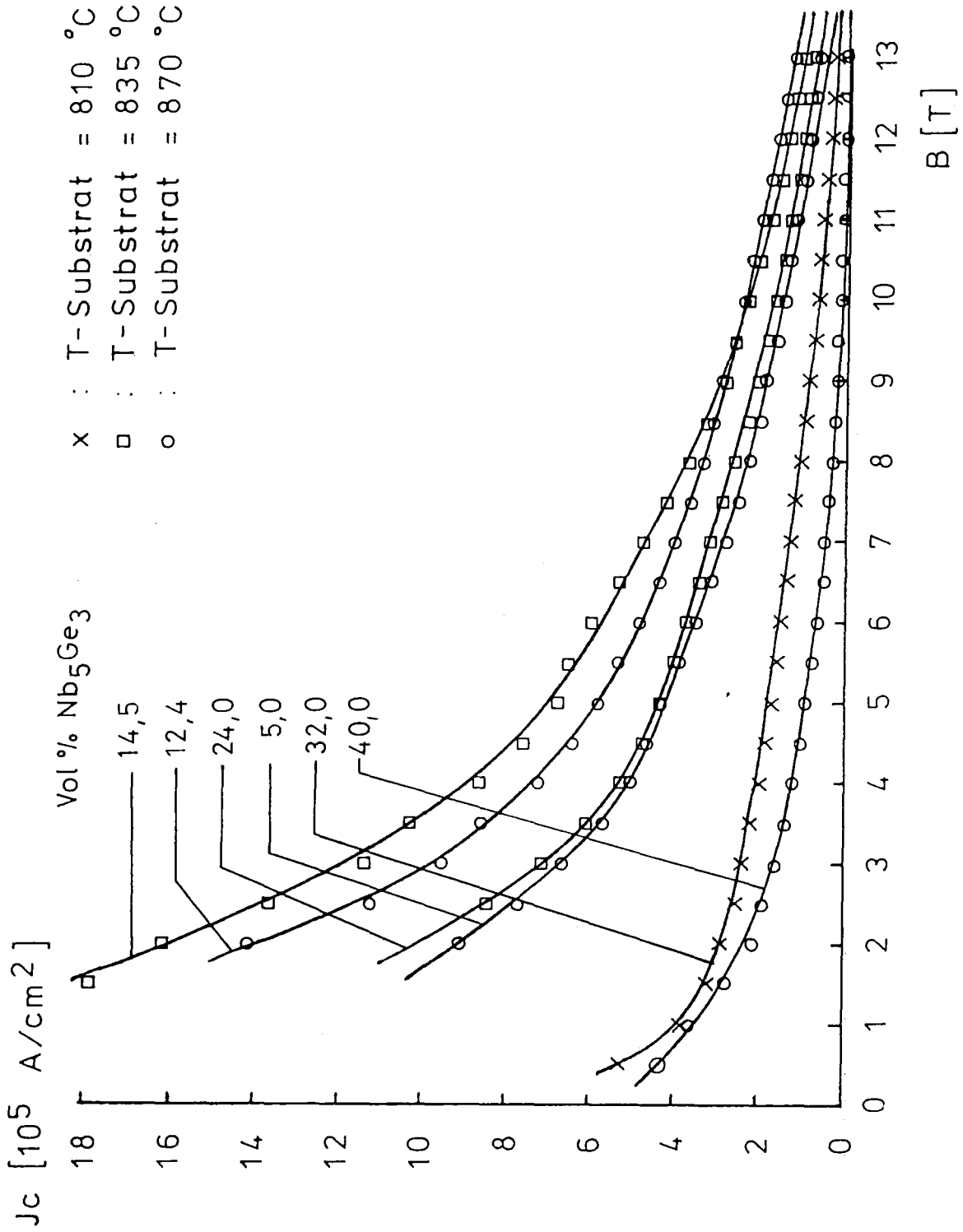


Abb.10a: Kritische Stromdichten in Abhängigkeit vom Magnetfeld für Proben mit unterschiedlichem Fremdphasengehalt und unterschiedlicher Substrattemperatur.

### 4.3 Fremdphasengehalt der Schichten

Der Volumenanteil der hexagonalen Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>-Phase wurde nach folgender Formel bestimmt (vergl. Kap. 3.2.4, 3.2.5),

$$(3) \quad \frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2^2 (\sum I_1(hkl)) \cdot (\sum F_2^2(hkl) C_2(hkl) m_2(hkl))}{N_1^2 (\sum I_2(hkl)) \cdot (\sum F_1^2(hkl) C_1(hkl) m_1(hkl))}$$

V<sub>1</sub>/V<sub>2</sub> : Volumenverhältnis der Phasen 1 und 2

I : Gemessene integrale Intensität

C : L p A<sub>1</sub> A<sub>2</sub> G T

Zunächst wurden die gemessenen relativen Intensitäten der A15-Phase mit gerechneten relativen Intensitäten verglichen, um Aussagen über Texturen bzw. epitaktisches Wachstum der Schichten machen zu können (siehe Abb. 11). Als Bezugsreflex wurde die 210-Linie gewählt, da durch die große Intensität dieses Reflexes die beste Statistik erzielt werden kann. Es wurden nur Linien verwendet, bei denen nur ein h,k,l-Trippel dem gemessenen Beugungswinkel entsprach. Abb. 11 zeigt, daß die Zuordnung zwischen gemessenen und gerechneten normierten Intensitäten für die betrachteten Reflexe mit  $\theta \geq 25^\circ$  eine Gerade mit der Steigung  $I_{\text{mes.}}, \text{norm.} / I_{\text{calc.}}, \text{norm.} \sim 0.3$  ergibt. Der lineare Zusammenhang weist auf eine nur geringe Textur hin. Die niedrig indizierten Reflexe 200 und 211 ( $\theta < 25^\circ$ ) ergeben allerdings Steigungen von  $\sim 1$  bzw. 0.7. Die Ursache hierfür kann in einer entsprechenden Textur oder aber in einer Überlagerung von Fremdphasenreflexen bei kleinen Beugungswinkeln liegen, die zu hoch gemessene A15-Linienintensitäten vortäuschen. Da diese Steigungen jedoch nicht mit dem Fremdphasengehalt korreliert sind, ist das Auftreten von Textur die wahrscheinlichere Deutung.

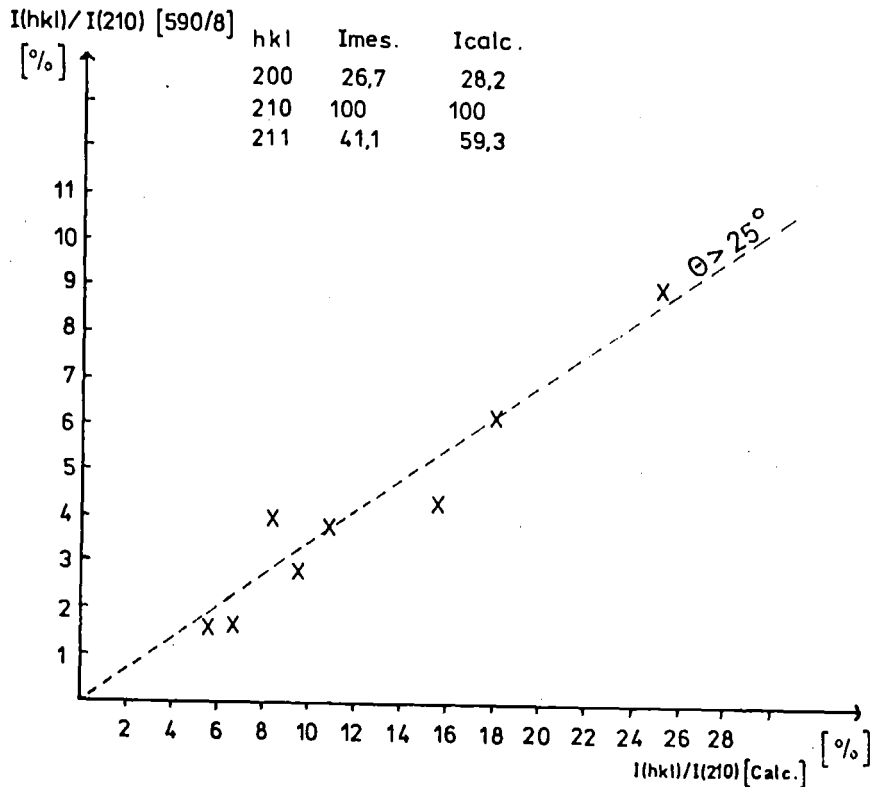


Abb. 11: Vergleich der gemessenen und gerechneten Intensitäten der A15-Phase (Probe 590/7).

Auch der Normierungsreflex 210 wird offenbar mit zu hoher Intensität gemessen, sodaß die Werte für die normierten gemessenen Intensitäten  $I_{mes,norm.} = (I(hkl)/I(210))_{mes.}$  für  $\theta > 25^\circ$  im Vergleich zu den gerechneten Werten zu klein werden.

Weiterhin wurden die relativen Intensitäten der A15-Phase in verschiedenen Proben miteinander verglichen, um festzustellen, ob bzw. wie stark die Intensitäten der einzelnen Reflexe durch die atomare Zusammensetzung oder die unterschiedlichen Substrattemperaturen beeinflusst werden. Der Vergleich einiger Proben ist in Abb. 12 für Schichten jeweils gleicher Substrattemperatur und in Abb. 13 für Schichten mit

Abb. 12: Vergleich der Intensitätsverhältnisse von je 2 Proben der gleichen Charge.

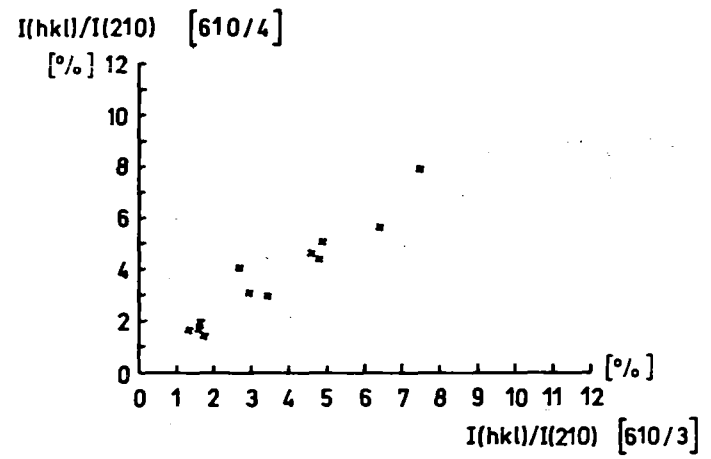
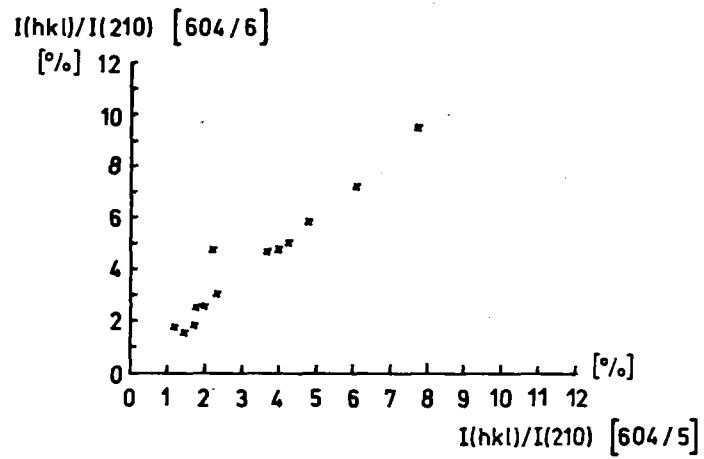
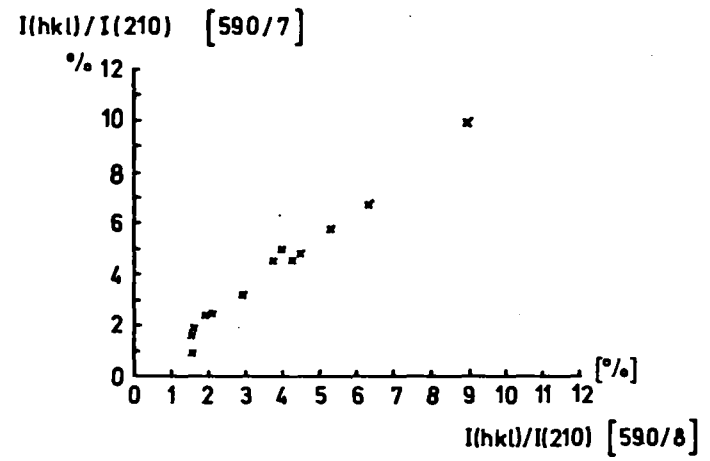
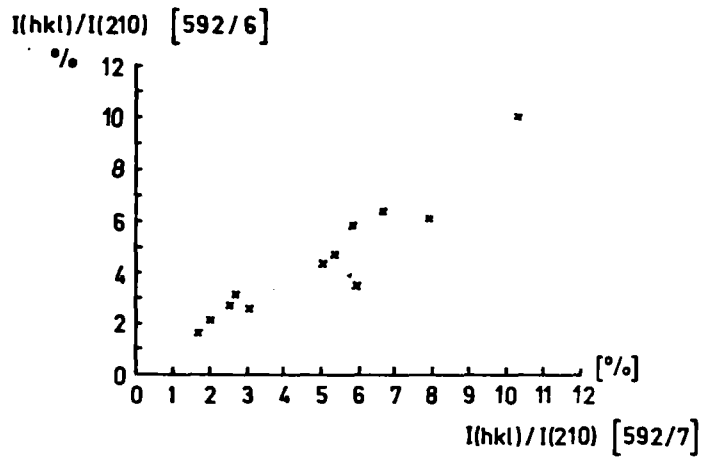
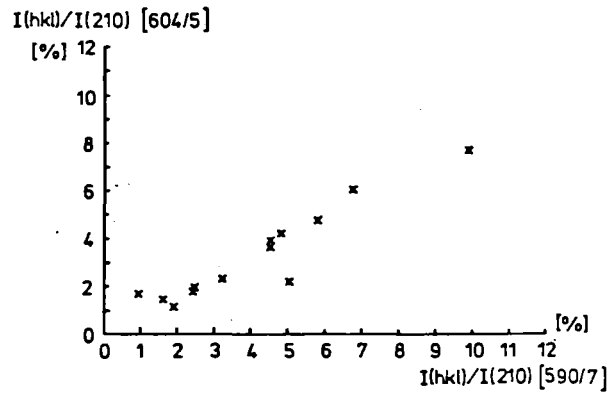
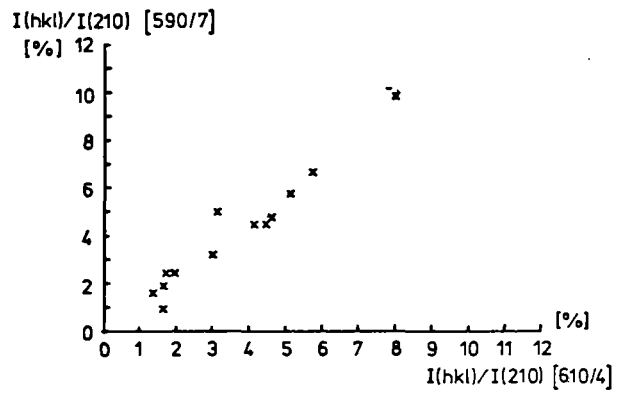
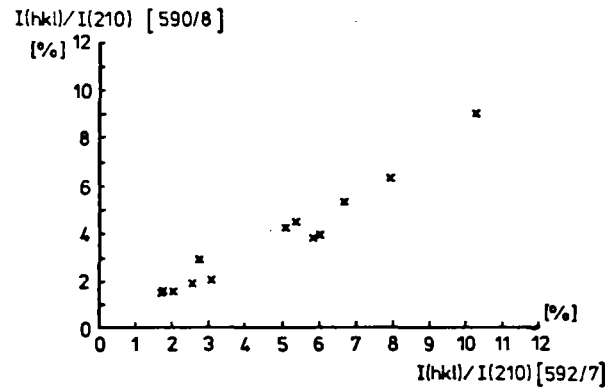
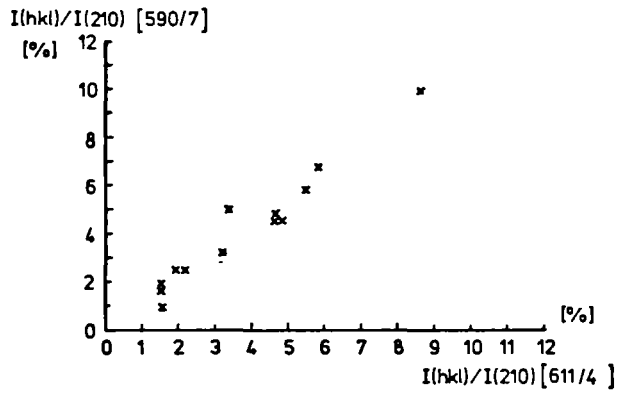


