

KfK 3721

Mai 1984

Ausheilverhalten von Nb₃Ge-Schichten nach Tiefemperatur-Bestrahlung

H.-P. Krämer
Institut für Technische Physik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Technische Physik

KfK 3721

Ausheilverhalten von Nb₃Ge-Schichten nach

Tiefemperatur-Bestrahlung

Hans-Peter Krämer

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

ZUSAMMENFASSUNG

Hoch- T_C Nb₃Ge-Schichten wurden durch gemeinsames Verdampfen präpariert und mit 20 MeV Schwefelionen bei tiefen Temperaturen (< 20 K) bestrahlt. Die Röntgenanalyse zeigte eine Aufweitung des A15-Gitters und eine zunehmend amorphe Struktur, während T_C in Abhängigkeit von der Dosis von 22 K auf 4,3 K fiel. Dabei durchlief T_C vor Eintritt der Sättigung ein leichtes Minimum von ~ 70 mK Tiefe bei einer Dosis von $\phi t \approx 3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. - Schichten, die mit einer Dosis unterhalb $1,5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlt waren, erreichten nach Ausheilen ihr Ausgangs- T_C wieder. Im Gegensatz dazu führte eine stärkere Bestrahlung zu einer (röntgen-) amorphen Struktur, von der ausgehend nur T_C -Werte von 15 - 17 K wiedergewonnen werden konnten, ähnlich dem Verhalten amorpher, bei LN₂-Temperatur kondensierter NbGe-Schichten. - Das Verhalten des Schichtwiderstandes während des Ausheilens deutet darauf hin, daß bei Bestrahlung mit niedrigen Dosen Defekte ausheilen, während bei Bestrahlung mit hohen Dosen Rekristallisation aus dem amorphen Zustand auftritt.

ABSTRACT

ANNEALING BEHAVIOUR OF Nb₃Ge FILMS IRRADIATED AT LOW TEMPERATURE

High T_C Nb₃Ge films prepared by coevaporation have been irradiated by 20 MeV sulfur ions at low temperature (< 20 K). X-ray analysis showed an expansion of the A15 lattice and an increasing degree of amorphicity, while T_C vs dose decreased from 22 K to 4,3 K with a slight minimum of ~ 70 mK depth at $\phi t \approx 3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ before saturation. - Films irradiated to doses $\leq 1,5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ could be annealed to their preirradiation T_C . In contrast, strong irradiation led to an (X-ray-) amorphous structure, from which T_C values of only 15 - 17 K could be recovered, similar to the results obtained for amorphous NbGe films condensed at LN₂ temperature. - The behaviour of the film resistivity during the heat treatment indicates that for films irradiated with low doses lattice defects anneal, whereas recrystallisation from the amorphous state occurs for high dose damaged films.

Gliederung

1. Einleitung	1
2. Probenherstellung und Charakterisierung	2
2.1. Probenherstellung	2
2.2. Röntgenuntersuchungen	3
2.3. Rückstreuexperimente	8
2.4. Übergangstemperatur und spezifischer Widerstand	13
3. Experimente	15
3.1. Tieftemperaturbestrahlung	15
3.2. Ausheilexperimente	17
4. Ergebnisse	20
4.1. Bestrahlungsergebnisse	20
4.2. Ausheilergebnisse	29
5. Interpretation und Diskussion	35
6. Zusammenfassung	43
7. Tabelle der Probandaten	44
8. Literaturverzeichnis	45

1. Einleitung

Viele A15-Materialien gehören bezüglich Sprungtemperatur, kritischer Stromdichte und kritischem Magnetfeld zu den besten Supraleitern und sind daher von besonderem Interesse. Unter anderem plant man ihren Einsatz in Magnetspulen von Fusionsreaktoren, wo sie hohen Strahlenbelastungen ausgesetzt sind. Aus diesem Grund werden schon seit einiger Zeit Bestrahlungsexperimente an A15-Supraleitern durchgeführt. Dabei wird beobachtet, daß Strahlenschäden durch geeignetes Tempern wieder ausgeheilt werden können [1].

Kalt kondensierte, amorphe (Nb_{0.75}Ge_{0.25})-Schichten erreichen nach Ausheilen in die A15-Phase nur eine Übergangstemperatur von ca. 17 K. Daher ist es von Interesse, welche Übergangstemperatur durch Bestrahlung amorphisiertes Nb₃Ge nach dem Ausheilen hat. Dazu wurden Nb₃Ge-Schichten (Ausgangs-T_c ca. 21K) mit verschiedenen Fluenzen von 20 MeV Schwefel-Ionen bestrahlt und danach getempert. Alle Proben konnten bei Temperaturen bis 350°C wieder in die A15-Phase ausgeheilt werden, wobei allerdings höher bestrahlte Proben (Dosis > 3·10¹⁵ cm⁻²) nur T_c-Werte von 15 - 17 K erreichten.

2. Probenherstellung und Charakterisierung

2.1. Probenherstellung

Für die Experimente wurden kristalline $A15-Nb_3Ge$ -Schichten sowie amorphe $NbGe$ -Schichten, beide mit Nb/Ge -Verhältnissen von ungefähr 3 entsprechend der stöchiometrischen Zusammensetzung, verwendet. Als Substrate dienten einkristalline Saphire der Abmessungen $50 \times 3 \times 1 \text{ mm}^3$ bzw. $50 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$, die vor den Experimenten auf ca. 20 mm gekürzt wurden. Die Präparation der Schichten erfolgte durch simultanes Aufdampfen der beiden Komponenten im UHV. Die Aufdampfanlage ist für beide Komponenten mit je einer Elektronenstrahl-Verdampfer-Kanone, einem Quadrupol-Massenspektrometer zum Messen der Aufdampfrate sowie einem elektronischen Regelkreis zum Konstanthalten der Aufdampfrate ausgerüstet [2]. Der Substrathalter, der zu den Verdampfungsquellen einen Abstand von ca. 30 cm hat, wurde zur Herstellung der amorphen Proben mit flüssigem Stickstoff gekühlt. Bei der Präparation kristalliner Schichten wurden die Substratoberflächen mit Hilfe einer Elektronenstrahlheizung auf eine Temperatur von ca. 850°C gebracht. Zur Förderung der Keimbildung der $A15$ -Phase wurden die Substrate üblicherweise bei 77 K mit einer ca. 100 Å dicken amorphen $NbGe$ -Schicht vorbedampft [3]. Die Substrattemperatur wurde pyrometrisch geeicht und anhand der Heizleistung reproduziert und konstant gehalten. Ein Bedampfungsvorgang dauerte ca. 20 - 30 min, dabei wurden gleichzeitig 10 - 15 Schichten unterschiedlicher Zusammensetzung hergestellt. Der Druck im Rezipienten betrug vor dem Bedampfen 10^{-8} Torr und stieg während des Aufdampfens je nach Aufdampfrate um 1-2 Größenordnungen. Als Ausgangsmaterial wurde Nb mit einigen ppm Ta, W und O sowie Ge mit weniger als 10 ppm Fremdatomen verwendet.

2.2. Röntgenuntersuchungen

Die Röntgenanalyse diente zur Bestimmung des Gitterparameters und der Korngröße der A15-Phase sowie einer qualitativen Abschätzung der Phasenreinheit der A15-Nb₃Ge-Schichten.

Apparatives

Die Röntgen-Apparatur (KfK; INFP) besteht aus:

Röntgengenerator mit Cu-Röhre

Ge-Einkristall als Monochromator (Cu K α_1 mit $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$)

Diffraktometer in Seemann-Bohlin Anordnung (Abb.1)

Zählrohr mit nachfolgender Elektronik

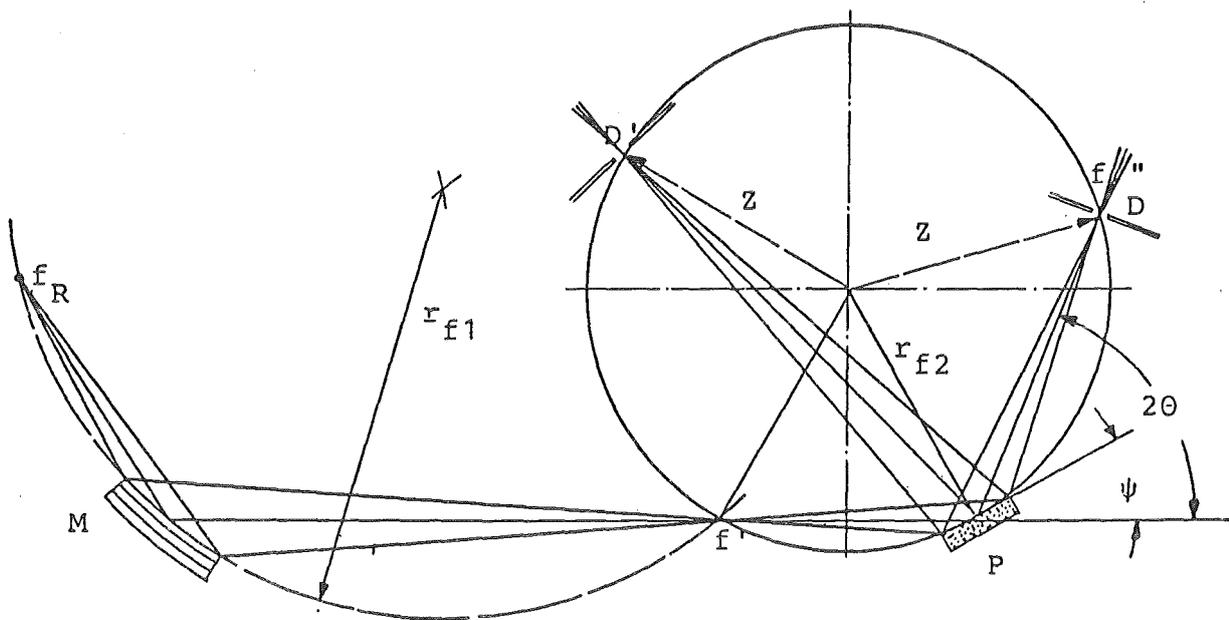


Abb.1: Geometrie der Röntgenapparatur (M: Monochromator, P: Probe
D: Diffraktometerzählrohr)

Die Beugungsspektren werden mit einem Vielkanalanalysator, der im Multiscaling-Betrieb arbeitet, aufgenommen und mit einem $y(t)$ -Schreiber analog aufgezeichnet. Dabei entspricht jeder Kanal einem konstanten Winkelintervall, das von dem Zählrohr mit konstanter

Winkelgeschwindigkeit durchfahren wird. Die Zuordnung Kanal-Beugungswinkel wird mit Hilfe einer aufgedampften, 5000 Å dicken Goldschicht mit bekannter Gitterkonstante ($a_0 = 4.0783 \text{ Å}$) geeicht. Da die Schicht nicht senkrecht, sondern unter einem Einfallswinkel $\Psi = 10 \text{ Grad}$ zum Strahl steht, ist die effektive Schichtdicke um $1/\sin 10^\circ = 6.4$ größer, somit die Statistik besser und der Untergrund schwächer. Die bestrahlte Fläche auf der Probe ist $5 \times 3 \text{ mm}^2$.

Gitterkonstante

Die Gitterkonstante wird bestimmt, indem man den gemessenen Röntgen-Reflexen die zugehörigen Beugungswinkel bzw. Netzebenenscharen (hkl) zuordnet [4]. Mit der Braggschen Beziehung

$$2d(hkl) * \sin(\theta) = \lambda$$

mit $d(hkl)$: Netzebenenabstand der (hkl) -Ebenen, hkl Millersche Indizes

θ : halber Beugungswinkel des Röntgenstrahls

λ : Wellenlänge der Röntgenstrahlung

und dem Zusammenhang zwischen Netzebenenabstand d und Gitterparameter a_0 für kubische Substanzen

$$a_0 = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} * d(hkl)$$

kann man dann für jede Netzebenenschar, d.h. für jedes (hkl) -Triplet, einen Gitterparameter bestimmen. Die Tatsache, daß sich die Gitterparameter für verschiedene hkl im allgemeinen unterscheiden, führt man auf Verspannungen in der Schicht aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnung von Schicht und Substrat zurück. Unter der Annahme, daß verspannende Kräfte nur parallel zur Schichtoberfläche wirken können, haben Feder und Berry [5] berechnet, daß die Verspannungen sich kompensieren, wenn die Netzebenen mit der Schichtoberfläche einen Winkel von $\phi = 45 \text{ Grad}$ bilden. Man trägt deshalb die Gitterparameter über $\cos(2\phi)$ auf und interpoliert auf

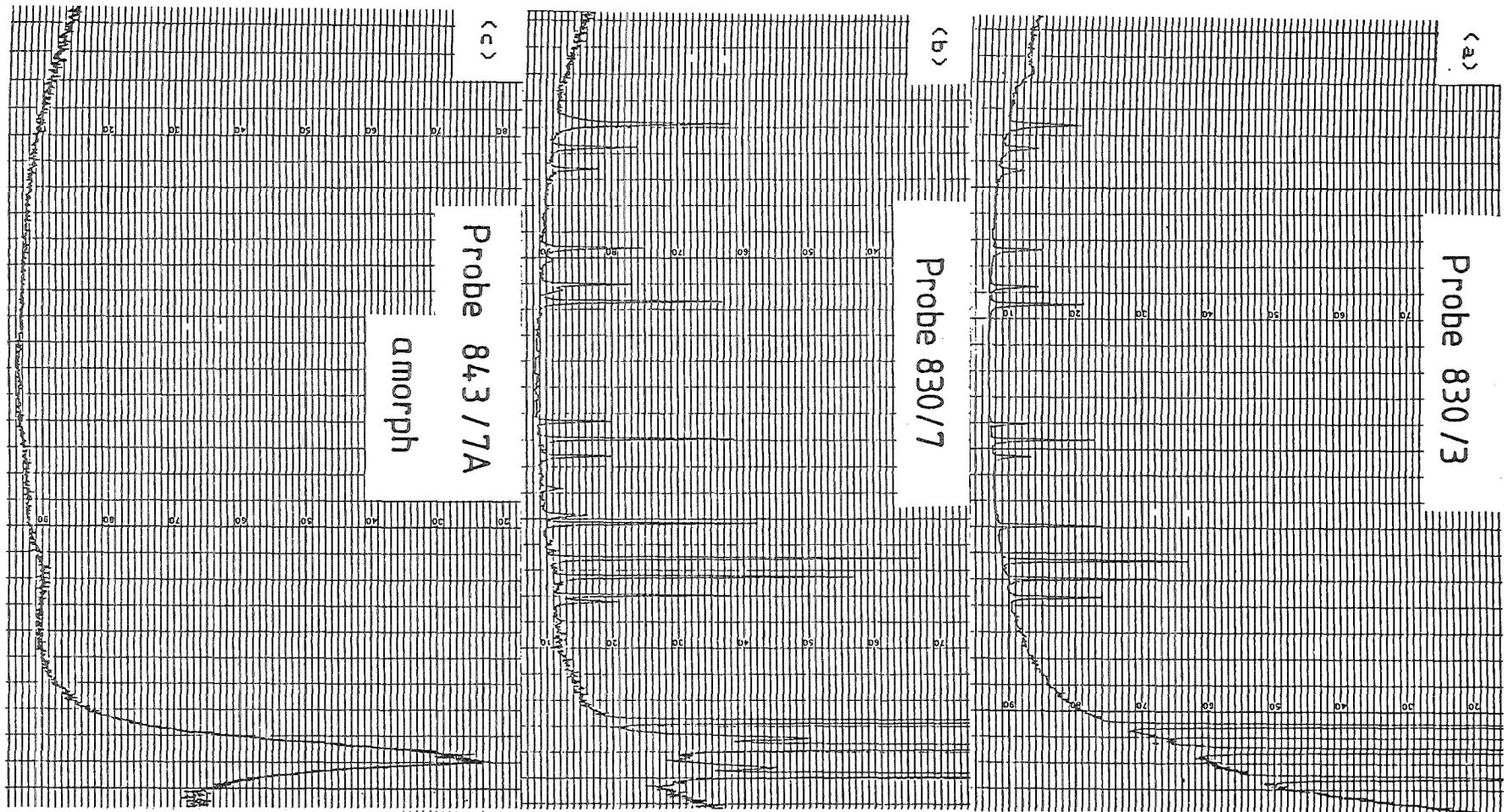


Abbildung 2: Röntgenspektren (a) A15 phasenrein (b) A15 mit Fremdphasenanteil (c) amorph

Abszisse: Theta (halber Beugungswinkel) von 76 Grad (linker Rand) bis 14 Grad (rechter Rand)

$\cos(2\phi) = 0$, um den unverfälschten, d.h. spannungsfreien, Gitterparameter zu bekommen. Im Interesse kurzer Meßzeiten und guter Statistik wurde der Öffnungsspalt des Diffraktometerzählrohrs mit 0.5 mm so groß gewählt, daß die Linienbreiten fast ausschließlich apparativ bedingt waren. Der Fehler in der Gitterparameterbestimmung liegt bei $\pm 0.003 \text{ \AA}$ (0.05%). Abb.2a zeigt ein Nb₃Ge A15-Spektrum ohne röntgenographisch nachweisbare Fremdphasen.

