

ПОВЕРХНОСТНАЯ СВЕРХПРОВОДИМОСТЬ И СВЕРХПРОВОДИМОСТЬ ПЛОСКОСТИ ДВОЙНИКОВАНИЯ В АЛЮМИНИИ

И. Н. Хлюстикова*

*Институт физических проблем им. П. Л. Капицы Российской академии наук
119334, Москва, Россия*

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук
142432, Черноголовка, Московская обл., Россия*

Поступила в редакцию 15 июля 2005 г.

На монокристаллах и двойниковых бикристаллах алюминия в интервале температур несколько ниже T_{c0} — критической температуры перехода в сверхпроводящее состояние ($T_{c0} - 0.055 \text{ K} < T < T_{c0}$) — проведены измерения критического поля переохладения H_{sc} . Обнаружено, что даже в столь малом интервале температур зависимость $H_{sc}(H_c)$, отождествляемая для монокристаллов с $H_{c3}(H_c)$, существенно нелинейна. Установлено, что зависимости $H_{sc}(H_c)$ для двойниковых бикристаллов и монокристаллов заметно отличаются друг от друга. Фазовая диаграмма двойникового бикристалла алюминия во всех своих качественных чертах в точности повторяет фазовую диаграмму сверхпроводимости плоскости двойникования, полученную ранее для олова [1]. Это позволяет утверждать, что и в кубических гранецентрированных кристаллических решетках существует явление сверхпроводимости плоскости двойникования.

PACS: 74.25.-q

1. ВВЕДЕНИЕ

Хорошо известно, что в присутствии магнитного поля переход в сверхпроводящее состояние сверхпроводников первого рода сопровождается явлениями перегрева и переохладения. Объемный зародыш сверхпроводящей фазы критического размера рождается в поле H_{c2} , а при наличии границы сверхпроводник–вакуум или диэлектрик — на этой границе. Для сверхпроводников первого рода (параметр Гинзбурга–Ландау $\kappa \lesssim 0.4$) неустойчивость наступает в критическом поле поверхностной сверхпроводимости $H_{c3} \approx 1.7H_{c2}$. Другой существенной причиной, влияющей на устойчивость переохлажденных метастабильных состояний при фазовом переходе материалов в сверхпроводящее состояние, являются плоскости двойникования [1]. Влияние других структурных дефектов, если оно и существует, оказывается значительно более слабым.

Из экспериментальных фактов, существенных для данной работы, к настоящему моменту известно следующее: при измерениях магнитных свойств двойниковых бикристаллов алюминия при температурах выше критической объемной сверхпроводимости T_{c0} никаких признаков появления сверхпроводимости плоскости двойникования обнаружено не было [2].

В этой работе представлены результаты исследований магнитных свойств монокристаллов и двойниковых бикристаллов алюминия при температурах несколько ниже критической T_{c0} .

2. ОБРАЗЦЫ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА

Исходным для изготовленных образцов был слиток алюминия высокой чистоты, который подвергался глубокой пластической деформации, а потом был рекристаллизован при длительном отжиге. Размер выросших кристаллитов составлял порядка 1–2 см. Выход на поверхность некоторых межкристаллит-

*E-mail: khly@kapitza.ras.ru

ных границ представлялся идеальной прямой линией, а определенная по «бликам» взаимная ориентация таких граничащих кристаллитов была двойниковой [3]. Кристаллографическая ориентация границы [111].

Из слитка на электроэрозионном станке вырезались кубики объемом около 1.5 мм^3 . Поврежденный поверхностный слой стравливался в полирующем растворе на основе ортофосфорной кислоты [4]. В результате травления вначале острые ребра и вершины заметно сглаживались. Готовые монокристаллические и двойниковые бикристаллические образцы имели форму куба со сглаженными ребрами объемом примерно 1 мм^3 .

Кроме того, исследовались образцы, в которых следует предполагать наличие большого количества межкристаллитных границ, в том числе и двойниковых. Процедура изготовления таких образцов полностью аналогична процедуре изготовления испарителей для напыления алюминиевых пленок. Навеска алюминия объемом около 1 мм^3 размещалась на нагревателе из танталовой проволоки диаметром 0.1 мм и длиной около 4 см . После помещения такой сборки в вакуум через нагреватель пропусклся электрический ток и алюминий плавился. Как известно, при достаточно высоких температурах алюминий смачивает тантал, в результате чего алюминиевая навеска превращается в «шарик», нанизанный на нагреватель. После этого нагрев прекращался. Скорость охлаждения в основном определялась излучением, так как теплопроводностью нагревателя в данном случае можно пренебречь. Для измерений использовалась только та часть шарика, которая не содержала материала нагревателя. Поверхность этих образцов также протравливалась.