Abb. 13: Vergleich der Intensitätsverhältnisse von je 2 Proben mit verschiedener Substrattemperatur.





verschiedenen Substrattemperaturen dargestellt. Man erkennt, daß die Intensitätsverhältnisse in nahezu allen Schichten gleich sind, das heißt, daß die vorhandene Textur unabhängig ist von der Zusammensetzung der Schichten und der Aufdampftemperatur. Für die Berechnung des Fremdphasengehalts wurden in allen Proben folgende Linien der A15-Phase verwendet: (210, 211, 222, 320, 321, 400, 420, 421, 331, 440). Die Summation über die Reflexe der Probe 590/7 ergab für die gemessenen relativen Intensitäten  $\sim 176$  und für die berechneten Werte etwa 256. Da das Verhältnis  $I_{\text{calc.}}/I_{\text{mes.}}$  in die Formel (3) eingeht, bedeutet dies, daß das Volumenverhältnis  $V_1/V_2$  etwa um den Faktor 1.4 zu groß bestimmt wird. Bei anderen Proben liegt dieser Faktor etwa zwischen 1.2 und 1.6. Bei den im folgenden angeführten Volumenprozenten der hexagonalen  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phase wurde dieser Faktor jedoch nicht korrigiert, da sich die Textur insbesondere bei den  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phasen stark bemerkbar macht. Hier konnten ohnehin nur maximal 9 Linien quantitativ erfaßt werden, da sich die Reflexe nur schwer auflösen lassen und oft mit A15-Reflexen überlappen. Durch die wesentlich kleineren Strukturparameter und sehr großen Elementarzellen sind auch die stärksten Reflexe der  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phasen noch wesentlich intensitätsschwächer als die Linien der A15-Phase (siehe Anhang). Ein Vergleich zwischen gerechneten und gemessenen Intensitäten ergab nur eine sehr geringe Übereinstimmung, sodaß eine quantitative Phasenanalyse nicht durchführbar ist. Um aber zumindest eine obere Grenze für den Anteil an  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phase angeben zu können, wurden bei allen Proben nur die folgenden 4 Linien zur Berechnung verwendet, die bei fast allen Schichten in ähnlichen Intensitätsverhältnissen festgestellt werden konnten: 002, 102, 300, 400.

Da die Texturuntersuchung in der A15-Phase ergeben hat, daß alle Schichten ähnlich gewachsen sind, kann angenommen werden, daß der Fehler durch die Auswahl der 4 Reflexe in allen Schichten etwa gleich groß ist. Durch die Auswahl

der 4 stärksten Fremdphasenreflexe und durch den Unterschied zwischen gerechneten und gemessenen Intensitäten der A15-Phase wird der Volumenanteil der Fremdphase  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  nach oben abgeschätzt. Eine quantitative Bestimmung des Fremdphasenanteils ist, wie gesagt, aufgrund der Texturen nicht möglich. Da die Intensitätsverhältnisse in sämtlichen Schichten gleich sind, ist es jedoch möglich, die Fremdphasenanteile der verschiedenen Proben qualitativ zu vergleichen.

#### 4.4 Einfluß der Substrattemperatur

Bei der Präparation der  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ -Schichten wurde die Substrattemperatur in dem Intervall zwischen 810 und 970 Grad Celsius in Schritten von etwa 30 Grad variiert. Wie in [9, 7] nachgewiesen wurde, ist es in diesem Temperaturbereich möglich, Übergangstemperaturen  $>20$  K zu erzielen. In Abb. 14a sind die höchsten  $T_c$ -Werte von 6 bei unterschiedlicher Substrattemperatur präparierten NbGe-Chargen wiedergegeben. Man erkennt, daß die resistiv ermittelten  $T_c$ -Werte in dem Bereich bis 935 Grad Celsius nicht wesentlich von der Substrattemperatur abhängen. Bei 970 Grad konnte dagegen bei keiner Schicht ein  $T_c$ -onset von 20 K erreicht werden. Dieses Ergebnis wird auch durch die induktiven  $T_c$ -Messungen bestätigt (siehe Abb. 14a). Offenbar überwiegt bei dieser Temperatur die stabile  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phase ( $T_c < 4.2$  K), sodaß selbst bei einem Nb/Ge-Verhältnis von 3:1 kein ungestörtes  $\text{Nb}_3\text{Ge}$  mehr wachsen kann, da ein Teil des Ge immer zur Bildung der stabileren  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phase abgefangen wird.

Weiterhin ist in Abb. 14b ein leichtes Ansteigen des Restwiderstandsverhältnisses mit zunehmender Substrattemperatur zu erkennen, was auf eine Veränderung der Mikrostruktur schließen läßt. Dieses Ansteigen des Restwiderstandsverhältnisses kann durch das Anwachsen der mittleren Korngröße bei hohen Substrattemperaturen erklärt werden (siehe Tab. 3).

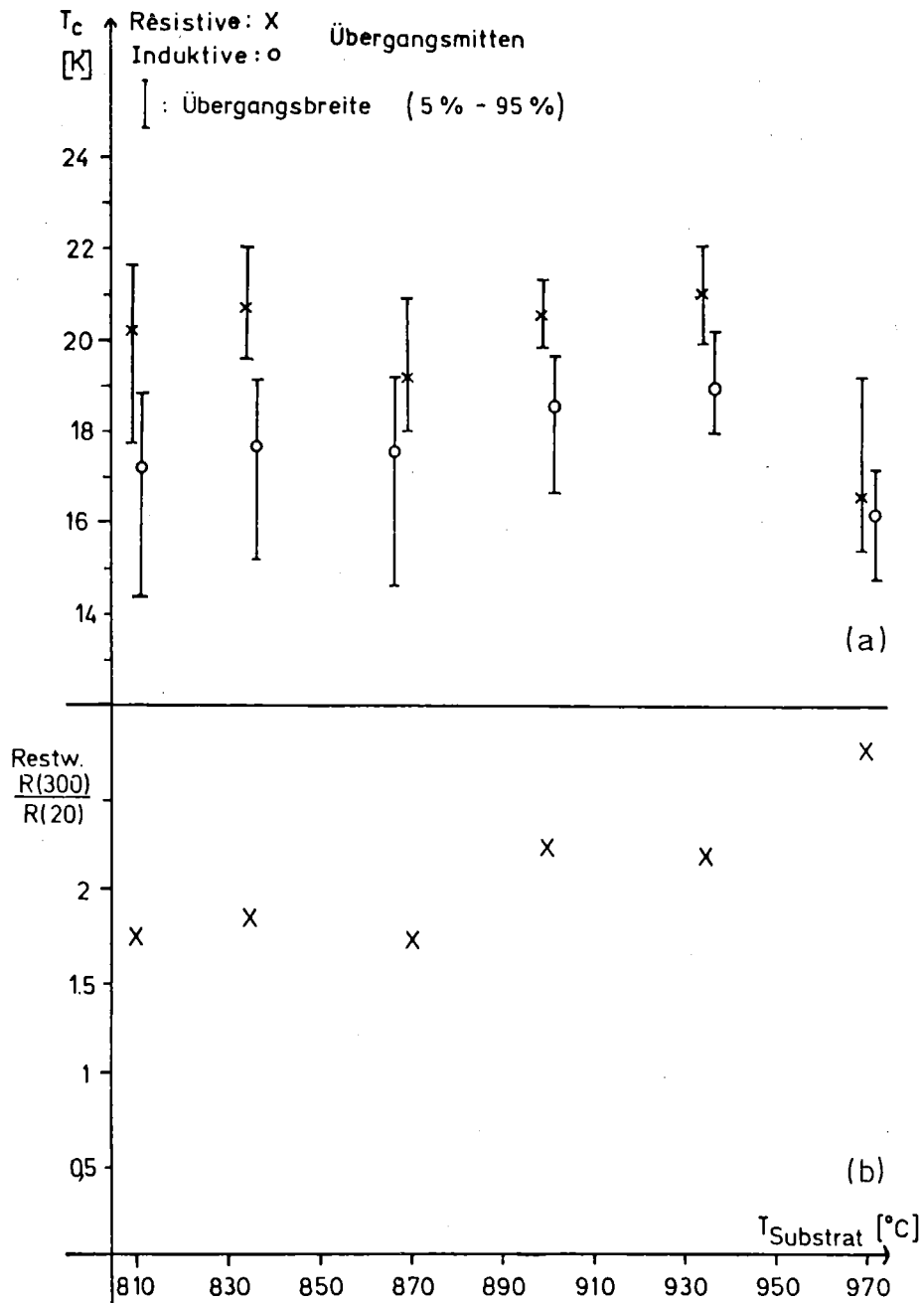


Abb. 14: Übergangstemperaturen (a) und Restwiderstandsverhältnisse (b) der jeweils besten Schichten bei verschiedenen Substrattemperaturen.

Da auch bei Temperaturen von 935 Grad Celsius noch nahezu phasenreine A15-Schichten beobachtet werden konnten, tritt die Abnahme des Restwiderstandes aufgrund gut leitender  $Nb_5Ge_3$ -Ausscheidungen erst bei höheren Substrattemperaturen auf. In Abb. 15 sind die Sprungtemperaturen, die mittleren Korndurchmesser und die Restwiderstandsverhältnisse für Proben mit einem Nb/Ge-Verhältnis zwischen 2.7 und 2.9 in Abhängigkeit von der Substrattemperatur angegeben. Man kann deutlich erkennen, daß sowohl das Restwiderstandsverhältnis als auch der mittlere Korndurchmesser mit wachsender Substrattemperatur ansteigen, und daß die Sprungtemperaturen zwischen 900 und 935 Grad Celsius Substrattemperatur maximal werden. Der äußerst kleine Wert (410 Å) bei der bei 900 Grad Celsius präparierten Schicht ist darauf zurückzuführen, daß bei dieser Schicht die Halbwertsbreite der Röntgenreflexe durch Gitterverzerrungen vergrößert wird, was zu einer fehlerhaften Abschätzung des mittleren Korndurchmessers mit der Formel (1) führt. Man kann erkennen, daß die Korngröße und das Restwiderstandsverhältnis sich in dem Temperaturbereich bis 870 Grad Celsius nur geringfügig ändern ( $D\text{-Korn} < = 500 \text{ Å}$ ), während man oberhalb 900 Grad Substrattemperatur ein stärkeres Ansteigen des Korndurchmessers und des Restwiderstandsverhältnisses feststellen kann. Im Bereich  $< = 870$  Grad Celsius werden die Unterschiede hauptsächlich durch die unterschiedliche atomare Zusammensetzung der Proben (Abb. 16), d.h. im wesentlichen durch den jeweiligen Fremdphasenanteil (Abb. 17) bestimmt. Da die Sprungtemperatur, das Restwiderstandsverhältnis und die Korngröße der Schichten mit Substrattemperaturen  $< = 870$  Grad Celsius vergleichbar sind (Abb. 16-20), während sie für hohe Substrattemperaturen infolge von Verspannungen und inhomogenem Wachstum stärker schwanken, werden im folgenden die Meßergebnisse zunächst für Substrattemperaturen  $< = 870$  Grad Celsius betrachtet.

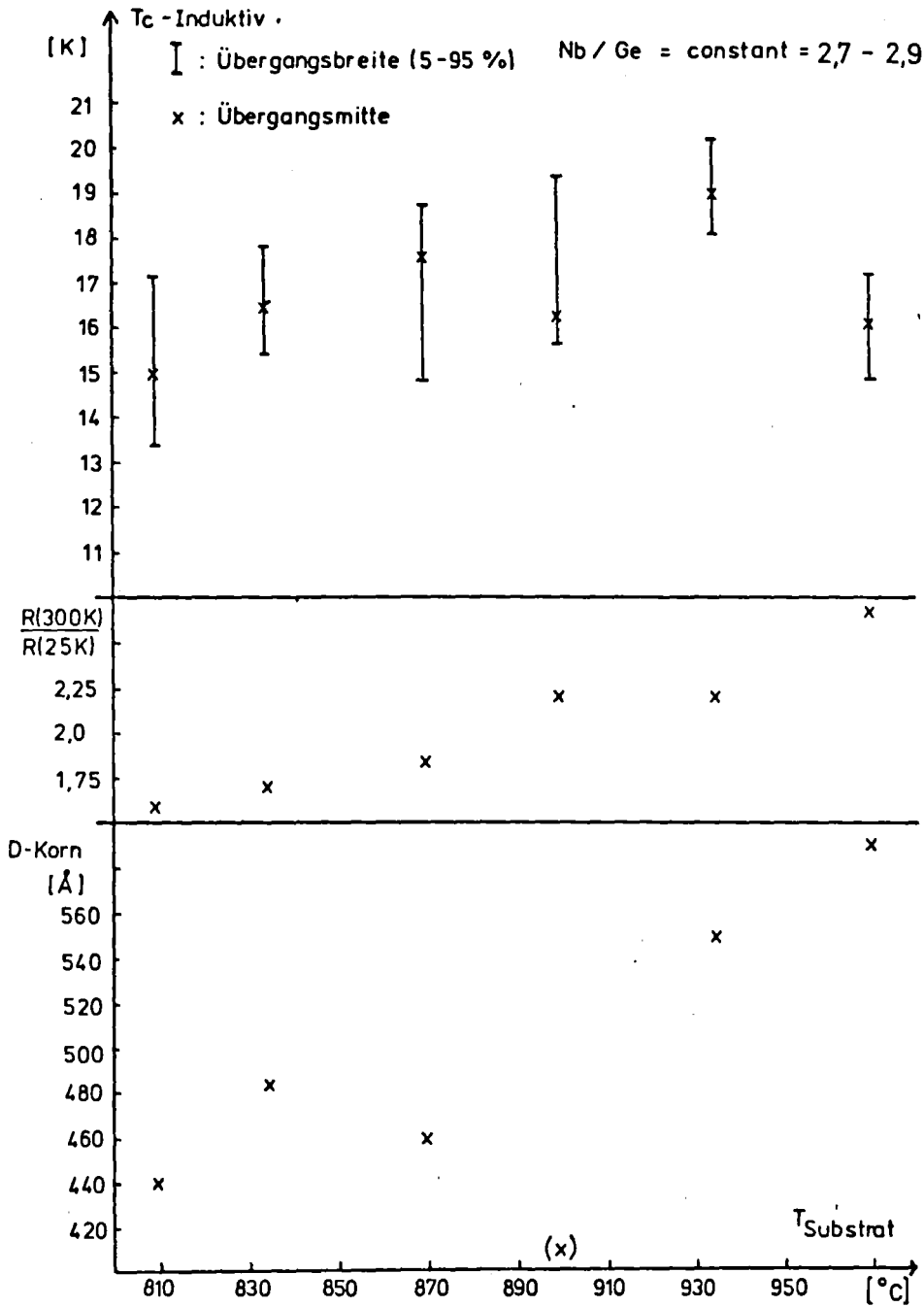


Abb. 15: T<sub>c</sub>, Restwiderstandsverhältnis und Korndurchmesser als Funktion der Substrattemperatur für Nb/Ge = 2.7-2.9.

