13

Изготовление ультратонких сверхпроводящих пленок из NbN методом катодного распыления при температуре подложек 20 °C–120 °C

© Б.А. Гурович,[1] Б.В. Гончаров,[1] К.Е. Приходько,[1,2] В.Л. Столяров,[1] Л.В. Кутузов,[1] Д.А. Гончарова,[1] Е.М. Малиева,[1] М.М. Дементьева,[1] Г.Ю. Голубев,[1] А.С. Фролов[1]

[1]Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“, 123098 Москва, Россия
[2]Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, 115409 Москва, Россия
e-mail: goncharov_bv@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 12 мая 2025 г.
В окончательной редакции 12 мая 2025 г.
Принято к публикации 12 мая 2025 г.

Методом катодного распыления изготовлены ультратонкие пленки NbN толщиной 5.5 nm. Пленки были напылены на сапфировые подложки при различных температурах от 20 °C до 120 °C. Температура перехода в сверхпроводящее состояние в зависимости от температуры подложки при напылении составила 6.9–9.8 K. Подробно описана методика напыления ультратонких пленок NbN с использованием катодного распыления (ячейки Пеннинга). Плотность критического тока исследованных пленок лежит в диапазоне $1.12-3.5\,10^5$ A/cm^2.

Ключевые слова: катодное распыление, нитрид ниобия, неоднородность, температура перехода в сверхпроводящее состояние, критическая плотность тока.

DOI: 10.61011/JTF.2025.10.61346.111-25

Введение

Ультратонкие пленки нитрида ниобия (NbN) — это один из наиболее распространенных и востребованных материалов в области сверхпроводимости. Благодаря высокой критической температуре перехода в сверхпроводящее состояние T_C (до 17 K), высоким значениям критической плотности тока (J_C) до 10 MA/cm^2 (обычно для пленок, изотовленных при высоких температурах, с толщинами 50 и более nm), а также химической стабильности и устойчивости к термоциклированию, пленки NbN занимают важное место в современных исследованиях и приложениях в области сверхпроводящей электроники. Из них изготавливают широкий спектр сверхпроводящих электронных устройств: сверхпроводящие однофотонные детекторы, детекторы с разрешением количества фотонов [1,2], болометры на горячих электронах [3,4], логические устройства различного назначения [5–7], джозефсоновские переходы [8,9] и т.д. К настоящему времени разработано большое количество методов изготовления тонких и ультратонких пленок NbN, обладающих высокими электрофизическими характеристиками. Следует отметить, что на характеристики пленок, полученных различными способами, значительное влияние оказывают три фактора: материал подложки, состав рабочей смеси газов, а также температура подложки в процессе напыления (обычно температуры напыления относительно высокие: 300 °C–1000 °C).

Метод послойного атомарного осаждения (ALD) по сравнению с большинством других методов обеспечивает наиболее точный контроль над необходимой толщиной пленок во время роста, так как применяется последовательный, послойный и самоограничивающийся химический процесс. К минусам технологии можно отнести дороговизну (из-за необходимости использования дорогостоящих прекурсоров), а также относительно медленную скорость роста. В работах [10–17] представлены результаты изготовления пленок NbN методом ALD. Так, в работе [10] были получены пленки толщиной 50 nm на сапфировых подложках при температуре подложки 570 K (с последующими отжигами при 970, 1050 K и без отжига) и температурой перехода в сверхпроводящее состояние 12.35 K. В работе [11] показаны результаты для пленок на подложках из высокоомного кремния. Температуры подложки составляли 250 °C–300 °C. Толщины пленок лежали в диапазоне 4–30 nm, а T_C — в диапазоне 7.5–10.9 K соответственно. В работе [12] использовалась методика осаждения PEALD (атомно-слоевое осаждение, усиленное плазмой). Пленки наносились на подложки из SiO_2 и Si при температурах 100 °C–300 °C. Авторам удалось достичь значений T_C 6.4–13.7 K при толщинах пленок 22–37 nm. Авторы работы [13] также использовали методику PEALD, и при T подложки 300 °C и толщине NbN 61 nm пленки показали T_C 13.3 K. В работе [15] на подложке диаметром 100 mm была изготовлена пленка толщиной $\sim$ 5 nm с T_C 14.5–15 K и разбросом по толщине порядка 10 %.

Другим распространенным методом получения пленок NbN является импульсное лазерное осаждение (PLD). Пленки NbN, нанесенные методом PLD, обычно очень высокого качества с зарегистрированными значениями T_C до 15.2 K [17] (при толщинах 50 nm). В этом направлении получены результаты для различных типов подложки [17,18]. При этом типичная температура подложек при использовании данного метода составляет 400 °C–800 °C [19,20]. К недостаткам метода можно отнести необходимость очень качественных исходных материалов мишени.

Получение ультратонких пленок NbN методом химического осаждения из паровой фазы (CVD) встречается довольно редко. К плюсам данной методики можно отнести относительную дешевизну метода, а также возможность варьирования структуры итоговых пленок NbN в зависимости от температуры подложки [21,22]. Для пленок, изготовленных данным методом, зафиксирован наиболее высокий показатель T_C до 17.06 K [23] при толщине пленки 50 nm. К минусам можно отнести высокие температуры процесса (900 °C–1300 °C), что ограничивает совместимость с большим числом технологических процессов, используемых при изготовлении сверхпроводниковых устройств наноразмерного масштаба.

Одним из самых распространенных способов получения ультратонких пленок NbN является магнетронное распыление. В настоящее время получено большое количество данных по свойствам ультратонких пленок NbN, изготовленных с применением этого способа [22,24–29]. Для напыления подходит как распыление с постоянным током (DC) [22,24–29], так и высокочастотное (RF) [22]. К достоинствам методики можно отнести высокую производительность (в сравнении с другими методами), относительную дешевизну (как установок, так и расходных материалов) и возможность напыления на большие площади [30]. При этом магнетронное распыление требует согласованного и точного регулирования совокупности технологических параметров процесса напыления (соотношений парциальных давлений газов и параметров разряда, которые могут изменяться в процессе напыления) [31–33]. Также обычно необходима относительно высокая температура подложки (350 °C–600 °C).

