

Präparation von V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten und ihre kritischen Stromstärken in transversalen Magnetfeldern bis 90 kOe

Von C. MÜLLER, G. OTTO und E. SAUR

Institut für Angewandte Physik der Universität Gießen

(Z. Naturforschg. **19 a**, 539—541 [1964]; eingegangen am 6. Februar 1964)

Herrn Professor Dr. E. JUSTI zum 60. Geburtstag gewidmet

Die Präparation von V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten aus der Dampfphase wird beschrieben und der Einfluß der Präparationsbedingungen auf die Übergangskurven dieser Schichten behandelt. Die Kurven kritischer Stromstärken für solche Schichten werden in transversalen Magnetfeldern bis 90 kOe gemessen. Die kritischen Stromkurven für V-Ga-Schichten verlaufen im Gebiet hoher Feldstärken wesentlich flacher, für V-Si-Schichten steiler als die Kurven vergleichbarer Nb-Sn-Schichten.

I. Präparation der V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten

Über das Verfahren zur Präparation von V-Ga- und V-Si-Oberflächenschichten durch Diffusion von Gallium bzw. Silicium aus der Dampfphase in Vanadiumdrähte ist bereits kurz berichtet worden¹. Der freischwebende, nur an den beiden Enden unterstützte Vanadiumdraht mit einer Mindestreinheit von 99,8% und 0,5 mm Durchmesser wird in einem evakuierten und abgeschmolzenen Quarzrohr geeigneter Wandstärke bei Temperaturen zwischen 700 und 1300 °C mit Gallium- bzw. Silicium-Dampf zur Diffusion gebracht.

Die für V-Ga-Schichten mit 20 Stdn. Diffusionszeit früher¹ wiedergegebenen Übergangskurven zur Supraleitung werden mit steigender Diffusionstemperatur bis 1100 °C bei zunehmenden kritischen Temperaturen steiler. Für noch höhere Diffusionstemperaturen werden die Übergangskurven bei abnehmenden Sprungtemperaturen wieder flacher. Die maximale kritische Temperatur so hergestellter V-Ga-Dampfphasenproben beträgt 15,0₅ °K. Dieser Wert ist niedriger als die Sprungtemperatur (16,5 °K) von im Lichtbogen geschmolzenen V₃Ga-Proben² und die maximale kritische Temperatur (16,4₅ °K) von im Vanadiummantel gesinterten V₃Ga-Proben¹. Unter Verwendung eines lose verschlossenen Al₂O₃-Rohres als Einlage zum Schutz gegen Reaktion des Galliumdampfes mit Quarz präparierte³ V-Ga-Diffusionsschichten zeigen praktisch

dasselbe Supraleitungsverhalten. Mikroaufnahmen zeigen, daß der Aufbau der V-Ga-Diffusionsschichten ebenso komplex ist wie derjenige von Nb-Sn-Dampfphasenschichten⁴. Möglicherweise hat keine der Teilschichten die stöchiometrische Zusammensetzung V₃Ga.

Das Supraleitungsverhalten der V-Si-Diffusionsschichten ist ganz analog¹, nur daß hier bereits durch Diffusion bei 1000 °C während 20 Stdn. eine steile Übergangskurve mit dem Maximum der kritischen Temperatur von 16,9₅ °K erzielt wird. Dieser Wert stimmt mit der Sprungtemperatur (17,0 °K) von im Lichtbogen geschmolzenen V₃Si-Proben⁵ und mit der für im Vanadiummantel gesinterten V₃Si-Proben¹ (16,9₄ °K) praktisch überein. Für Diffusionstemperaturen über 1000 °C werden die Übergangskurven bei abnehmenden Sprungtemperaturen wieder flacher.