Korngröße

Bei einigen Proben wurde die Korngröße aus den Halbwertsbreiten der Röntgenlinien abgeschätzt. Durch Verkleinern der Spaltbreite des Detektors auf 0.05 mm wurde die apparative Linienverbreiterung gegenüber der physikalischen kleingehalten, allerdings mußte für eine gute Statistik die Meßzeit von 1 h auf 10 h verlängert werden. Die Korngröße geht nach folgender Gleichung in die Linienbreite ein [6]:

$$b_T = (k * \lambda) / (h * \cos(\theta))$$

mit b_T : Halbwertsbreite der Röntgenlinien aufgrund der Korngröße

h : Korngröße

k : Geometriefaktor ungefähr 1, je nach Form des Kristallits

Außer durch die Korngröße kann die Linienverbreiterung auch dadurch zustandekommen, daß die einzelnen Kristallite verschiedene Gitterparameter haben. Die Halbwertsbreite b_V , die sich dadurch ergibt, läßt sich beschreiben durch :

$$b_V = \tan(\theta) * \Delta a_0 / a_0$$

Man sieht, daß die beiden Verbreiterungen verschiedene Winkelabhängigkeiten haben. Deshalb läßt sich die Ursache der Linienverbreiterung bestimmen, indem man $b * \cos(\theta)$ und $b / \tan(\theta)$ (b = gemessene Linienbreite) über θ aufträgt. Wenn $b * \cos(\theta)$ konstant ist liegt reine Korngrößenverbreiterung vor, ist $b / \tan(\theta)$ konstant,

beruht die Linienverbreiterung auf der Streuung der Gitterparameter. In Abb.3 ist für eine typische Probe $b \cdot \cos \theta$ und $b / \tan \theta$ über θ aufgetragen. Man sieht, daß $b \cdot \cos(\theta)$ im Rahmen des Meßfehlers konstant ist. Dies bedeutet, daß die Linienbreite durch die Korngröße verursacht wird. Die Korngröße h berechnet sich dann zu

$$h = \lambda / (b \cdot \cos(\theta)) \quad ; \quad (b \text{ in rad, } h \text{ in } \text{Å})$$

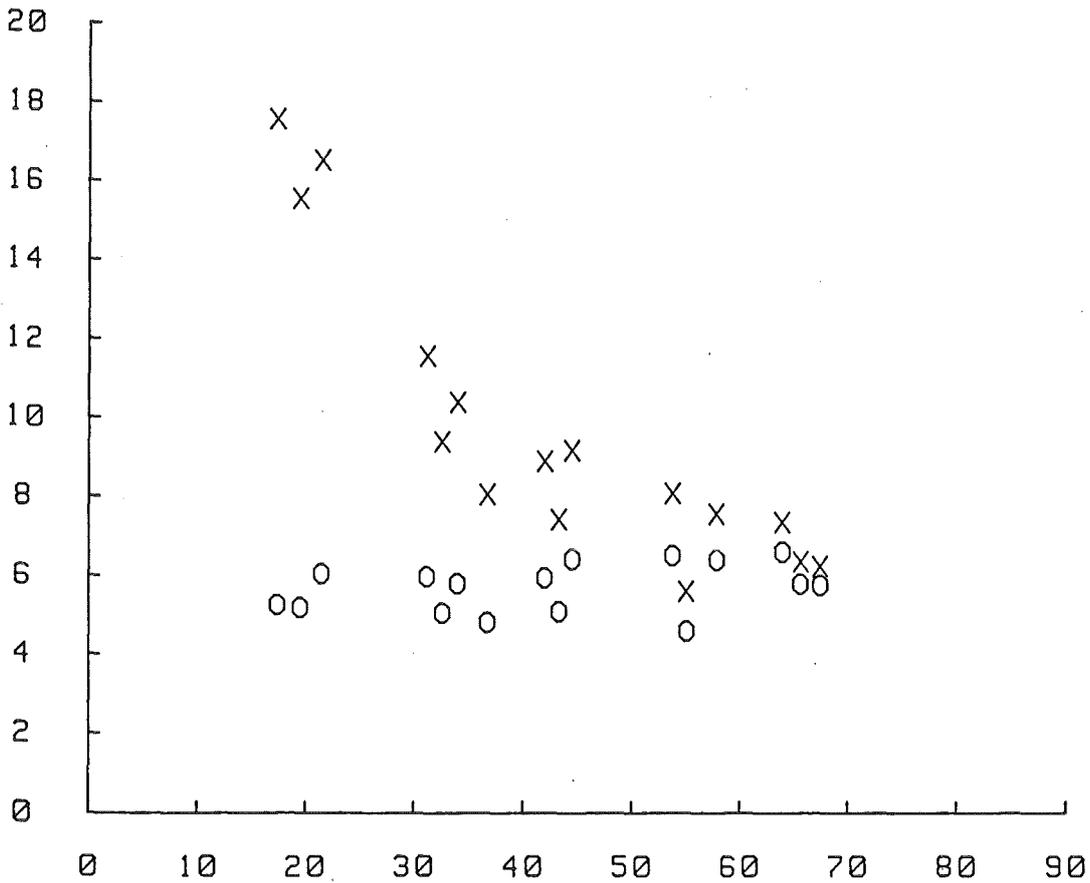


Abb.3: O: Linienbreite * $\cos(\theta)$, X: Linienbreite / $\tan(\theta)$ aufgetragen über θ . (Probe 830/5)

Phasenreinheit und Fremdphasenanteil

Der Fremdphasenanteil wurde nur qualitativ nach Anzahl und Stärke der zusätzlichen Reflexe abgeschätzt. Aufgrund der geringen Anzahl der Fremdlinien war eine Identifikation der Fremdphase nicht möglich; wie aus früheren Messungen [7] jedoch bekannt ist, treten die tetragonale

und hexagonale Nb₅Ge₃-Phasen auf. Abb.2b zeigt ein A15-Spektrum mit Fremdphasenanteil, Abb.2c das Röntgenspektrum einer amorph präparierten Schicht.

2.3. Rückstreuexperimente

Zur Bestimmung der Schichtdicke und der atomaren Zusammensetzung wurden Rutherford-Rückstreuexperimente durchgeführt [8]. Dabei trifft ein monoenergetischer Strahl von Projektilen (hier 2MeV-AlphaTeilchen, Strahldurchmesser ca. 1 mm) auf die zu messende Schicht als Target. Ein Oberflächensperrschichtzähler mißt Anzahl und Energie der um 165 Grad rückgestreuten Projektil; ein angeschlossener Rechner erstellt daraus ein Spektrum mit 512 Energie-Kanälen. Die Energie-Kanal-Eichung erfolgt mit Hilfe einer Eichprobe, die in einer dünnen Schicht (einige 10⁰ Å) Au, Ge und Al enthält.

Bei der Berechnung des Energieverlustes der rückgestreuten Teilchen geht man davon aus, daß sie genau einen elastischen Stoß mit einem Targetatom erfahren und außerdem durch Wechselwirkung mit den Elektronenhüllen der Targetatome Energie verloren haben. Der Energieverlust beim elastischen Stoß wird durch den kinematischen Faktor, das Verhältnis der Energien nach und vor dem Stoß, beschrieben:

$$k = E / E_0 = \frac{\sqrt{M^2 - m^2 \sin^2 \theta} + m \cos \theta}{M + m}$$

mit M, m : Massen von Targetatom und Projektil

E, E₀ : Energie des Projektils vor und nach dem Stoß

θ : Streuwinkel im Laborsystem

Die an der Oberfläche der Schicht gestreuten Projektil haben dann also die Energie k_{Nb} * E₀ bzw. k_{Ge} * E₀. Den elektronischen Energie-

verlust der Projektile beim Durchqueren einer Schicht in x-Richtung durch Wechselwirkung mit den Elektronenhüllen des Targetmaterials

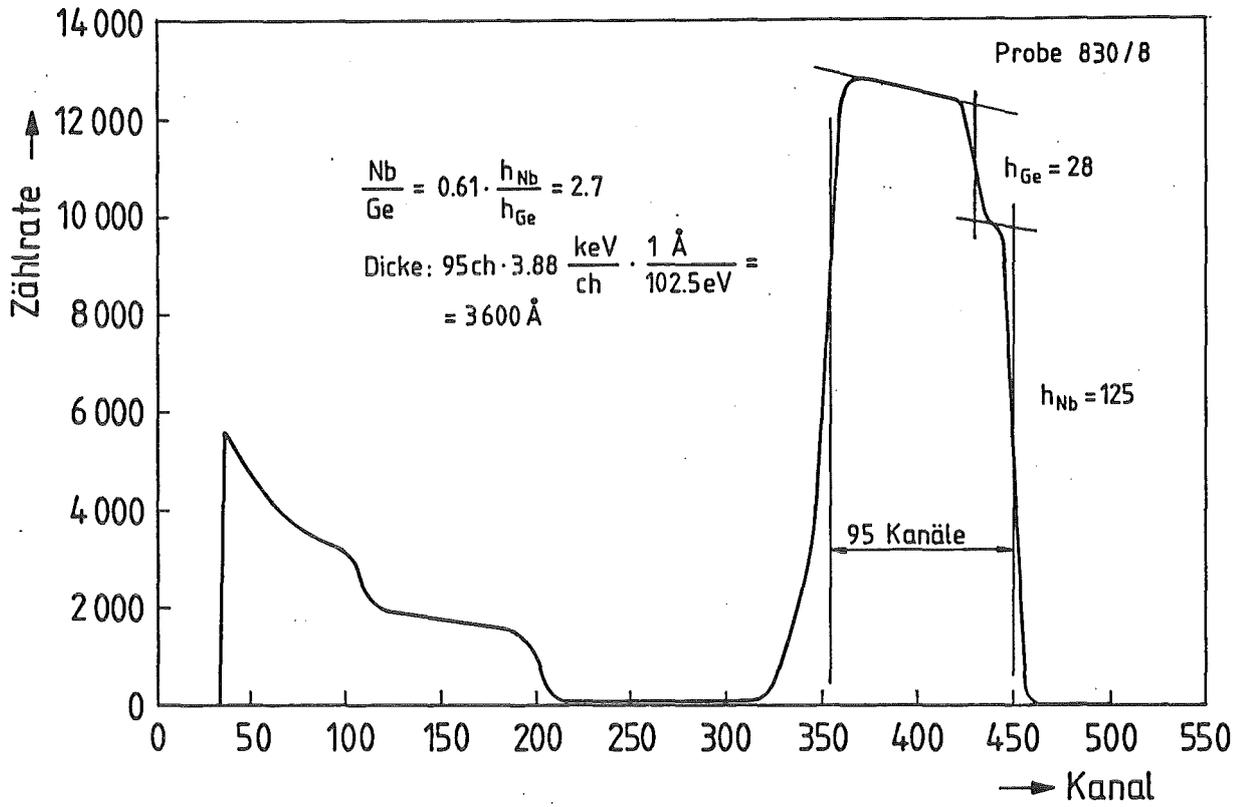


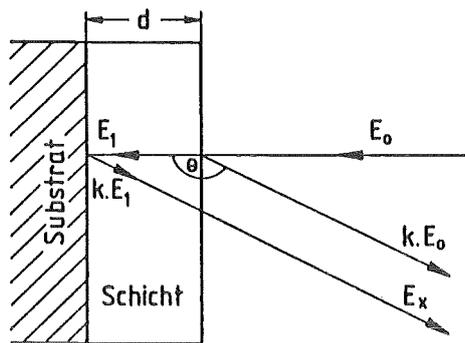
Abb.4: Rückstreuungsspektrum der Schicht 830/8

beschreibt der Abbremsquerschnitt $\epsilon = \frac{1}{N} * \frac{dE}{dx} |_{E'}$. Hierin ist $dE/dx |_{E'}$ der spezifische Energieverlust der Projektile mit der Energie E' und N die atomare Dichte (in Atomen/cm³). Der Abbremsquerschnitt ("stopping cross section") ist für die wichtigsten Kombinationen von Targetatom, Projektil und Einfallenergie tabelliert [8]. Für mehrkomponentige Targets können nach der Braggschen Regel die atomaren Abbremsquerschnitte der jeweiligen Elemente anteilmäßig addiert werden. Man erhält dann z.B. für Nb₃Ge bei der Energie E von Alpha-Teilchen als Projektil:

$$\epsilon_{E',\alpha}^{Nb_3Ge} = m \epsilon_{E',\alpha}^{Nb} + n \epsilon_{E',\alpha}^{Ge}$$

Dabei beschreiben m und n die Zusammensetzung der Verbindung A_mB_n ; für stöchiometrisches Nb₃Ge ist $m = 0.75$ und $n = 0.25$.

Schichtdicke



Zur Bestimmung der Schichtdicke d betrachtet man den Energieunterschied ΔE eines an der Oberfläche und eines in der Tiefe $x = d$ ($d =$ Schichtdicke) gestreuten Projektils (Abb.5). Für Nb als Targetatom in der Substanz Nb₃Ge gilt bei einer Einfallenergie E_0 des Projektils:

$$\Delta E = k_{Nb} E_0 - E_x$$

Abb. 5

$$E_x = k_{Nb} * \langle E_0 - d * \frac{dE}{dx} |_{E_0} \rangle - \frac{d}{|\cos \theta|} * \frac{dE}{dx} |_{k_{Nb} \cdot E_0}$$

Hierbei ist in der für dünne Schichten gut erfüllten Oberflächennäherung dE/dx bei den Projektilenergien E_0 bzw. $k_{Nb} \cdot E_0$ genommen.

$$\Delta E_{Nb} = d * \langle k_{Nb} * \frac{dE}{dx} |_{E_0} + \frac{1}{|\cos \theta|} * \frac{dE}{dx} |_{k_{Nb} E_0} \rangle = d * [S_{Nb}^{Nb_3Ge}]$$

Der Energieverlustparameter $[S_{Nb}^{Nb_3Ge}]$ hängt sowohl vom Targetatom (Nb) als auch von der Matrix (Nb₃Ge) ab, denn er beschreibt den Energieverlust bei Rückstreuung am Nb-Atom und den elektronischen Energieverlust des ein- und ausfallenden Projektils in der Nb₃Ge-Matrix. Für die hier auftretenden spezifischen Energieverluste dE/dx gilt (bei Alpha-Teilchen als Projektil):

$$\frac{dE}{dx} |_{E_0} = N * \epsilon_{E_0, \alpha}^{Nb_3Ge}, \quad \frac{dE}{dx} |_{k_{Nb} E_0} = N * \epsilon_{k_{Nb} E_0, \alpha}^{Nb_3Ge}$$

wobei jetzt N die atomare Dichte von Nb₃Ge ist und die Abbrems-

querschnitte, wie oben angegeben, aus den atomaren Werten ϵ^{Nb} und ϵ^{Ge} zu bilden sind. Der Wert für $[S_{Nb}^{Nb_3Ge}]$ ist somit numerisch angebbbar und damit auch die Schichtdicke d als Quotient aus der Breite ΔE_{Nb} des Nb-Rückstreupeaks und $[S_{Nb}^{Nb_3Ge}]$. Dieselben Überlegungen gelten für den Ge-Rückstreupeak. Aus den tabellierten Abbremsquerschnitten ergibt sich :

$$[S_{Nb}^{Nb_3Ge}] = 102.5 \text{ eV/\AA} \quad \text{und} \quad [S_{Ge}^{Nb_3Ge}] = 100.5 \text{ eV/\AA}$$

Die atomare Dichte von Nb₃Ge läßt sich aus der Gitterkonstanten a_0 zu $8/a_0^3$ abschätzen (6 Nb-Atome und 2 Ge-Atome pro Einheitszelle). Dies bedeutet, daß für amorphe Schichten die Dickenangabe systematisch fehlerbehaftet ist, da man die atomare Dichte nicht kennt, sondern sie durch die des kristallinen Materials annähert. Eine Rückstreuung liefert für eine Schicht, die in verschiedenen dichten Packungszuständen gemessen wird, gleiche Spektren.