Материал подложки является важным фактором, влияющим на конечные свойства пленок NbN. В работах [22,24–36] пленки NbN наносятся на различные виды подложек (Al_20_3, 3C-SiC/Si, SiO_2, MgO). Авторы работ [24,25] в качестве подложек для напыления пленок NbN толщиной 4.4 nm и температурой перехода T_C 13.3 K использовали сапфир, нагретый до 600 °C. Также в работе [26] было проведено сравнение пленок NbN толщиной 5 nm, напыленных на Si (T_C 9.5 K), с пленками толщиной 4 nm, которые были нанесены на буферный слой 3C-SiC (T_C 11.8 K). MgO в качестве материала подложек в работах [27,28] показал лучшие результаты при более низких температурах нагрева (400 °C) с толщиной пленки 7 nm и температуре перехода T_C 13.7 K. Суммируя, можно сказать, что наиболее предпочтительными материалами в качестве подложек стоит считать Al_2O_3 и MgO. Сводные данные по методикам напыления и основным характеристикам ультратонких пленок NbN приведены в табл. 1.

В настоящей работе коллектив авторов представляет методику изготовления ультратонких пленок нитрида ниобия с использованием ионного распыления материалов мишени в „ячейке Пеннинга“. Предлагаемый способ нанесения позволяет совместить такие плюсы описанных выше методов, как относительная дешевизна и высокий уровень контроля толщины пленок. Также предлагаемая методика обеспечивает контроль распределения температуры по подложке, непосредственно в процессе напыления, что обеспечивает высокий уровень однородности свойств итогового покрытия NbN.

1. Описание методики и установки

Альтернативным вариантом ионного распыления для получения сверхпроводящих пленок NbN, помимо магнетрона, является методика напыления с использованием ячейки Пеннинга. Эта методика имеет похожее с магнетроном принципиальное устройство установки, включающее в себя катоды-мишени, расположенные попарно относительно кольцевого анода, электрическое и магнитное поля, газовую среду с комбинацией активного и реактивного газов. В НИЦ „Курчатовский институт“ данная методика разрабатывалась для нанесения различных тонких слоев (например, алмазоподобных углеродных пленок) [37]. Коллективом авторов была сконструирована и изготовлена установка, использующая данный принцип. Установка получила название „Установка ионного распыления УИР-11“.

Принцип заключается в создании плазмы продольными и частично скрещенными магнитным и электрическим полями, благодаря физическим процессам, аналогичным магнетрону. Магнитное поле создается при помощи соленоидов, по которым протекает постоянный электрический ток, которые для обеспечения охлаждения были оснащены контуром водяного охлаждения. После инициации плазменного разряда, происходит бомбардировка мишеней-катодов (Nb) рабочим газом (Kr), в результате чего с поверхности катода выбиваются атомы Nb. Под действием электрического и магнитного полей электроны поддерживают тлеющий разряд. Одновременно в объем напускается реактивный газ N_2, молекулы которого переходят в возбужденное состояние в объеме плазмы и в дальнейшем взаимодействуют на поверхности подложки (расположенной на держателе между катодами), образуя с осаждающимися атомами Nb соединение NbN. Такая схема работает с увеличенным (по отношению к магнетронному) напря-

Таблица 1. Основные характеристики пленок NbN, изготовленных различными методами

Технология получения пленки	Материал подложки	Температура нагрева подложки, °C	Толщина слоя, nm	T_C, K	Ссылка
PLD	MgO	600	240	16.3	[18]
	MgO	600	30	13.7	[14]
	Al_2O_3	600	200	15.5	
	Si	600	20	10.8	
	$Al_2O_3 - NbN - NiCu$	600	170	16.6	
	MgO	600	110	16.1	[20]
	Fused silica	600	110	11.8	
ALD	$SiO_2 + SiN$	300	61	13.3	[12]
	Si	250	5	7.5	[13]
	Si	250	10	9.1	
	Si	250	15	9.5	
	Si	250	20	9.7	
	Si	300	5	8.5	
	Si	300	~ 12.5	10.5	
	Si	300	~ 18	10.9	
	Si	300	25	10.7	
	Al_2O_3	297 (570 K) + отжиг 1050 K	50	11.91	[10]
	Al_2O_3	297 (570 K) + отжиг 970 K	50	12.12	
	Al_2O_3	297 (570 K)	50	12.35	
	SiO_2	600	4.4	11.3	[14]
	SiO_2	350	28	14	[16]
CVD	Al_2O_3	1300	49	16.8	[22]
	Al_2O_3	1300	49	17.02	
	$Al_2O_3 + 80$ nm AlN	1300	49	17.06	

жением разряда от сотен вольт (как в магнетроне) до нескольких киловольт (в нашем случае 3–4 kV). Но ток (~ 2 mA) в пеннинговском разряде, как и давление нейтрального газа (начальное давление обычно составляет $7 - 8 \cdot 10^{-8}$ Torr, рабочее — $\sim 5 - 6 \cdot 10^{-5}$ Torr), существенно меньше, чем в магнетронном. За счет большей энергии ионов бомбардирующих катод, распыляемые атомы имеют среднюю энергию, значительно большую, чем в магнетроне. В целом производительность метода меньше, чем в магнетроне (типичная скорость напыления составляет 0.81 nm/min), благодаря чему становится возможным значительное улучшение контроля толщины напыляемых пленок.

Принцип распыления с помощью ячейки Пеннинга имеет с практической точки зрения ряд отличий от магнетронного исполнения, а именно:

— создание плазмы происходит в продольных и локально вблизи анода скрещенных магнитном и электрическом полях (магнетрон имеет скрещенные поля), что обеспечивает бóльшую длину пробега электронов в разряде и позволяет поднять энергию бомбардирующих ионов, что, в свою очередь, требует более высоких напряжений для разряда;

— методика не допускает использования шлюзования и быстрой замены напыленных образцов. Для замены подложек требуется вскрытие рабочего объема на атмосферу, что замедляет процесс в целом, но идет на пользу качеству и стабильности свойств пленки. В камере магнетрона на стенках накапливается распыляемый материал, который без циклических напусков атмосферы существенно изменяет состав рабочей смеси газов, что требует его постоянного контроля и коррекции. Тем

Таблица 1. (*Продолжение*)