Inzwischen ist der Einfluß der Diffusionsbedingungen (Temperatur und Zeitdauer) auf Form und Lage der Übergangskurven zur Supraleitung für V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten eingehend untersucht worden. Von den Ergebnissen dieser Untersuchung sollen hier in Abb. 1 und 2 als Beispiele die Übergangskurven der beiden Schichten mit 1000 °C Diffusionstemperatur und Diffusionszeiten zwischen 2 und 100 Stdn. mitgeteilt werden. Die Übergangskurven der V-Ga-Schichten (Abb. 1) werden mit zunehmender Diffusionszeit bis 100 Stdn. steiler unter asymptotischem Anstieg der kritischen Temperatur bis zum Wert 15,1 °K. Das Verhalten der V-Si-

¹ D. KOCH, G. OTTO u. E. SAUR, Phys. Lett. **4**, 292 [1963].

² E. A. WOOD, V. B. COMPTON, B. T. MATTHIAS u. E. CORENZWIT, Acta Cryst. **11**, 604 [1958].

³ E. SAUR u. C. VOEPPEL, Z. Phys. **176**, 474 [1963].

⁴ L. RINDERER u. E. SAUR, Z. Phys. **176**, 464 [1963].

⁵ G. F. HARDY u. J. K. HULM, Phys. Rev. (2) **93**, 1004 [1954].

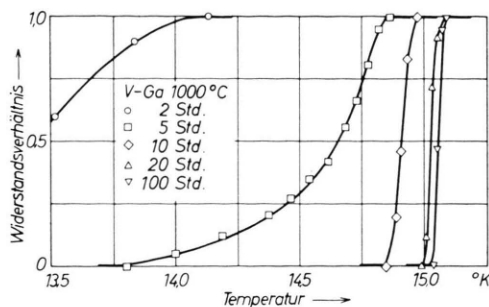


Abb. 1. Übergangskurven von V-Ga-Diffusionsdrähten (0,5 mm $\varnothing$) in Abhängigkeit von der Diffusionszeit bei 1000 °C.

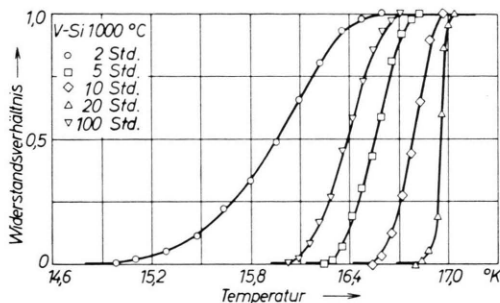


Abb. 2. Übergangskurven von V-Si-Diffusionsdrähten (0,5 mm $\varnothing$) in Abhängigkeit von der Diffusionszeit bei 1000 °C.

Schichten (Abb. 2) ist bis zu Diffusionszeiten von 20 Stdn. ganz entsprechend. Mit einer Diffusionszeit von 20 Stdn. wird in diesem Fall die maximale Sprungtemperatur von $16,9_3$ °K erreicht, verbunden mit einem steilen Übergang zur Supraleitung. Die Übergangskurven von V-Si-Schichten mit längeren Diffusionszeiten werden bei abnehmender Sprungtemperatur wieder flacher. Die Ergebnisse bei anderen Diffusionstemperaturen sind analog. Ganz allgemein kann dasselbe Ergebnis in bezug auf Steilheit der Übergangskurve zur Supraleitung und Höhe der Sprungtemperatur durch kurzzeitige Diffusion bei hoher Temperatur oder durch entsprechend länger dauernde Diffusion bei niedriger Temperatur erzielt werden.

2. Kurven kritischer Stromstärken der V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten im transversalen Magnetfeld

An so hergestellten V-Ga- und V-Si-Diffusionsschichten sind die kritischen Stromstärken in transversalen Magnetfeldern bis 90 kOe gemessen und mit den an anderer Stelle⁶ mitgeteilten kritischen

