

Академик АН УССР Б. Г. ЛАЗАРЕВ, Е. Е. СЕМЕНЕНКО,
В. И. ТУТОВ, Л. А. КОРНИЕНКО, С. А. ДЕЙНЕКО

О СТРУКТУРНОМ СОСТОЯНИИ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ МОДИФИКАЦИИ БЕРИЛЛИЯ, СТАБИЛИЗОВАННОГО ПРИМЕСЬЮ АЛЮМИНИЯ

Как показано ранее (¹⁻³), сверхпроводящая модификация бериллия, образованная конденсацией при низких температурах, стабилизируется к отогреву примесями. При этом изучены как неметаллические (³), так и металлические (¹) примеси. Наиболее эффективной оказалась примесь алюминия, вводимая в бериллий при совместной конденсации паров этих металлов.

При посадке на подложку, охлаждаемую жидким гелием, можно отогревать слои до комнатной температуры, при этом T_c понижалась на $\sim 1,5^\circ \text{K}$. Более того, такой смешанный слой, полученный на подложке, охлаждаемой жидким азотом, имеет резко выраженный сверхпроводящий переход в интервале $8,5-6^\circ \text{K}$ (⁴) и также стабилен к отогревам до комнатной температуры. Это означает, что структурное состояние слоев, образованных как с охлаждением подложки жидким азотом, так и с охлаждением жидким гелием, очень близко. Последнее обстоятельство позволяет провести исследование структурного состояния таких слоев.

Настоящее сообщение посвящено изложению результатов электронографического исследования слоев BeAl толщиной $\sim 1000 \text{ \AA}$ с соотношением компонент 70% Be и 30% Al с одновременным измерением их сверхпроводящих свойств.

Методика получения слоев в основном использована та же, что и описанная ранее (два одновременно работающих испарителя) (¹). Отличие заключалось в том, что контрольный слой для определения сверхпроводящих свойств образовывался на стеклянной подложке, охлаждаемой жидким гелием, а слой, подлежащий структурному исследованию, образовывался на угольной подложке толщиной $\sim 150 \text{ \AA}$, расположенной на металлическом экране, находящемся в тепловом контакте со стеклянной подложкой. Так как слои получали в одном эксперименте, то они имели одинаковый состав и одну и ту же толщину.

Хотя конденсация слоя происходила с очень малой скоростью ($\sim 3 \text{ \AA}$ в 1 сек.), возможно, температуры, при которых образовывались слои, были различны. Однако, исходя из того, что при таком темпе конденсации контрольный слой в процессе конденсации является сверхпроводящим при внешней температуре ванны $4,2^\circ \text{K}$, т. е. нет его существенного нагревания, и что слои, образованные конденсацией даже при температуре 77°K , имеют достаточно высокую температуру сверхпроводимости, можно считать, что слой для электронографических исследований по структуре близок к контрольному.

Электронографические исследования проведены на одних и тех же образцах, выдержанных при комнатной температуре в течение 20 и 30 суток, а также после последующего нагрева до 400°K . Электронографические исследования проведены на электронном микроскопе УМВ-100 К с использованием двойного конденсатора. Освещение объекта электронным пучком не приводит при этом к повышению температуры более чем на 10° .

Одновременно проводили измерения сверхпроводящих свойств (T_k , H_k) контрольного образца.

Электроннографические дифракционные картины показали, что слои представляют собой смесь кристаллитов бериллия и алюминия (рис. 1). Средний размер кристаллитов, определенный по полуширине дифракционных максимумов, для бериллия составляет ~ 90 Å и практически не меняется при комнатной температуре со временем отжига, для алюминия средний размер в этом же временном интервале растет от 60 до 80 Å. Это также находит подтверждение в ходе кривых сверхпроводящего перехода: часть перехода, определяемая бериллием, остается крутой, а по мере роста кристаллитов алюминия появляется «хвост» кривой, тянущийся до более низких температур и свидетельствующий о происходящем при этом разрыве сплошности бериллиевых сверхпроводящих путей (рис. 2) (рис. 1 см. вкл. к стр. 842).

Приведенные данные позволяют более определенно, чем в (⁴), сделать вывод о механизме стабилизации сверхпроводящей модификации бериллия примесью алюминия: чисто бериллиевый слой, находящийся в крайне неравновесном состоянии, рекристаллизуется при отогреве лишь до 40–50° К (⁴, ⁵); такому процессу препятствуют внедренные в этот слой кристаллиты алюминия. Заметим, что в таком слое оказывается стабилизированной не только метастабильная фаза бериллия, но также и алюминия — даже после отогрева до 400° С сверхпроводимость слоя появляется при 2° К, т. е. при температуре очень тонких слоев алюминия, стойких к отогреву (⁶).

Заметим, что электронограммы по интенсивности линий давали возможность дополнительно судить о концентрационном содержании компонент.