Технология получения пленки	Материал подложки	Температура нагрева подложки, °C	Толщина слоя, nm	T_C, K	Ссылка
Магнетрон	Al_2O_3	850	20	9.5	[23]
	Si	850	20	7.2	
	SiO_2	850	20	7.7	
	Si_3N_4	850	20	7	
	Al_2O_3	850 + отжиг 1000 °C 20 min	20	13.5	
	Si	850 + отжиг 1000 °C 20 min	20	12.5	
	SiO_2	850 + отжиг 1000 °C 20 min	20	13.3	
	Si_3N_4	850 + отжиг 1000 °C 20 min	20	–	
	Al_2O_3	600	4.4	13.3	[24]
	Al_2O_3	600	4.35	13.2	[25]
	Al_2O_3	600	2.86	11.7	
	Si	800	5	9.5	[26]
	Si + 3C−SiC	800	4	11.8	
	MgO	400	7	13.7	[28]
	MgO	400	5.5	11.2	
	MgO	400	4	10.2	
	MgO	400	3	8.6	
	MgO	Комнатная	3.5−110	9.8−15.6	[28]
	SiO_2	800	8.6	9.3	[34]
	Al_2O_3	600	6.4	11.3	[35]
	Al_2O_3	600	4.4	11.3	[36]

не менее конструкция установки УИР-11 позволяет размещать до шести держателей образцов (по три с каждой стороны, вертикально относительно друг друга) и производить последовательное напыление в одной загрузке. Также конструкция предполагает размещение до трех различных материалов для напыления в виде наборов катодов. П?ры катодов и анодов изолированы друг от друга. Подводы высокого напряжения и соленоиды сепарированы и регулируются независимыми источниками питания. Это позволяет наносить несколько слоев различных материалов на один образец или одновременно производить напыление одного материала сразу на несколько образцов за одну загрузку. Эти особенности позволяют нивелировать низкую производительность метода по сравнению с магнетроном;

— в методиках существенно различаются картины выгорания катодов, что также требует внимания из-за изменения свойств разрядов. В отличие от магнетрона, где плазма в основном находится в прикатодном пространстве, в нашем случае плазма в межкатодном пространстве трансформируется в шнур и фокусируется вблизи центров катодов (рис. 1).

К преимуществам методики можно отнести:

— относительные простота и дешевизна;

— качество пленки может быть выше по сравнению с магнетроном благодаря тому, что фоновый вакуум в зоне напыления слабо зависит от газообмена на стенках камеры из-за отсутствия на ее стенках нарастающей пленки распыляемого материала;

— в методе пеннинговского разряда оптимальное соотношение концентрации N_2 и инертных газов заметно выше, чем в случае магнетронного разряда. Это говорит о меньшей эффективности активации молекул N_2. Но это же уменьшает чувствительность метода к требованию стабильности этого соотношения. Как было показано выше, при напылении пленок NbN температура подложки, а также равномерность распределения температур по подложке являются важными факторами, влияющими на качество и свойства пленок. В диапазоне 20 °C–200 °C температура оказывает существенное вли-

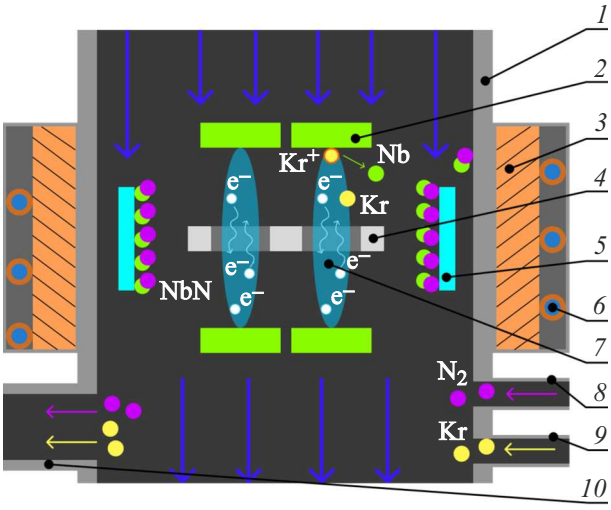

Рис. 1. Принципиальная схема устройства напылительной установки УИР-11: *1* — корпус вакуумной камеры, *2* — катоды-мишени (4 шт.), *3* — соленоид, *4* — анод, *5* — подложка, *6* — патрубки охлаждения соленоида, *7* — плазма, *8* — патрубок подачи азота, *9* — патрубок подачи криптона, *10* — патрубок откачки.

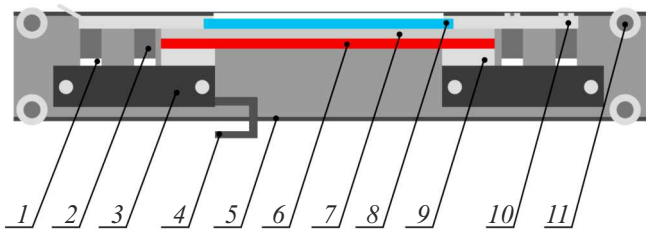

Рис. 2. Схема конструкции держателя образца с нагревателем и подложкой: *1* — керамический изолятор, *2* — опоры, *3* — держатель, *4* — контакт токоподвода, *5* — корпус тележки, *6* — нагреватель из карбида кремния, *7* — сапфировая прокладка, *8* — образец-подложка, *9* — стеклографитовые контакты, *10* — фиксаторы образца-подложки, *11* — колеса тележки.

яние на результат процесса (см. разд. 2). Для точного контроля температуры была разработана специальная конструкция держателя образца (рис. 2). Конструкция держателя представляет собой сборку из заземленного корпуса, в котором расположен нагревательный элемент из карбида кремния. Размер нагревателя (18×30 mm) позволяет обеспечить равномерный уровень нагрева всего образца по всей его площади. Нагреватель лежит на сапфировой пластине толщиной 3 mm, изолирующей образец от нагревателя, и поджат угольными контактами, к которым через тоководы подается напряжение. Токовод изолирован при помощи керамических муфт от остальных элементов держателя. Образец закрепляется зажимами на поверхности изолятора из сапфира. Сам держатель закрепляется в установке при помощи резьбового соединения на магнитных подводах, позволяющих перемещать его вертикально вдоль всей высоты установки, и дополнительно фиксируется по горизонтали между маской и направляющими держателя при помощи колес, расположенных симметрично со всех сторон корпуса.