Измерения проводились при помощи SQUID-магнитометра [5], который позволяет регистрировать зависимости $M(H)$ при фиксированной температуре.

Остаточное магнитное поле в месте расположения образцов в условиях нулевого тока через соленоид не превышает 10^{-6} – 10^{-7} Э. Эта оценка была сделана по величине регистрируемого сигнала при опрокидывании сверхпроводящего кольца, имитирующего образец. Столь малое остаточное поле было достигнуто в результате применения пермаллового экрана снаружи магнитометра и двух свинцовых экранов, которые последовательно переходят в сверхпроводящее состояние при охлаждении прибора.

Типичный пример экспериментальной записи перехода алюминия в сверхпроводящее состояние и

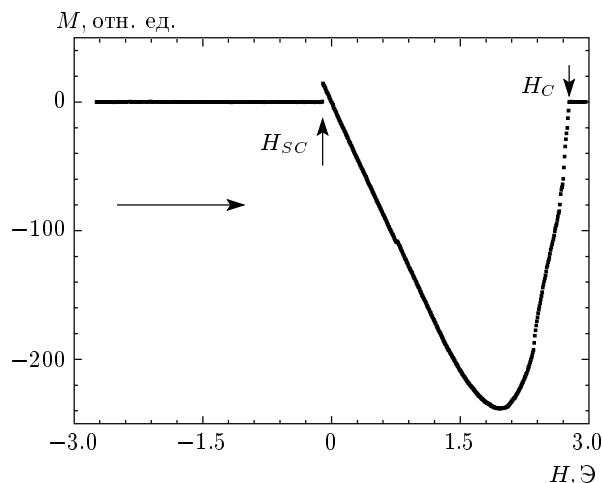


Рис. 1. Пример экспериментальной записи магнитного момента образца в зависимости от магнитного поля. Направление развертки поля — слева направо. Стрелками обозначены критическое поле переохлаждения H_{sc} и термодинамическое критическое поле сверхпроводимости H_c .

обратно в нормальное при развертке магнитного поля приведен на рис. 1. Внешнее, приложенное к образцу магнитное поле вначале уменьшалось от больших величин (больших H_c алюминия) до нуля и далее снова возрастало со сменой знака до превышающих H_c значений. На рисунке направление развертки поля показано стрелкой.

Представленная запись позволяет понять, насколько хорошо можно измерить два характеризующих сверхпроводимость критических поля.

Первое из них — критическое поле потери устойчивости нормального состояния, или поле переохлаждения. Оно наблюдается при уменьшении модуля внешнего поля. В этом поле происходит скачок магнитного момента образца от близких к нулю значений к величинам, определяемым диамагнитной восприимчивостью сверхпроводника. На рисунке поле переохлаждения обозначено H_{sc} .

Второе — поле термодинамического равновесия между нормальным и сверхпроводящим состояниями, наблюдающееся при росте внешнего магнитного поля (на рисунке H_c). Критическому полю H_c на кривых $M(H)$ соответствует излом. При приближении к H_c образец находится в промежуточном состоянии, и именно в критическом поле H_c исчезают последние области сверхпроводящей фазы, а магнитный момент образца обращается в нуль. При дальнейшем увеличении поля нулевое значение магнитного момента сохраняется, поскольку в данном

случае магнитная восприимчивость нормального металла пренебрежимо мала.

При развертке поля в обратном направлении экспериментальные записи центрально-симметричны относительно точки с координатами $(H, M) = (0, 0)$.

Измерения температуры вблизи 1 К в большинстве случаев связаны со значительными трудностями. Однако в данных экспериментах это не является проблемой. Каждая экспериментальная запись содержит информацию о поле H_c , которое однозначно связано с температурой. Согласно табличным данным, критическая температура T_{c0} алюминия равна 1.1796 К, $H_c(0) = 104.9$ Э, а $dH_c/dT = -177.9$ Э/К.