Atomare Zusammensetzung

Für eine dünne Schicht ist die Gesamtzahl N der unter einem festen Winkel rückgestreuten Alpha-Teilchen proportional zur im bestrahlten Targetbereich vorhandenen Zahl n der Teilchen und dem Rutherford-Wirkungsquerschnitt σ :

$$N \sim \sigma * n$$

Bei einem Mischtarget AB mit n_A A-Atomen und n_B B-Atomen gilt nach Streuung des Projektils an A:

$$N_A \sim \sigma_A * n_A$$

Die Gesamtzahl N_A der von A zurückgestreuten Teilchen ist andererseits gegeben durch Höhe und Breite des Rückstreupeaks,

$$N_A \sim h_A * b_A$$

und die Peakbreite b_A ist durch den Energieverlustparameter und die Schichtdicke d ausdrückbar :

$$b_A = \Delta E_A = [S_A^{AB}] * d$$

Damit ergibt sich die Schichtzusammensetzung A/B bzw. n/n zu

$$\frac{n_A}{n_B} = \frac{h_A}{h_B} * \frac{[S_A^{AB}]}{[S_B^{AB}]} * \frac{G_B}{G_A} \cong \frac{h_A}{h_B} * \left(\frac{Z_B}{Z_A}\right)^2$$

wobei berücksichtigt ist, daß sich die Werte für $[S]$ bei Alpha-Teilchen von 2 MeV für verschiedene Targetatome nur um weniger als 10 % unterscheiden und $G \sim Z^2$ (Z = Kernladungszahl) gilt. Für Nb₃Ge ergibt sich ein Nb/Ge-Verhältnis

$$\frac{Nb}{Ge} = 0.61 * \frac{h_{Nb}}{h_{Ge}}$$

Genaugenommen müßte man zur Bestimmung von $[S]$ das Nb/Ge-Verhältnis schon kennen, da es in die Bestimmung von ϵ^{Nb_3Ge} und die Größe der Gitterkonstanten a_0 eingeht. Der Einfluß auf $[S]$ ist jedoch so gering, daß die experimentelle Unsicherheit bei der Bestimmung von Peakhöhe und -breite dominiert und es somit genügt, Nb/Ge = 3 zu setzen. Dies gilt auch für die Bestimmung der Schichtdicke. Der Fehler für die Zusammensetzung liegt bei +/- 2 at%, für die Schichtdicke bei 3% (ca. 100 Å). Abb.4 zeigt ein typisches Rückstreupektrum.

2.4. Übergangstemperatur und spezifischer Widerstand

2.4.1. T_c, resistiv

Die resistive T_c-Bestimmung erfolgt durch eine temperaturabhängige 4-Punkt Gleichstrom-Widerstandsmessung. Die Probe wird dabei von den Strom- und Spannungskontakten auf einen Kupferblock gepresst, in den ein Ge-Widerstand oder eine Diode zur Temperaturmessung eingebaut ist. Die Temperatur wird durch entsprechend tiefes Eintauchen des Probenhalters in die Heliumkanne eingestellt. Unterhalb 4.2 K wird ein Kryostat benutzt, der abgepumpt werden kann. Der temperaturabhängige Widerstandsverlauf R(T) wird von einem x-y-Schreiber aufgenommen. Der Restwiderstand $R(T_c^+)$ ist der Widerstand kurz oberhalb der Sprungtemperatur. T_c wird bei 50% des Restwiderstandes bestimmt; als Übergangsbreite ΔT_c wird die Temperaturdifferenz zwischen 90% und 10% des Restwiderstandes bezeichnet. Das Restwiderstandsverhältnis ist der Quotient aus Raumtemperaturwiderstand und Restwiderstand.

2.4.2. T_c, induktiv

Eine andere Möglichkeit, die Übergangstemperatur zur Supraleitung zu bestimmen, ist die induktive Methode. Dazu setzt man den Supraleiter mit Hilfe einer Erregerspule einem magnetischen Wechselfeld aus und mißt mit einer kleinen pick-up-Spule den magnetischen Fluß nahe an der Oberfläche des Supraleiters. Im Gegensatz zum normalleitenden Zustand werden im supraleitenden Zustand die Induktionsströme nicht mehr gedämpft und können deshalb das Magnetfeld aus dem Supraleiter verdrängen. Dadurch wird auch der Fluß in der pick-up-Spule und damit das induktive Spannungssignal kleiner.

Beide Meßmethoden reagieren auf relativ kleine Anteile von supraleitendem Material: Bei der resistiven Methode genügt ein supra-

leitender Strompfad zwischen den Spannungskontakten, bei der induktiven ein ringförmiger supraleitender Bereich, um vollständige Supraleitung vorzutäuschen.

2.4.3. Spezifischer Widerstand

Bei einigen Proben wurde der spezifische Widerstand bei Raumtemperatur gemessen. Als Spannungsabgriffe wurden zwei Spitzen, die einen festen Abstand hatten, mit Hilfe von Gewichten auf die Probe gesetzt; die Stromkontakte wurden möglichst nah am Rand der Probe befestigt, um in der Mitte eine homogene Stromverteilung zu erhalten. Auf diese Weise konnten die Spannungswerte mit Abweichungen reproduziert werden, die kleiner waren als die Fehler in der Dicken- und Breitenbestimmung. Der relative Fehler in ρ liegt bei 20% . Der große Fehler kommt vor allem dadurch zustande, daß die Kanten der bestrahlten Proben abgefeilt waren. Daher waren die seitlichen Ränder der Schicht nicht gerade und die angenommene Breite von 3 mm ist sicher zu groß. Dies bedeutet gleichzeitig, daß auch die angegebenen spezifischen Widerstände zu groß sind.

3. Experimente

3.1. Tieftemperaturbestrahlung

Die Tieftemperatur-Bestrahlungsexperimente wurden am van-de-Graaff-Beschleuniger der Universität Erlangen durchgeführt. Als Projektile dienten 20 MeV Schwefel-Ionen. Im folgenden soll kurz der Aufbau und Ablauf eines Experiments beschrieben werden.

Der Probenhalter ist ein sechseckiger Kupfertopf, der als Verdampferkryostat ausgebildet ist und dessen Position in der Höhe variiert werden kann, sodaß die Proben im Vakuum und ohne Aufwärmen von der Bestrahlungsposition in der Targetkammer nach oben in die Öffnung eines 6T-Magneten (NbTi) gefahren werden können, um dHc_2/dT zu messen.

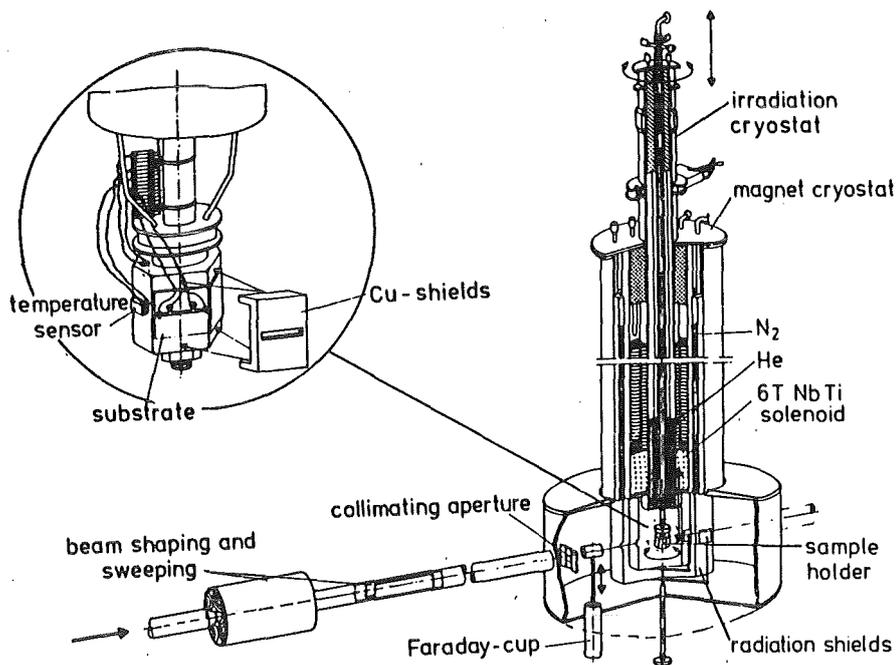


Abb. 6: Bestrahlungskryostat

Auf vier der sechs Seiten des Probenhalters werden je zwei Proben in verschiedener Höhe mit Wärmeleitpaste befestigt, auf den restlichen

zwei Seiten sind Temperaturfühler und Hallsonde montiert. Um die gewünschte Probenfläche homogen zu bestrahlen, wird der Strahl defokussiert, sodaß ein ovaler Strahlfleck entsteht, der horizontal über die Begrenzungsblenden gewedelt wird. Die über diese Blenden abfließende Ladung dient als Maß für die Dosisbestimmung. In bestimmten Zeitabständen wird durch Einschließen eines Faraday-Bechers in den Ionenstrahl das Verhältnis Blendenstrom zu Targetstrom bestimmt. Der Fehler in der Dosisbestimmung liegt bei 10% .

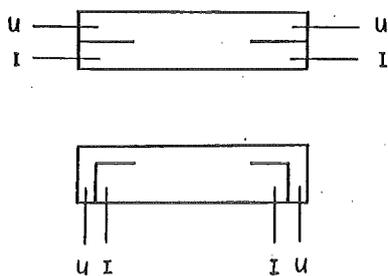


Abb.7

Die Sprungtemperatur zur Supraleitung wurde resistiv mit der 4-Punkt Gleichstrom-Methode bestimmt, wobei zur Trennung von Strom- und Spannungskontakten die Proben eingeritzt bzw. eingesägt waren (Abb.7). Zur Temperatureinstellung konnte der Kupferblock über einen Regler geheizt werden.

Da alle Proben einer Serie während des gesamten Bestrahlungszyklus kontaktiert blieben, der Widerstand also immer an exakt der gleichen Stelle gemessen wurde, ließen sich auch sehr kleine T_c -Änderungen noch genau messen. Der relative Fehler in T_c wird kleiner als 10 mK geschätzt.

Zu Beginn einer Bestrahlungsserie wurde von allen Proben T_c sowie der Restwiderstand bei 25 K gemessen. Danach wurden die einzelnen Proben schrittweise bis zur jeweiligen Höchstdosis bestrahlt; dabei wurde nach jedem Schritt T_c und $R(25\text{ K})$ gemessen. Nach Ende der gesamten Bestrahlung wurden alle Proben auf Raumtemperatur aufgewärmt, danach wurde nochmals T_c sowie $R(T)$ gemessen. Aus Zeitgründen konnte dHc_2/dT nur bei wenigen Proben und auch da nicht bei jedem Dosisschritt gemessen werden. Die Bestrahlungstemperaturen waren mit Sicherheit

tiefer als 25 K. Dies sah man daran, daß alle Proben bei niedriger Dosis während der Bestrahlung auch bei maximalem Strahlstrom noch supraleitend waren.

Die mittlere Eindringtiefe der Schwefel-Ionen wurde nach Littmark und Ziegler [9] abgeschätzt. Für die ausschließlich benutzten 20 MeV Schwefel-Ionen in Nb₃Ge mit $a_0 = 5.15 \text{ \AA}$ ergaben sich ungefähr 32000 \AA . Die bestrahlten Schichten waren zwischen 3000 und 4000 \AA dick.

3.2. Ausheilexperimente

Zum Ausheilen der Proben und gleichzeitigen Widerstandsmessen wurde ein kleiner UHV-Meßstand benutzt, dessen Aufbau hier kurz beschrieben

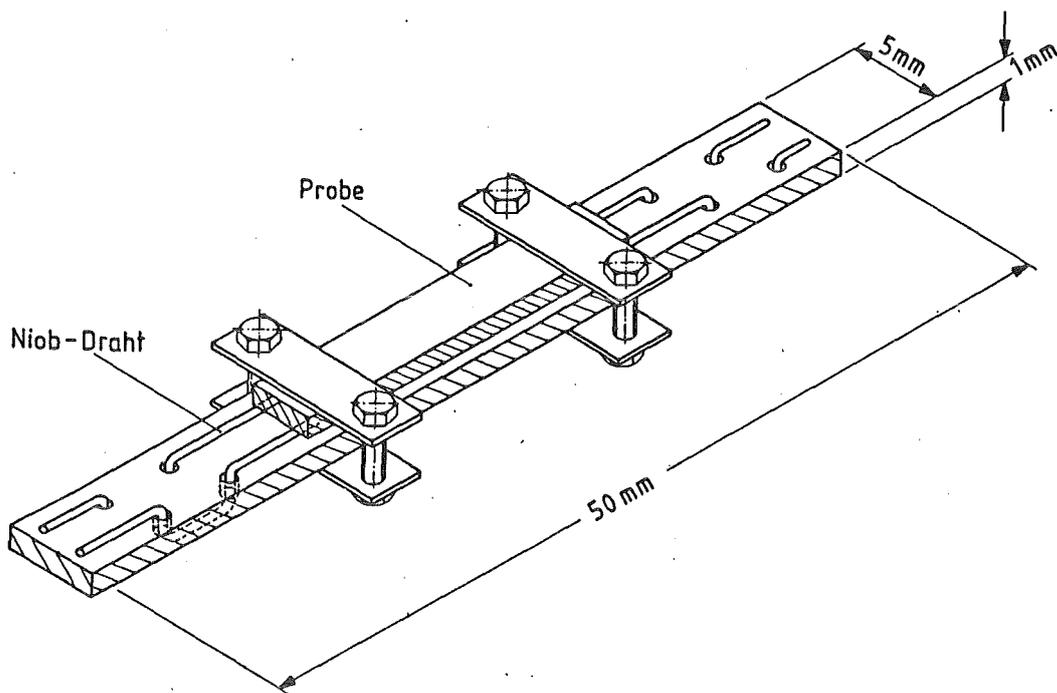


Abb. 8: Ausheilprobenhalter (Thermoelement nicht mit abgebildet)

werden soll. Als Rezipient diente ein Rohrkreuz (10 cm Innendurchmesser), angeschlossen waren Turbopumpe, Vorpumpe und Ionisationsvakuummeter. Der Probenhalter (Abb. 8) bestand aus einem

Saphirplättchen ($50 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$), auf dem die Probe zusammen mit den Kontakten mit Hilfe von einfachen Tantal-Schraubklemmen befestigt war. Zur Kontaktierung wurden zwischen Schicht und Trägersaphir vier Niobdrähte geklemmt, die zur mechanischen Entlastung je zweimal durch den Trägersaphir geführt waren. In der Mitte war um Trägersaphir und Probe herum ein Thermoelement (Chromel-Alumel, Durchm. 0.5 mm) gewickelt. Die Zuführungen der Niobdrähte und des Thermoelements waren zur elektrischen Isolation mit Keramikröhrchen ummantelt. Dieser ganze Probenhalter befand sich in einem aus 0.2 mm dickem Molybdänblech gebogenem Röhrchen von 12 mm Durchmesser und 10 cm Länge, das durch Stromdurchgang geheizt werden konnte. Dazu stand eine ansteuerbare 300 A Gleichstromquelle zur Verfügung, sodaß der Strom mit beliebiger Geschwindigkeit hoch- und heruntergefahren werden konnte. Zur Strommessung diente ein $1 \text{ m}\Omega$ -Shunt in Reihe mit der Heizung. Um die Temperaturdifferenz zwischen Thermoelement und Probe möglichst klein zu halten, wurde die Stromstärke und damit die Temperatur relativ langsam hochgefahren (typischerweise 2 h von Raumtemperatur bis 800°C). Da wegen der hohen Temperaturen entsprechende Thermospannungen zu erwarten waren, wurde der Probenwiderstand nach der 4-Punkt Wechselstrom-Methode gemessen. Stromquelle war ein Sinusgenerator mit $1 \text{ k}\Omega$ -Widerstand in Reihe, die abgegriffene Spannung wurde mit einem Lock-in-Verstärker gemessen. Bei Raumtemperatur wurde der Widerstand zusätzlich nach der Gleichstrom-Methode bestimmt. Mit einem x-y-Schreiber wurde die Ausgangsspannung des Lock-in-Verstärkers über der Thermospannung aufgenommen, zusätzlich mit einem 3-Kanal-y(t)-Schreiber Probenwiderstand, Thermospannung und Heizstrom. Bei hohen Temperaturen und im thermischen Gleichgewicht wurde durch ein Fenster die Temperatur des Molybdänröhrchens mit einem Pyrometer gemessen. Diese Temperatur war in der Regel $20\text{-}30$ Grad höher als die

mit dem Thermoelement gemessene. Das liegt erstens daran, daß die Temperatur der Probe im Gleichgewicht sicher niedriger ist als die der Wärmequelle, nämlich des Molybdänröhrchens; zweitens ist es möglich, daß das Thermoelement nicht gut genug thermisch abgefangen war, sodaß es durch Wärmeleitung von außen gekühlt wurde. Der Enddruck nach Ausheizen der Apparatur lag bei einigen 10^{-8} Torr, der maximale Druck während des Aufheizens der Probe bei einigen 10^{-6} bis $1 \cdot 10^{-5}$ Torr je nach Aufheizgeschwindigkeit.

Um den Tc-Verlauf während des Ausheilens zu verfolgen, wurden einige Proben jeweils 2 Stunden bei schrittweise steigender Temperatur ohne Widerstandsmessung getempert. Dieses isochrone Tempern geschah in einem Rohrofen, der über ein evakuiertes Edelstahlrohr, in dem die Proben in einem Tantalboot lagen, geschoben werden konnte. In den Rohrofen war ein Thermoelement mit einem Thermostat eingebaut. Der Maximaldruck bei Erreichen der Ausheiltemperatur von 900°C lag bei einigen 10^{-6} Torr.