Для контроля распределения температур, а также режимов нагрева подложки каждого из держателей, были проведены отдельные измерения. Держатель помещался в отдельную вакуумную камеру, давление в которой поддерживалось на уровне $8 \cdot 10^{-7}$ Torr. В камере предусмотрен фланец со смотровым окном. Материалом для окна послужило ZnSe-стекло, прозрачное в диапазоне длин волн $2 - 15\,\mu$m. Держатель располагается в объеме таким образом, чтобы его нагревательный элемент располагался непосредственно напротив стекла (рис. 3, *a*). Питание нагревателя подведено через вакуумные вводы изолированно от корпуса объема. Контроль температуры осуществлялся с помощью оптического пирометра модели FLIR A-300 каждые 5 min. Для каждого из режимов нагрева измерялось необходимое время до полного разогрева, а также распределение температуры по всей площади подложки.

Исследования толщины, микроструктуры, фазового и химического составов полученных пленок проводились на просвечивающем электронном микроскопе Titan 80–300 фирмы FEI без корректора сферических аберраций, оснащенного спектрометром энергетических потерь электронов фирмы Gatan „GIF-2001“. Ускоряющее напряжение составляло 200 kV, параметры регистрации спектров: угол сходимости электронного пучка 10 mrad, угол сбора детектора 14.82 mrad, длина камеры 60 mm, апертура спектрометра 3 mm. Поперечные срезы структур NbN/Al_2O_3 изготавливались на установке со сфокусированным ионным пучком FIB Helios Nanolab 650.

Количественный анализ распределения элементов по глубине напыленной пленки NbN в настоящей работе проводился методом спектроскопии характеристических потерь энергии электронов в режиме сходящегося пучка (ПРЭМ). Данный подход, применяемый на образцах поперечных срезов, позволил получить профиль распределения элементов по всей глубине пленки методом относительных концентраций и установить реальную толщину получившейся пленки:

$$\frac{N_{\mathrm{Nb}}}{N_{\mathrm{N}}} = \frac{I_{\mathrm{Nb}}(\beta, \Delta)}{I_{\mathrm{N}}(\beta, \Delta)} \cdot \frac{\sigma_{\mathrm{N}}(\beta, \Delta)}{\sigma_{\mathrm{Nb}}(\beta, \Delta)}, \qquad (1)$$

где I_{Nb}, I_{N} — интегральные интенсивности пиков под кривыми поглощения ниобия и азота после вычитания фона, а σ_{Nb} и σ_{N} — сечения процессов неупругого рассеяния атомов Nb и N для данного угла сбора спектрометра β.

Кроме того, следует отметить, что при изучении СХПЭЭ (спектра характеристических потерь энергии электронов) использовалась методика обработки полученных данных в условиях наложения краев поглощения исследуемых элементов [38]. Данная методика позволила

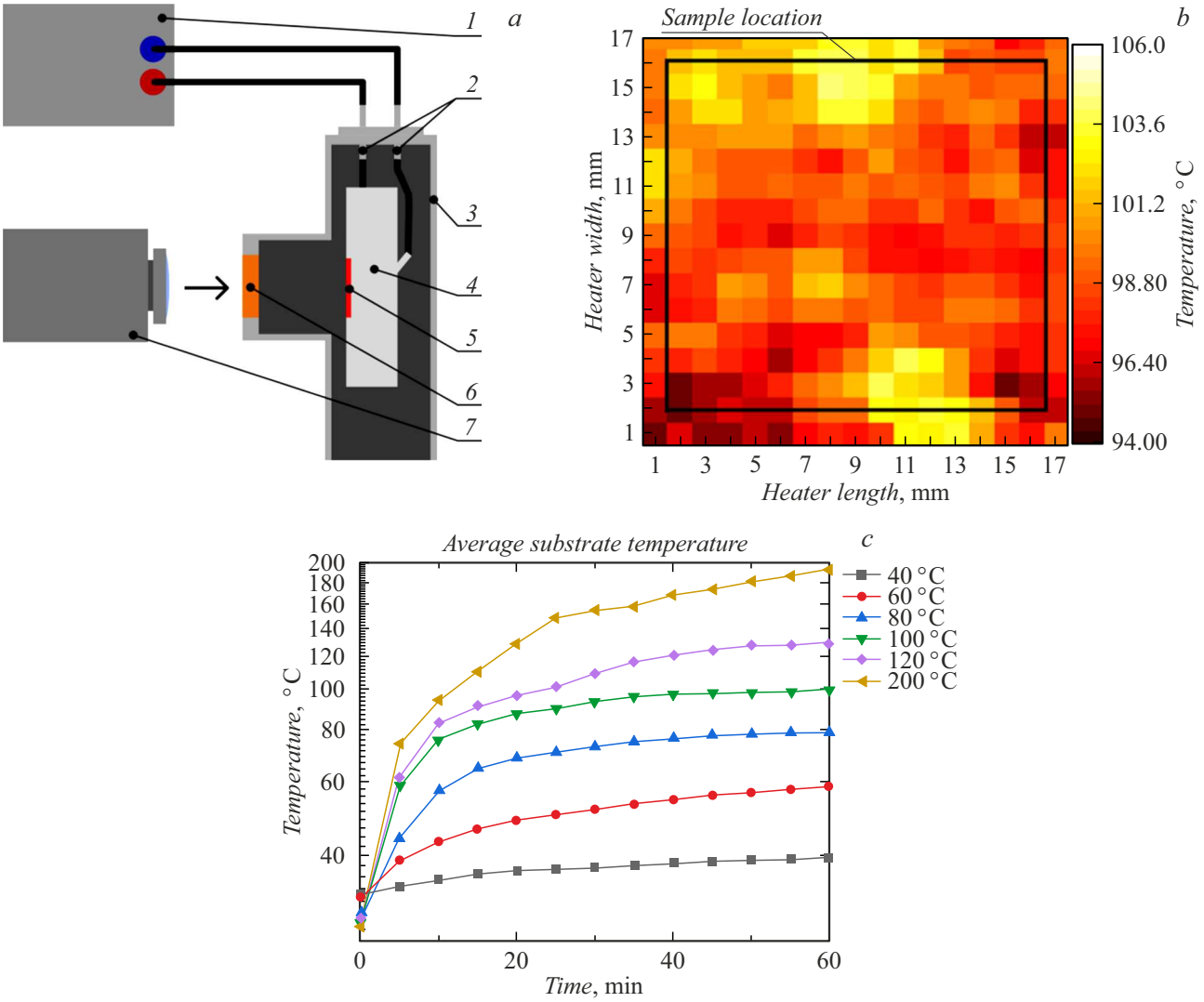

Рис. 3. *a* — принципиальная схема измерений температуры подложки: *1* — источник питания, *2* — тоководы, *3* — вакуумная камера, *4* — держатель образца, *5* — нагреватель, *6* — ZnSe стекло, *7* — тепловизор; *b* — распределение температуры по нагревателю подложки с указанной областью расположения образца; *c* — графики прогрева подложек.