Кроме T_k , определяли критические магнитные поля в интервале 4,2–2° К при различной продолжительности отжига при комнатной температуре, что дополняет информацию о происходящем процессе в бериллиевой фазе. Поперечное критическое магнитное поле при 0° К, полученное экстраполяцией кривой $H_k(T)$ для слоя, отожженного в течение 20 суток при комнатной температуре, составило $0,8 \cdot 10^4 T_k$ (65 000 э). Напомним, что для слоя чистого бериллия, сконденсированного при 4,2° К и не подвергавшегося отогреву, поперечное $H_k(0)$ составляло $1,5 \cdot 10^4 T_k$ (⁷). Такое сравнительно небольшое снижение H_k при отжиге свидетельствует о стабилизации в смешанном слое метастабильной фазы бериллия, ответственной за ее высокотемпературные параметры.

Использованная в настоящей работе методика пока не позволила изучить слои непосредственно при температуре их образования, поэтому пока не ясна, например, причина расхождения этих данных с данными японской работы (⁹), в которой авторы находят у слоев свежесконденсированного бериллия толщиной ~ 1000 Å аморфную структуру. Правда, последнее не подтвердилось исследованиями таких слоев разной толщины; например, по мере роста толщины конденсируемого слоя его Холл-эффект плавно возрастает к значению у кристаллического металла (¹⁰), т. е. слой

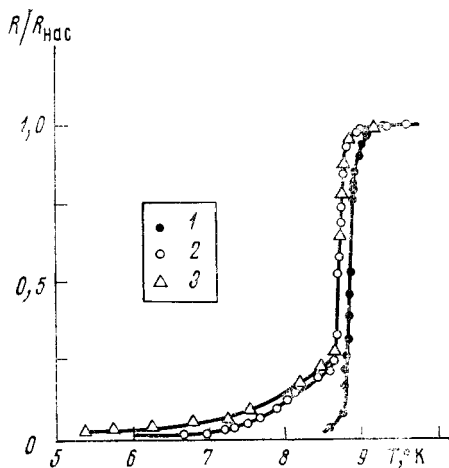


Рис. 2. Кривые сверхпроводящего перехода слоя. 1 — слой, выдержанный при комнатной температуре в течение 1 суток; 2 — слой, отожженный при комнатной температуре 20 суток; 3 — слой, выдержанный при комнатной температуре 30 суток

бериллия в свежесконденсированном состоянии весьма неоднороден. Это же подтверждено и особенностями хода разрушения сверхпроводимости магнитным полем (⁷).

Таким образом, пока не ясно, какая из фракций бериллия обладает высокими сверхпроводящими свойствами. Возможно, существует новая (аморфная) нестабильная модификация, подобно тому как это имеет место, например, у висмута или галлия (¹¹). Примененная методика, к сожалению, не позволяет выделить малые (<10%) концентрации новой фазы.

Другая возможность заключается в том, что в слоях, образованных столь неравновесным способом, очень велики искажения кристаллической решетки, что приводит к повышению T_K (⁶). Например, у слоев алюминия, образованных конденсацией на подложке, охлажденной жидким гелием, T_K повышается в ~ 4 раза. В случае бериллия приходится допустить повышение T_K в ~ 300 раз (от $0,026^\circ\text{K}$ для массивного металла до $\sim 9^\circ\text{K}$ в конденсированных слоях). Этому должно соответствовать появление длинноволновой части в фононном спектре бериллия.

Существенно заметить, что, как было показано Бубликом и Пинесом (⁸), слои BeAl, полученные совместной конденсацией на подложку при комнатной температуре, были «аморфными» при значении толщины <30 Å. Слои толще 100 Å представляли собой высокодисперсную кристаллическую смесь компонент.

Физико-технический институт
Академии наук СССР
Харьков

Поступило
24 VIII 1973

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ Б. Г. Лазарев, Е. Е. Семененко, В. И. Тугов, ДАН, т. 204, в. 4, 837 (1972).
² Н. Е. Алексеевский, В. И. Цебро, Е. И. Филиппович, Письма ЖЭТФ, т. 13, 242 (1971).
³ Н. Е. Алексеевский, В. И. Цебро и др., там же, т. 15, 668 (1972). ⁴ Б. Г. Лазарев, Е. Е. Семененко, А. И. Судовцев, ЖЭТФ, т. 40, 105 (1961). ⁵ Б. Г. Лазарев, В. М. Кузьменко и др., ФММ, т. 32, 52 (1971). ⁶ Б. Г. Лазарев, Е. Е. Семененко, В. М. Кузьменко, ФФМ, т. 23, 651 (1967); M. Strongin, O. F. Kammerer, A. Paskin, Phys. Rev. Lett., v. 14, 23 (1965). ⁷ Б. Г. Лазарев, Л. С. Лазарева и др., ДАН, т. 196, 1063 (1971).
⁸ А. И. Бублик, Б. Я. Пинес, Тр. Физического отд. Физико-матем. ф-та Харьковск. гос. ун-та, т. 29, в. 3, 75 (1952). ⁹ S. Fujime, Jap. J. Appl. Phys., v. 5, 59 (1966).
¹⁰ Б. Г. Лазарев, В. М. Кузьменко и др., ФММ, т. 32, 831 (1971). ¹¹ H. Bulow, W. Buckel, Zs. Phys., B. 145, 141 (1956).