

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Московский физико-технический институт (государственный университет)

Кафедра физики твердого тела

## Совершенствование метода наблюдения структуры магнитного потока в сверхпроводниках

Выпускная квалификационная работа на соискание степени бакалавра  
по направлению 010600 „Прикладные физика и математика“

Выполнил студент 8226 группы  
Шурыгин Б.М.

Научный руководитель:  
д. ф.-м. н. Винников Л.Я.

ЧЕРНОГОЛОВКА, 2012

# Содержание

<b>1 Введение</b>	<b>2</b>
1.1 Вихри в сверхпроводниках II рода . . . . .	2
1.2 Методы исследования вихревой структуры . . . . .	3
1.3 Основные концепции декорирования . . . . .	4
<b>2 Экспериментальная часть</b>	<b>8</b>
2.1 Описание установки . . . . .	8
2.2 Описание методики декорирования . . . . .	13
2.3 Экспериментальные результаты . . . . .	15
<b>3 Приложение - процесс декорирования и геометрические параметры установки</b>	<b>17</b>

# 1 Введение

## 1.1 Вихри в сверхпроводниках II рода

Сверхпроводники II рода при температурах  $T < T_c$  и полях  $H < H_{c2}$  переходят в т.н. смешанное состояние. Оно характерно тем, что поле проникает в сверхпроводник в виде нитевидных структур, называемых вихрями Абрикосова. Качественно их можно представить как куперовские пары, вращающиеся вокруг нормальной сердцевины (core) вихря. Это создает незатухающий сверхпроводящий ток, направленный таким образом, чтобы создаваемое им магнитное поле по направлению совпадало с приложенным извне. Нетрудно видеть, что при таком положении дел вихри отталкиваются. Их движение в силу диссипативности приводит к разрушению сверхпроводимости, что означает, казалось бы, невозможность существования вихревой решетки.

Однако же в действительности имеет место пиннинг вихрей на всевозможных дефектах в кристалле - вихрю энергетически выгоднее проходить через них. Таким образом, мы приходим к еще одному важнейшему параметру - критическому току, приводящему к депиннингу вихрей и, как следствие, переходу образца целиком в нормальное состояние. Наиболее популярное применение высокотемпературных сверхпроводников - сверхпроводящие катушки - требуют высоких значений как крит. токов, так и крит. полей. Исследование абрикосовских вихрей играет ключевую роль в понимании процессов, происходящих в сверхпроводниках второго рода, и, таким образом, является одной из самых приоритетных задач современной физики.

## 1.2 Методы исследования вихревой структуры

Остановимся здесь на двух основных и самых информативных методах - магнетооптических исследованиях(magneto-optics) и декорировании поверхности СП ферромагнитными частицами(Bitter decoration technique).

Первый из них был разработан DeSorbo и Healy в 1964 году[1]. Он основан на магнетооптическом эффекте Фарадея и позволяет наблюдать структуру магнитного поля в динамике, однако же точность его принципиально ограничена длиной волны света и, как следствие, этот метод на сегодняшний день не позволяет разрешать отдельные вихри(кроме редких случаев слабых( $\sim 10^9$ ) полей[2]).

Второй же носит имя Биттера, впервые описавшего методику декорирования[3]. Однако же в его экспериментах железные частицы готовились заранее - образец помещался в коллоидную взвесь. Это не позволяло достичь высокого пространственного разрешения - частицы при приближении к поверхности слипались и достигали слишком больших размеров. Методика в том виде, в котором ее знаем мы, была разработана Хатчинсоном[4] в 1965 году, а применена к исследованию сверхпроводников Тройблом и Эссманном(Trauble and Essmann) в 1967. С этого момента скоро уже минет столетия, а методика, при всей ее информативности, используется в считанном числе лабораторий по всему миру.

Дело в том, что техника этого эксперимента довольно сложна, приготовление частиц в процессе эксперимента связано с нагревом образца и большими сложностями в подборе оптимального режима работы установки. До сих пор нет ни одного полного описания методики декорирования и, очевидно, у каждой лаборатории есть свои ноу-хау, относящиеся к различным аспектам улучшения получаемых результатов. Им и посвящена данная работа - в первую очередь, в ней рассматриваются способы понизить температуру декорирования и добиться при этом хорошей воспроизводимости результатов, сведя человеческий фактор к минимуму. Понижение температуры декорирования критично для исследования новых видов материалов, таких как топологические сверхпроводники(например,  $\text{BiSnTe}_3$  и  $\text{Bi}_2\text{Se}_3\text{Ca}$ ). Помимо этого, создано подробное и структурированное руководство, описывающее технику проведения эксперимента по декорированию на примере используемой установки(описание установки прилагается).