разделить линии Nb — $M_{3,2}$ и N — K и соответственно уменьшить разброс значений атомных концентраций для каждого элемента по всей глубине пленки.

Фазовый анализ проводился по светлопольным картинам высокого разрешения путем построения аурье-преобразования от интересующей нас области в программном пакете Digital Micrograph. Далее по картине аурье-преобразования, которая является полным аналогом микродифракции от выбранного зерна, измерялись межплоскостные расстояния и углы между системой рефлексов. Идентификация фазы проводилась с помощью базы данных PDF-4 [39].

2. Эксперимент и результаты

В настоящей работе экспериментально исследовались сверхпроводящие пленки NbN толщиной 5.5 nm. Для каждого из режимов нагрева были изготовлены две пленки на двух разных держателях образца в одном процессе. В качестве подложек использовались сапфировые пластины размером 15×14 mm и толщиной 460 μm. Толщина пленок измерялась косвенно с помощью стилусного профилометра Amibios XP-2, а также прямыми измерениями в просвечивающем электронном микроскопе (см. ниже). Для косвенных измерений предварительно изготавливались пленки толщинами 50–100 nm, после чего проводились измерения толщины. Скорость напыления составила 0.8 nm/min. Начальное давление в рабочей камере установки составляло $8.9 \cdot 10^{-8}$ Torr. Начальные условия достигались при помощи предварительного прогрева установки до температуры 180 °C. Парциальные давления напускаемой смеси газов (азот и криптон) составляли $2.4 \cdot 10^{-5}$ и $3.8 \cdot 10^{-5}$ Torr (в азотном эквиваленте) соответственно. Напряжение, при-

Таблица 2. Значения сопротивления на квадрат для пленок, полученных при разных температурах подложки

T подложки, °C	20	40	60	80	100	120
$R_\square$ при $T = 4.2$ K, Ω/□	560 ± 60	510 ± 60	580 ± 60	520 ± 50	450 ± 50	330 ± 30

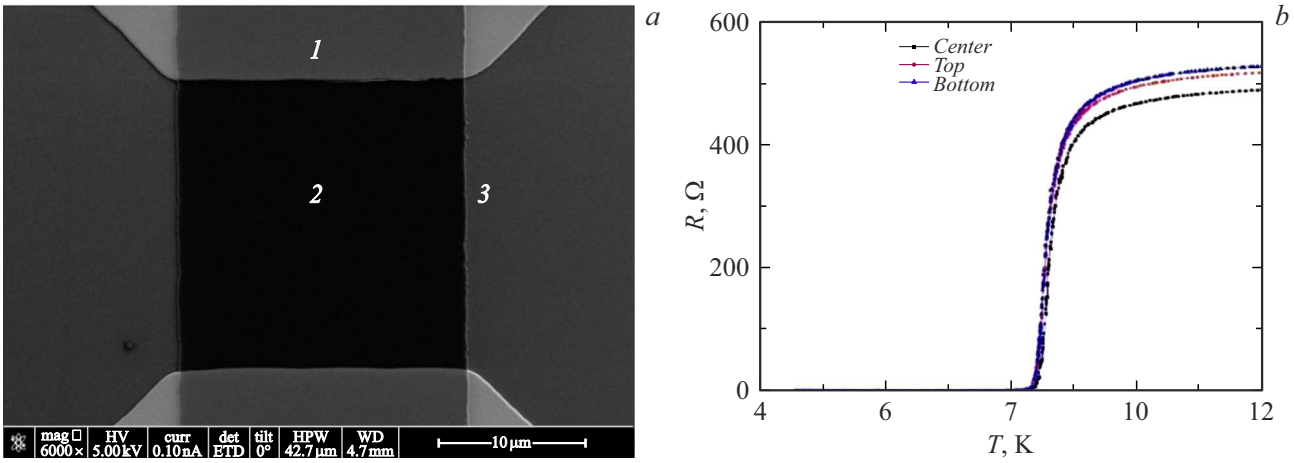

Рис. 4. *a* — СЭМ изображение образца типа микромост с металлизированными контактами: *1* — металлизированные контакты Pt; *2* — пленка NbN 5.5 nm; *3* — сапфировая подложка; *b* — измеренные зависимости $R(T)$ для образцов из разных мест одной пластины NbN.

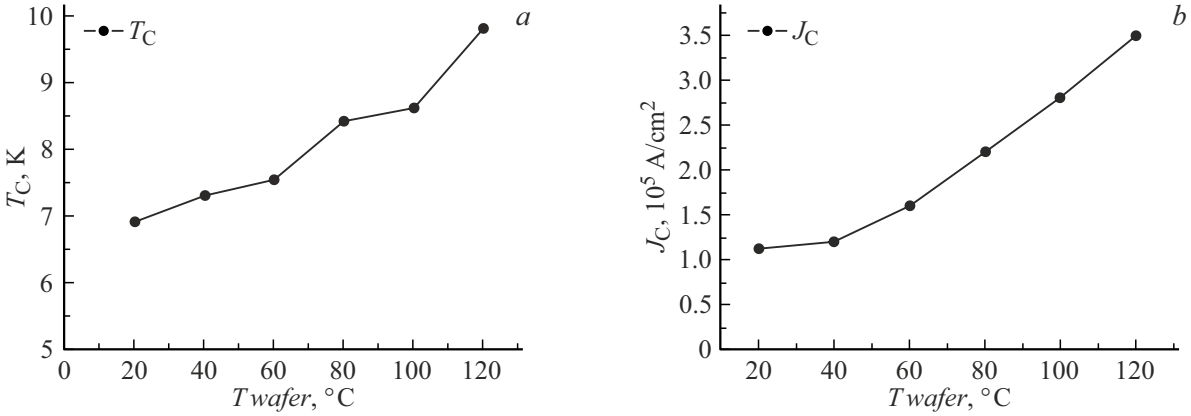

Рис. 5. Зависимости температуры перехода пленок в сверхпроводящее состояние из нормального T_C (a) и критической плотности тока J_C (b) от температуры подложки во время напыления.