4. Meßergebnisse

4.1. Bestrahlungsergebnisse

4.1.1. Übergangstemperatur T_c

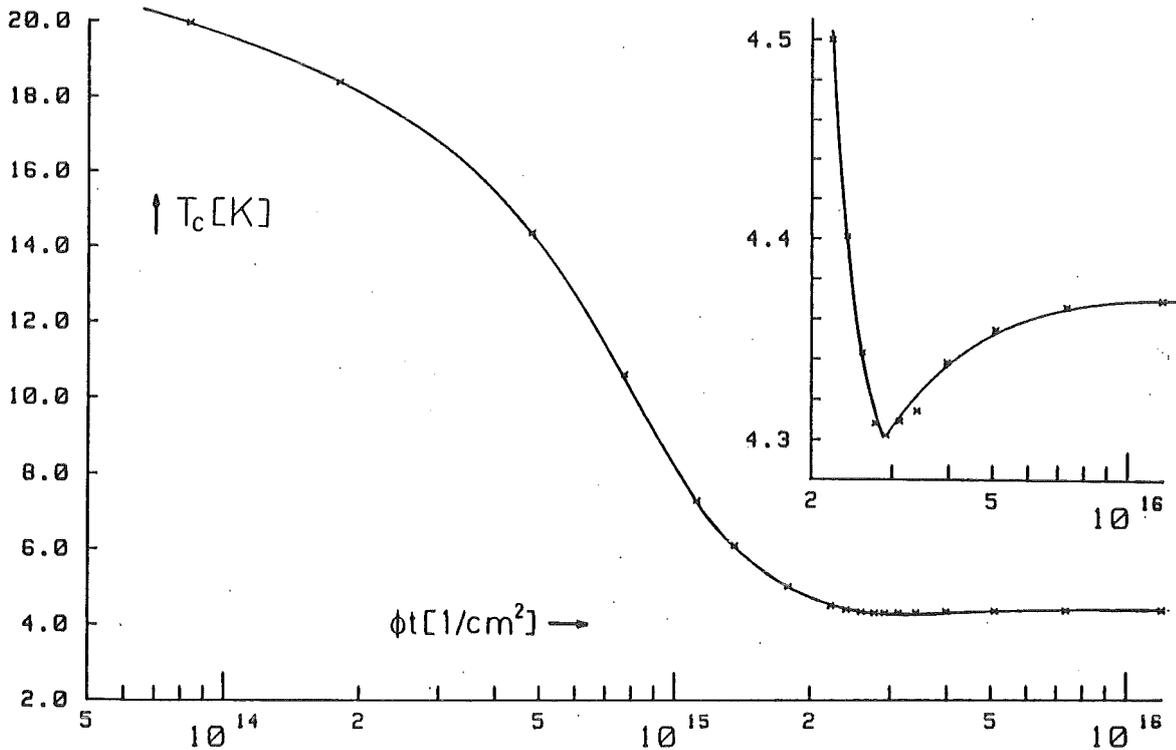


Abb.9: T_c resistiv als Funktion der Bestrahlungsdosis. Im Bildausschnitt ist für den Bereich des T_c -Minimums die Temperaturskala stark gespreizt (Probe 811/4)

Abb. 9 zeigt für die in den kleinsten Dosissschritten bestrahlte Probe 811/4 den T_c -Dosis-Zusammenhang. Diese Kurve ist typisch für die anderen hoch- T_c -Proben und stimmt auch gut mit Messungen anderer Autoren überein [10]. Aus der linearen Auftragung (Abb.10) für niedrige Dosen sieht man, daß kein Schwellwert-Effekt festgestellt werden konnte, d.h. T_c fällt auch bei der kleinsten Dosis sofort mit ca. $1.7K/10^{14} cm^{-2}$ ab. Diese Steigung nimmt mit wachsender Dosis ab. Bei $3 \cdot 10^{15} cm^{-2}$ geht T_c durch ein Minimum, dessen Wert je nach Probe

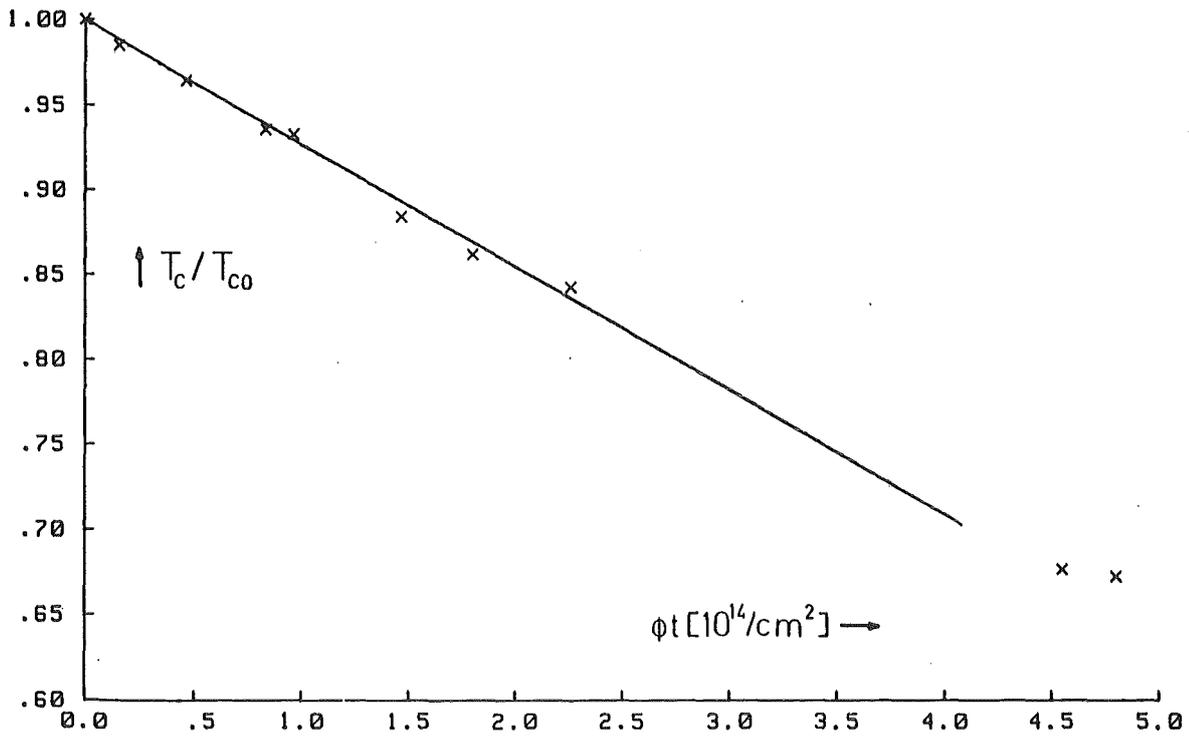


Abb.10: T_c resistiv normiert auf den Wert vor Bestrahlung, aufgetragen über der Bestrahlungsdosis. (Proben: 811/4, 830/6,7,8)

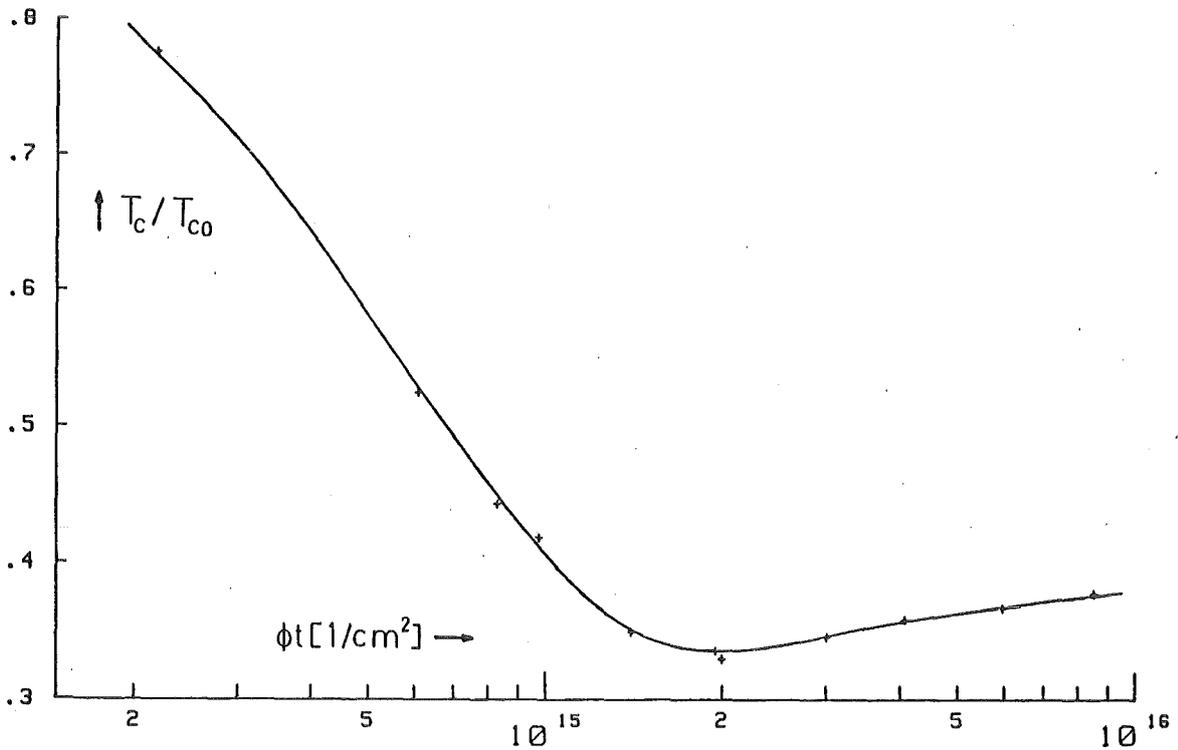


Abb.11: T_c resistiv normiert auf den Wert vor Bestrahlung, aufgetragen über der Bestrahlungsdosis. (Proben: 858/3a,b niobreich)

zwischen 4.2 K und 4.4 K liegt. Danach steigt T_c wieder um 50 - 70 mK und geht für hohe Dosen in Sättigung.

Zwei zusätzlich bestrahlte niobreiche einphasige Al₅-Proben mit Ausgangs- T_c -Werten von 12.8 K (858/3b) und 13.4 K (858/3a) zeigten ein geringfügig anderes Verhalten: Das T_c -Minimum von 4.25 K bis 4.35 K wurde schon bei $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ erreicht; der Wiederanstieg nach dem Minimum war mit 0.6 K viel stärker und bei $8 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ war der Sättigungswert noch nicht erreicht (Abb.11).

4.1.2. Breite des resistiven Phasenübergangs ΔT_c

Für die beiden in den kleinsten Dosisschritten bestrahlten Proben ergibt sich für die Übergangsbreite ΔT_c , aufgetragen über der Dosis ϕt ,

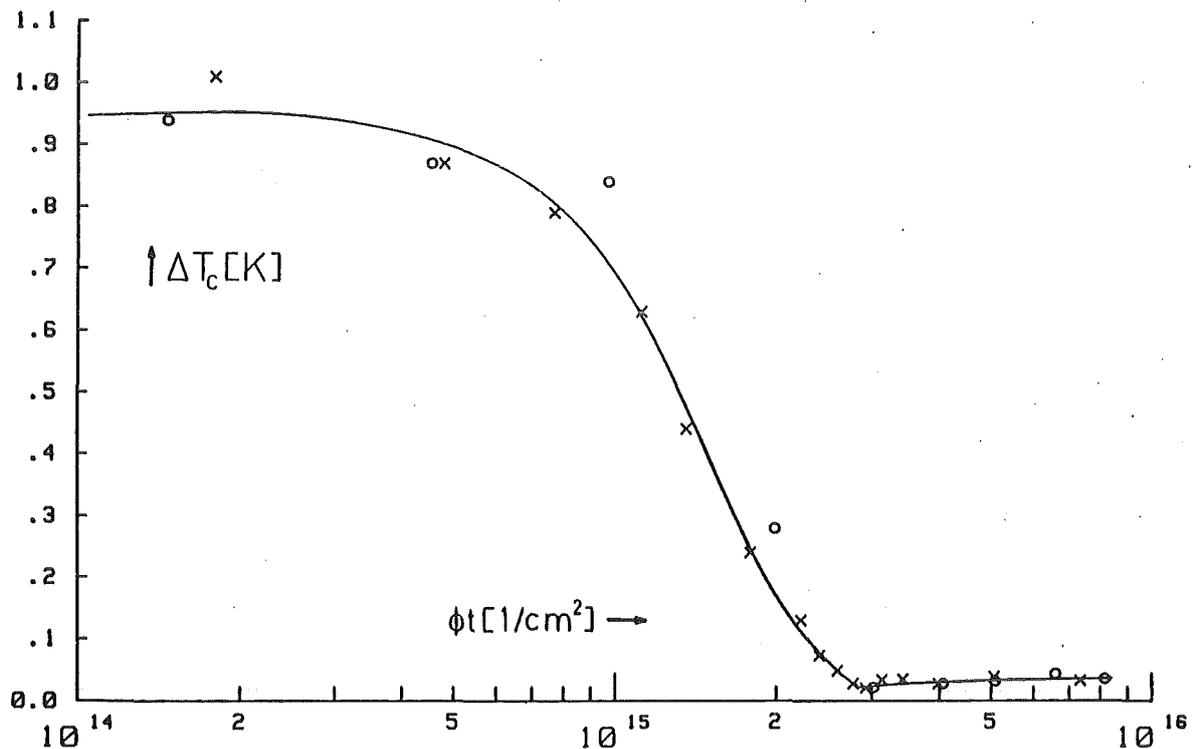


Abb. 12: Resistive Übergangsbreite als Funktion der Bestrahlungsdosis
Proben: 811/4 (X), 830/6 (O)

folgendes Verhalten (Abb.12): ΔT_c bleibt bis zu der Dosis $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ungefähr beim Ausgangswert (um 1 K), fällt dann sehr stark ab und

durchläuft bei $3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ein Minimum von ca. 50 mK. Danach steigt ΔT_c wieder etwas an, bleibt aber unter 100 mK. Die kleinen Übergangsbreiten sind eine Voraussetzung für die Messung der kleinen T_c -Änderungen jenseits des T_c -Minimums. Drei weitere Proben (830/4,5,7) zeigten in der Übergangsbreite ein relativ scharfes Maximum bei einer Dosis von $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, dies hängt aber sehr wahrscheinlich mit einer inhomogenen Bestrahlung zusammen (siehe 4.1.4.).

4.1.3. Restwiderstand $R(T_c^+)$, spezifischer Widerstand

In Abb. 13 ist der auf den Raumtemperaturwiderstand vor Bestrahlung normierte Restwiderstand in Abhängigkeit von der Dosis für die Proben

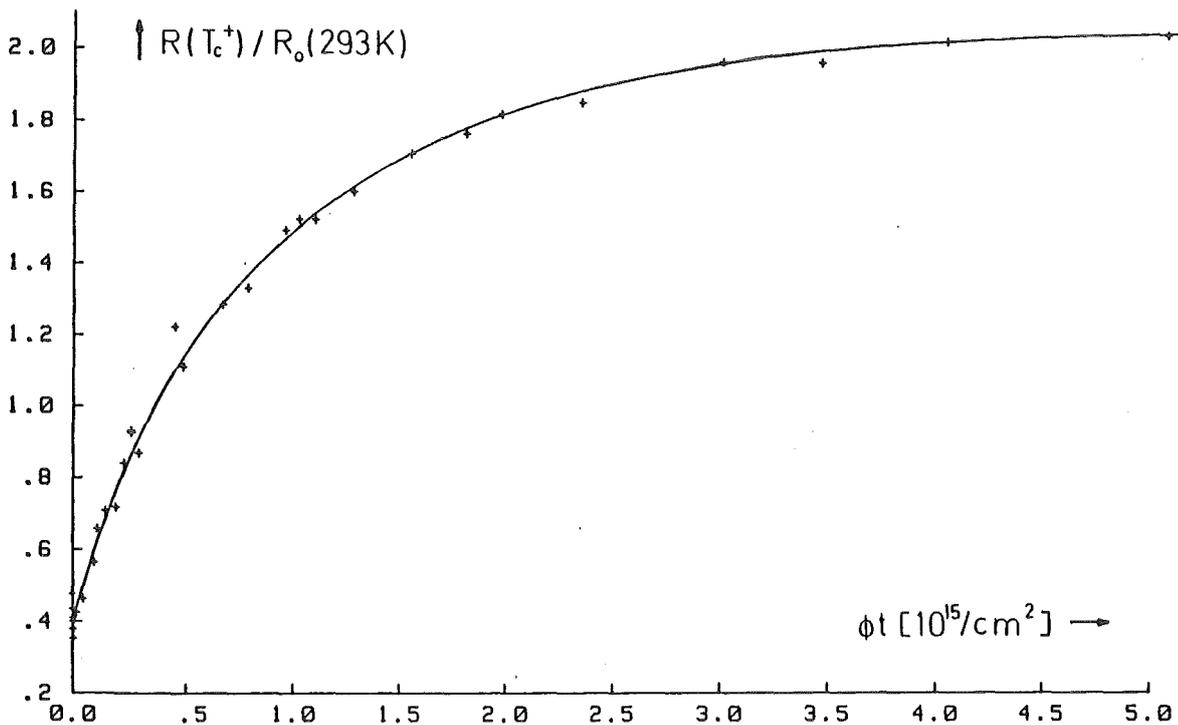


Abb.13: Restwiderstand normiert auf den Raumtemperaturwiderstand vor Bestrahlung als Funktion der Dosis. Proben: 830/3,4,6,7,8,9

830/3...9 aufgetragen. Der Restwiderstand wurde bei 25 K gemessen. Er nimmt während der gesamten Bestrahlung zu und geht für hohe Dosen in

Sättigung. Das Restwiderstandsverhältnis $RRR = R(293\text{ K}) / R(T_c^+)$ nimmt bei stöchiometrischen Proben von Ausgangswerten um 2.5 bis zu Werten von 0.98 bei hohen Bestrahlungsdosen ab, bei Nb-reichen Proben liegen die Werte vor Bestrahlung bei etwa 1.2 und nach Sättigung bei hohen Dosen bei 0.96. Für einige Proben wurden die Absolutwerte des spezifischen Widerstands bestimmt. Sie liegen für stöchiometrische Proben vor Bestrahlung bei Raumtemperatur bei $\rho(293\text{ K}) = 90\ \mu\Omega\text{cm}$ bzw. entsprechend dem Restwiderstandsverhältnis von 2.5 bei $\rho(T_c^+) = 35\ \mu\Omega\text{cm}$. Im Sättigungsbereich nach Hochdosisbestrahlung werden $180\ \mu\Omega\text{cm}$ erreicht.