### 1.3 Основные концепции декорирования

Технологически процесс заключается в доставке ферромагнитных частиц размеров  $\sim 200\text{\AA}$ [4] к поверхности сверхпроводника. Достигается это испарением железа или никеля в атмосфере буферного газа - гелия. Согласно [4], размер получающихся частиц монотонно зависит от давления газа - при увеличении давления увеличивается и размер получающихся частиц. В этой работе, а также в обзоре [5] приводится и принципиальная схема установки. Приведена она и в разделе **Описание установки** настоящей работы. Однако же, согласно указанным источникам [4][5], при работе в качестве испарителя используется вольфрамовая нить, на которую **намотана** железная. Делается это для уменьшения поверхности контакта вольфрамового испарителя с железом с целью минимизации вероятности образования сплавов. Я привожу здесь фазовые диаграммы Fe-W и Ni-W, полученные с помощью пакета MTDATA[6]:

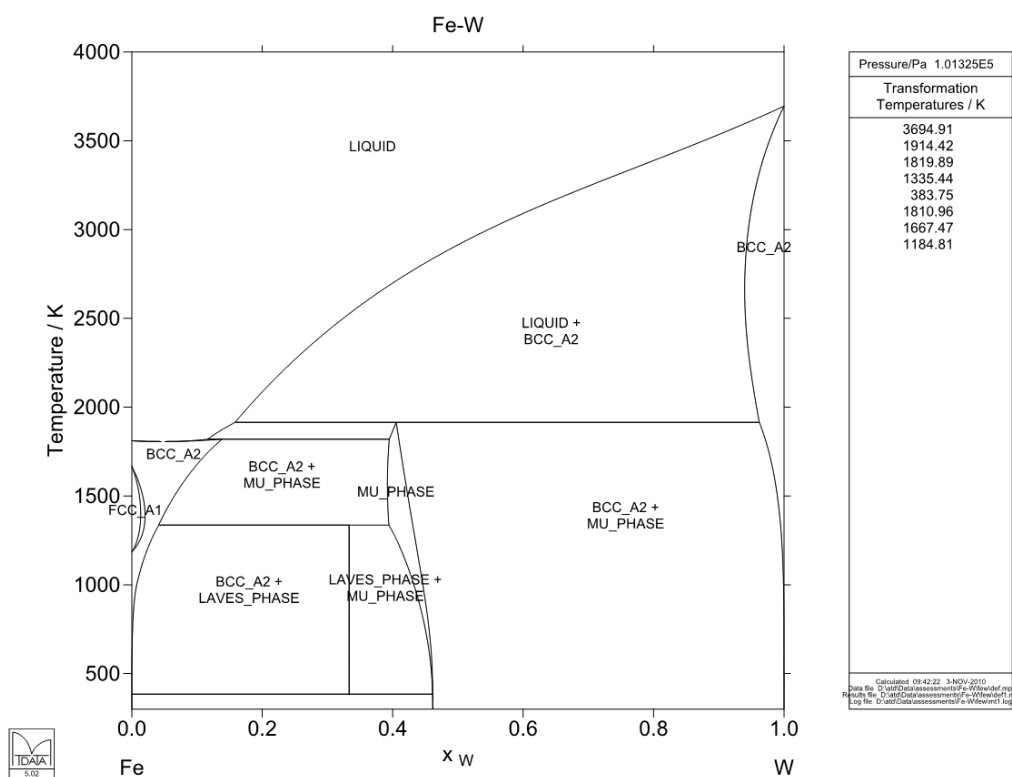