кладываемое к катодам, составило 3.5 kV, ионный ток при этом для каждого из режимов составлял $2 \cdot 10^{-3}$ A. Предварительно производилась чистка катодов (использовался рабочий режим распыления) в течение 10 min. Во время чистки держатели образца были выведены из области напыления. Непосредственное напыление начиналось после 40 min прогрева в соответствии с графиками (рис. 3, *c*). Сопротивления пленок на квадрат в нормальном состоянии при температуре 10 K приведены в табл. 2.

Измерения электрофизических свойств пленок производились в криостате погружного типа. Температура перехода в сверхпроводящее состояние T_C определялась из температурной зависимости сопротивления $R(T)$. Измерение критической плотности тока J_C производилось на образцах квадратной формы размером $20 \times 20\,\mu$m (рис. 4, *a*) при температуре 4.2 K. Структуры формировались методом оптической литографии и реактивного ионного травления, аналогичным описанному в работе [40]. Для оценки разброса свойств пленки по площади измерения производились на образцах, изготовленных в разных частях пленки: по центру и по краям (рис. 4, *a*).

Для изготовленных пленок были измерены зависимости критической температуры перехода из нормального состояния в сверхпроводящее (T_C); критической плотности тока (J_C) от температуры подложки (во время

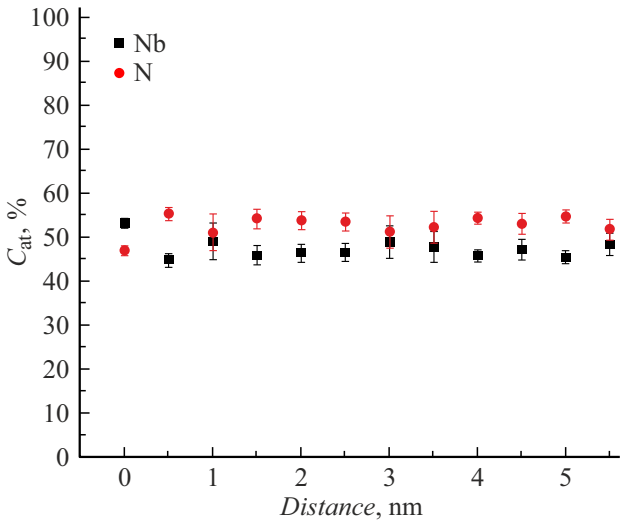

Рис. 6. Профиль распределения атомных концентраций элементов Nb и N по толщине пленки, измеренных методом EELS.

напыления пленки). Полученные пленки NbN характеризовались температурами сверхпроводящего перехода 6.9–9.8 K, плотностями критического тока в диапазоне $1.12 - 3.5 \cdot 10^5$ A/cm^2 (рис. 5). Разброс значений по площади пластины не превышал 5 %–7 %, что в целом соответствует разбросу температуры нагревателя подложки.

Также были проведены структурные исследования пленок аналитическими методами просвечивающей электронной микроскопии, включая микроскопию высокого разрешения (HRTEM) и спектроскопию энергетических потерь электронов (EELS).

На рис. 6 представлен профиль распределения элементов Nb и N по глубине исходной напыленной пленки. Точками на графике обозначены экспериментальные значения относительных концентраций элементов, рассчитанные из спектров характеристических потерь электронов методом относительных концентраций. Из распределений элементов по глубине видно, что пленка является однородной по составу на всю глубину, химический состав пленки соответствует $Nb_{50}N_{50}$ с учетом погрешности измерения в каждой точке с шагом 0.5 nm по глубине.

Толщина полученных пленок оценивалась в просвечивающем электронном микроскопе на образцах поперечных срезов, приготовленных методом сфокусированного ионного пучка (ФИП или англ. FIB). На светлопольной картине высокого разрешения (рис. 7, *a*) представлена структура пленки NbN, напыленной на монокристаллическую подложку Al_2O_3. В процессе изготовления поперечных срезов методом ФИП сверху на пленку осаждается защитный слой Pt. С учетом интерфейса между пленкой NbN и слоями Pt, а также подложки Al_2O_3, и согласно масштабной метке, на снимке можно напрямую оценить толщину полученной пленки NbN, которая составляет 5.5 nm. Пленка NbN выделена красной рамкой на рис. 7, *a*. Микроструктура напыленных пленок на подложки из монокристаллического Al_2O_3 и покрытого слоем Pt показана на рис. 7. Пленка нитрида ниобия является поликристаллической с размером зерна ~ 3 nm, толщина пленки составляет 5.5 nm. По светлопольному изображению высокого разрешения поперечного среза пленки был определен фазовый состав. Красным квадратом выделена область зерна, с которой получено фурье-преобразование.

Согласно результатам исследований методом просвечивающей электронной микроскопии, полученные пленки имеют состав NbN с осью зоны $[0\bar{1}1]$ кубической сингонии Fm3m с параметром решетки $a = 0.4394$ nm.