In Bild 14a ist noch auffällig, daß die Breite der Übergangskurven bei  $\sim 900$  Grad minimal ist und mit steigender Temperatur stark anwächst, was auf eine wachsende Inhomogenität der Schichten schließen läßt. Ein Vergleich mit induktiv gemessenen  $T_c$ -Werten bestätigt dieses Ergebnis. Dies ist aus Abb. 18 ersichtlich, wo die Variation der induktiv bestimmten, unteren  $T_c$ -Einsatzwerte ("downset") über 3 cm Abstand längs der Schichten wiedergegeben ist; aufgetragen sind für 6 verschiedene Substrattemperaturen die minimalen und die maximalen  $T_c$ -Downset-Werte aus jeweils 6 Messungen in Abständen von 5 mm längs der gleichen Schichten, deren Bestwerte für  $T_c$  Abb. 14 zeigt. Auch bei den besten Proben ( $\sim 900^\circ\text{C}$  Substrattemperatur) variiert der induktive  $T_c$ -Downset, ein Maß für den Übergang in den supraleitenden Zustand, längs 3 cm Probenlänge um  $\sim 3$  K.

Diese Inhomogenität ist vermutlich apparativ bedingt und durch Temperatur- und Kompositionsgradienten längs der Substrate verursacht. Lokale Änderungen des Nb:Ge-Verhältnisses können durch Teilchenstrahlreflexionen an apparativen Komponenten (Halterungen, Spiegel) hervorgerufen werden. Die Messung der atomaren Zusammensetzung der Schichten ergab, daß bei hohen Substrattemperaturen die Inhomogenitäten stärker ausgeprägt sind: der Nb-Anteil sowohl längs eines Substrates als auch zwischen 2 benachbarten Substraten variiert wesentlich stärker als bei tiefen Temperaturen. Als deutliches Beispiel ist in Tab. 5 die Variation des Nb/Ge-Verhältnisses längs der Probe 611/3 angeführt, das in Abständen von 5 mm durch Rückstreuexperimente ermittelt wurde. Die Ursache für diese verstärkte Inhomogenität ist möglicherweise ein unterschiedliches Anlagerungsverhalten der einzelnen Atomsorten auf den heißen Substraten. Die Nukleations- und Wachstumsverhältnisse der Schichten werden instabil, da bei  $937^\circ\text{C}$  der Schmelzpunkt von Germanium erreicht wird und eine erhebliche Rückdampftrate auftritt. Dieses Verhalten ist auch dafür

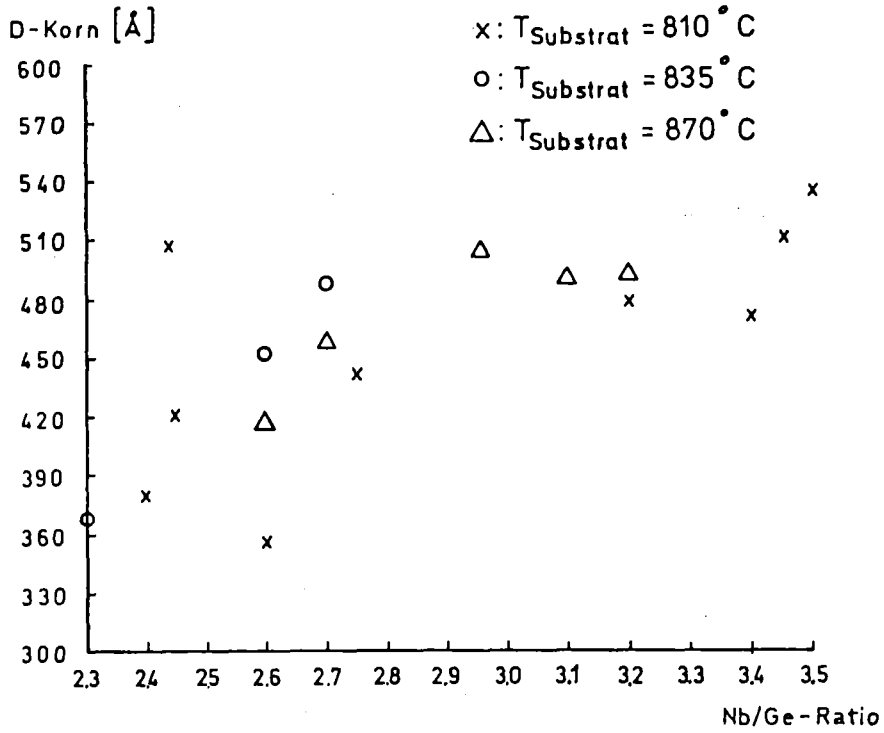


Abb. 16: Korndurchmesser als Funktion der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat  $\leq 870^{\circ}\text{C}$ .

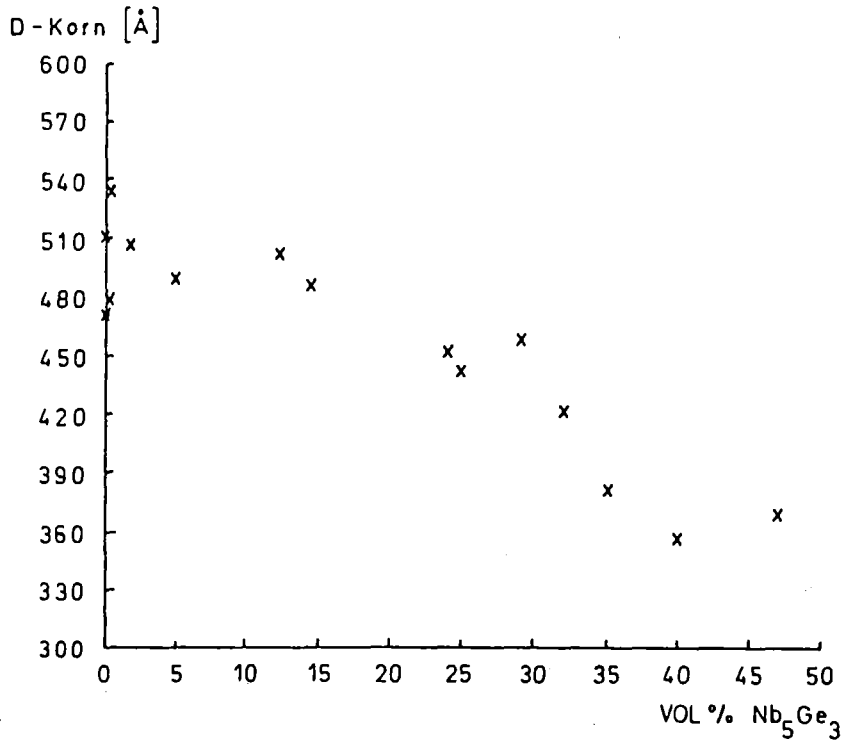


Abb. 17: Korndurchmesser als Funktion des Volumenanteils an hex. Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> für T-Substrat  $\leq 870^{\circ}\text{C}$ .

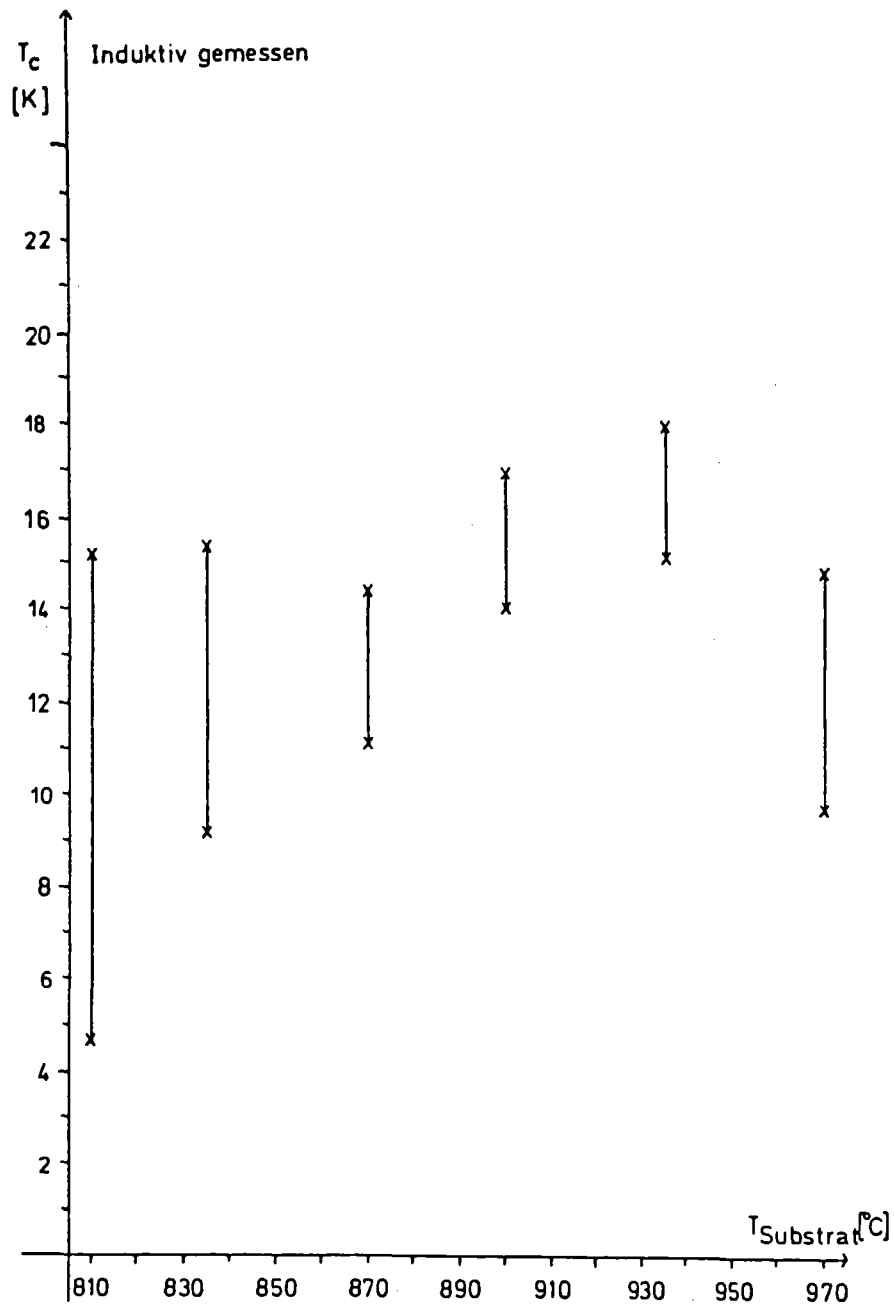


Abb. 18: Minimale und maximale induktive  $T_c$ -Downset-Werte längs der besten Proben bei unterschiedlicher Substrattemperatur.



verantwortlich, daß die bei 935 bzw. 970 Grad aufgedampften Schichten im Mittel nur noch 2400 bzw. 2300 Å (sonst ~3000 Å) dick waren, obwohl die Verdampfungsraten und die Aufdampfzeiten bei allen Schichten konstant waren.

Zusammenfassend kann man feststellen, daß sich bei höheren Substrattemperaturen ( $>900^{\circ}\text{C}$ ) größere Körner bilden, das Restwiderstandsverhältnis größer wird und sich das Anlagerungsverhalten der Atome an die Saphirsubstrate stark ändert. Diese Veränderungen führen zu verstärkten Inhomogenitäten und für Substrattemperaturen über 935 Grad zu einer Verringerung der Sprungtemperaturen. Eine Aufteilung in die Bereiche  $\leq 870$  Grad und  $\geq 900$  Grad scheint aufgrund der obigen Meßwerte gerechtfertigt zu sein, um den Einfluß der Substrattemperatur möglichst gering zu halten.

#### 4.5 Atomare Zusammensetzung und Fremdphasengehalt

Durch die Anordnung der etwa 20 Saphirsubstrate zwischen den Verdampfertiegeln wurde eine Variation des Nb/Ge-Verhältnisses in Abhängigkeit von der Position der Einzelsubstrate erreicht [9]. Die atomare Zusammensetzung der Schichten, die aufgrund ihrer resistiv bestimmten  $T_c$ -Werte ausgewählt worden waren, lag in dem Intervall zwischen 20 und 30at% Ge (siehe Tab. 3). Dieser Bereich wurde bei fast allen Substrattemperaturen erfaßt, außer bei 835 und 970 Grad. Bei 835 Grad standen nur 3 Substrate zur Verfügung und bei 970 Grad waren die  $T_c$ -Werte infolge der starken Variation des Nb/Ge-Verhältnisses so niedrig, daß hier keine weiteren Untersuchungen mehr durchgeführt wurden. Die Messungen ergaben, daß die induktiv ermittelten  $T_c$ -Werte, der Volumenanteil an Fremdphase und die Stromtragfähigkeit der Proben von der atomaren Zusammensetzung bestimmt werden. Die Abb. 19,20,21,22 zeigen die Abhängigkeit dieser Größen vom Nb/Ge-Verhältnis für Substrattemperaturen

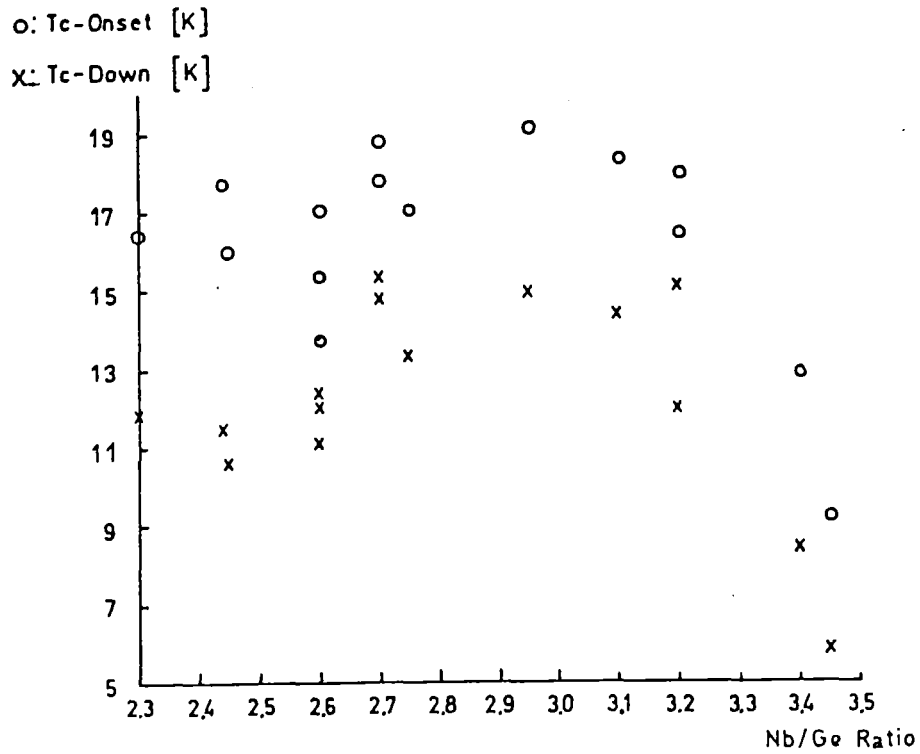


Abb. 19: T<sub>c</sub>-induktiv in Abhängigkeit von der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat < = 870°C.