Рисунок 1: Fe-W phase diagram

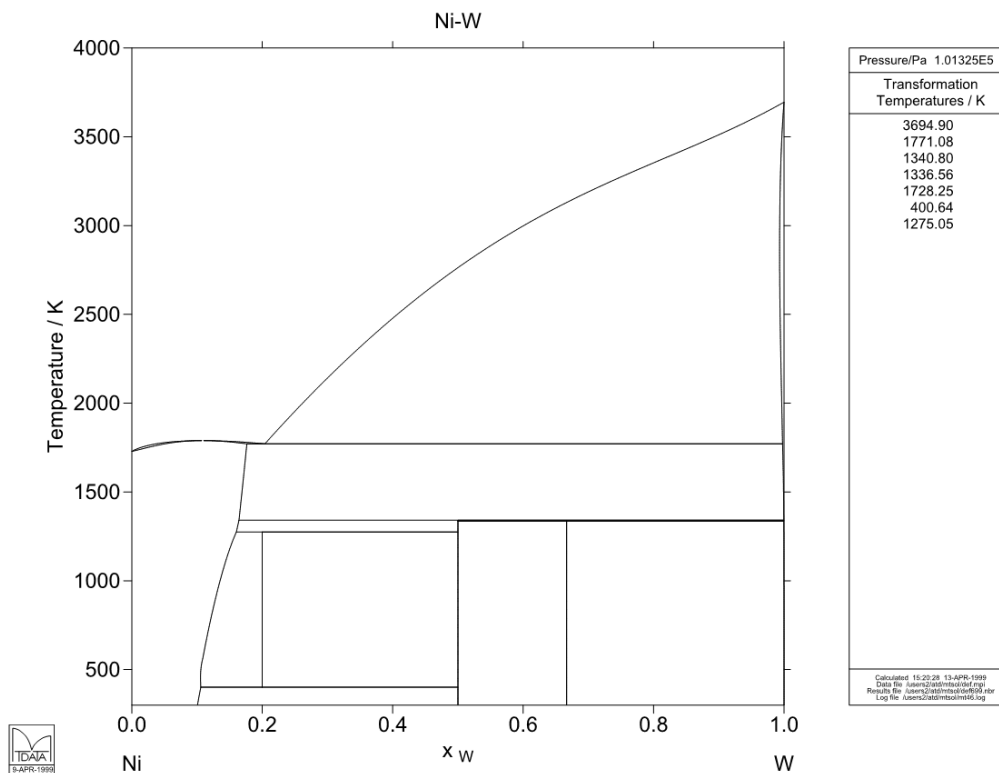


Рисунок 2: Ni-W phase diagram

Железо выглядит с этой точки зрения предпочтительнее, и эксперимент показывает, что это действительно так. Однако же нельзя не обратить внимание на то обстоятельство, что нагрев большой капли происходит дольше и, как следствие, приводит к большему нагреву образца. В нашей лаборатории был разработан ряд методик, позволяющих наносить относительно тонким слоем железо на вольфрамовую нить. Отвечая на возникающий вопрос о невозникновении сплавов и эвтектик железа с вольфрамом, приведу результат рентгеноструктурного анализа образца после декорирования:

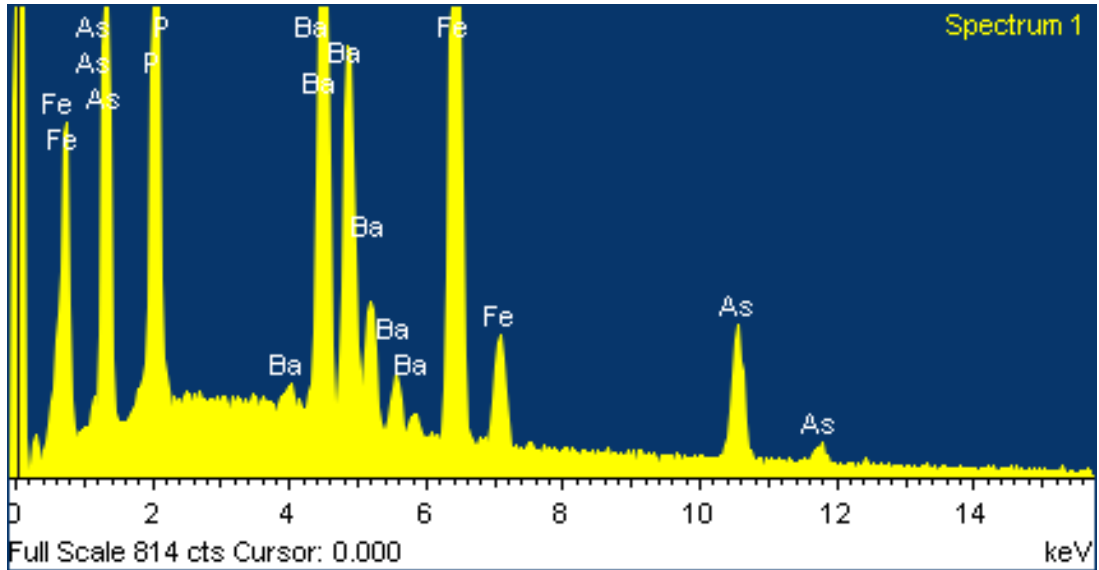


Рисунок 3: Анализ состава образца и веществ на его поверхности после декорирования

Как видно, нет пиков, могущих соответствовать вольфраму. Это позволяет с уверенностью говорить о том, что внесенное изменение позволяет понизить температуру декорирования, не внося негативных эффектов.