4.1.4. Dosiskorrektur

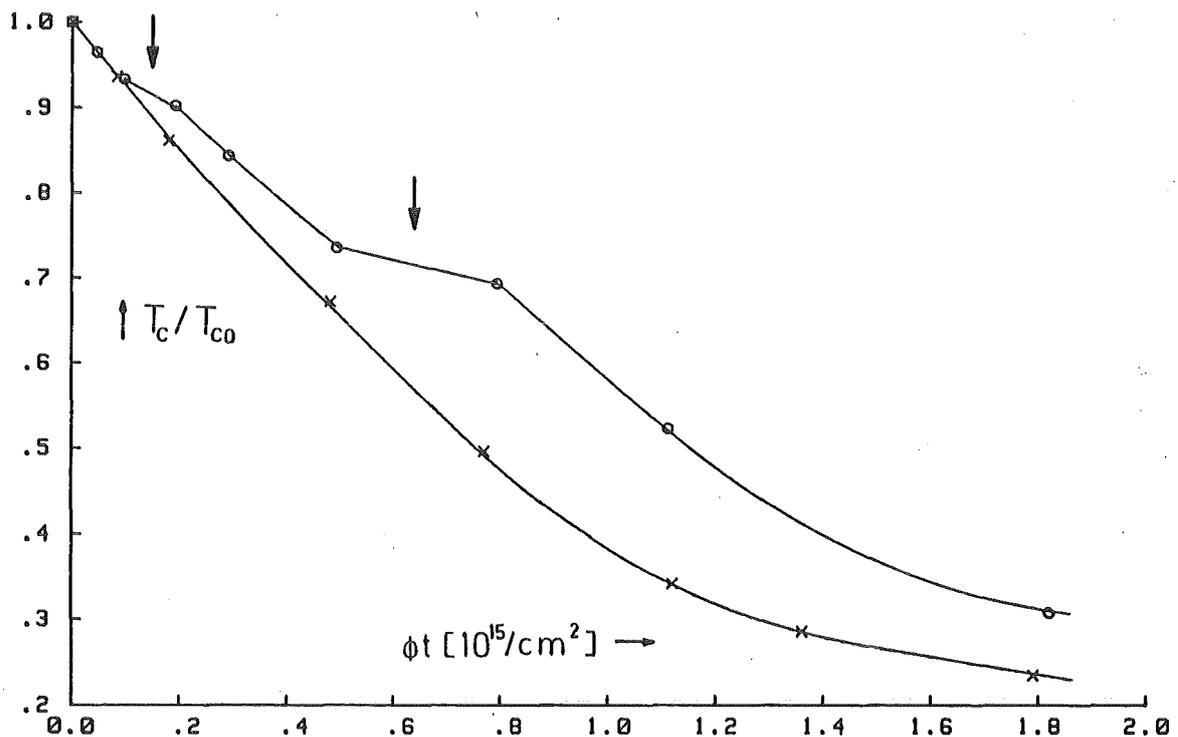


Abb.14: T_c resistiv normiert auf die Werte vor Bestrahlung über der Dosis. Proben: 811/4 (x), 830/7 (o). Die Pfeile zeigen auf die inhomogenen Bestrahlungen

Wenn man für alle Proben die gemessenen T_c -Werte über der Dosis aufträgt, liegen von sechs Proben alle Meßwerte auf der "Referenz-

kurve" der Abb.9. Bei drei weiteren Proben liegen die Meßpunkte jedoch rechts der Kurve, d.h. bei zu hoher Dosis und zwar so, daß für die jeweilige Probe der Abstand zur Referenzkurve konstant ist oder mit steigender Dosis zunimmt. Ein besonders deutliches Beispiel dafür ist die Probe 830/7, deren $T_c(\phi t)$ -Kurve zwei Stufen aufweist, ansonsten aber parallel zur Referenzkurve verläuft (Abb.14). Dies deutet auf einen Fehler in der Dosisangabe hin. Die $R(\phi t)$ -Kurve derselben Probe

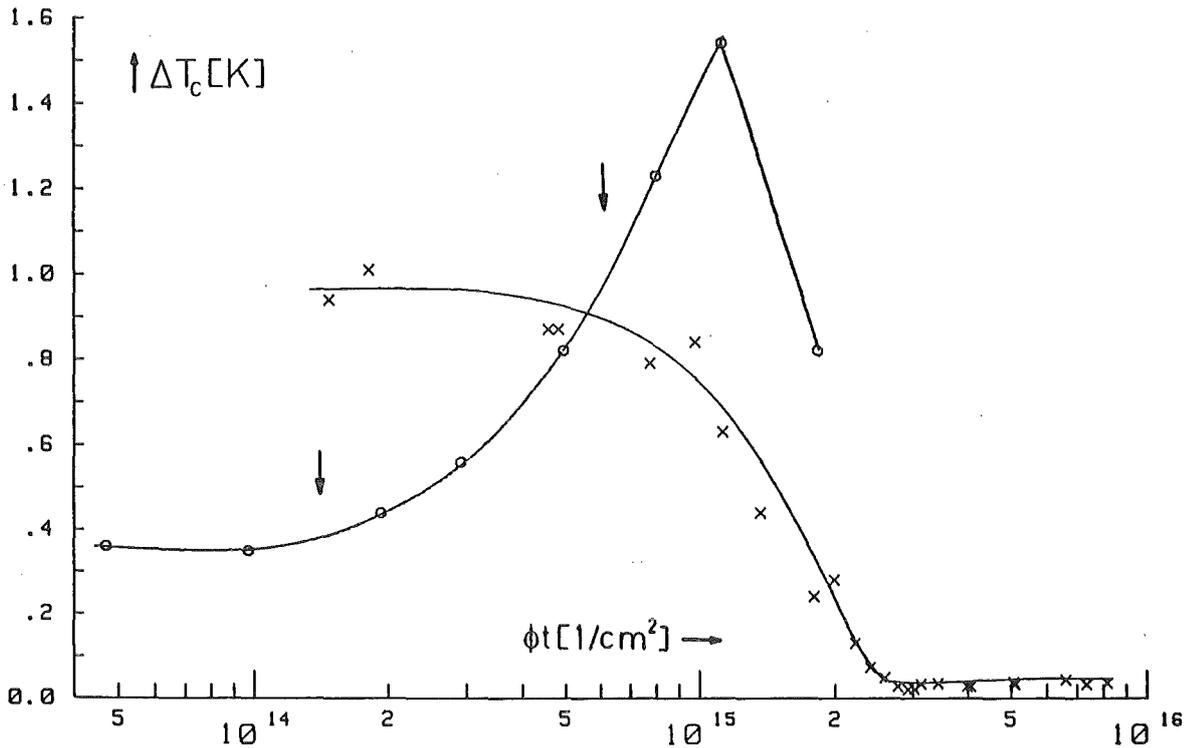


Abb.15: Resistive Übergangsbreite ΔT_c als Funktion der Bestrahlungsdosis. Die Pfeile zeigen auf die inhomogenen Bestrahlungen Proben: 811/4, 830/6 (X), 830/7 (O)

zeigt dieselbe, allerdings viel geringer ausgeprägte Verschiebung. Naheliegende Ursache dieser zu groß angegebenen Dosis ist eine inhomogene Bestrahlung der Probe. Bei Parallelschaltung von verschieden stark bestrahlten Bereichen einer Probe schlägt das höhere resistive T_c schwächer geschädigter Bereiche durch, während der Restwiderstand nur sehr viel weniger beeinflusst wird. Einen weiteren Hinweis auf inhomogene Bestrahlung liefert eine Betrachtung der

resistiven Übergangsbreiten. Im Gegensatz zu den beiden homogen bestrahlten Referenzproben 811/4 und 830/6 steigt bei einer "falschen" Dosis die Übergangsbreite der jeweiligen Probe an (Abb.15). Die Tatsache, daß die inhomogene Bestrahlung unterschiedliche Auswirkungen auf Gitterkonstante a_0 , Übergangstemperatur T_c und Restwiderstand $R(T_c^+)$ hat, muß bei den entsprechenden Korrelationen beachtet werden, z.B. sind inhomogen bestrahlte Proben für die Betrachtung der Abhängigkeiten a_0 von T_c oder $R(T_c^+)$ von T_c nur bedingt zu gebrauchen. Da die resistiv bestimmte Übergangstemperatur am empfindlichsten auf die inhomogene Bestrahlung reagiert, wurde für drei Proben (811/3, 830/4,7), deren Dosisverschiebung größer als 10 % war, die Dosis so korrigiert, daß die T_c -Werte mit dem $T_c(\phi t)$ -Verlauf der Referenzproben zur Deckung kamen (siehe Tabelle im Anhang).

4.1.5. Röntgenanalyse

Die Röntgenuntersuchungen der bestrahlten Proben konnten erst nach Ausbau aus dem Kryostaten durchgeführt werden, d.h. nach Ausheilen bei Raumtemperatur. Da aber die Ausheileffekte bezüglich Übergangstemperatur und Restwiderstand bis Raumtemperatur sehr klein sind (siehe 4.2.), ist anzunehmen, daß die Änderung der Gitterkonstanten innerhalb des Meßfehlers liegt. Die Abbildungen 16 und 17 zeigen den Gitterparameter in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis und der Übergangstemperatur. Die maximale Gitteraufweitung beträgt 1% bei einer Dosis von $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Bei größeren Fluenzen sind die Linienintensitäten so schwach, daß die Gitterkonstante nicht mehr bestimmt werden kann (Abb.18a); bei $3-5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ verschwinden die A15-Linien ganz und das Röntgenspektrum geht in das von kalt kondensiertem, amorphem Nb.₇₅Ge.₂₅ über (Abb. 2c und 18b).

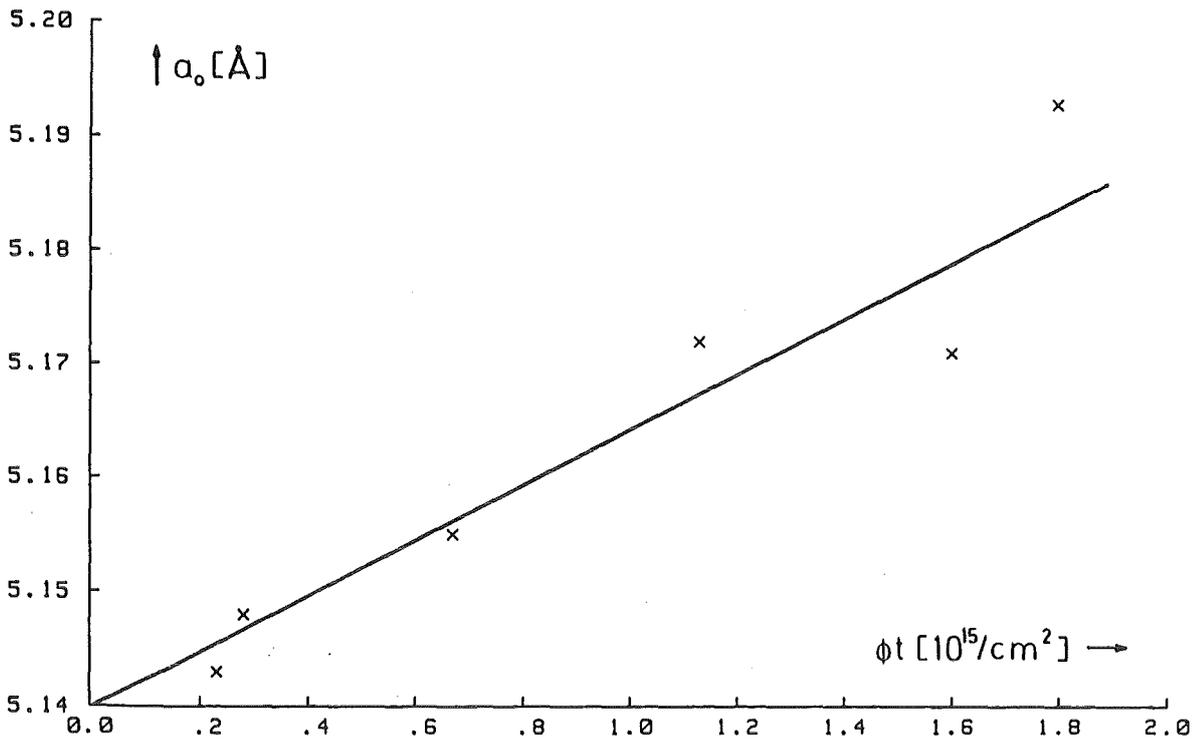


Abb.16: Gitteraufweitung bei Bestrahlung. Gitterparameter a_0 als Funktion der Bestrahlungsdosis

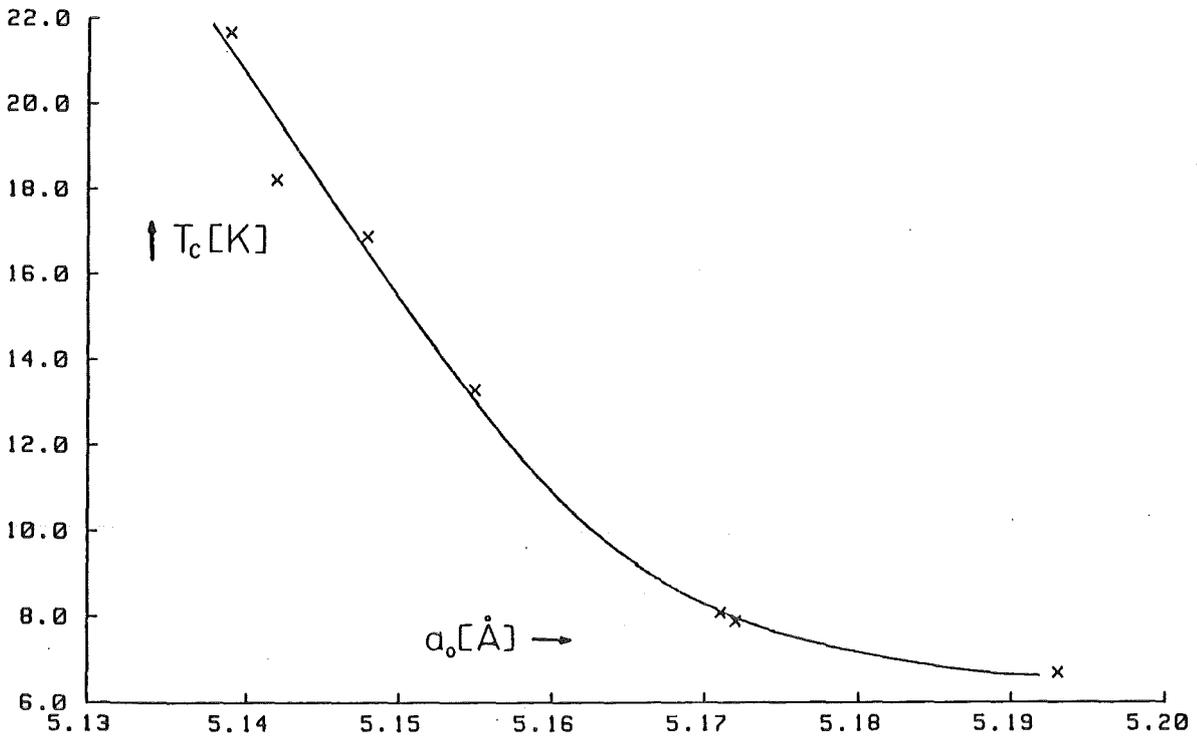


Abb.17: Resistive Übergangstemperatur T_c als Funktion des Gitterparameters a_0 bei Bestrahlung