Стабильность температуры оценивалась по воспроизводимости результатов нескольких последовательных записей зависимостей $M(H)$. Время одной записи при развертке поля от -10 Э до $+10$ Э составляло около 1 мин, изменение температуры при этом не превышало 1 мК. Вблизи T_{c0} развертка поля осуществлялась с той же скоростью до величин, только слегка превышающих $H_c(T)$, соответственно, температурный дрейф за время измерений был пропорционально меньше.

Температура в приборе независимо контролировалась путем измерения давления насыщающих паров ^4He при помощи манометра Мак-Леода.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Имевшиеся в наличии средства получения низких температур (откачка ^4He) позволили достичь только температур, соответствующих величине критического поля $H_c(T) \approx 10$ Э, т. е. спуститься примерно на 0.055 К ниже критической температуры T_{c0} сверхпроводящего перехода алюминия.

Результаты, полученные на монокристаллических образцах, представлены на фазовой диаграмме рис. 2.

Обращает на себя внимание существенная нелинейность зависимости $H_{sc}(H_c) = H_{c3}(H_c)$. Аппроксимация экспериментальных результатов проведена функцией вида $ax^2 + bx$. При 5% отклонении H_c от 0 квадратичный вклад примерно в три раза превосходит линейный. Наклонная прямая соответствует величине H_c .

На диаграмме рис. 3 воспроизведены линии, характеризующие монокристалл, и показаны результаты измерений поля переохлаждения $H_{sc}(H_c)$ двойникового бикристалла. При температурах, соответствующих $H_c < 3$ Э, измеренные поля переох-

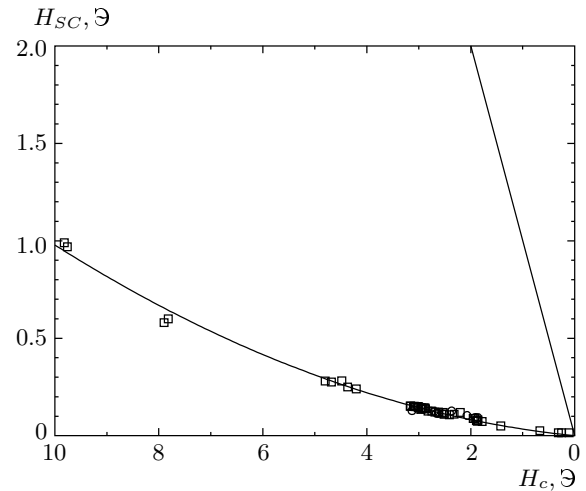


Рис. 2. Фазовая диаграмма сверхпроводимости монокристаллических образцов алюминия

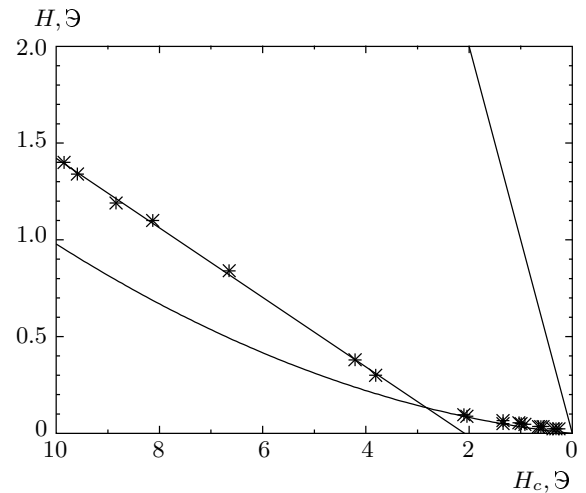


Рис. 3. Фазовая диаграмма сверхпроводимости алюминиевого двойникового бикристалла

лаждения нормального состояния монокристаллов и двойниковых бикристаллов совпадают между собой. При более низких температурах критическое поле переохлаждения двойниковых бикристаллов заметно превышает поле переохлаждения монокристаллических образцов. При $H_c > 3$ Э зависимость $H_{sc}(H_c)$ с точностью эксперимента линейна. Экстраполяция этой зависимости до пересечения с осью «температура» дает значение $H_c \approx 2$ Э.

На фазовой диаграмме рис. 4 также воспроизведены линии H_c и H_{c3} и показаны результаты измерений, полученные на поликристаллических образцах.