Stromstärken entsprechender Nb-Sn-Diffusionsschichten verglichen worden. Die Daten des benutzten BITTER-Solenoids, die Meßanordnung und die Montierung der Proben zur Messung der kritischen Stromstärken in hohen transversalen Magnetfeldern sind bereits früher beschrieben worden⁴. Das Einlöten der etwa 23 mm langen Proben in zwei Kupferklötzchen erfolgt mit einem Indium-Zinn-Lot nach galvanischem Verkupfern der beiden Probenenden. Ein hoher Übergangswiderstand dieser Lötkontakte bewirkt ein Aufheizen der Proben, insbesondere im Bereich niedriger Feldstärken. Dies hat ein starkes Absinken der kritischen Stromstärken zur Folge und ist daran leicht zu erkennen. Bei weiterer Verminderung der Kontaktwiderstände steigen die kritischen Stromstärken sicher an. Der Eintritt der Normalleitung durch kontinuierliche Steigerung des Probenstromes bei konstant gehaltenem Magnetfeld wird festgestellt mit einem Mikrovoltmeter bei einer Spannung von $2 \cdot 10^{-6}$ V zwischen den Potentialsonden mit etwa 15 mm Abstand.

In Abb. 3 sind die Meßergebnisse für einige V-Ga-Schichten mit verschiedenen Diffusionstemperaturen wiedergegeben. Die Kurven kritischer Stromstärken der bei 900, 1000 und 1100 °C präparierten Proben fallen im Bereich hoher Feldstärken zusammen und verlaufen bei 90 kOe fast horizontal. Soweit eine Extrapolation aus den vorliegenden Messungen erlaubt ist, sollten diese Schichten auch im Feldstärkebereich über 100 kOe sehr hohe kritische Stromstärken von etwa derselben Größe aufweisen. Im Gegensatz dazu verlaufen die Kurven kritischer Stromstärken entsprechender Nb-Sn-Diffusionsschichten bei halblogarithmischer Darstellung, wie bereits früher festgestellt⁴, unter sich nahezu parallel, jedoch im Gebiet hoher Feldstärken wesentlich steiler. Die kritischen Stromstärken der Nb-Sn-Schichten dürften im Feldstärkebereich über 100 kOe wesentlich niedriger werden als diejenigen der V-Ga-Schichten. Die Kurve kritischer Stromstärken der bei 1300 °C präparierten V-Ga-Schicht zeigt bereits im Gebiet niedriger Feldstärken unterhalb 40 kOe einen steilen Abfall zu kleinen Werten. Dieses Verhalten entspricht der Abhängigkeit der Sprungtemperatur von der Diffusionstemperatur¹. Für Proben mit steigenden Diffusionstemperaturen über 1100 °C fallen die Sprungtemperaturen sehr stark ab und liegen für Proben mit Diffusionstemperaturen über 1250 °C bereits unterhalb des Tripelpunktes des Wasserstoffs.

⁶ C. MÜLLER u. E. SAUR, Z. Phys. **179**, 111 [1964].