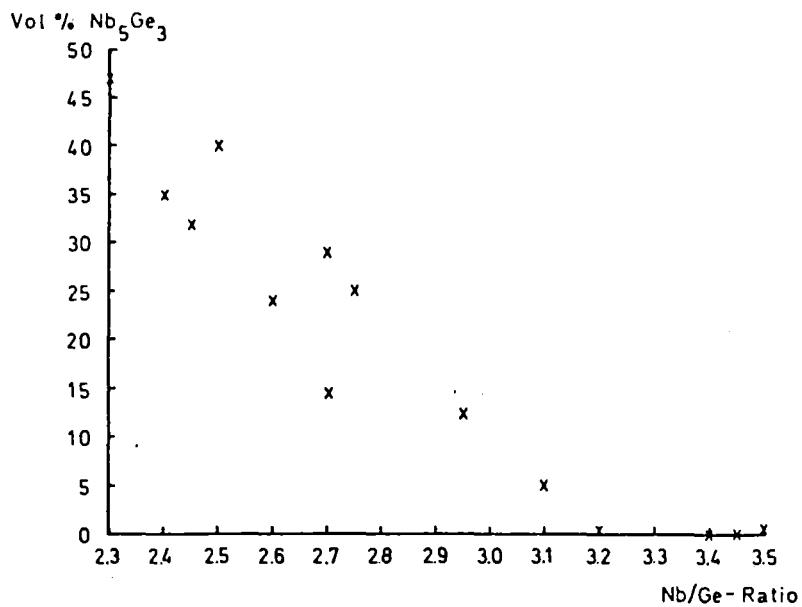


Abb. 20: Volumenanteil an hex. Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> als Funktion der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat < = 870°C.

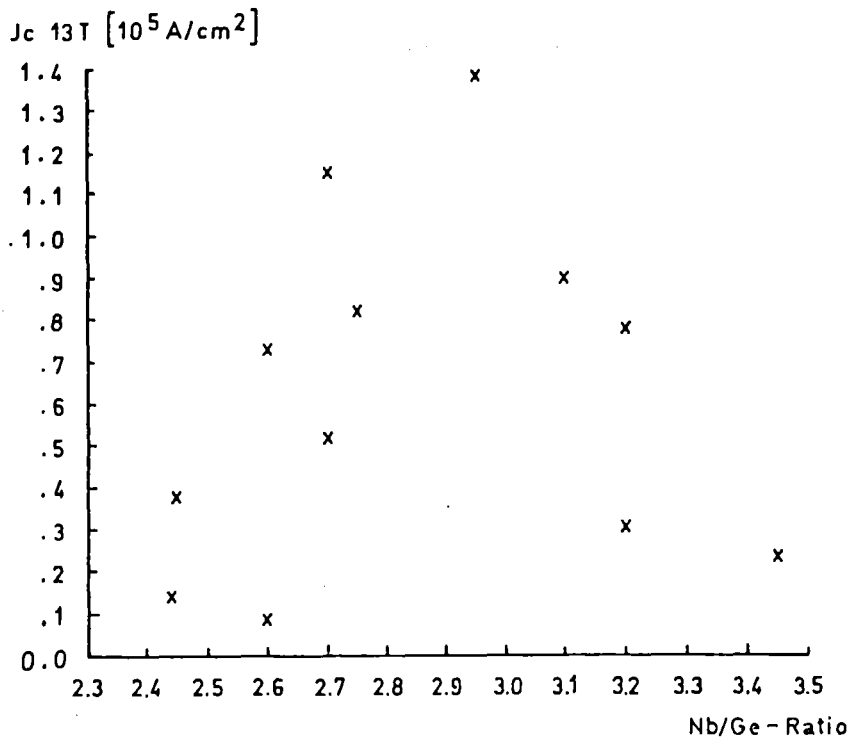


Abb. 21: Kritische Stromdichte (13 T) als Funktion der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat  $\leq 870^\circ\text{C}$ .

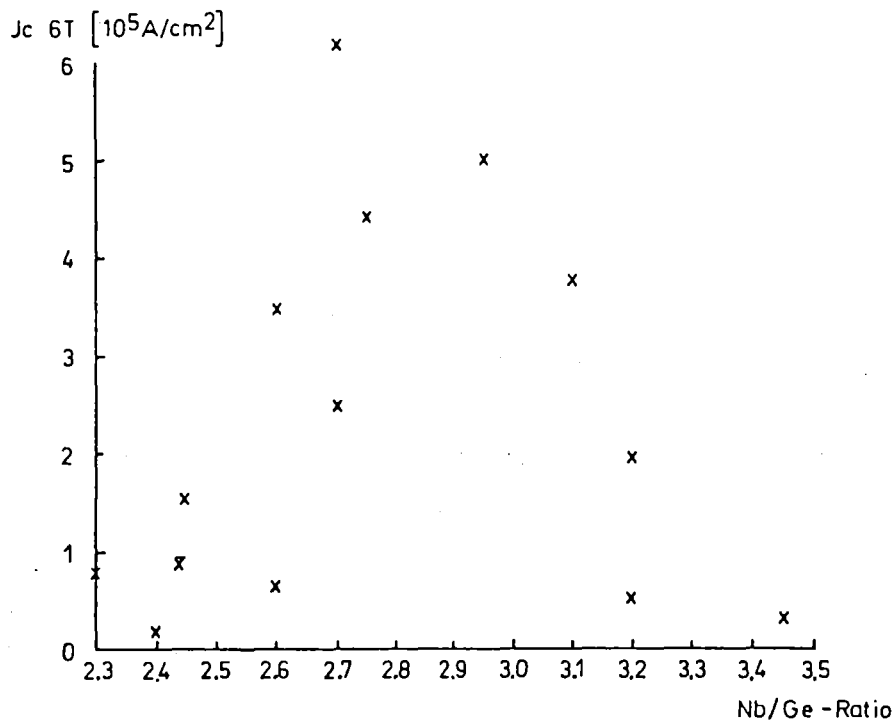


Abb. 22: Stromtragfähigkeit bei 6 T als Funktion des Nb/Ge-Verhältnisses für T-Substrat  $\leq 870^\circ\text{C}$ .

$< = 870$  Grad Celsius. In Abb. 20 erkennt man, daß sich für Nb/Ge-Verhältnisse  $> = 3.2$  nahezu phasenreine Nb<sub>3</sub>Ge-Schichten bilden, die mit zunehmendem Nb-Anteil aber immer mehr fehlgeordnet werden, d.h. daß Ge-Plätze durch Nb-Atome eingenommen werden. Dies ist mit einer Gitteraufweitung und einer starken T<sub>C</sub>-Absenkung verbunden und führt bei hinreichendem Nb-Überschuß zur stabilen A15-Gleichgewichtsphase [35]. Die T<sub>C</sub>-Absenkung (induktive "downset" bzw. "onset") ist in Abb. 19 dargestellt. Der Gitterparameter dieser Schichten stieg dabei mit wachsendem Nb-Gehalt von 5.145 Å (Nb/Ge = 2.8) auf 5.162 Å (Nb/Ge=3.45). Durch den starken Abfall der Übergangstemperaturen läßt sich auch der Abfall der Stromtragfähigkeit J<sub>C</sub> (Abb. 21,22) mit steigendem Nb-Anteil erkennen.<sup>+)</sup> Denn nach dem Kramer-Modell [36,37] und der BCS-Theorie ist die Volumenhaftkraft F<sub>p</sub> über das thermodynamische kritische Feld B<sub>C</sub> mit der Übergangstemperatur verknüpft.

Wie man Abb. 16 entnehmen kann, ist für Nb/Ge-Verhältnisse  $> 2.7$  der Einfluß der mittleren Korngröße der A15-Phase auf die Stromtragfähigkeit zu vernachlässigen, da diese nur in dem Bereich zwischen 460 Å und 500 Å variiert.

Wie man aus Abb. 19 für den Nb:Ge-Bereich zwischen 2.7 und 3.1 sieht, zeigen die Schichten mit etwa stöchiometrischer Zusammensetzung wie erwartet die höchsten Übergangstemperaturen. Das T<sub>C</sub>-Maximum liegt allerdings bei Proben mit leicht unterstöchiometrischer Zusammensetzung (Nb:Ge = 2.7 bis 2.9). Aus Abb. 20 ist aber zu entnehmen, daß diese Schichten schon einen gewissen Fremdphasenanteil besitzen. Ein geringer Ge-Überschuß wird offenbar durch die Ge-reiche Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>-Phase abgebaut, wodurch die stöchiometrische A15-Phase mit hohen T<sub>C</sub>-Werten

---

<sup>+) Abb. 7 zeigt auch den T<sub>C</sub>-downset, da das erste Auftreten resistiven Verhaltens als J<sub>C</sub>-Kriterium dient.</sup>

entstehen kann. Der auch bei stöchiometrischem Komponentenangebot auftretende Fremdphasenanteil (Abb. 20) weist darauf hin, daß bereits hier Ge-arme A15-Schichten mit leicht reduziertem  $T_C$  aufwachsen (Abb. 19). Der Fremdphasenanteil von 5-20% wirkt sich jedoch günstig auf die Stromtragfähigkeit der Schichten aus, da in dem Intervall zwischen  $Nb/Ge = 2.7$  und  $Nb/Ge = 3.1$  die höchsten  $J_C$ -Werte von  $\sim 6 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  (bei 6 T) erreicht werden (Abb. 21, 22).

Da zwischen Fremdphasengehalt und atomarer Zusammensetzung ein linearer Zusammenhang besteht (Abb. 20), kann man mittlere Korngröße, Übergangstemperatur und Stromdichte auch als Funktion des  $Nb_5Ge_3$ -Anteils betrachten: Wenn der Volumenanteil an hexagonalem  $Nb_5Ge_3$  kleiner als 2% ist, erhält man für  $Nb/Ge$ -Verhältnisse zwischen 3.0 und 3.2 noch  $NbGe$ -Schichten mit hohen  $T_C$ -Werten bei kleinem Gitterparameter. Für  $Nb:Ge > 3.2$  nimmt die Übergangstemperatur aufgrund der Gitteraufweitung ( $Nb$ -Einbau) bei konstantem Korndurchmesser rasch ab. Aus diesem Grund ist die Stromtragfähigkeit für  $Nb$ -reiche Schichten mit einem Fremdphasengehalt  $< 2\%$  bis zu 100 mal kleiner als die der besten Proben. Für den Bereich zwischen 5 und 15 Vol.% Fremdphase sind die Übergangstemperaturen und die Korndurchmesser nahezu konstant, aber die  $J_C$ -Werte nehmen mit wachsendem Fremdphasenanteil stark zu. Für noch größere  $Nb_5Ge_3$ -Anteile sinken die  $T_C$ -Werte auf 12 K, der Korndurchmesser wird um  $100 \text{ \AA}$  kleiner und die Stromtragfähigkeit nimmt etwa um einen Faktor 10 ab.

Man kann also zusammenfassend feststellen, daß für Schichten mit stöchiometrischer ( $Nb/Ge = 3.0$ ) oder leicht unterstöchiometrischer Zusammensetzung bei einem Fremdphasenanteil von  $\sim 10\%$  maximale  $T_C$ - und maximale  $J_C$ -Werte erreicht werden. Dabei beträgt der mittlere Korndurchmesser  $480 \text{ \AA} \pm 20 \text{ \AA}$ .

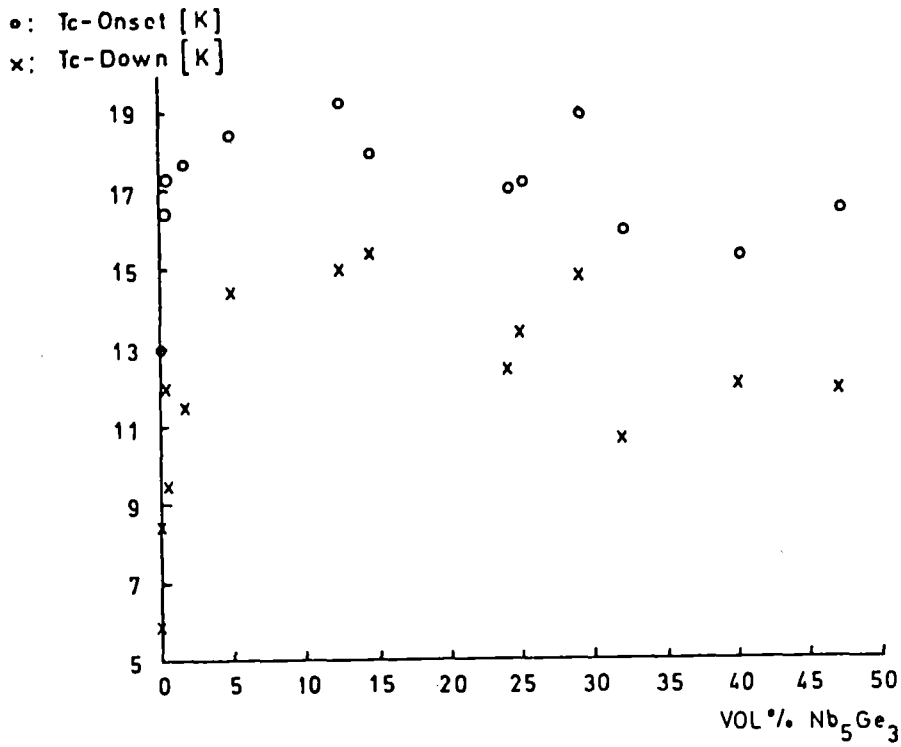


Abb. 23: Übergangstemperatur als Funktion des Volumenanteils an hexagonalem  $Nb_5Ge_3$  für T-Substrat  $\leq 870^\circ C$ .