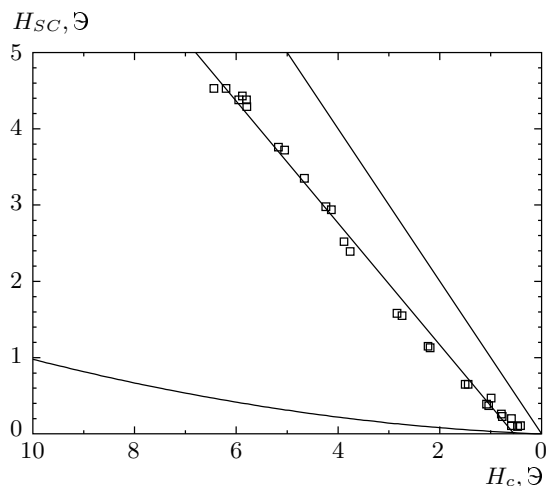


Рис. 4. Фазовая диаграмма сверхпроводимости поликристаллического образца алюминия

Аппроксимирующая прямая пересекает ось «температур» в точке $H_c \approx 0.54$ Э.

Контрольные эксперименты, проведенные с бикристаллами алюминия, в которых ориентации кристаллитов и границы между ними не соответствовали двойниковым, показали, что сколько-нибудь заметных отклонений измеренного критического поля H_{sc} от H_{c3} нет.

4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

О существовании в случае алюминия сильной нелинейности зависимости $H_{c3}(T)$ известно давно (см., например, [6]). Однако о том, что нелинейность может оказаться существенной столь близко от T_{c0} , сообщений обнаружить не удалось. С другой стороны, в книге [7] приводятся аргументы, что малость поправок к величине $\kappa(T_{c0})$ следует ожидать только в области температур $\Delta T < \kappa^2 T_{c0}$. Согласно результатам измерений настоящей работы, величину параметра $\kappa(T_{c0})$ следует оценивать как 0.011, соответственно, область линейности зависимости $H_{c3}(T)$ может и не превышать 10^{-4} К.

Представляется интересным сравнение результатов измерений зависимости $H_{c3}(T)$ монокристаллов алюминия с результатами, полученными для других материалов. Например, в работе [1] такие данные были получены для монокристаллов олова (работа [1] была выполнена с использованием того же самого магнитометра, что и настоящая работа, и содержит полное описание разработанной технологии подготовки оловянных образцов).

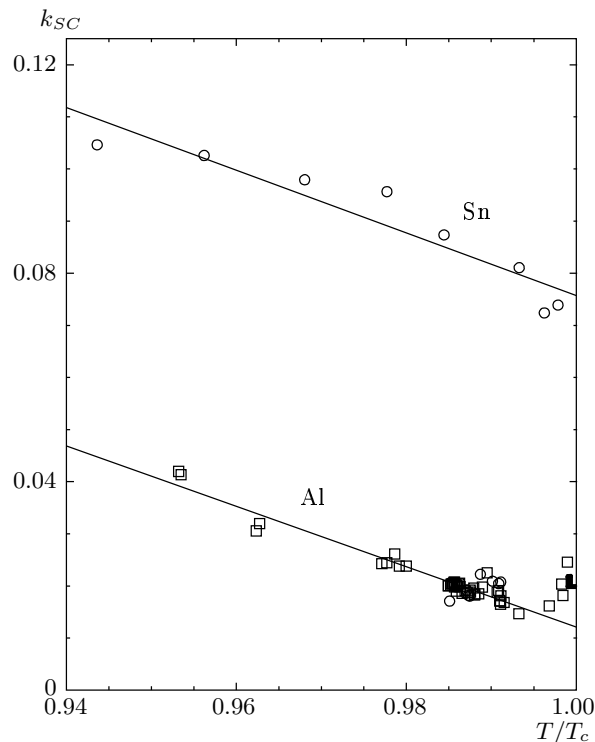


Рис. 5. Зависимости $\kappa_{sc} = H_{c3}/2.4H_c$ от приведенной температуры T/T_{c0} для монокристаллов алюминия и олова