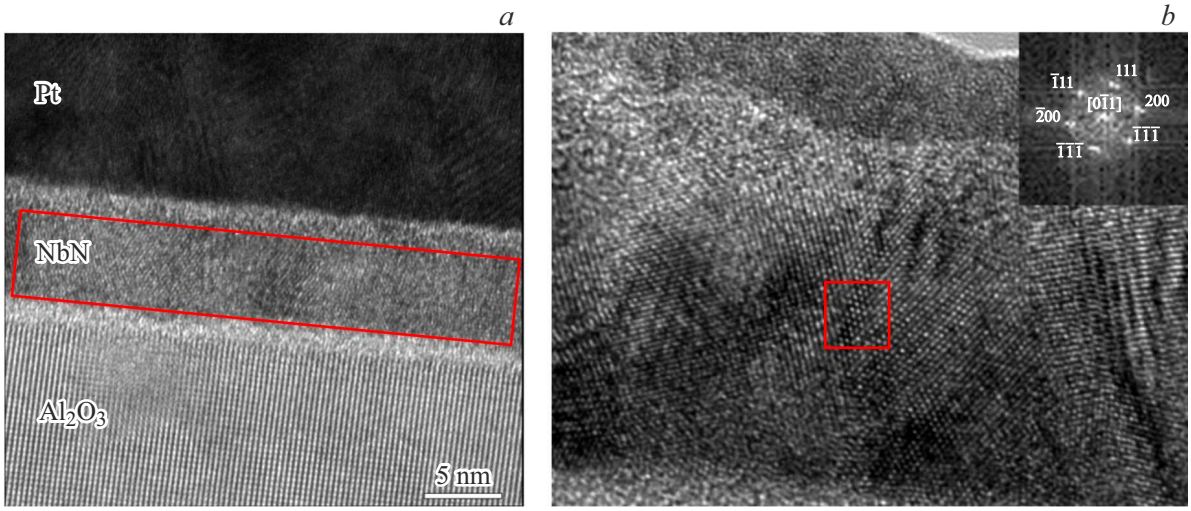

Рис. 7. Светлопольное ПЭМ изображение высокого разрешения поперечного среза образца поликристаллической пленки NbN на подложке из монокристаллического сапфира: *a* — общий вид; *b* — фазовый анализ, вставка — дифракция.

Анализ полученных данных показал, что пленки NbN, изготовленные в исследованном диапазоне температур подложки, по фазовому и элементному составу соответствуют кубической фазе NbN.

Выводы

Описанная методика напыления ультратонких пленок NbN с использованием катодного распыления позволяет изготавливать пленки с заданными характеристиками, а также применима для создания криоэлектронных устройств. Разработанная методика контроля температуры подложки и распределения температуры подложки во время нагрева позволяет достичь высокой однородности свойств NbN по площади (разброс составляет 5 %–7 %). Отдельно нужно отметить возможность изготовления многослойных и гетероструктур ввиду отсутствия отжигов при изготовлении каждого последующего слоя, так как используемый диапазон температур подложек фактически исключает протекание диффузионных процессов и практически не влияет на защитные маски. Изготовленные ультратонкие пленки NbN методом катодного распыления имеют относительно высокие сверхпроводящие характеристики (T_C, J_C). Показана зависимость свойств пленок от температуры подложки. В диапазоне используемых температур большое значение имеет равномерность разогрева подложки, поскольку изменение температуры на 10 °C приводит к значительным изменениям свойств конечных пленок. Следует отметить, что предложенная в работе методика не имеет принципиальных ограничений для напыления ультратонких пленок на существенно бóльшие подложки (диаметром 100 mm), хотя и потребует внесения конструктивных изменений в установку. Работы в данном направлении будут продолжены.

Финансирование работы

Работа проведена в рамках выполнения государственного задания НИЦ „Курчатовский институт“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] A.D. Semenov, G.N. Gol'tsman, A.A. Korneev. Physica C, **351**, 349 (2001). DOI: 10.1016/S0921- 4534(00)01637-3
[2] I.A. Stepanov, A.S. Baburin, D.V. Kushnev, E.V. Sergeev, O.I. Shmonina, A.R. Matanin, V.V. Echeistov, I.A. Ryzhikov, Yu.V. Panfilov, I.A. Rodionov. APL Mater., **12**, 021127 (2024). DOI: 10.1063/5.0188420
[3] H. Shi, T. Xu, Yi. Zhe, R. Su, J. Li, H. Bao, X. Tu, K. Fan, X. Jia, L. Kang, J. Chen, P. Wu. Appl. Phys. Lett., **126**, 042601 (2025). DOI: 10.1063/5.0231315
[4] I. Tretyakov, S. Ryabchun, M. Finkel, A. Maslennikova, N. Kaurova, A. Lobastova, B. Voronov, G. Gol'tsman. Appl. Phys. Lett., **98**, 033507 (2011). DOI: 10.1063/1.3544050
[5] A.N. McCaughan, K.K. Berggren. Nano Lett., **14**, 10, 5748 (2014). DOI: 10.1021/nl502629x
[6] Б.А. Гурович, К.Е. Приходько, Л.В. Кутузов, Б.В. Гончаров, Д.А. Комаров, Е.М. Малиева. ФТТ, **64** (10), 1390 (2022). DOI: 10.21883/FTT.2022.10.53079.47HH
[7] Б.А. Гурович, К.Е. Приходько, Л.В. Кутузов, Б.В. Гончаров. ФТТ, **62** (9), 1420 (2020). DOI: 10.21883/FTT.2020.09.49764.23H
[8] Q. Zhang, H. Wang, X. Tang, H. Xue, W. Peng, Zh. Wang. IEEE Transactions Appl. Superconduct., **28** (8), 1100704 (2018). DOI: 10.1109/tasc.2018.2869803
[9] Z. Wang, H. Terai, W. Qiu, K. Makise, Y. Uzawa, K. Kimoto, Y. Nakamura. Appl. Phys. Lett., **102**, 142604 (2013). DOI: 10.1063/1.4801972
[10] M. Ukibe, G. Fujii. IEEE Transactions Appl. Superconduct., **27** (4), 1051 (2016). DOI: 10.1109/TASC.2017.2655719
[11] M.J. Sowa, Y. Yemane, J. Zhang, J.C. Palmstrom, L. Ju, N.C. Strandwitz, F.B. Prinz, J. Provine. J. Vac. Sci. Technol. A, **35**, 01B143 (2017). DOI: 10.1116/1.4972858
[12] R. Cheng, S. Wang, H.X. Tang. Appl. Phys. Lett., **115**, 241101 (2019). DOI: 10.1063/1.5131664
[13] C. Sheagren, P. Barry, E. Shirokof, Q.Y. Tang. J. Low Temp. Phys., **199**, 875 (2020). DOI: 10.1007/s10909-020-02336-2
[14] M. Ziegler, S. Linzen, S. Goerke, U. Bruckner, J. Plentz, J. Dellith, A. Himmerlich, M. Himmerlich, U. Hubner, S. Krischok, H.-G. Meyer. IEEE Transactions Appl. Superconduct., **27** (7), 1 (2017). DOI: 10.1109/tasc.2017.2744326
[15] М.В. Шибалов, А.А. Шибалова, А.Р. Шевченко, А.М. Мумляков, И.А. Филиппов, М.А. Тархов. ЖТФ, **95** (1), 84 (2025). DOI: 10.61011/JTF.2025.01.59463.183-24
[16] S. Linzen, M. Ziegler, O.V. Astafiev, M. Schmelz, U. Hubner, M. Diege, E. Il'ichev, H.-G. Meyer. Supercond. Sci. Technol., **30**, 035010 (2017). DOI: 10.1088/1361-6668/aa572a
[17] S. Volkov, M. Gregor, T. Roch, L. Satrapinskyy, B. Grancic, T. Fiantok, A. Plecenik. J. Electrical Engeneer., **70** (7S), 89 (2019). DOI: 10.2478/jee-2019?0047
[18] V. Boffa, U. Gambardella, V. Marotta, A. Morone, F. Murtas, S. Orlando, G.P. Parisi. Appl. Surf. Sci., **106**, 361 (1966). DOI: 10.1016/S0169-4332(96)00432-1
[19] M.A. Mamun, A.H. Farha, A.O. Er, Y. Ufuktepe, D. Gu, H.E. Elsayed-Ali, A.A. Elmustafa. Appl. Surf. Sci., **258** (10), 4308 (2012). DOI: 10.1016/j.apsusc.2011.12.089
[20] R.E. Treece, J.S. Horwitz, J.H. Claassen, D.B. Chrisey. Appl. Phys. Lett., **65**, 2860 (1994). DOI: 10.1063/1.112516
[21] F. Mercier, S. Coindeau, S. Lay, A. Crisci, M. Benz, Th. Encinas, R. Boichot, A. Mantoux, C. Jimenez, F. Weiss, E. Blanquet. Surf. Coat. Technol., **260**, 126 (2014). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.08.084
[22] W. Słysz, M. Guziewicz, M. Borysiewicz, J.Z. Domagaıa, I. Pasternak, K. Hejduk, W. Rzodkiewicz, J. Ratajczak, J. Bar, M. Węgrzecki, P. Grabiec, R. Grodecki, I. Węgrzecka, R. Sobolewski. Acta Phys. Polonica, Series a, **120** (1), 200 (2011). DOI: 10.12693/APhysPolA.120.200
[23] D. Hazra, N. Tsavdaris, S. Jebari, A. Grimm, F. Blanchet, F. Mercier, E. Blanquet, C. Chapelier, M. Hofheinz. Supercond. Sci. Technol., **29**, 105011 (2016). DOI: 10.1088/0953-2048/29/10/105011