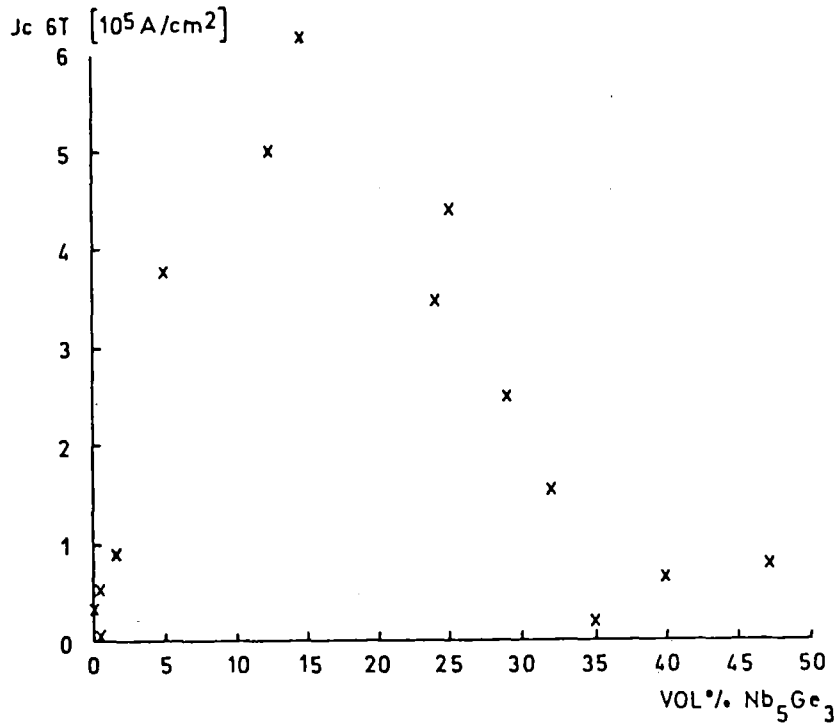


Abb. 24: Stromtragfähigkeit als Funktion des Fremdphasenanteils für T-Substrat  $\leq 870^\circ C$ .

Mit wachsender Ge-Konzentration nimmt der Volumenanteil  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  etwa linear bis auf 45% zu ( $\text{Nb}:\text{Ge} = 2.3$ ). Diese Zunahme einer niedrig  $T_c$ -Verbindung bewirkt eine Absenkung des induktiven  $T_c$ -downsets von 15 K auf 12 K, wobei der mittlere Korndurchmesser auf  $370 \text{ \AA}$  zurückgeht. Diese drei Veränderungen bewirken insgesamt, daß die kritische Stromdichte bei 6 T (Abb. 22) von  $6 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  auf  $0.5 \cdot 10^4 \text{ A/cm}^2$  zurückgeht. Der Einfluß der einzelnen Größen auf die Stromtragfähigkeit wird später noch ausführlich diskutiert und qualitativ abgeschätzt.

Die Abb. 25-30 zeigen die oben genannten Abhängigkeiten für Substrattemperaturen  $>900$  Grad Celsius. Man erkennt qualitativ ähnliche Zusammenhänge wie im zuvor untersuchten Temperaturbereich von 810 bis 870 Grad Celsius; der mittlere Korndurchmesser liegt hier allerdings zwischen  $500 \text{ \AA}$  und  $600 \text{ \AA}$  und zeigt keine Korrelation mehr mit der atomaren Zusammensetzung der Schichten. Die Stromtragfähigkeit ist jetzt bereits bei 2% Fremdphasengehalt maximal und sinkt mit wachsendem  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Anteil monoton ab. Ansonsten stellt man fest, daß die Meßwerte in diesem Temperaturbereich ziemlich großen Schwankungen unterliegen, was vermutlich durch zusätzliche Anteile an tetragonalem  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  sowie durch die starke Variation der atomaren Zusammensetzung längs der einzelnen Substrate bewirkt wird.

#### 4.6 Diskussion

Die Variation der Stromtragfähigkeit der Nb-Ge Schichten im Bereich zwischen  $6 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  und  $6 \cdot 10^3 \text{ A/cm}^2$  bei einem Feld von 6 T (Abb. 24 und 30) beruht auf folgenden Umständen: Mit wachsendem Fremdphasenanteil wird der Volumenanteil der A15-Phase und somit auch die stromtragende Querschnittsfläche der Probe kleiner. Der hierdurch bewirkten Reduktion des kritischen Stroms steht die Pinningwirksamkeit der Fremdphasenausscheidungen entgegen, die von deren Größe und Konzentration

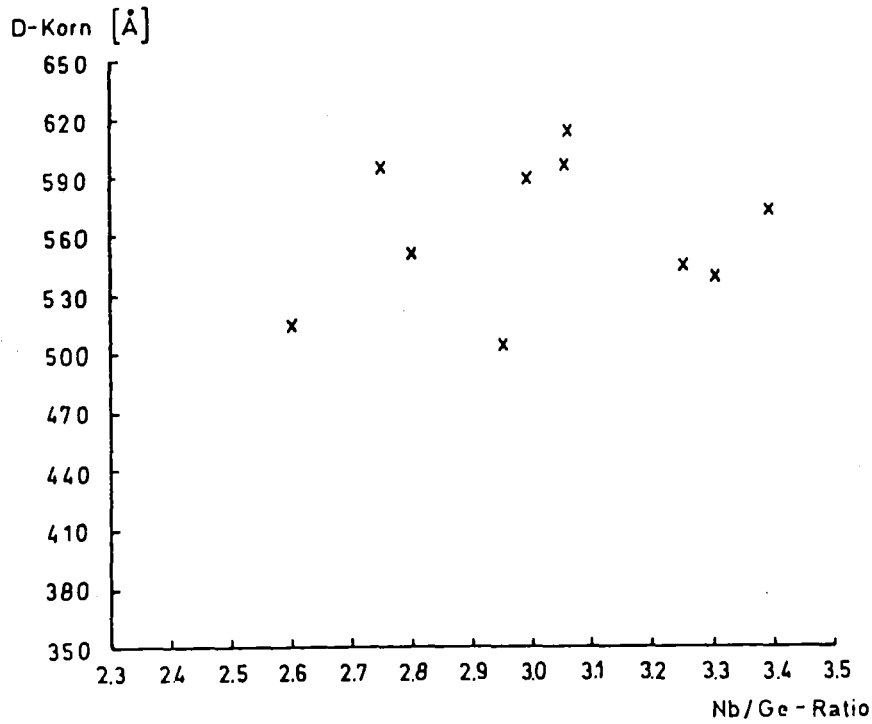


Abb. 25: Mittlerer Korndurchmesser als Funktion der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .

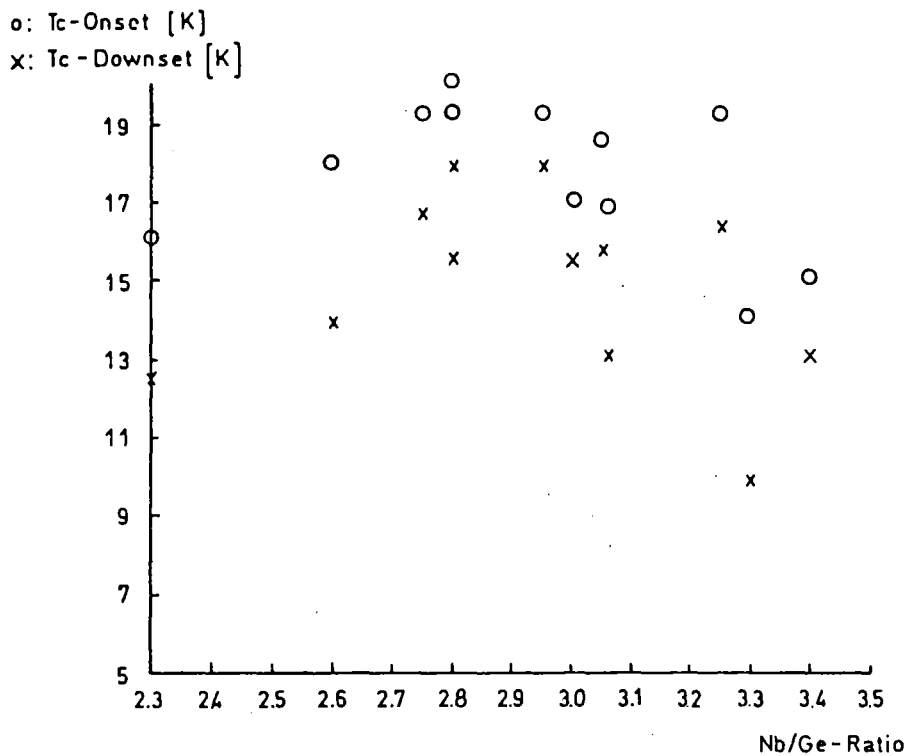


Abb. 26: Sprungtemperatur als Funktion des Nb/Ge-Verhältnisses für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .



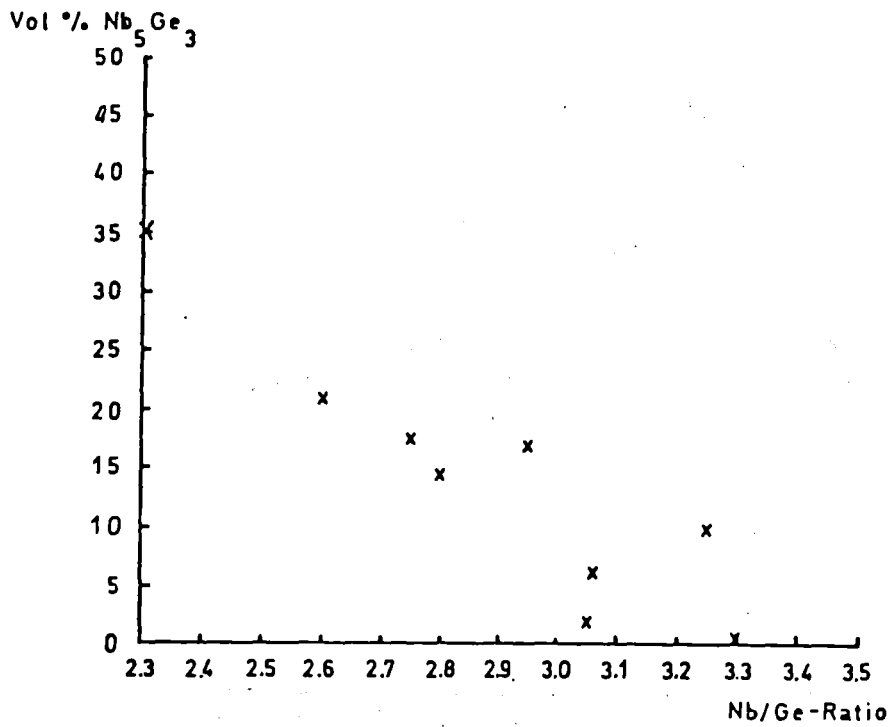


Abb. 27: Fremdphasenanteil als Funktion der atomaren Zusammensetzung für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .

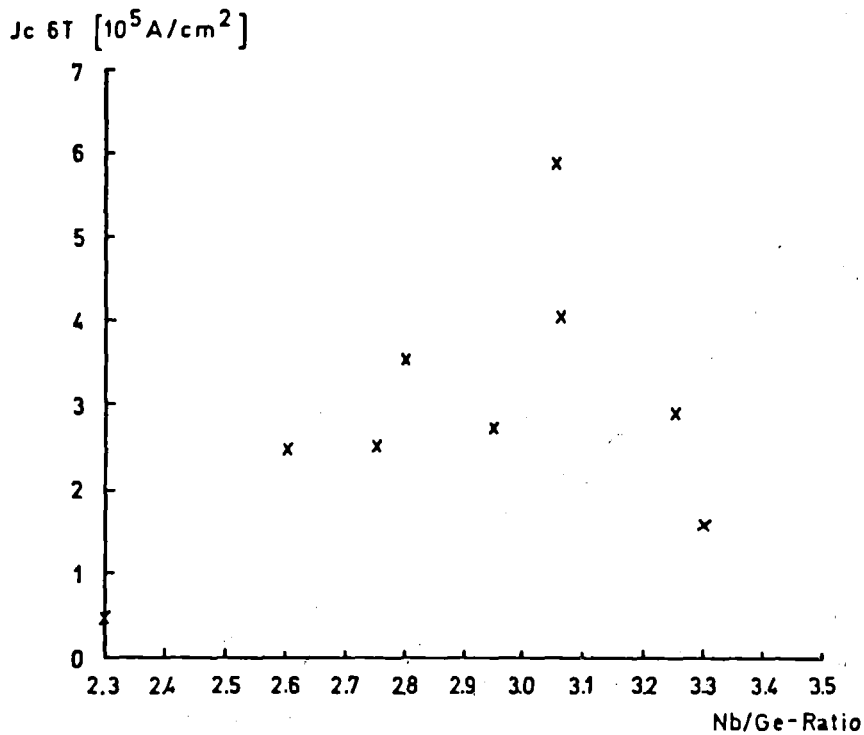


Abb. 28: Stromtragfähigkeit als Funktion des Nb/Ge-Verhältnisses für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .

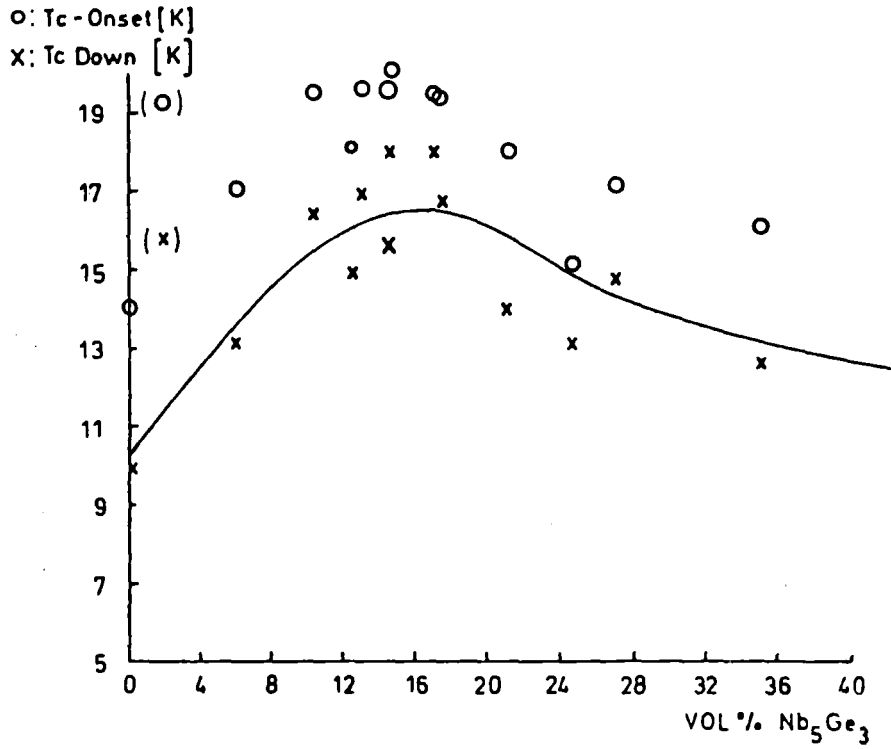


Abb. 29: Sprungtemperatur als Funktion des Anteils an hexagonalem Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .