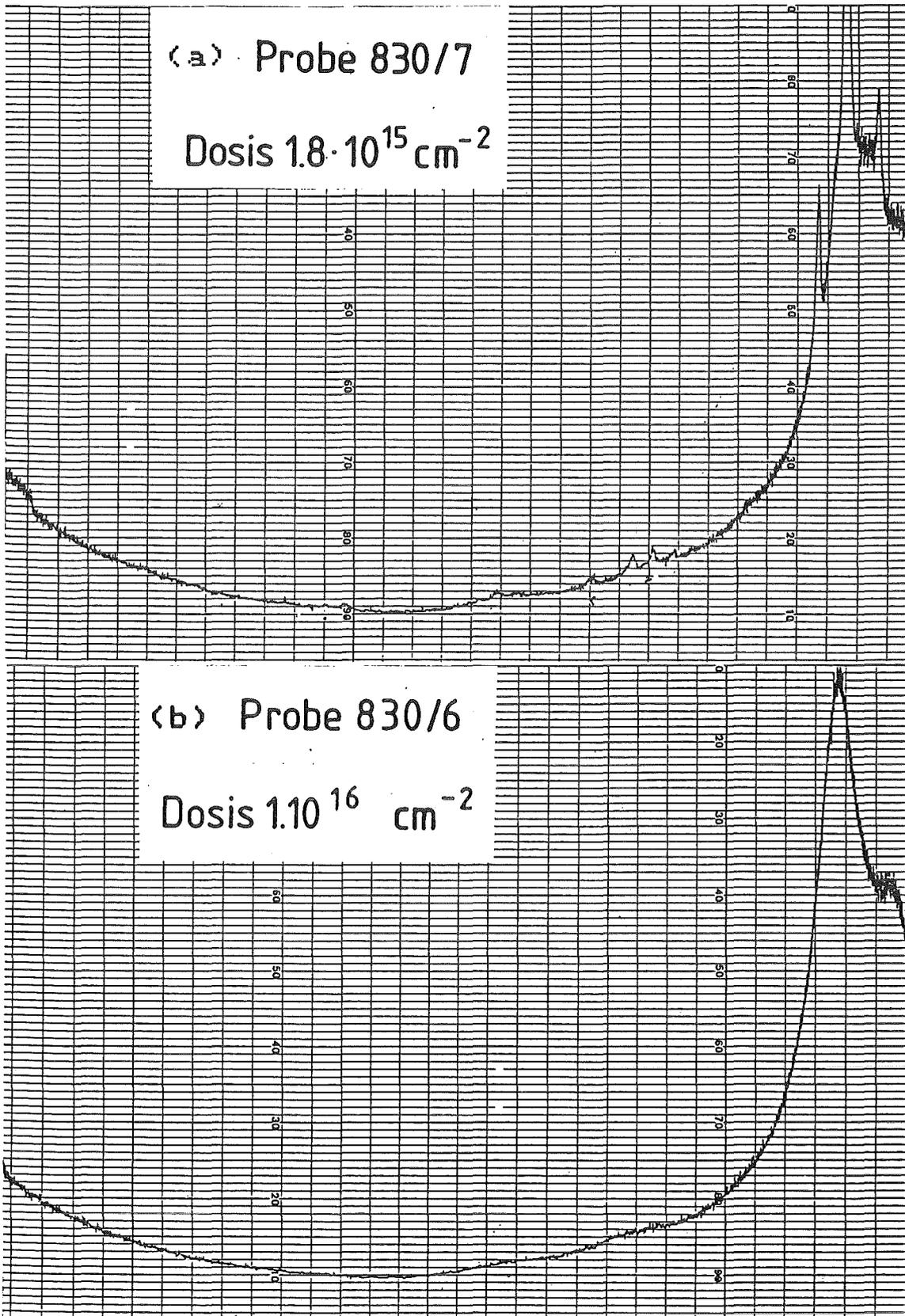


Abbildung 18 : Röntgenspektren von bestrahlten Proben

Abszisse: Theta von 76 Grad bis 14 Grad

4.2. Ausheilerggebnisse

Vor Ausbau aus dem Bestrahlungskryostaten wurden die Proben zunächst bis Raumtemperatur ausgeheilt, wonach noch einmal T_c und Restwiderstand gemessen wurden. Danach wurden die Proben bei Raumtemperatur durch Röntgenanalyse charakterisiert und bis zum Ausheilen in die A15-Phase getempert. Bei einigen Proben wurde während des Temperns der Widerstand $R(T)$ gemessen; bei den anderen wurde ohne Widerstandsmessung die Temperatur schrittweise erhöht und nach jedem Schritt T_c bestimmt.

4.2.1. Übergangstemperatur

Beim Ausheilen bis Raumtemperatur ändert sich T_c nur wenig; allerdings hängt das Vorzeichen der Änderung von der Bestrahlungsdosis ab: Bei Fluenzen kleiner als $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ steigt T_c um bis zu 0.7 K, bei hochbestrahlten Proben ($\text{Dosis} > 3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) fällt T_c um bis zu 0.3 K und liegt damit unter dem Minimums-Wert während der Bestrahlung (siehe Tabellen im Anhang). Dieses Verhalten setzt sich auch bei höheren Temperaturen fort, wie man an den Isochronen im Rohofen getemperten Proben sieht (Abb.19). Bei der niedrig-bestrahlten Probe (830/4) steigt T_c von Anfang an mit der Temperatur, wobei im Bereich $500^\circ\text{C} - 750^\circ\text{C}$ der Anstieg am stärksten ist (ca. 10 K). Die mit mittlerer Dosis bestrahlte Probe (811/3) verhält sich ähnlich, T_c bleibt jedoch bis 500°C praktisch konstant. Bei der hoch-bestrahlten Probe (830/10) sinkt T_c bis 500°C , um dann relativ steil anzusteigen. Noch extremer zeigt die gleichzeitig mitgetemperte amorphe Probe (843/7, bei LN_2 -Temperatur präpariert, röntgen-amorph) dieses Verhalten: T_c fällt beim Tempern bis 750°C auf unter 3 K und springt zwischen 750°C und 800°C auf 16 K. Alle vier genannten Proben erreichen ihr maximales T_c bei

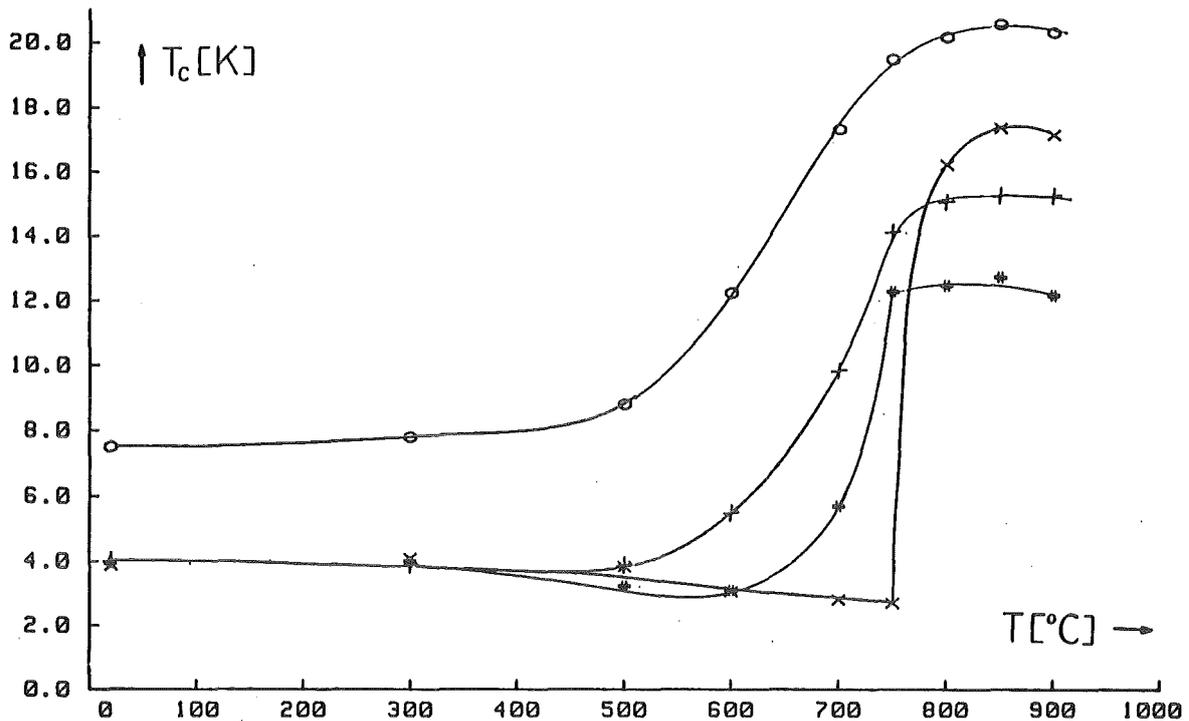


Abb.19: T_c resistiv beim isochronen Tempern (2h) als Funktion der Ausheiltemperatur. Proben: o: 830/4 (Dosis = $1.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$), +: 811/3 ($3 \cdot 10^{15}$), #: 830/10 ($8 \cdot 10^{15}$), x: 843/7 (amorph präp.)

Ausheilen bis 850°C , darüber nimmt T_c wieder etwas ab bei gleichzeitig zunehmendem Fremdphasenanteil. Abb.20 zeigt die auf die T_c -Werte vor Bestrahlung normierten Werte nach Bestrahlung und nach Ausheilen, aufgetragen über der Dosis. Dabei wurden die Fluenzen der drei inhomogen bestrahlten Proben zu niedrigeren Werten korrigiert. Die Dosisgrenze, bis zu der die Proben nach Ausheilen wieder ihre Ausgangs- T_c -Werte erreichen, liegt bei $1-1.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Ab $3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ kann man davon ausgehen, daß T_c nach Ausheilen nicht mehr höher wird als das von amorph präparierten, ausgeheilten Proben (max. etwa 17 K). Dazwischen ist der Übergang kontinuierlich, daraufhin deuten eine Probe (830/7) mit $1.3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (korr.), deren resistives T_c nach Ausheilen um 0.7 K unter dem Wert der unbestrahlten Probe bleibt, sowie eine bis $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlte Probe, deren T_c nach dem Ausheilen 19.0 K betrug, 2.7 K unter dem Ausgangs- T_c |11|.

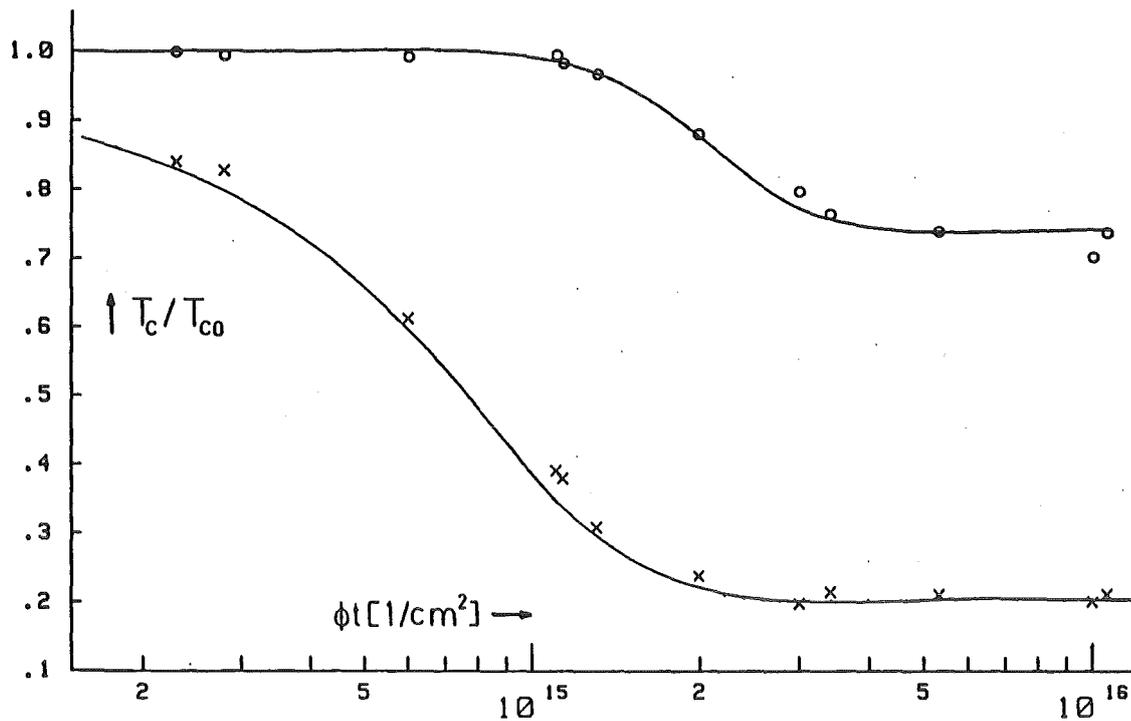


Abb. 20: T_c resistiv nach Bestrahlen (X) und nach Ausheilen (O) normiert auf die Werte vor Bestrahlung als Funktion der Dosis

4.2.2. Widerstand

Die Restwiderstandsmessung nach Ausheilen bis Raumtemperatur zeigt nur kleine Änderungen, deren Vorzeichen wie bei T_c von der Bestrahlungsdosis abhängt: bei niedrig-bestrahlten Proben (Dosis $< 2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) mit Restwiderstandsverhältnissen > 1 fällt der Restwiderstand um bis zu 4 %. Dieses Verhalten setzt sich mit steigender Ausheiltemperatur verstärkt fort. Beim Ausheilen nimmt der Widerstand zwischen Raumtemperatur (RT) und ca. 850°C kontinuierlich ab, bis vollständige Rekristallisation erreicht ist (Abb. 21, Kurve 1). Oberhalb 850°C und beim anschließenden Abkühlen ist der Temperaturkoeffizient dR/dT dann positiv wie bei normalem metallischem Verhalten. Bei den hoch-bestrahlten Proben dagegen bewirkt das Ausheilen bis Raumtemperatur eine sehr kleine Zunahme des Restwiderstandes (max. 0.7 %). Oberhalb Raumtemperatur zeigen diese Proben mit Restwiderstandsverhältnissen < 1 bis zur Rekristallisationstemperatur einen

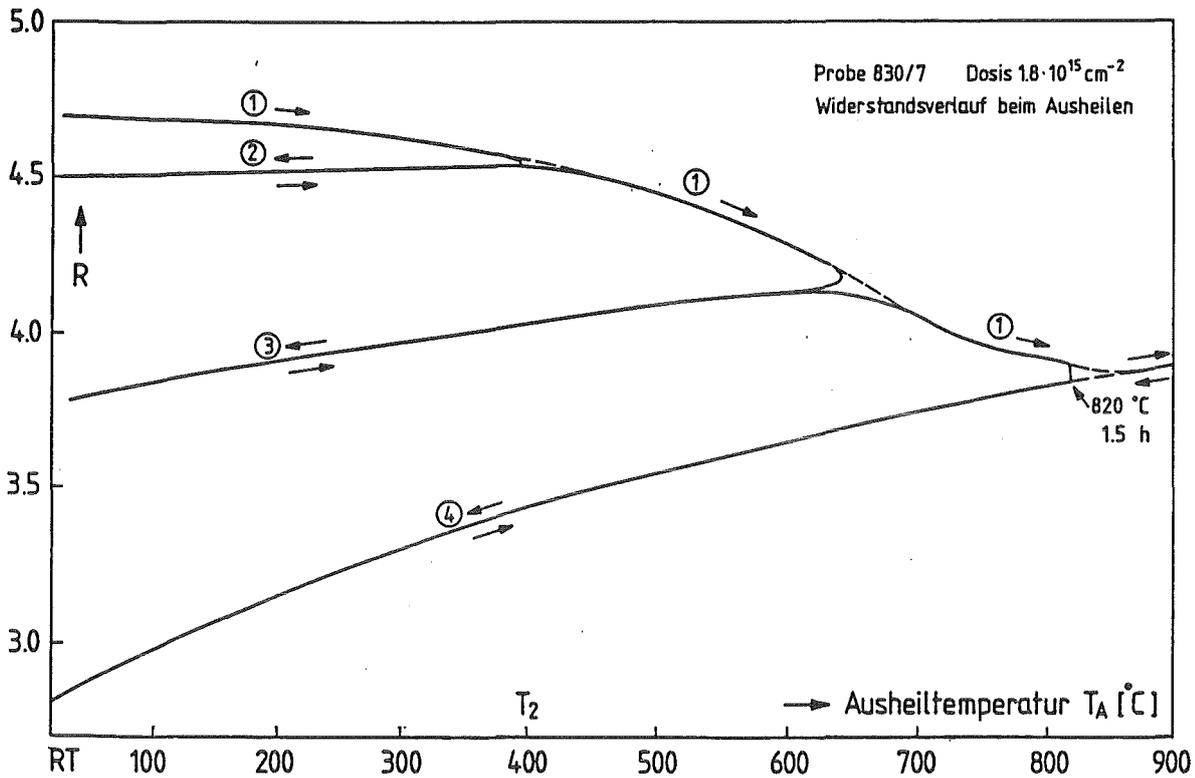


Abb.21: Widerstandsverlauf beim Ausheilen einer niedrig-bestrahlten Probe (R in beliebigen Einheiten)

R(T)-Verlauf mit negativem Temperaturkoeffizienten dR/dT wie er für amorphe Substanzen charakteristisch ist. Diese R(T)-Charakteristik kann praktisch reversibel durchlaufen werden, was das Fehlen von Ausheilprozessen dokumentiert. Erst ab einer Grenztemperatur, je nach Schädigungsgrad der Probe im Bereich von 600°C bis 800°C , tritt Rekristallisation der A15-Phase ein, was mit einer Widerstandsabnahme von 20 % in zwei Stunden verbunden ist (Abb.22, siehe auch T_c -Verhalten in Abb.19). Nach Beendigung der Rekristallisation, d.h. keinem weiteren zeitlichen Widerstandsabfall, durchläuft die Probe beim Abkühlen eine (reversible) R(T)-Charakteristik mit positivem Temperaturkoeffizienten. Der Raumtemperaturwiderstand der rekristallisierten Probe ist gegenüber dem Wert des hoch-bestrahlten Ausgangszustandes um ca. 40 % abgesenkt. Ganz ähnlich ist das Verhalten der (röntgen-) amorphen Proben, die bei LN_2 -Temperatur präpariert wurden.