[24] R.E. de Lamaestre, Ph. Odier, E. Bellet-Amalric, P. Cavalier, S. Pouget, J.-C. Villégier. J. Phys.: Conf. Ser., **97**, 012046 (2008). DOI: 10.1088/1742-6596/97/1/012046
[25] J.-C. Villegier, S. Bouat, P. Cavalier, R. Setzu, R.E. de Lamaëstre, C. Jorel, P. Odier, B. Guillet, L. Mechin, M.P. Chauvat, P. Ruterana. IEEE Transactions Appl. Superconduct., **19** (3), 3375 (2009). DOI: 10.1109/TASC.2009.2019
[26] J.R. Gao, M. Hajenius, F.D. Tichelaar, T.M. Klapwijk, B. Voronov, E. Grishin, G. Gol'tsman, C.A. Zorman, M. Mehregany. Appl. Phys. Lett., **91**, 062504 (2007). DOI: 10.1063/1.2766963
[27] F. Marsili, D. Bitauld, A. Fiore, A. Gaggero, F. Mattioli, R. Leoni, M. Benkahoul, F. Levy. Opt. Express, **16** (5), 3191 (2008). DOI: 10.1364/OE.16.003191
[28] Sh. Miki, M. Fujiwara, M. Sasaki, Zh. Wang. IEEE Transactions Appl. Superconduct., **17** (2), 285 (2007). DOI: 10.1109/TASC.2007.898582
[29] R. Baskaran, A.V. Thanikai Arasu, E.P. Amaladass, M.P. Janawadkar. J. Appl. Phys., **116**, 163908 (2014). DOI: 10.1063/1.4900436
[30] Z. Yang, X. Wei, P. Roy, D. Zhang, P. Lu, S. Dhole, H. Wang, N. Cucciniello, N. Patibandla, Zh. Chen, H. Zeng, Q. Jia, M. Zhu. Materials, **16**, 7468 (2003). DOI: 10.3390/ ma16237468
[31] E.I. Alessandrini, V. Sadagopan, R.B. Laibowitz. J. Vacuum Sci. Technol., **8**, 188 (1971). DOI: 10.1116/1.1316283
[32] K. Buttig, H. Liemersdorf, H. Kinder, K. Reichelt. J. Appl. Phys., **44**, 5069 (1973). DOI: 10.1063/1.1662091
[33] H.-J. Hedbabny, H. Rogalla. J. Appl. Phys., **63**, 2086 (1988). DOI: 10.1063/1.341113
[34] D. Dochev, V. Desmaris, A. Pavolotsky, D. Meledin, Z. Lai, A. Henry, E. Janzen, E. Pippe, J. Woltersdorf, V. Belitsky. Supercond. Sci. Technol., **24**, 035016 (2011). DOI: 10.1088/0953-2048/24/3/035016
[35] P. Feautrier, E. le Coarer, R.E. de Lamaestre, P. Cavalier, L. Maingault, J.C. Villégier, L. Frey, J. Claudon, N. Bergeard, M. Tarkhov, J.-P. Poizat. J. Phys.: Conf. Ser., **97**, 012087 (2008). DOI: 10.1088/1742-6596/97/1/012087
[36] R.E. de Lamaéstre, Ph. Odier, J.-C. Villégier. Appl. Phys. Lett., **91**, 232501 (2007). DOI: 10.1063/1.2820607
[37] Д.И. Долгий, Е.Д. Ольшанский, Е.П. Рязанцев. Конверсия в машиностроении, 3–4, 119 (1999)
[38] К.Е. Приходько, М.М. Дементьева. ЖТФ, 94 (8), 1314 (2024).
[39] D.B. Williams, C.B. Carter. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science* (Springer, 2009)
[40] B.A. Gurovich, K.E. Prikhod'ko, M.A. Tarkhov, E.A. Kuleshova, D.A. Komarov, V.L. Stolyarov, E.D. Ol'shanskii, B.V. Goncharov, D.A. Goncharova, L.V. Kutuzov, A.G. Domantovskii, Z.V. Lavrukhina, M.M. Dement'eva. Nanotechnol. Russ., **10** (7-8), 530 (2015). DOI: 10.1134/S1995078015040072