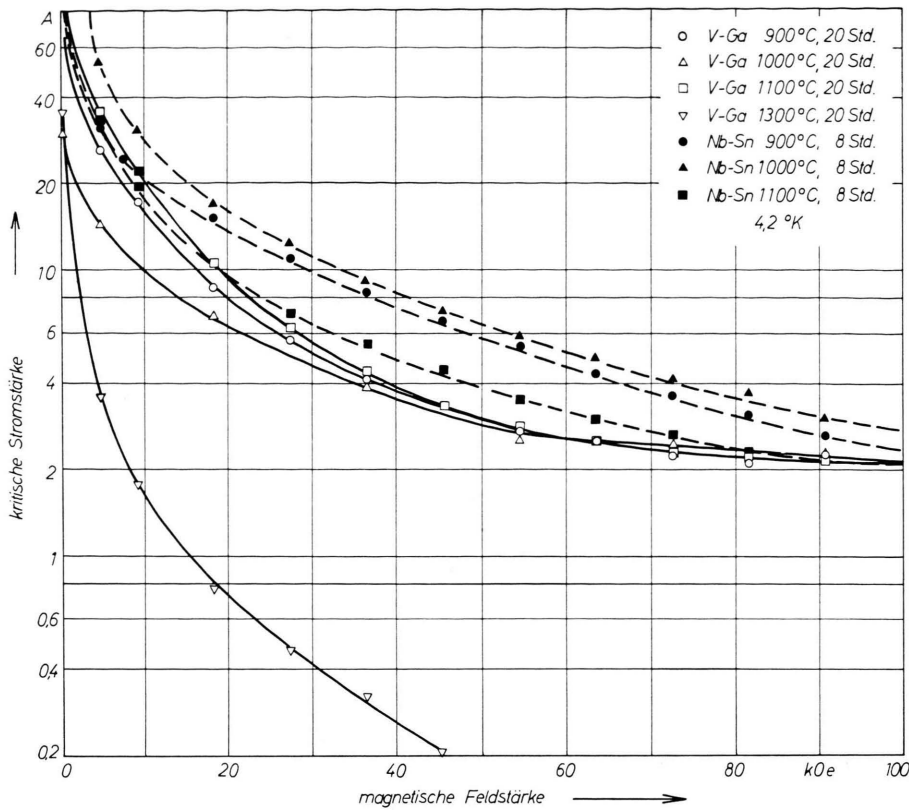


Abb. 3. Kurven kritischer Stromstärken von V-Ga-Diffusionsdrähten (0,5 mm ϕ) und von Nb-Sn-Diffusionsdrähten⁶ (0,5 mm ϕ) mit verschiedenen Diffusionstemperaturen im transversalen Magnetfeld.

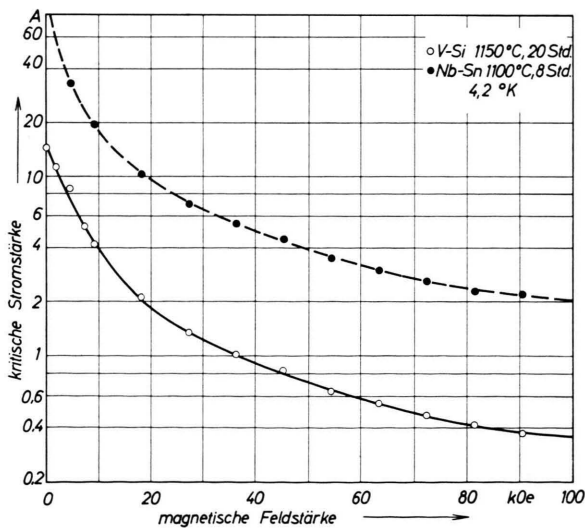


Abb. 4. Kurven kritischer Stromstärken für einen V-Si-Diffusionsdraht (0,5 mm ϕ) mit 1150 °C und einen Nb-Sn-Diffusionsdraht⁶ (0,5 mm ϕ) mit 1100 °C Diffusionstemperatur im transversalen Magnetfeld.

Kurven der kritischen Stromstärken einer V-Si- und einer Nb-Sn-Diffusionsschicht mit 1150 bzw. 1100 °C Diffusionstemperatur sind in Abb. 4 dargestellt. Die Kurve für die V-Si-Schicht verläuft im Gebiet hoher Feldstärken noch steiler als diejenige der Nb-Sn-Schicht. Die kritischen Stromstärken sind wesentlich niedriger und dürften im Feldstärkebereich über 100 kOe zu sehr kleinen Werten abfallen.

Den Herren Prof. Dr. F. BITTER, Dr. B. LAX, Dr. B. MONTGOMERY und Dr. D. STEVENSON sagen wir für die Ermöglichung der Hochfeldmessungen im National Magnet Laboratory am Massachusetts Institute of Technology in Cambridge, Mass./USA, und die dabei erwiesene Hilfe unseren ganz verbindlichen Dank. Die Fritz-Thyssen-Stiftung hat die Durchführung der Messungen durch Gewährung eines Reisestipendiums, die Deutsche Forschungsgemeinschaft durch Bewilligung von Sach- und Personalmitteln ermöglicht, wofür wir hier besonders danken möchten. Fräulein Dipl.-Ing. D. KOCH danken wir herzlich für ihre Mühe um die Herstellung von Mikroaufnahmen der untersuchten Proben.