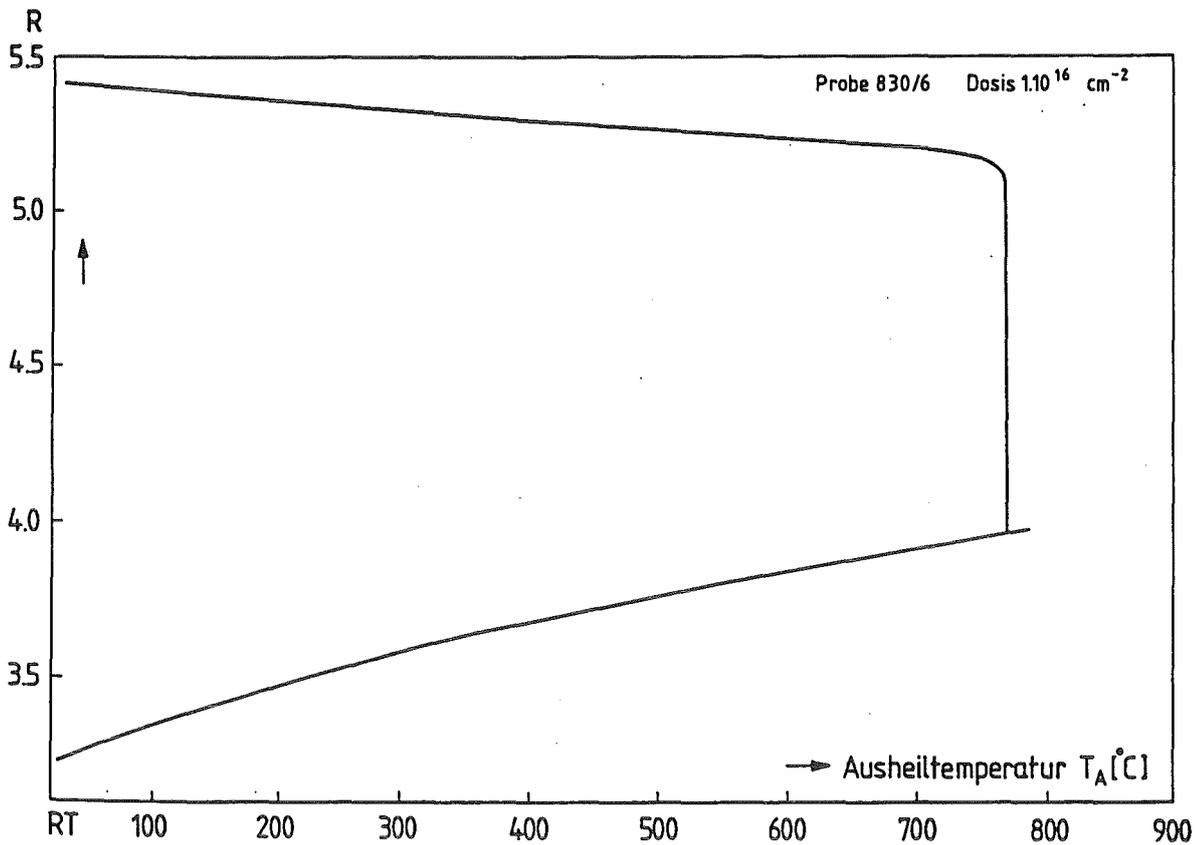


Abb.22: Widerstandsverlauf beim Ausheilen einer hoch-bestrahlten Probe (R in beliebigen Einheiten)

Auch hier tritt die Kristallisation erst bei einer wohldefinierten Grenztemperatur auf, die bei 800°C liegt, der Widerstandsabfall (Abb.23) ist noch größer als bei den hoch-bestrahlten Proben.

Für die mit mittlerer Dosis bestrahlten Proben beobachtet man beim Ausheilen $R(T)$ -Charakteristiken, bei denen die Rekristallisation bereits bei 500°C beginnt, jedoch erst bei über 800°C vollständig abgeschlossen ist.

4.2.3. Röntgenanalysen

Beim isochronen Tempern wurde nach jedem Temperschnitt auch die Gitterkonstante a_0 bestimmt. Dabei zeigte sich, daß schon bevor T_c seinen Maximalwert annimmt die Gitterkonstante nicht mehr kleiner wird. Sie erreicht bereits bei 700°C bis 750°C ihren Endwert. Dabei

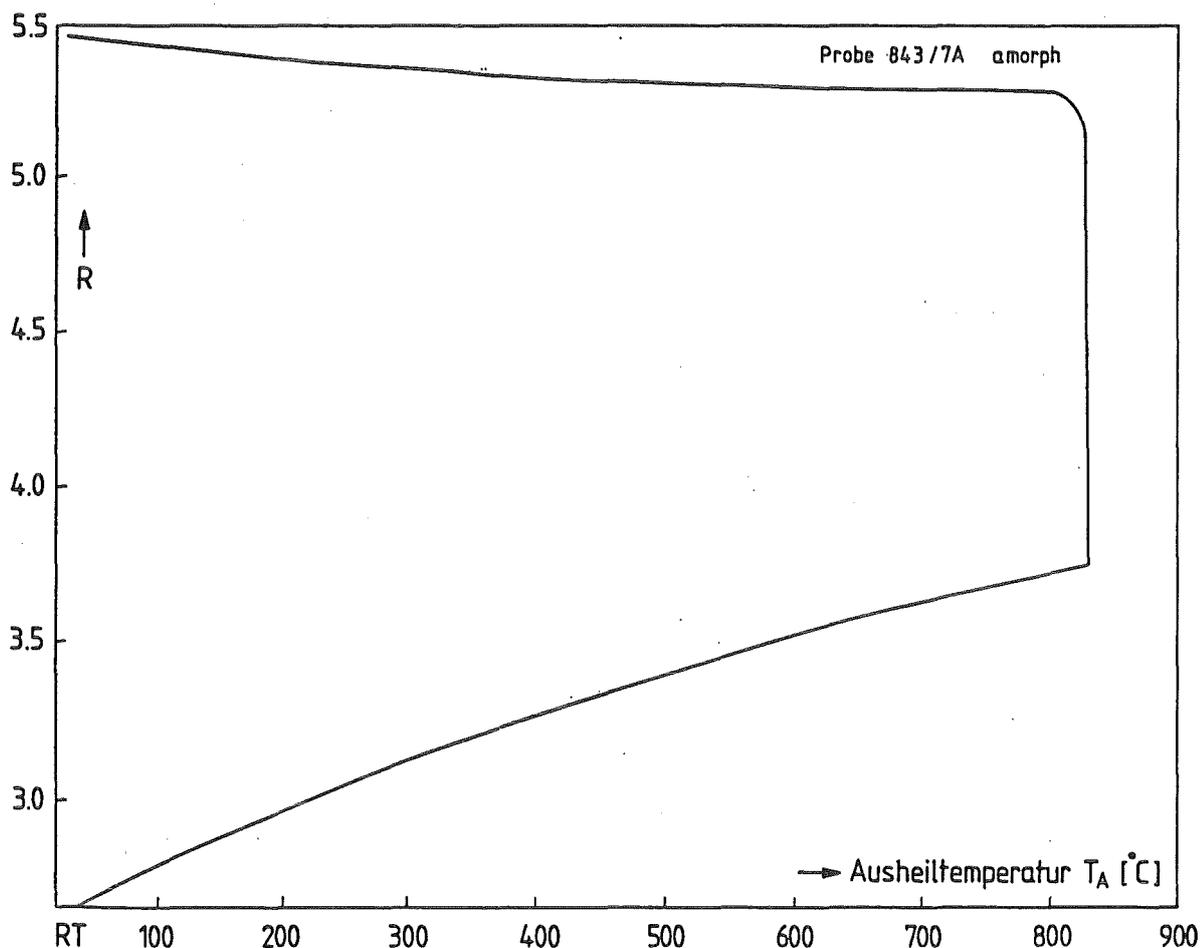


Abb.23: Widerstandsverlauf beim Ausheilen einer amorph präparierten Probe (R in beliebigen Einheiten)

erreichen nur niedrig-bestrahlte Proben ($\phi t < 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) ihren Wert vor Bestrahlung wieder, bei den restlichen bleibt das Gitter 0.2 bis 0.3 % größer. Die in stöchiometrischer 3:1-Zusammensetzung amorph präparierten NbGe-Proben zeigen nach Ausheilen bei 800°C phasenreines A15, allerdings auf einem deutlichen amorphen Untergrund. Ab 850°C nimmt bei allen Proben der Fremdphasengehalt zu.

An einigen Proben wurde nach dem Ausheilen die mittlere Korngröße aus der Breite der Röntgenreflexe abgeschätzt. Dabei ergaben sich für die niedrig-bestrahlten Proben 750 bis 840 Å, für die hoch-bestrahlten 450 bis 520 Å und für eine kalt präparierte, ausgeheilte Probe 900 Å.

5. Interpretation und Diskussion

Die Bestrahlungs- und Ausheilexperimente zeigen, daß sich die niedrigbestrahlten Proben von den hochbestrahlten in ihrem gesamten Verhalten deutlich unterscheiden.

Niedrigdosisbereich

Im Bereich niedriger Bestrahlungsdosis ($< 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) sinkt die Übergangstemperatur beim Bestrahlen mit steigender Fluenz, während der Restwiderstand zunimmt. Die Röntgenspektren zeigen noch deutlich die A15-Linien, allerdings mit verminderter Intensität und mit einer um bis zu 1% größeren Gitterkonstanten als bei unbestrahlten Proben. Nach zweistündigem Tempern bei 850°C erreichen diese niedrigbestrahlten Proben bezüglich der induktiv und resistiv bestimmten Übergangstemperaturen sowie der Gitterkonstanten wieder die Werte vor der Bestrahlung, d.h. sie können vollständig ausgeheilt werden. Dabei beginnt der Ausheilprozeß schon unterhalb Raumtemperatur und zeigt sich in der stetigen Zunahme der Übergangstemperatur sowie im stetigen Abfall des Widerstandes. Dies wird besonders deutlich, wenn man den Ausheilvorgang im Bereich der $R(T)$ -Charakteristik mit negativer Steigung ($T < 850^\circ\text{C}$) unterbricht und die Probe wieder auf Raumtemperatur abkühlt (siehe Abb.21, Kurven 2,3,4). Der Widerstand folgt dann einer reversibel durchlaufbaren $R(T)$ -Charakteristik mit positiver Steigung und niedrigerem Raumtemperaturwiderstand als zu Beginn des Ausheilvorgangs. Während auf der Kurve 1 in Abb.21 die Rekristallisation der A15-Phase und die Defektausheilung mit wachsender Temperatur kontinuierlich fortschreitet, ist z.B. auf der reversibel durchlaufbaren Kurve 2 der der Temperatur T_2 entsprechende Defektzustand eingefroren, der aber bereits metallisch kristallines

Verhalten ($dR/dT > 0$) zeigt. Der Temperaturkoeffizient ist erwartungsgemäß bei Kurve 3 mit gegenüber 2 "geordneterer" Struktur größer.

Hochdosisbereich

Mit hoher Dosis bestrahlte Proben verhalten sich sehr ähnlich wie kalt kondensierte, amorphe Proben [12]: Mit steigender Fluenz nimmt die Übergangstemperatur geringfügig zu und die Röntgenspektren zeigen nur noch die für amorphe und flüssige Materialien typischen unscharfen Maxima. Auch das Ausheilverhalten unterscheidet sich deutlich von dem der niedrig-bestrahlten Proben: Mit zunehmender Temperatur nehmen zunächst die Übergangstemperatur ab und der Restwiderstand geringfügig zu bis zur Kristallisationstemperatur T ($600 - 800^\circ\text{C}$), bei der ohne weitere Temperaturerhöhung eine starke irreversible Widerstandsabnahme auftritt. Gleichzeitig steigt T_c von ca. 3 K auf für amorph präparierte Proben nach dem Ausheilen typische Werte von 15 - 17 K und die A15-Linien erscheinen im Röntgenspektrum, wobei die Gitterkonstante um ungefähr 0.2 % größer als im unbestrahlten Zustand ist. Vor der Kristallisation haben die Proben einen negativen Temperaturkoeffizienten dR/dT , der sich durch die Ziman-Theorie für flüssige Metalle qualitativ gut erklären läßt; nach der Kristallisation ist der $R(T)$ -Verlauf metallisch mit positiver Steigung.

Übergangsbereich

Im mittleren Fluenzbereich ($1 - 5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) beobachtet man für alle gemessenen Größen Übergangsformen. Mit zunehmender Fluenz sinkt die Übergangstemperatur zunächst, geht dann durch ein Minimum und steigt danach wieder etwas an. In den Röntgenspektren findet man Überlagerungen stark geschwächter A15-Linien mit einem zunehmenden amorphen Untergrund. Der Beginn des Ausheilprozesses beim Tempern

verschiebt sich mit zunehmender Dosis zu höheren Temperaturen. Dabei ist der Ausheilprozeß durch eine irreversible Widerstandsabnahme bei gleichzeitigem Anstieg von T_c gekennzeichnet. Die nach dem Tempern erreichbaren Übergangstemperaturen sinken in dem Dosisbereich $1.5 - 3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ von 20 K auf unter 17 K.

Negativer Temperaturkoeffizient des Widerstandes bei hochbestrahlten und amorphen Proben

Es ist üblich, amorphe Stoffe als eingefrorene Flüssigkeiten zu behandeln. Damit kann man die von Ziman angegebene Beziehung für den spezifischen Widerstand von flüssigen Metallen zugrunde legen [13]:

$$\rho = \frac{3\pi}{4} * \frac{1}{\hbar^2 e^2 v_F^2 k_F^4} * \frac{1}{N} * \int_0^{2k_F} |w_s(k)|^2 * S(k) * k^3 dk$$

mit v_F, k_F : Fermi-Geschwindigkeit und -Wellenzahl

N : Anzahl der Atome

$|w_s(k)|$: Pseudo-Atomformfaktor

$S(k)$: Strukturfaktor

Bei Legierungen muß man für $w_s(k)$ und $S(k)$ jeweils Kombinationen der partiellen Pseudo-Atomformfaktoren bzw. Strukturfaktoren der Legierungskomponenten einsetzen, v_F und k_F berechnen sich dann aus der mittleren Zahl der Leitungselektronen pro Atom. Da die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes nur qualitativ erklärt werden soll, identifizieren wir $w_s(k)$ und $S(k)$ in der obigen Beziehung mit den gemittelten Werten für die Legierung NbGe. Da v_F, k_F und $w_s(k)$ praktisch unabhängig von der Temperatur sind, wird die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes durch den Strukturfaktor bestimmt. Mit

zunehmender Temperatur verschmiert der Strukturfaktor, d.h. das Hauptmaximum wird niedriger und breiter. Der Faktor k^3 im Integral bewirkt, daß der Wert des Strukturfaktors kurz vor $2k_F$ den größten Einfluß auf ρ hat. Die Temperaturabhängigkeit wird also weitgehend durch die Lage von $2k_F$ relativ zu k_p (k -Wert des Hauptmaximums des Strukturfaktors) bestimmt. Diese hängt wiederum allein von \bar{Z} , der mittleren Zahl der Leitungselektronen pro Atom, ab, wobei für $\bar{Z} \approx 1.7$ die Bedingung $2k_F = k_p$ erfüllt ist. Wenn man die Elektronen der jeweils äußersten Schale nimmt (Ge:4, Nb:1), erhält man für amorphes Nb.75 Ge.25 $\bar{Z} = 1.75$. Damit liegt $2k_F$ ziemlich genau im Hauptmaximum des Strukturfaktors. Bei Temperaturerhöhung werden $S(2k_F)$ und damit also auch der Widerstand kleiner. Der Temperaturkoeffizient des Widerstandes ist demnach negativ.