J<sub>c</sub> 6T [10<sup>5</sup>A/cm<sup>2</sup>]

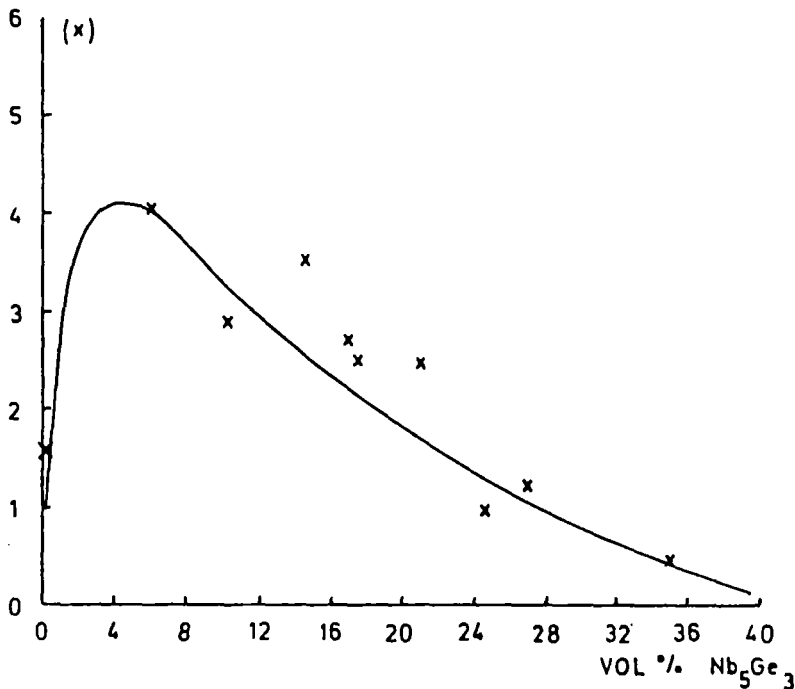


Abb. 30: Stromtragfähigkeit als Funktion des Anteils an hexagonalem Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> für T-Substrat  $\geq 900^{\circ}\text{C}$ .

abhängt. Wie in [3,38-41] gezeigt wird, sind in A15-Supraleitern die Korngrenzen effektive Haftzentren für Flußlinien und vielfach für ihre hohe Stromtragfähigkeit ausschlaggebend. Dies wird durch die Proportionalität zwischen Volumenhaftkraft und Korngrenzendichte (=reziproker mittlerer Korndurchmesser) bestätigt [42,43]. In Nb<sub>3</sub>Ge-Supraleitern können neben dem Korngrenzenpinning weitere Mechanismen wirksam werden, deren Ursache in den Präparationsbedingungen und der Schichtmorphologie liegt: Oberflächen- und Grenzflächenpinning, Pinning an Hohlräumen (voids) in Sputterschichten, an Fremdphasenausscheidungen in Aufdampfschichten und insbesondere grobkörnigen (D-Korn >~0.5 µm) CVD-Schichten. Obwohl die Korngröße der hier untersuchten Schichten nur etwa 500 Å beträgt, kann man aus den Abb. 17 und 24 entnehmen, daß die große Änderung der kritischen Stromdichte sicher nicht durch die Veränderung der Kornstruktur allein verursacht wird (Abb. 24). Bis zu 25 Vol% Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub> ist der Korndurchmesser praktisch konstant, während die Stromtragfähigkeit um fast 2 Größenordnungen zunimmt. Für noch größere Fremdphasenanteile wird die Stromtragfähigkeit kleiner, obwohl der Korndurchmesser hier ebenfalls abnimmt.

Daraus folgt, daß auch bei der Herstellung der Schichten durch Elektronenstrahlverdampfen die hohen Stromdichten im wesentlichen auf zusätzliches Pinning an normaleitenden Ausscheidungen zurückzuführen sind. Schließlich wird die Volumenpinningkraft noch durch das obere kritische Feld  $B_{c2}$  der Schichten bestimmt. Insbesondere im Hochfeldbereich ( $B \rightarrow B_{c2}$ ) ist der  $B_{c2}$ -Einfluß entscheidend und die Mikrostruktur zunehmend unwirksamer [36].

Fietz und Webb [44] haben gezeigt, daß sich in Typ 2-Supraleitern die Feld- und Temperaturabhängigkeit der Pinningkraft separieren läßt (Scaling Gesetz). Es gilt  $F_p(B,T) = g(T) \cdot f(b)$

mit  $b=B/B_{c2}$ , wobei die Temperaturabhängigkeit durch das obere kritische Feld bestimmt ist:  $g(T) = (B_{c2})^m$  mit  $2 \leq m \leq 3.5$  (experimentell). Im Hochfeldbereich ergibt sich nach Kramer [36] folgende Feldabhängigkeit:  
 $f(b) \sim b^{1/2} (1-b)^2$ .

Durch die zu  $F_p(b)$  äquivalente Auftragung  $(I_c \cdot (B)^{1/2})^{1/2}$  als Funktion des Magnetfelds (Abb. 32) konnten  $B_{c2}$ -Werte bei 4.2 K für unsere Proben als Abszissenabschnitte extrapoliert werden. Für die Temperaturabhängigkeit von  $B_{c2}$  wird ein Exponent von  $m=3$  durch frühere Messungen [45] nahegelegt. Die Werte sind in Tab. 3 angegeben; Abb. 33 zeigt die Feldabhängigkeit der Volumenhaftkraft für die untersuchten Proben. Das obere kritische Feld  $B_{c2}$  ist über das thermodynamische kritische Feld  $B_c(T)$  mit der Übergangstemperatur verknüpft [36,37]:

$$B_{c2}(T) = \sqrt{2} k B_c(T)$$

$$B_c(T) = B_c(0) \left| 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2 \right|$$

$$B_c(0) \approx \sqrt{\gamma} T_c$$

k: Ginzburg-Landau Parameter

$\gamma$ : Koeffizient des elektronischen Anteils der spezifischen Wärme

Hieraus kann man mit der Annahme, daß k und  $\gamma$  in sämtlichen Schichten ähnlich sind, grob den Einfluß der Übergangstemperatur auf die Volumenhaftkraft abschätzen. Es ergibt sich:

$$F_p(6T, 4.2 K) \sim T_c^3 \left| 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2 \right|^3$$

Aus Abb. 33 kann man erkennen, daß das Maximum der Volumenhaftkraft für alle Proben annähernd konstant bei Magnetfeldern zwischen 5 T und 7 T liegt und deshalb die  $J_c$ -Werte bei 6 T repräsentativ sind für das Pinningverhalten der  $Nb_3Ge$ -Schichten. Nach diesen Vorbetrachtungen läßt sich der Verlauf der kritischen Stromdichte mit dem Fremdphasengehalt (Abb. 24) so

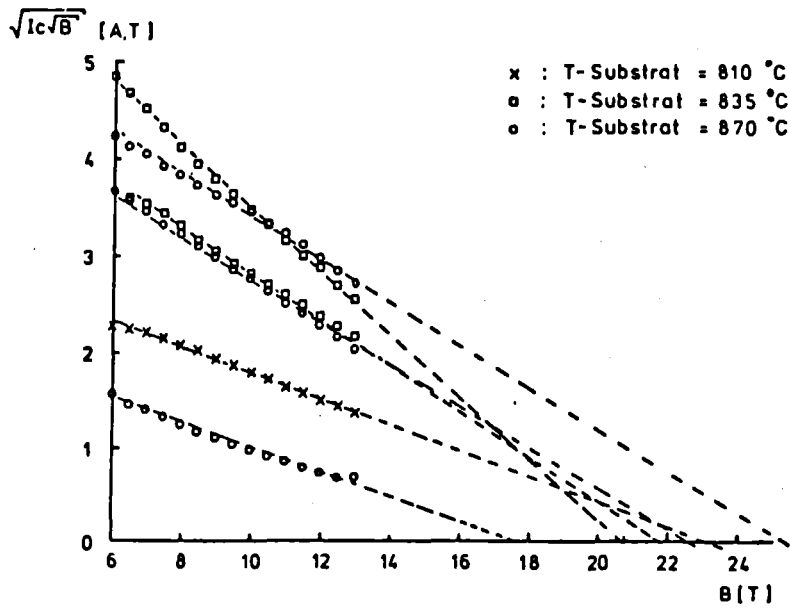


Abb. 32: Extrapolation von  $B_{c2}$  für verschiedene Substrattemperaturen und Proben mit unterschiedlichem Fremdphasenanteil.

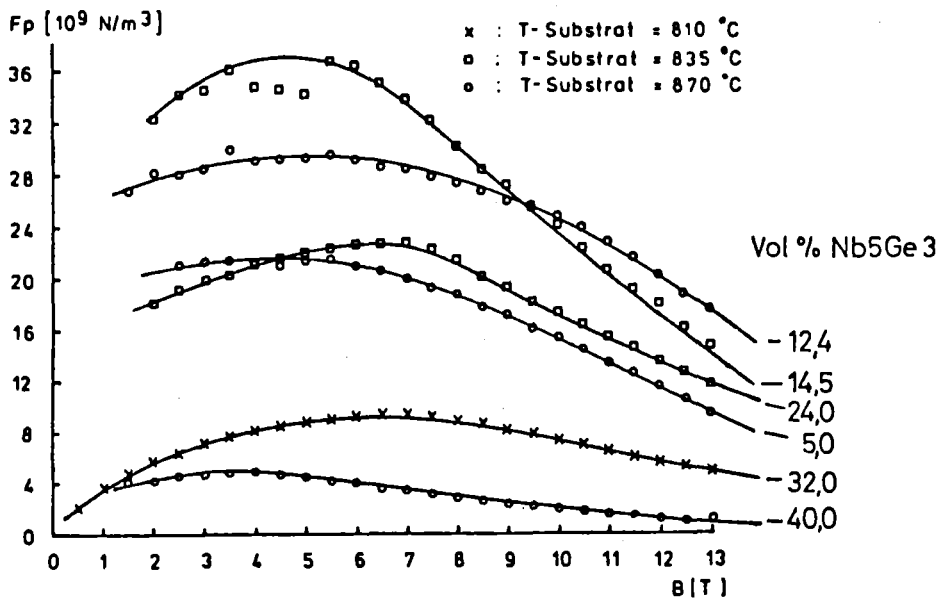


Abb. 33: Volumenpinningkraft als Funktion des Magnetfeldes für Proben mit unterschiedlichem Fremdphasenanteil.

interpretieren: Im Bereich  $\leq 2$  Vol%  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  wird das Gitter durch den Nb-Überschuß, der offenbar zur Herstellung phasenreiner Schichten notwendig ist (Abb. 6), gestört und aufgeweitet. Durch die Vergrößerung des Gitterparameters sinken die Übergangstemperaturen bis auf 6 K ab (induktiver  $T_C$ -"downset"). Wenn man mit Hilfe obiger Formel das Verhältnis der Volumenhaftkraft einer Probe mit 6 K und einer Probe mit 15 K  $T_C$ -Downset berechnet, so ergibt sich ein Verhältnis von etwa 1 zu 100. Ein Vergleich mit den gemessenen  $J_C$ -Werten zeigt trotz der groben Abschätzung eine recht gute Übereinstimmung. Da der Korndurchmesser bis zu einem Fremdphasengehalt von 25% konstant ist, dürfte die geringe Stromtragfähigkeit der fast phasenreinen Proben auf die  $T_C$ -Absenkung infolge einer zu hohen Nb-Konzentration zurückzuführen sein.

Zwischen 5% und 20% Fremdphasengehalt sind die Übergangstemperaturen und die mittleren Korndurchmesser konstant. Der Anstieg der  $J_C$ -Werte mit wachsendem Fremdphasenanteil wird hier durch verstärktes Pinning an  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Ausscheidungen bewirkt. Bei weiterer Steigerung des Fremdphasenanteils nimmt die Stromtragfähigkeit etwa um einen Faktor 10 ab. Die Übergangstemperaturen sinken dabei von 15 K auf 12 K ( $T_C$ -downset) ab. Dies würde eine Verringerung der Volumenhaftkräfte auf etwa die Hälfte bedeuten. Das Volumen, das von der A15-Phase eingenommen wird, ändert sich von 85% auf 55% und sollte somit eine weitere Verringerung der Stromdichte um 30% bewirken. Der A15-Korndurchmesser wird dagegen um etwa  $100 \text{ \AA}$  kleiner, wodurch die Anzahl der Pinningzentren erhöht und ein Teil des oben genannten negativen Einflusses kompensiert würde. Wenn man diese drei Einflüsse auf  $J_C$  mit den gemessenen Werten vergleicht, so bleiben ca. 50% der Stromdichteabnahme unerklärt.

Man kann diesen Abfall durch die Annahme deuten, daß sich bei steigendem Fremdphasenanteil nicht die Dichte der Pinningzentren erhöht ( $J_c$ -Steigerung), sondern daß einzelne  $Nb_5Ge_3$ -Ausscheidungen zusammenwachsen und größere Cluster bilden. Auf diese Art und Weise würde die Zahl der Haftzentren bei steigendem Fremdphasengehalt abnehmen. Da man durch Röntgenbeugung keine Aussagen über eine Clusterung einzelner Körner machen kann und es ebenfalls nicht möglich war, den mittleren Korndurchmesser der Fremdphase aus der Halbwertsbreite der Beugungslinien abzuschätzen, wurde trotz der zu erwartenden kleinen Ausscheidungsgröße ( $30-100 \overset{0}{\text{Å}}$ ) mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops versucht, Informationen über die Mikrostruktur zu erhalten. Es konnte jedoch kein Hinweis auf eine Clusterung oder eine Vergrößerung des Korndurchmessers der Fremdphase gefunden werden, da die Auflösung dieses Meßverfahrens hierfür zu gering war. Da dies aber ein wesentlicher Punkt für das Verständnis der oben genannten Abhängigkeiten und des Phasenwachstums dünner Schichten ist, wäre es sehr interessant, die Untersuchungen mit Hilfe eines Transmissionselektronenmikroskops fortzuführen. Da die Präparation von Schichten, die für TEM geeignet sind, wegen der Saphir-Substrate problematisch ist, konnten solche Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt werden.

Einen Hinweis, daß tatsächlich Clusterbildung bzw. eine Vergrößerung der  $Nb_5Ge_3$ -Ausscheidungen stattfindet, kann man Abb. 30 entnehmen. Bei Substrattemperaturen  $>900$  Grad liegt das Maximum der Stromtragfähigkeit schon bei etwa 2% Fremdphasenanteil. In [38] wird an CVD-Proben nachgewiesen, daß die Größe der  $Nb_5Ge_3$ -Ausscheidungen bei konstantem Fremdphasenanteil dem mittleren Korndurchmesser der A15-Phase proportional ist. Da der Korndurchmesser der A15-Phase mit

steigender Substrattemperatur wächst, wird angenommen, daß die Ausscheidungen an  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  bei gleichem Volumenanteil für hohe Substrattemperaturen größer sind. Größere Ausscheidungen bei gleichem Volumenanteil haben aber eine geringere Dichte der Pinningzentren und somit eine geringere Stromtragfähigkeit zur Folge. Für Temperaturen  $\leq 870$  Grad Celsius scheint die Größe der Ausscheidungen für  $\sim 15$  Vol. %  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  optimal zu werden. Bei hohen Substrattemperaturen andererseits scheint es möglich zu sein, die Größe der Ausscheidungen durch eine Verringerung des Fremdphasengehaltes auf ähnliche Werte wie bei tiefen Temperature zu reduzieren. Für Substrattemperaturen  $> 900$  Grad genügen offenbar schon wenige Prozent  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ , um Ausscheidungen von der Größenordnung der Kohärenzlänge entstehen zu lassen. Die Zahl der Ausscheidungen sollte deshalb kleiner sein als bei Substrattemperaturen  $\leq 870$  Grad. Diese geringe Dichte der Pinningzentren sollte bei hohen Substrattemperaturen deshalb zu einem kleineren Maximalwert der kritischen Stromdichte führen. Die unerwartet hohe Stromdichte bei 2 Vol. %  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$  (Abb. 30) müßte dann durch die für diesen kleinen Fremdphasengehalt ungewöhnlich hohe Sprungtemperatur:  $T_c$ -Downset  $\sim 16$  K (Abb. 29) oder einen zusätzlichen Pinningmechanismus verursacht werden. Aufgrund obiger Abschätzung wäre es jedoch möglich, den ungefähr um einen Faktor 2 zu großen Wert der kritischen Stromdichte durch die Abweichung der Sprungtemperatur (16 K statt  $\sim 12$  K) von dem in Abb. 29 angenommenen Kurvenverlauf zu begründen. Unverstanden bleibt, warum trotz geringen Fremdphasengehalts eine hohe Übergangstemperatur auftritt, im Widerspruch zu dem in Abb. 23 und 29 gezeigten Verhalten. Um diese Vermutung überprüfen zu können, wäre es sehr interessant, die Schichten mit Hilfe von TEM zu untersuchen und so die Größe der Ausscheidungen bei verschiedenen Volumenanteilen und Substrattemperaturen zu vergleichen.