Указанное сравнение оказалось удобным представить в нормированных координатах, $\kappa_{sc}(T/T_{c0}) = H_{c3}(T/T_{c0})/2.4H_c(T/T_{c0})$ (см. рис. 5). Обращает на себя внимание исключительная близость по величине наклонов зависимостей $\kappa_{sc}(T/T_{c0})$ для этих двух сверхпроводников, несмотря на практически десятикратное различие величин $\kappa_{sc}(T_{c0})$. В настоящее время нельзя сказать, является ли это совпадение наклонов случайным обстоятельством или имеет под собой более существенные обоснования. При этом следует отметить, что полученный результат находится в противоречии с работой [8], согласно которой наклон зависимостей $\kappa_{sc}(T/T_{c0})$ должен быть пропорционален величине $\kappa_{sc}(T_{c0})$.

Аналогичный результат — равенство наклонов зависимостей $\kappa_{sc}(T/T_{c0})$ — был получен в работе [9] при исследованиях олова и индия. Следует отметить не только качественное, но и количественное согласие результатов по олову настоящей работы с результатами работы [9] при $\Delta T/T_{c0} > 3\%$. При меньших отклонениях температуры от критической работа [9] дает несколько большие значения величины κ_{sc} . Скорее всего, эти различия обусловлены разли-

чием применявшихся методик измерений. Используемый в [9] модуляционный метод должен давать завышенные величины H_{c3} при приближении к T_{c0} , когда амплитуда модуляции поля становится сравнимой с $H_{c3}(T)$.

«Хвостик» вверх при $T \rightarrow T_{c0}$ (на рис. 5 результаты для алюминия), как показано в [9], связан с ограничениями на геометрических размерах исследуемых образцов.

Фазовая диаграмма рис. 2 двойникового бикристалла алюминия во всех своих качественных чертах в точности повторяет близкую к T_{c0} часть фазовой диаграммы для олова [1, рис. 1б], полученную для случая, когда критическая температура сверхпроводимости плоскости двойникового, в обозначениях работы [1] — T_c , оказывается меньше критической температуры объемной сверхпроводимости T_{c0} . Результаты проведенных с алюминием экспериментов позволяют оценить разность критических температур $T_c - T_{c0} = -0.01$ К.

Изменения фазовой диаграммы, зарегистрированные на образцах алюминия с большой плотностью двойников, находятся в полном соответствии с полученными ранее результатами на образцах олова (см., например, [10, 11]). Так же как и в олове, наблюдается рост критической температуры сверхпроводимости плоскости двойникового T_c и увеличение наклона линии критических полей. Отличие заключается только в том, что даже в случае большой плотности двойников в проведенных экспериментах критическая температура сверхпроводимости плоскости двойникового осталась меньше, чем критическая температура объемной сверхпроводимости алюминия. Разность критических температур $T_c - T_{c0}$ составила -0.0025 К.

Таким образом, в настоящей работе получены данные о том, что и в кубических гранцентрированных кристаллических решетках плоскость двойникового обладает особыми свойствами сверхпрово-

димости. Наличие таких особых свойств плоскости двойникового зарегистрировано по изменению критического поля абсолютной неустойчивости переохлажденных нормальных состояний образцов алюминия.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 03-02-16958). Автор благодарен В. И. Марченко и Е. Р. Подольку за многочисленные обсуждения.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. Н. Хлюстикова, ЖЭТФ **96**, 2073 (1989).
2. И. Н. Хлюстикова, С. И. Москвин, ЖЭТФ **89**, 1846 (1985).
3. М. В. Классен-Неклюдова, *Механическое двойникование*, Наука, Москва (1960).
4. В. Тегарт, *Электролитическое и химическое полирование металлов*, Изд-во иностр. лит., Москва (1957).
5. И. Н. Хлюстикова, М. С. Хайкин, ПТЭ № 2, 184 (1980).
6. Т. Е. Faber, Proc. Roy. Soc. A **231**, № 1186, 353 (1955).
7. В. В. Шмидт, *Введение в физику сверхпроводников*, МЦНМО, Москва (2000).
8. Л. П. Горьков, ЖЭТФ **37**, 833 (1959).
9. J. Feder and D. S. McLachlan, Phys. Rev. **177**, 763 (1969).
10. I. N. Khlyustikov and A. I. Buzdin, Adv. Phys. **36**, 271 (1987).
11. И. Н. Хлюстикова, А. И. Буздин, УФН **155**, 47 (1988).