Mit diesem Bild kann man auch die geringfügige Zunahme des Restwiderstands beim Tempern hochbestrahlter Proben bis Raumtemperatur erklären. Dabei wird der Strukturfaktor durch Bestrahlen und Tempern verändert. Die Bestrahlung verschlechtert die Nahordnung, d.h. das erste Hauptmaximum im Strukturfaktor verschmiert. Tempern bewirkt das Gegenteil, nämlich eine Verbesserung der Nahordnung durch Relaxation und damit eine "Verschärfung" des Maximums im Strukturfaktor. Tempern wirkt sich also ähnlich wie Abkühlen aus; der Restwiderstand erhöht sich.

Tc-Änderung bei hochbestrahlten Proben

Der leichte Tc-Anstieg bei Bestrahlung nach dem Minimum hat vermutlich dieselbe Ursache wie die Tc-Zunahme bei Bestrahlung von amorph präparierten Nb.75 Ge.25-Proben, die von Bieger [12] beobachtet wurde. Diese Vermutung wird gestützt durch die Tatsache, daß der Tc-Anstieg

durch Tempern bis Raumtemperatur wieder rückgängig gemacht werden kann. Ausgehend von den Mc-Millan-Gleichungen [14]:

$$T_c = \frac{\theta}{1.45} \exp \left(- \frac{1.04 (\lambda + 1)}{\lambda - \mu^* (1 + 0.62 \lambda)} \right) \quad \lambda = \frac{N(E_F) \langle J^2 \rangle}{M \langle \omega^2 \rangle}$$

mit θ : Debye-Temperatur

λ : Elektron-Phonon-Wechselwirkungs-Parameter

μ^* : Coulomb-Kopplungskonstante

$N(E_F)$: elektronische Zustandsdichte an der Fermikante

$\langle J^2 \rangle$: Elektron-Phonon-Matrixelement, gemittelt über die Fermikante

M : Ionenmasse

$\langle \omega^2 \rangle$: Mittel über das Quadrat der Phononenfrequenzen

wird T_c hauptsächlich durch $\langle \omega^2 \rangle$, $N(E_F)$ und $\langle J^2 \rangle$ beeinflusst. Es gibt ein Modell [12], nach dem der Strukturfaktor $S(k)$ insbesondere im Bereich kleiner k -Werte in $\langle J^2 \rangle$ eingeht. Damit kann man über die bestrahlungsinduzierte Verschmierung des Strukturfaktors, die eine Erhöhung von $S(k)$ bei kleinen k -Werten bedeutet, den Anstieg von T_c erklären (für typische Werte ist $dT_c/d\lambda > 0$). Andererseits können sich aber auch $\langle \omega^2 \rangle$ oder $N(E_F)$ ändern; z.B. durch eine Dichteänderung bei Bestrahlung. Da der beobachtete Effekt bei stöchiometrischen Proben sehr klein ist (T_c -Änderung < 50 mK), läßt sich wohl letztlich nicht entscheiden, wodurch er verursacht wird.

Eigentlich sollte analog zum T_c -Minimum der Restwiderstand beim Bestrahlen durch ein Maximum gehen. Daß dies nicht beobachtet wird, dürfte an der inhomogenen Natur der Bestrahlung und der Strahlenschäden sowie an der Tatsache liegen, daß die T_c -Messung nur die Bereiche mit dem jeweils höchsten T_c erfaßt, während die Widerstandsmessung mehr über den gesamten gemessenen Bereich mittelt.

Modell für die Strahlenschädigung

Um die Amorphisierung durch die Bestrahlung zu beschreiben, scheint das Modell von Pande [15] am besten geeignet. Danach werden durch die Bestrahlung kleine hochgeschädigte Bereiche der Größenordnung 30 Å in einer weniger stark gestörten Matrix erzeugt. Pande geht davon aus, daß diese geschädigten Bereiche stark fehlgeordnet sind (Platzwechsel-Defekte, Leerstellen-Cluster), da bei dem von ihm untersuchten Nb₃Sn bei Bestrahlung nur die Überstrukturreflexe verschwinden [16]. Aufgrund der Abnahme der Intensitäten und des gleichzeitigen Auftretens eines amorphen Untergrundes im Röntgenspektrum, die beim Bestrahlen von Nb₃Ge beobachtet wurden, nehmen wir an, daß in diesem Fall die geschädigten Bereiche amorph sind. Da Nb₃Ge weniger stabil ist als die meisten anderen A15-Verbindungen, ist es plausibel, daß es sich leichter amorphisieren läßt [16]. Außer diesen amorphen Bereichen erzeugt die Bestrahlung auch Gitterfehler in der umgebenden Matrix in Form von Frenkelpaaren und Platzwechseldefekten, z.B. durch Ersetzungsstoßfolgen. Für die anfängliche T_c-Absenkung sind diese Gitterstörungen verantwortlich; mit zunehmender Dosis werden die amorphen Bereiche wichtiger, die über den Proximity-Effekt die Übergangstemperatur absenken [17], wenn ihre gegenseitigen Abstände in die Größenordnung der Kohärenzlänge kommen. Mit weiter steigender Dosis beginnen die amorphen Bereiche zu überlappen, sodaß ab der Dosis, bei der T_c durch ein Minimum geht ($3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$), T_c von dem amorphen Anteil geprägt wird. Bei weiterem Bestrahlen wird der verbleibende Anteil an kristallinem Material immer kleiner, sodaß die höchstbestrahlten Proben den amorph präparierten am ähnlichsten sind. Für die beobachtete Gitteraufweitung sind sowohl die amorphen Bereiche als auch die Gitterfehler in der Matrix verantwortlich. Nach Pande

[18] nehmen die hochgeschädigten, im Fall von Nb₃Ge amorphen, Bereiche ein größeres Volumen ein, als ihnen vorher im geordneten Zustand zur Verfügung und bewirken dadurch eine Gitteraufweitung in der Matrix. Von den Gitterfehlern in der schwach gestörten Matrix können insbesondere die Frenkel-Defekte die Aufweitung verursachen. Es gibt auch Modelle, die durch Annahme bestimmter Atomradien den Einfluß von Platzwechsel-Defekten auf die Gitterkonstante vorhersagen (Geller, Pauling), aber sie können nicht bei allen bestrahlten Materialien die beobachtete Gitteraufweitung erklären [19].

Tempern

Bei niedrig-bestrahlten Proben heilen die erzeugten Gitterfehler über den gesamten Temperaturbereich von der Bestrahlungstemperatur (20 K) bis 850°C aus. Dies zeigt sich im Widerstand, der mit steigender Temperatur stetig irreversibel fällt, sowie in der Übergangstemperatur, die von Anfang an steigt. Das Verhalten von hoch-bestrahlten Proben ist dagegen typisch für Kristallisationsvorgänge, da der Widerstandsabfall ebenso wie der T_c-Anstieg erst bei deutlich höherer Temperatur, dann aber relativ scharf, einsetzt. Die Abhängigkeit der Kristallisationstemperatur von der Bestrahlungsdosis deutet darauf hin, daß bei mittlerer Dosis noch A15-Fragmente in Form von Kleinstkristalliten in der Probe vorhanden sind, die beim Kristallisationsvorgang als Keime wirken: Je zahlreicher und größer die vorhandenen Keime noch sind, umso früher setzt die Kristallisation ein. Röntgenographisch konnten bis zu einer Dosis von $5 \cdot 10^{15}$ Schwefelionen pro cm² noch nieder-indizierte A15-Reflexe nachgewiesen werden. Selbst bei vorhandenen Keimen kristallisiert offenbar die amorphe Phase in eine "schlechte" A15-Phase (T_c ca. 16 K), die man auch beim Ausheilen von

kalt kondensierten Proben erhält. Möglicherweise kristallisieren auch die kleinen amorphen Bereiche von niedrig-bestrahlten Proben beim Ausheilen in diese "schlechte" A15-Phase; die sie umgebende hoch-Tc= Matrix täuscht dann jedoch sowohl resistiv als auch induktiv ein hohes Tc vor.

Ein Vergleich dieser Messungen mit Untersuchungen von Sweedler [1] an neutronenbestrahltem Nb₃Ge zeigt eine Diskrepanz. Er berichtet von einer Nb₃Ge-Probe, deren Tc durch Bestrahlung mit $5 \cdot 10^{19}$ n/cm² von 20 K auf 4 K abgesenkt wurde und die durch 30-tägiges Tempern wieder vollständig ausgeheilt werden konnte. Nach unseren Messungen würde die Übergangstemperatur einer durch Schwerionenbestrahlung entsprechend geschädigten Probe nach dem Ausheilen mindestens 3 K unter dem Ausgangswert liegen. Eine mögliche Erklärung dieser Differenz liegt in den unterschiedlichen Strahlenschäden, die Neutronen und Schwerionen verursachen: Bei Neutronenbestrahlung ist der Anteil der Gitterschäden in der Matrix geringer, der Anteil an amorphen Bereichen dagegen größer als bei Schwerionenbestrahlung. Dies äußert sich im Tc-Gitterparameter-Zusammenhang: Bei gleicher Gitteraufweitung ist die Übergangstemperatur einer s-bestrahlten Probe höher (Tc = 6 K) als die einer n-bestrahlten (Tc = 4 K). So konnte z.B. eine mit Schwefel-Ionen bestrahlte Probe, die dieselbe Gitteraufweitung wie die oben genannte n-bestrahlte Probe aufweist, bis auf 0,7 K unter ihr Ausgangs-Tc ausgeheilt werden. Die restliche Differenz ist vermutlich durch die unterschiedlichen Temperbedingungen zu erklären. Da wir so lange Temperversuche nicht gemacht haben, ist nicht auszuschließen, daß durch Langzeittempern der Grenzbereich, bis zu dem Tc nach Ausheilen den Ausgangswert vor Bestrahlung wieder erreicht, geringfügig zu höherer Dosis verschoben werden kann. Dies ändert jedoch nichts an der

Tatsache, daß nach dem Ausheilen durch Bestrahlung vollständig amorphisierte Proben nicht besser sind als amorph präparierte.

6. Zusammenfassung

Hoch-Tc Al₅-Nb₃Ge-Filme lassen sich durch Schwerionen-Tiefemperatur= Bestrahlung amorphisieren; allerdings benötigt man zur vollständigen Amorphisierung hohe Bestrahlungsdosen (Dosis > $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 20 MeV-Schwefel-Ionen). Für Bestrahlungsdosen kleiner als $1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ können die Proben durch geeignetes Tempern makroskopisch vollständig wieder ausgeheilt werden, d.h. resistiv und induktiv gemessene Übergangstemperaturen, Gitterparameter und Widerstand nehmen wieder die Werte vor der Bestrahlung an. Dabei bleibt offen, ob die Proben noch mikroskopische Schäden enthalten (z.B. kleine Bereiche mit $T_c \approx 16 \text{ K}$); dies könnte durch wiederholtes Bestrahlen mit niedrigen Dosen und jeweils anschließendes Ausheilen geklärt werden. Mit zunehmender Bestrahlungsdosis wird der amorphe Anteil der Probe größer, sodaß er ab einer Dosis von $3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ schließlich überwiegt und sich die hoch-bestrahlten Proben (Dosis > $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) wie kalt kondensierte, amorphe verhalten: Vor der Rekristallisation ist der Temperaturkoeffizient des Widerstands dR/dT negativ, der Widerstandsabfall beim Ausheilen ist auf einen sehr engen Temperaturbereich begrenzt und T_c bleibt nach dem Ausheilen unter 17 K, d.h. in dem Bereich, in dem auch kalt präparierte, amorphe Proben nach dem Ausheilen liegen. Letzteres gilt auch schon für Proben, die nur mit mittleren Dosen (> $3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) bestrahlt wurden und deren Röntgenspektrum noch stark geschwächte Al₅-Linien zeigt.

7. Tabelle der Probandaten

Probe	830/8	811/2	830/9	815/5	830/4	830/7	830/5	811/3	830/10	830/3	830/6	815/6	811/4	
unbestrahlte														
Dicke [Å]	3600	3200	3600	3600	3600	3600	3600	3200	3600	3600	3600	3600	3200	
Nb/Ge	2.6	2.5	2.4	3.1	2.9	2.6	2.6	2.5	2.4	3.0	2.6	3.1	2.4	
Tc [K]	21.7	20.4	21.7	20.7	20.7	21.7	21.2	20.0	18.1	20.4	21.3	20.7	21.3	
R(293K) [Ω]	5.788	7.338	6.377	5.407	5.362	5.427	***	8.106	9.138	5.888	5.397	6.304	7.691	
R(25K) [Ω]	2.195	3.053	2.612	2.499	2.333	1.911	***	3.503	7.188	2.425	2.162	2.462	2.695	
a _s [Å]	5.142	5.143	5.139	5.145	5.140	5.138	5.140	5.143	5.141	5.140	5.141	5.141	5.138	
bestrahlte														
φt nom [10 ¹⁵ cm ⁻²]	0.23	0.28	0.67	1.13	1.56	1.82	3.30	3.86	5.36	5.65	10.1	10.6	12.0	
φt korr [10 ¹⁵ cm ⁻²]	--	--	0.6	--	1.1	1.3	3.0	3.4	--	5.3	--	--	--	
Tc [K]	18.25	16.88	13.29	7.93	8.06	6.69	4.22	4.342	4.162	4.321	4.275	4.424	4.368	
R(25K) [Ω]	4.867	(5.596)	8.194	(7.451)	9.157	9.569	***	(13.789)	12.145	10.237	11.022	(11.404)	(14.083)	
Tc [K]	18.66	17.21	13.94	8.22	8.69	6.83	4.20	4.097	4.019	4.224	4.142	4.175	4.041	
R(293K) [Ω]	6.819		8.734		9.067	9.421	***		11.719	9.891	10.639			
R(25K) [Ω]	4.688	(5.396)	8.068	(7.357)	9.141	9.558	***	(13.850)	12.234	10.303	11.100	(11.456)	(14.176)	
a _s [Å]	5.143	5.148	5.155	5.172	5.171	5.193	- - -	- - -	nicht mehr meßbar				- - -	
ΔTc [K]	0.41	0.33	0.65	0.29	0.63	0.14	-0.02	-0.245	-0.043	-0.097	-0.133	-0.249	-0.327	
ΔR(25K)/R(25K) [%]	-3.7	(-3.6)	-1.5	(-1.3)	-0.2	-0.1	***	(0.4)	0.7	0.6	0.7	(0.5)	(0.7)	
ausgehellt														
Tc [K]	21.7	20.3	21.6	20.5	20.6	21.0	16.9	15.3	12.0	15.1	15.0	15.3	***	
a _s [Å]	5.141	5.143	5.137	5.152	5.148	5.143	5.155	5.154	5.154	5.155	5.149	5.149	***	
RRR	2.53	2.01	2.39	1.93	1.88	2.02	1.54	1.53	1.26	1.38	1.32	1.30	***	
ρ [μΩ cm]	98		95		87	88	99		105	100	108		***	

Bei den eingeklammerten Widerstandswerten war die Trennung zwischen Strom- und Spannungs-Kontakten nicht einwandfrei.

*** Widerstandsmessung unzuverlässig (3-Punkt-Messung)

+++ Werte nach Ausheilen unzuverlässig (Ausheiltemperatur zu hoch)

ΔTc und ΔR/R bedeuten die Änderungen bei Ausheilen bis Raumtemperatur (RT)

8. Literaturverzeichnis

- 1 A.R.Sweedler, D.E.Cox, S.Moehlecke: J. of Nucl. Mat. 72 (1978), 50
- 2 B.Krevet, W.Schauer, F.Wüchner: KfK-Report 2579 (Okt. 1978)
- 3 B.Krevet, W.Schauer, F.Wüchner: Appl. Phys. Lett. 36 (1980), 704
- 4 H.Krischner: Einf. in die Röntgenfeinstrukturanalyse, Vieweg 1980
- 5 R.Feder, B.S.Berry: J. Appl. Cryst. 3 (1970), 372
- 6 H.Neff: Grundlagen und Anwendung der Röntgenfeinstrukturanalyse, R.Oldenburger, München (1962)
- 7 M.Konrad: KfK-Report 3244 (Nov. 1981)
- 8 W.K.Chu, J.W.Mayer, M.A.Nicolet: Backscattering Spectrometry, Academic Press (1978)
- 9 U.Littmark, J.F.Ziegler: Handbook of Range Distributions of Energetic Ions in all Elements, Vol. 6, Pergamon Press (1980)
- 10 P.Müller, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg (1980)
- 11 Ch.Nölscher, private Mitteilung
- 12 J.Bieger, H.Adrian, P.Müller, G.Saemann-Ischenko, E.L.Haase: Sol. State Comm., Vol. 36 (1980), 979
- 13 J.M.Ziman: Principles of the Theory of Solids, Cambridge at the University Press, (1972)
- 14 W.L.McMillan: Phys. Rev., Vol.167, Nr.2 (1968), 331
- 15 C.S.Pande: Sol. State Comm., Vol.24 (1977), 241
- 16 A.R.Sweedler, C.L.Snead jr., D.E.Cox: Treatise on Materials Science and Technology, Vol.14, 349, Academic Press (1979)
- 17 C.S.Pande: J. of Nucl. Mat. 72 (1978), 83
- 18 C.S.Pande, R.Viswanathan: Sol. State Comm., Vol.44 (1982), 1609
- 19 R.Flückiger, private Mitteilung