Weiterhin wird in [38] durch TEM nachgewiesen, daß die hexagonale  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Phase bei 5-10 Vol % als isolierte Partikel, bei 30 Vol % dagegen in großen Clustern auftritt. Diese Untersuchungen wurden allerdings an CVD-Proben durchgeführt, deren Korndurchmesser insgesamt etwa 10 mal größer waren als bei den hier gemessenen 3000 Å dicken Schichten.

## 5. Zusammenfassung

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß die Stromtragfähigkeit der hoch- $T_c$   $\text{Nb}_3\text{Ge}$ -Schichten, die durch Elektronenstrahlverdampfen hergestellt wurden, stark vom Fremdphasengehalt und der Substrattemperatur abhängt. Für Temperaturen zwischen 835 und 870 Grad lassen sich  $J_c$ -Werte  $\geq 3.5 \cdot 10^5 \text{ A/cm}^2$  bei 6 T erreichen, wobei der Volumenanteil an Fremdphase etwa 10 bis 20% beträgt. Bei geringen  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Gehalten ( $\leq 5\%$ ) nimmt die Volumenhaftkraft aufgrund der  $T_c$ -Absenkung ab, bei höheren Konzentrationen ist die Clusterung der  $\text{Nb}_5\text{Ge}_3$ -Ausscheidungen vermutlich für die Reduzierung der Stromtragfähigkeit verantwortlich.

6. Literaturverzeichnis

- | 1 | J.R. Gavaler, M.A. Janocko, A.I. Braginski and G.W. Roland, IEEE Trans. on Mag. MAG-11, 192 (1977)
- | 2 | R.T. Kampwirth, J.W. Hafstrom and C.T. Wu IEEE Trans. on Mag. MAG-13, 315 (1977)
- | 3 | H. Ullmaier, IRREVERSIBLE PROPERTIES OF TYP II SUPER-CONDUCTORS, Springer-Verlag Inc. Heidelberg (1975)
- | 4 | S.A. Alterovitz, J.A. Wollam, J.J. Engelhardt and G.W. Webb, IEEE Trans. on Mag. MAG-15, 512 (1979)
- | 5 | A.I. Braginski, J.R. Gavaler, G.W. Roland, M.R. Daniel, M.A. Janocko and A.T. Santhanam, IEEE Trans. on Mag. MAG-13, 300 (1977)
- | 6 | A.I. Braginski, M.R. Daniel and G.W. Roland, AIP Conf. Prof. 34, 78 (1976)
- | 7 | B. Krevet, KfK-Report No. 2914, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Technische Physik (1980)
- | 8 | B. Krevet, W. Schauer and F. Wüchner, Appl. Phys. Lett 8, 36 (1980)
- | 9 | B. Krevet, W. Schauer and F. Wüchner, KfK-Report No. 2579, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Technische Physik
- | 10 | J.F. Ziegler, NEW USES OF ION ACCELERATORS, Plenum Press, New York and London (1975)
- | 11 | W.K. Chu, J.W. Mayer, M.A. Nicolet, BACKSCATTERING SPECTROMETRIE, Academic Press (1978)
- | 12 | U. Schneider, Diplomarbeit Universität Karlsruhe 1981
- | 13 | Funktionsbeschreibung des Guinier Thin Film Goniometers 651/652 der Firma Huber

- | 14 | A.B. Hallak, R.H. Hammond, T.H. Geballe, R.B. Zurbeck, IEEE Trans. on Mag. MAG-13, 311 (1977)
- | 15 | G. Brauer et al., Z.Metallkunde 38, 81 (1947)
- | 16 | H. Nowotny, A.W. Searcy and J.E. Orr, Journal Phys. Chem. 60, 677 (1956)
- | 17 | International Tables for X-Ray Crystallography I, IV Kynoch Press, Birmingham (1960)
- | 18 | W.A.W. Pupp, Thin Solid Films, Vol. 61, No. 3, 373 (1979)
- | 19 | H. Neff, GRUNDLAGEN UND ANWENDUNGEN DER RÖNTGENFEIN-STRUKTURANALYSE, R. Oldenburg München (1970)
- | 20 | Harold P. Klug, Leroy E. Alexander, X-RAY DIFFRACTION PROCEDURES, Wiley and Sons, New York (1974)
- | 21 | R. Feder and B.S. Berry, J. Appl. Cryst. 3, 372 (1970)
- | 22 | M.J. Bürger, Crystal-Structure Analysis, Wiley and Sons, New York (1976)
- | 23 | Bergman-Schäfer, LEHRBUCH DER EXPERIMENTALPHYSIK Bd. III, Optik, W. de Gruyter, Berlin, New York (1976)
- | 24 | International Tables for X-Ray Crystallography III, Kynoch Press, Birmingham (1974)
- | 25 | A.F. Holleman, E. Wiberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie, W. de Gruyter & Co, Berlin (1960)
- | 26 | G. Linker, KfK-Report No. 3146, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Angewandte Kernphysik (1981)
- | 27 | C. Kittel, EINFÜHRUNG IN DIE FESTKÖRPERPHYSIK, R. Oldenbourg Verlag, München-Wien (1976)
- | 28 | S.E. Rasmussen and R.G. Hazell, Acta Cryst. B35, 1677-1679 (1979)
- | 29 | Don T. Cromer, J.B. Mann, Acta Cryst. A24, 321 (1968)

- | 30| U. Schneider, J. Geerk, Progress Report IAK 1, KfK No. 3051, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1980)
- | 31| F. Zimmermann, Diplomarbeit Universität Karlsruhe (1976)
- | 32| Intermagnetics General Corporation Guilderland, New York, 12084
- | 33| E.N. Häussler, E.J. Saur, J. Low Temp. Phys. 32, 665 (1978)
- | 34| Buckel, SUPRALEITUNG, Physik Verlag, Weinheim (1977)
- | 35| B.T. Matthias, T.H. Geballe, R.H. Willens, E. Corenzwit und G.W. Hull, Jr., Phys. Review Vol. 139, No. 5A (1965)
- | 36| E.J. Kramer, J. Appl. Phys. 44, 1360 (1973)
- | 37| T. Reichert, KfK-Report No. 3016, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1980), Institut für Technische Physik
- | 38| A.I. Braginski, G.W. Roland, A.T. Santhanam, Appl. Superconductivity Conf. (1979)
- | 39| A.I. Braginski, M.R. Daniel, G.W. Roland, AIP. Conf. Proc. (USA) 34, 78 (1976)
- | 40| H.F. Braun, E.J. Saur, J.Low Temp. Phys. 33, 87 (1978)
- | 41| S.A. Alterovitz, J.A. Wollam, J.J. Engelhardt, G.W. Webb, IEEE Trans. on Mag. MAG-15, 512 (1979)
- | 42| W. Schauer, W. Schelb, IEEE Trans. on Mag. MAG-17, 1 (1981)
- | 43| R.T. Kampwirth, IEEE Trans. on Mag. MAG-15, 502 (1979)
- | 44| W.A. Fietz and W.W. Webb, Phys. Review 178, 657 (1969)
- | 45| B. Krevet, W. Schauer, F. Wüchner, M. Jergel, Seventh Intern. Conf. on Magn. Techn. (MT7) Karlsruhe, April 1981, IEEE Trans. on Magn. (wird veröffentlicht)

## 7. Anhang

Im folgenden werden die  $h,k,l$ -Werte, die Häufigkeitsfaktoren, die Atomstreu­faktoren, die Struktur­faktoren und die berechneten Beugungswinkel der Verbindungen  $Nb_3Ge$ , hexagonales  $Nb_5Ge_3$ , tetragonales  $Nb_5Ge_3$ , sowie von den kubischen Phasen Nickel und Wolfram angegeben. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung, die zur Berechnung verwendet wurde, war  $CuK\alpha_1$  mit  $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ .

A15 STRUKTUR NB3GE : A=5.1444 Å ; LAMBDA = 1.5405 Å

H	K	L	STRUKTURFAKTOR	ATOMSTREUFAKTOREN		m	I(HKL)/ I(210)[A15] %	THETA Grad
				f(Nb)	f(Ge)			
1	1	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	35,56	27,97	12,0	2,30	12,22
2	0	0	+2,00*fGe +2,00*fNb	32,55	25,73	6,0	28,76	17,42
2	1	0	+0,00*fGe -4,00*fNb	31,39	24,90	24,0	100,00	19,56
2	1	1	+2,00*fGe +2,00*fNb	30,38	24,18	24,0	59,30	21,52
2	2	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	28,68	22,94	12,0	,22	25,06
2	2	2	+2,00*fGe -6,00*fNb	26,15	20,95	8,0	8,42	31,24
3	1	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	27,30	21,88	24,0	,29	28,26
3	2	0	+0,00*fGe +4,00*fNb	25,65	20,52	24,0	17,97	32,67
3	2	1	+2,00*fGe +2,00*fNb	25,18	20,11	48,0	25,29	34,07
3	3	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	23,60	18,65	12,0	,05	39,44
3	3	2	+2,00*fGe +2,00*fNb	22,36	17,40	24,0	5,73	44,61
4	0	0	+2,00*fGe +6,00*fNb	24,34	19,35	6,0	11,00	36,79
4	1	1	+2,00*fGe -2,00*fNb	23,60	18,65	24,0	,11	39,44
4	2	0	+2,00*fGe +2,00*fNb	22,95	18,00	24,0	6,64	42,04
4	2	1	+0,00*fGe -4,00*fNb	22,65	17,69	48,0	15,50	43,32
4	2	2	+2,00*fGe -2,00*fNb	21,83	16,84	24,0	,09	47,18
4	3	1	+2,00*fGe -2,00*fNb	21,35	16,31	48,0	,17	49,77
4	3	2	+0,00*fGe +4,00*fNb	20,70	15,58	48,0	11,20	53,74
4	3	3	+2,00*fGe -2,00*fNb	19,75	14,50	24,0	,10	60,81
4	4	0	+2,00*fGe +6,00*fNb	20,11	14,91	12,0	9,73	57,88
4	4	2	+2,00*fGe +2,00*fNb	19,41	14,11	24,0	4,54	63,94
5	1	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	21,35	16,31	24,0	,08	49,77
5	2	0	+0,00*fGe +4,00*fNb	20,70	15,58	24,0	5,60	53,74
5	2	1	+2,00*fGe +2,00*fNb	20,49	15,35	48,0	8,49	55,09
5	3	0	+2,00*fGe -2,00*fNb	19,75	14,50	24,0	,10	60,81
5	3	2	+2,00*fGe +2,00*fNb	19,09	13,74	48,0	9,95	67,36
5	4	1	+2,00*fGe -2,00*fNb	18,49	13,07	48,0	,43	76,01
6	0	0	+2,00*fGe +2,00*fNb	19,41	14,11	6,0	1,14	63,94
6	1	0	+0,00*fGe -4,00*fNb	19,25	13,92	24,0	6,37	65,61

HEXAGONALES Nb5Ge3 : A=7.71 Å ; C=5.37 Å ; LAMBDA = 1.5405 Å

H	K	L	STRUKTURFAKTOR		ATOMSTREUFAKTOREN		m	I(HKL)/ I(210)[A15] %	THETA Grad
					f(Nb)	f(Ge)			
1	0	0	-1,00*fGe	-,00*fNb	38,86	30,48	6,0	4,31	6,62
1	1	0	-2,75*fGe	+2,00*fNb	35,98	28,29	6,0	,05	11,53
2	0	0	+2,50*fGe	-4,00*fNb	34,90	27,47	6,0	4,83	13,34
1	1	1	+4,63*fGe	-4,00*fNb	34,37	27,07	12,0	,24	14,24
0	0	2	-6,00*fGe	-2,00*fNb	32,97	26,04	2,0	9,19	16,67
1	0	2	+1,00*fGe	-4,00*fNb	32,23	25,50	12,0	9,86	18,01
2	1	0	-,13*fGe	-4,00*fNb	32,36	25,60	12,0	16,78	17,77
2	1	1	-2,32*fGe	-4,00*fNb	31,31	24,85	24,0	49,18	19,71
1	1	2	+2,75*fGe	+6,00*fNb	30,92	24,56	12,0	42,85	20,46
3	0	0	+4,25*fGe	+6,00*fNb	31,03	24,64	6,0	29,08	20,25
2	0	2	-2,50*fGe	+,00*fNb	30,34	24,15	12,0	2,13	21,60
2	2	0	-1,44*fGe	+2,00*fNb	29,38	23,45	6,0	,15	23,55
2	1	2	+,13*fGe	+,00*fNb	28,81	23,04	24,0	,01	24,76
3	1	0	-2,31*fGe	-,00*fNb	28,90	23,10	12,0	1,20	24,58
2	2	1	-3,47*fGe	+0,00*fNb	28,65	22,91	12,0	2,50	25,12
3	1	1	+3,47*fGe	+0,00*fNb	28,21	22,59	24,0	4,41	26,10
3	0	2	-4,25*fGe	+2,00*fNb	27,95	22,38	12,0	,52	26,71
4	0	0	-1,87*fGe	+4,00*fNb	27,62	22,13	6,0	,75	27,48
1	1	3	-4,63*fGe	+4,00*fNb	27,28	21,86	12,0	,02	28,32
2	2	2	+1,44*fGe	+6,00*fNb	26,82	21,50	12,0	9,64	29,47
3	1	2	+2,31*fGe	-4,00*fNb	26,48	21,22	24,0	1,57	30,35
3	2	0	+3,16*fGe	-4,00*fNb	26,55	21,27	12,0	,38	30,19
2	1	3	+2,32*fGe	+4,00*fNb	25,94	20,77	24,0	9,93	31,84
3	2	1	+,58*fGe	+4,00*fNb	26,05	20,86	24,0	5,97	31,53
4	1	0	-1,66*fGe	+6,00*fNb	25,91	20,75	12,0	3,14	31,91
4	0	2	+1,87*fGe	-8,00*fNb	25,57	20,45	12,0	5,48	32,91
4	1	1	+1,73*fGe	+0,00*fNb	25,46	20,36	24,0	,48	33,21
0	0	4	+6,00*fGe+10,00*fNb		24,88	19,84	2,0	3,85	35,01
1	0	4	-1,00*fGe	-,00*fNb	24,63	19,62	12,0	,06	35,82
3	3	2	-1,51*fGe	+6,00*fNb	23,04	18,10	12,0	1,46	41,65

HEXAGONALES Nb5Ge3 : A=7.71 Å ; C=5.37 Å ; LAMBDA = 1.5405 Å

H K L	STRUKTURFAKTOR		ATOMSTREUFAKTOREN		m	I(HKL)/ I(210)[A15] %	THETA Grad
			f(Nb)	f(Ge)			
5 0 0	+5,56*fGe	-,00*fNb	24,81	19,78	6,0	1,02	35,22
2 2 3	+3,47*fGe	+0,00*fNb	24,58	19,58	12,0	,74	35,96
3 1 3	-3,47*fGe	+0,00*fNb	24,35	19,36	24,0	1,38	36,76
1 1 4	-2,75*fGe	+2,00*fNb	24,16	19,18	12,0	,00	37,41
4 1 2	+1,66*fGe	+2,00*fNb	24,28	19,30	24,0	1,96	36,97
3 3 0	+1,51*fGe	+2,00*fNb	24,33	19,34	6,0	,46	36,83
2 0 4	+2,50*fGe	-4,00*fNb	23,93	18,97	12,0	,33	38,20
4 2 0	-2,42*fGe	-4,00*fNb	24,10	19,13	12,0	2,96	37,62
3 3 1	+1,45*fGe	+4,00*fNb	23,98	19,01	12,0	2,16	38,05
4 2 1	-4,34*fGe	+0,00*fNb	23,76	18,81	24,0	1,81	38,83
2 1 4	-,13*fGe	-4,00*fNb	23,32	18,37	24,0	2,28	40,53
5 0 2	-5,56*fGe	-4,00*fNb	23,42	18,48	12,0	4,92	40,10
5 1 0	-,45*fGe	-4,00*fNb	23,46	18,51	12,0	1,34	39,96
3 2 3	-,58*fGe	-4,00*fNb	23,09	18,15	24,0	2,54	41,44
3 0 4	+4,25*fGe	+6,00*fNb	22,94	17,99	12,0	5,36	42,07
5 1 1	-1,44*fGe	-4,00*fNb	23,16	18,22	24,0	3,44	41,16
3 3 2	-1,51*fGe	+6,00*fNb	23,04	18,10	12,0	1,46	41,65
4 2 2	+2,42*fGe	-,00*fNb	22,86	17,91	24,0	,43	42,41
4 1 3	-1,73*fGe	+0,00*fNb	22,73	17,78	24,0	,21	42,97
2 2 4	-1,44*fGe	+2,00*fNb	22,41	17,45	12,0	,04	44,36
6 0 0	+,53*fGe	+2,00*fNb	22,54	17,58	6,0	,16	43,80
3 1 4	-2,31*fGe	-,00*fNb	22,25	17,28	24,0	,34	45,12
5 1 2	+,45*fGe	-,00*fNb	22,34	17,38	24,0	,01	44,70
4 3 2	+1,49*fGe	-4,00*fNb	21,43	16,40	0,0	0,00	49,29



TETRAGONALES NB5GE3 : A=10.14 Å ; C=5.15 Å ; LAMBDA = 1.5405 Å

H	K	L	STRUKTURFAKTOR		ATOMSTREUFAKTOREN		m	I(HKL)/ I(210)[A15] %	THETA Grad
			f(Ge)	f(Nb)	f(Nb)	f(Ge)			
1	1	0	-1,86*fGe	-2,41*fNb	39,11	30,66	8,0	44,36	6,17
2	0	0	-4,29*fGe	-2,76*fNb	37,65	29,57	4,0	25,90	8,74
2	2	0	+2,30*fGe	-9,02*fNb	35,45	27,89	8,0	28,25	12,41
2	1	1	+5,92*fGe	-7,51*fNb	35,05	27,59	8,0	3,82	13,08
3	1	0	+3,85*fGe	+3,25*fNb	34,57	27,22	8,0	15,54	13,90
0	0	2	+8,00*fGe	+16,00*fNb	32,56	25,74	4,0	50,84	17,41
4	0	0	-3,41*fGe	+3,95*fNb	32,41	25,63	4,0	,15	17,69
3	2	1	+,42*fGe	-2,98*fNb	32,13	25,43	16,0	2,50	18,18
1	1	2	-1,86*fGe	-2,41*fNb	31,94	25,30	8,0	2,54	18,53
3	3	0	-7,97*fGe	+1,36*fNb	31,80	25,19	8,0	3,95	18,80
2	0	2	-4,29*fGe	-2,76*fNb	31,37	24,89	8,0	5,38	19,60
4	2	0	+1,83*fGe	+5,87*fNb	31,23	24,79	8,0	7,30	19,86
4	1	1	-6,34*fGe	-5,31*fNb	31,00	24,62	8,0	13,58	20,31
2	2	2	+2,30*fGe	-9,02*fNb	30,33	24,14	8,0	5,39	21,61
3	1	2	+3,85*fGe	+3,25*fNb	29,86	23,80	16,0	7,24	22,56
5	1	0	-2,27*fGe	-4,44*fNb	29,75	23,72	8,0	3,43	22,79
4	3	1	+,45*fGe	+11,64*fNb	29,12	23,27	16,0	21,16	24,09
4	0	2	-3,41*fGe	+3,95*fNb	28,60	22,87	8,0	,09	25,24
4	4	0	+1,45*fGe	-3,55*fNb	28,50	22,80	4,0	,18	25,45
4	1	2	-,00*fGe	-,00*fNb	28,41	22,73	24,0	,00	25,66
3	3	2	-7,97*fGe	+1,36*fNb	28,22	22,59	8,0	1,42	26,08
6	0	0	+7,94*fGe	-11,71*fNb	27,78	22,25	4,0	,71	27,11
4	4	2	+1,45*fGe	-3,55*fNb	26,04	20,85	8,0	,17	31,57
5	5	0	-2,76*fGe	+8,22*fNb	25,71	20,57	4,0	,50	32,49
6	4	0	-3,38*fGe	-4,65*fNb	25,46	20,36	8,0	1,39	33,21
2	0	4	-4,29*fGe	-2,76*fNb	23,96	18,99	12,0	,97	38,11
6	4	2	-3,38*fGe	-4,65*fNb	23,82	18,86	16,0	1,77	38,62
3	3	4	-7,97*fGe	+1,36*fNb	22,76	17,82	8,0	,30	42,81
4	4	4	+1,45*fGe	-3,55*fNb	21,78	16,78	8,0	,06	47,44

Probe	Ao Å	D-Korn Å	Dicke Å	Nb/Ge	Tc-Induktiv K			Jc (13T) 10 <sup>5</sup> A/cm <sup>2</sup>	Jc (6T) 10 <sup>5</sup> A/cm <sup>2</sup>	Hc2 T	Vol % Nb <sub>5</sub> Ge <sub>3</sub>	T-Substrat ° C
604.42	5.162	511	2950	3.45	9.5	7.3	5.9	.24	.33	---	0.0	810
604.44	5.146	535	2830	3.5	17.3	15.0	9.5	.0004	.06	---	0.5	810
604.52	5.148	381	3000	2.4	13.5	10.6	7.9	.01	.21	---	35.0	810
604.35	5.149	442	2900	2.75	17.1	15.0	13.4	.82	4.42	20.48	25.0	810
604.55	5.148	480	2900	3.2	16.5	14.4	12.0	.31	.53	---	.45	810
604.57	5.145	472	2640	3.4	13.0	10.5	8.5	---	---	---	0.0	810
604.65	5.143	507	2920	2.44	17.6	15.1	11.5	.14	.89	19.97	1.7	810
604.76	5.144	421	2760	2.45	16.0	14.8	10.6	.38	1.55	23.08	32.01	810
590.7	5.146	486	3200	2.7	17.8	16.5	15.4	1.15	6.18	20.6	14.5	835
590.8	5.145	452	3150	2.6	17.0	15.5	12.4	.73	3.5	21.75	24.0	835
590.9	5.147	369	3300	2.3	16.5	13.7	11.9	.04	.8	17.4	47.0	835
592.5	5.147	491	3119	3.2	17.9	17.0	15.1	.78	1.97	34.07	---	870
592.6	5.148	490	2918	3.1	18.3	16.8	14.4	.9	3.78	21.9	5.0	870
592.71	5.151	416	3200	2.6	13.9	12.5	11.1	---	---	---	---	870
592.75	5.146	502	2976	2.95	19.0	17.6	15.0	1.38	5.02	25.93	12.36	870
592.82	5.145	458	2976	2.7	18.7	17.6	14.8	.52	2.5	22.1	29.0	870
592.9	5.144	357	3100	2.6	15.4	13.8	12.0	.09	.66	16.93	40.0	870

Tab. 3a : Messwerte der Proben mit Substrattemperaturen zwischen 810 °C und 870 °C

Ao:Gitterparameter, D-Korn:Mittlerer Korndurchmesser, Nb/Ge:Atomzahlverhältnis von Nb zu Ge

Jc:Kritische Stromdichte, Hc2:Oberes kritisches Feld, Vol% Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>:Fremdphasengehalt der Schichten

Probe	Ao	D-Korn	Dicke	Nb/Ge	Tc-Induktiv			Jc(13T)	Jc(6T)	Hc2	Vol %	T-Substrat
	Å	Å	Å		K			10 <sup>5</sup> A/cm <sup>2</sup>	10 <sup>5</sup> A/cm <sup>2</sup>	T	Nb <sub>5</sub> Ge <sub>3</sub>	° C
591.4	5.144	596	3062	3.05	18.6	17.0	15.8	1.57	5.88	24.51	2.0	900
591.52	5.139	544	3200	3.25	19.2	18.9	16.4	.83	2.92		10.3	900
591.62	5.145	505	3090	2.95	19.3	18.6	17.9	.64	2.73	23.3	17.0	900
591.71	5.145	630	2950	---	19.6	18.6	16.9	---	---	---	13.0	900
591.73	5.145	560	3100	---	18.1	16.6	14.9	---	---	---	12.5	900
591.75	5.145	410	2820	2.8	19.3	16.2	15.6	1.69	6.88	24.08	13.04	900
591.9	5.142	320	2950	2.3	16.1	14.5	12.6	.06	.47	16.93	35.0	900
610.32	5.143	595	2318	2.75	19.3	18.5	16.7	.66	2.52	21.13	17.5	935
610.34	5.149	614	2232	3.06	16.9	14.8	13.1	1.01	4.05	23.9	6.0	935
610.35	5.148	540	2175	3.3	14.1	11.7	10.0	.08	1.57	15.0	0.2	935
610.44	5.143	551	2340	2.8	20.0	18.9	17.9	.96	3.54	25.25	14.5	935
610.51	5.139	515	2318	2.6	18.0	15.4	14.0	.97	2.48	---	21.06	935
611.35	5.1	572	2300	3.4	15.1	14.0	13.1	.16	1.0	19.6	24.6	970
611.44	5.146	590	2450	3.08	17.1	16.2	14.8	.24	1.26	21.08	27.0	970

Tab. 3b : Messwerte der Proben mit Substrattemperaturen zwischen 900 °C und 970 °C

Ao:Gitterparameter, D-Korn:Mittlerer Korndurchmesser, Nb/Ge:Atomzahlverhältnis von Nb zu Ge

Jc:Kritische Stromdichte, Hc2:Oberes kritisches Feld, Vol% Nb<sub>5</sub>Ge<sub>3</sub>:Fremdphasengehalt der Schichten.

Probe	Tc-Resistiv ( K )			RR	Tc-Resistiv ( K )			RR	Tc-Induktiv ( K )			Nb/Ge
	L = 6 mm				L = 26 mm							
604.53	20.7	19.4	18.9	1.59	21.0	19.2	17.6	1.59	17.1	15.0	13.4	2.75
604.44	20.7	19.4	17.6	1.55	19.9	17.5	9.5	1.284	17.3	15.0	9.5	3.5
590.7	21.4	20.0	19.6	1.716	22.0	20.7	19.6	1.850	17.8	16.0	15.4	2.7
590.8	21.7	20.8	19.1	1.796	21.6	19.8	16.6	1.545	17.0	14.8	12.5	2.6
590.9	-	-	-	-	21.7	16.0	14.1	1.440	16.5	13.6	11.9	2.3
592.52	20.0	19.2	17.6	1.68	19.9	18.4	16.4	1.234	17.9	17.0	15.2	3.2
592.63	20.0	18.9	17.1	1.60	20.3	19.1	18.2	-	18.3	16.8	14.4	3.1
592.75	20.7	19.6	18.8	1.74	20.9	19.1	18.4	1.72	19.1	17.6	15.0	2.95
592.82	21.4	20.0	18.8	1.84	20.4	18.4	17.1	1.94	18.7	17.7	14.8	2.7
592.9	-	-	-	-	20.2	17.9	15.2	2.05	15.4	13.8	12.0	2.6
610.44	21.6	20.8	19.6	2.21	22.0	21.0	19.9	2.17	20.0	18.9	17.9	2.8

Tabelle 4 : Vergleich der resistiv und induktiv bestimmten Übergangstemperaturen. Angegeben sind jeweils Tc-Onset, Tc-Midpoint und Tc-Downset. RR: Restwiderstandsverhältnis (R(300K)/R(25K))  
L = Abstand der Spannungskontakte, Nb/Ge = Atomares Konzentrationsverhältnis von Nb zu Ge

Probe	Tc- Induktiv			Nb/Ge-Verhältnis	Dicke Å
	Onset	Midpoint	Downset		
611.35	15.2	14.2	13.0	3.4	2330
611.34	15.0	13.9	13.2	3.5	2400
611.33	14.4	13.2	11.9	3.0	2450
611.32	13.7	12.3	11.1	2.8	2520
611.31	12.5	10.8	9.4	2.57	2580
611.44	15.9	13.9	12.4	3.08	2340
611.525	10.0	7.7	6.3	2.2	2460
611.54	11.5	9.3	7.7	2.1	2430
611.555	12.6	10.2	8.2	2.41	2320

Tabelle 5 : Induktiv bestimmte Tc-Werte ( Onset, Midpoint, Downset) atomare Konzentrationsverhältnisse und Schichtdicken von Proben, die bei 970 ° Celsius Substrattemperatur aufgedampft wurden.

Daten die zur Kontrollmessung mit einem Nickel-Wolfram-Pulver verwendet wurden:

FCC - Nickel :  $a_0 = 3.5164 \text{ \AA}$  ,  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$

H K L	f (Ni)	Strukturfaktor	Häufigkeitsfaktor	Theta (Grad)
1 1 1	20.47	81.89	8	22.42
2 0 0	19.18	76.72	6	26.08
2 2 0	15.47	61.87	12	38.33
3 1 1	13.6	54.4	24	46.61
2 2 2	13.09	52.36	8	49.38
4 0 0	11.46	45.84	6	61.08
3 3 1	10.54	42.16	24	72.46

BCC - Wolfram :  $a_0 = 3.1579 \text{ \AA}$  ,  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$

H K L	f (W)	Strukturfaktor	Häufigkeitsfaktor	Theta (Grad)
1 1 0	60.5	121.0	12	20.32
2 0 0	54.09	108.17	6	29.29
2 1 1	49.58	99.15	24	36.74
2 2 0	46.15	92.30	12	43.64
3 1 0	43.39	86.79	24	50.46
2 2 2	41.09	82.18	8	57.60
3 2 1	39.1	78.20	48	65.74

Berechnung des Volumenanteils an Nickel in einem Gemenge von Nickel- ( Körnung 0.5  $\mu\text{m}$  ) und Wolframpulver ( Körnung 1.0  $\mu\text{m}$  ) nach Formel (3), wobei verschiedene Röntgenreflexe zur Berechnung verwendet wurden.

Phase	Verwendete Reflexe	Berechneter Volumenanteil
Nickel :	111,211	35.37 Vol %
Wolfram :	211,110	
Nickel :	111,200,220	35.90 Vol %
Wolfram :	110	
Nickel :	111,200,220,311	36.54 Vol %
Wolfram :	110	
Nickel :	111,200,220,311,222,400	37.42 Vol %
Wolfram :	110	
Nickel :	111,222	34.44 Vol %
Wolfram :	220	
Nickel :	111,222	36.59 Vol %
Wolfram :	222	
Nickel :	200	35.82 Vol %
Wolfram :	110,200,211,220,310, 222,321	