Оценим теперь требуемое давление буферного газа.

Считая соударения с гелием упругими, а атомы гелия покоящимися, тривиально получим

$$u = \frac{2V'}{1 - \frac{m}{M}}, V' = \frac{M - m}{M + m}V; \quad (1.1)$$

$M$  и  $m$  - массы атомов железа и гелия, соответственно,  $V$  и  $V'$  - скорость атома железа до и после соударения,  $u$  - скорость атома гелия после соударения. Таким образом, за соударение атом железа теряет

$$\Delta V = V - V' = \frac{2m}{M + m}V \quad (1.2)$$

своего импульса, то есть релаксация происходит за

$$n = \frac{\frac{1}{2} \ln \frac{T_{He}}{T_{Fe}}}{\ln \left( 1 - \frac{\Delta V}{V} \right)} \simeq 26 \quad (1.3)$$

соударений. В действительности же такая оценка является не слишком репрезентативной - она описывает лишь передачу энергии от железа гелию. Не учитывается обратный процесс - "разгон" уже горячими атомами гелия остывших атомов железа, а также, что более важно, соударений атомов(и микроскопических частиц!) железа между собой. Учитывая то, что сечение взаимодействия железных частиц между собой примерно в  $\sqrt{2}$

раз превышает таковое для взаимодействия их с гелием, а концентрация в момент испарения их крайне высока, логично предположить, что за это время произойдет много актов рассеяния Fe-Fe. Из элементарных кинематических соображений в случае неупругого удара кинетическая энергия соударяющихся частиц в случае равной массы уменьшается на

$$mV_1V_2 \cos \theta, \quad (1.4)$$

где  $\theta$  – угол между начальными импульсами. Отсюда с учетом того, что не всякие из этих соударений реализуемы, получим после интегрирования по допустимым углам (полученных приравниванием характерной тепловой энергии, помноженной на  $\cos \theta$ , к энергии ионизации атома железа, равной 4,31эВ), что доля таких соударений составляет примерно 30%. Это весьма немало.

Длина свободного пробега железа в гелии дается формулой

$$\lambda_{mfp} = \frac{1}{\pi \sqrt{d_{Fe}^2 + d_{He}^2} n}, \quad (1.5)$$

Где  $n$  - концентрация атомов гелия. Преобразуем это к более привычному с точки зрения МКТ виду:

$$\lambda_{mfp} = \frac{k_B T}{\pi \sqrt{d_{Fe}^2 + d_{He}^2} P}. \quad (1.6)$$

Заметим, что это уравнение описывает очень быстрое расширение облака железных частиц. При этом с учетом поверхностной плотности испаренного железа, равной  $\frac{0,5\text{мг}}{20\text{мм}^2}$  (экспериментально), концентрация его у поверхности будет порядка

$$\frac{N_A * 0,5/56}{20\text{мм}^3} \sim 10^{30}\text{м}^{-3}, \quad (1.7)$$

что примерно на два-три порядка выше концентрации атомов гелия. Конечно, это облако рассосется очень быстро, но за это время произойдет почти на те же три порядка больше соударений, чем с атомами гелия, т.е., согласно предыдущим расчетам, грубо мы получим  $N = \sqrt{2} * 26 * 30\% * \frac{n_{Fe}}{n_{He}}$ , а для размера частиц в  $200\text{Å}$  это составляет сотни тысяч.

На самом деле, частицы размеров порядка  $50\text{Å}$  уже суперпарамагнитны, для них  $N \simeq 2800$ ; требуемое давление составит около  $20 * 10^{-3}$  торр, что хорошо согласуется с результатами, полученными Хатчинсоном. Однако же оценки это, как нетрудно заметить, весьма грубые - стоит учесть хотя бы то, что в эксперименте каждый раз производится не меньше двух-трех актов испарения, что не может не влиять на окончательное количество напыленного железа. Помимо этого, облако тем раньше тормозится, чем выше давление, и конечное число частиц у поверхности зависит еще от довольно многих параметров (e.g. расстояния от испарителя до образца), и полученная теоретическая оценка хоть и видится правильной, но является скорее ограничивающей, чем предписывающей, и оптимальные параметры подлежат сугубо экспериментальному определению.



## 2 Экспериментальная часть

### 2.1 Описание установки

Рассмотрим принципиальную схему экспериментальной установки:

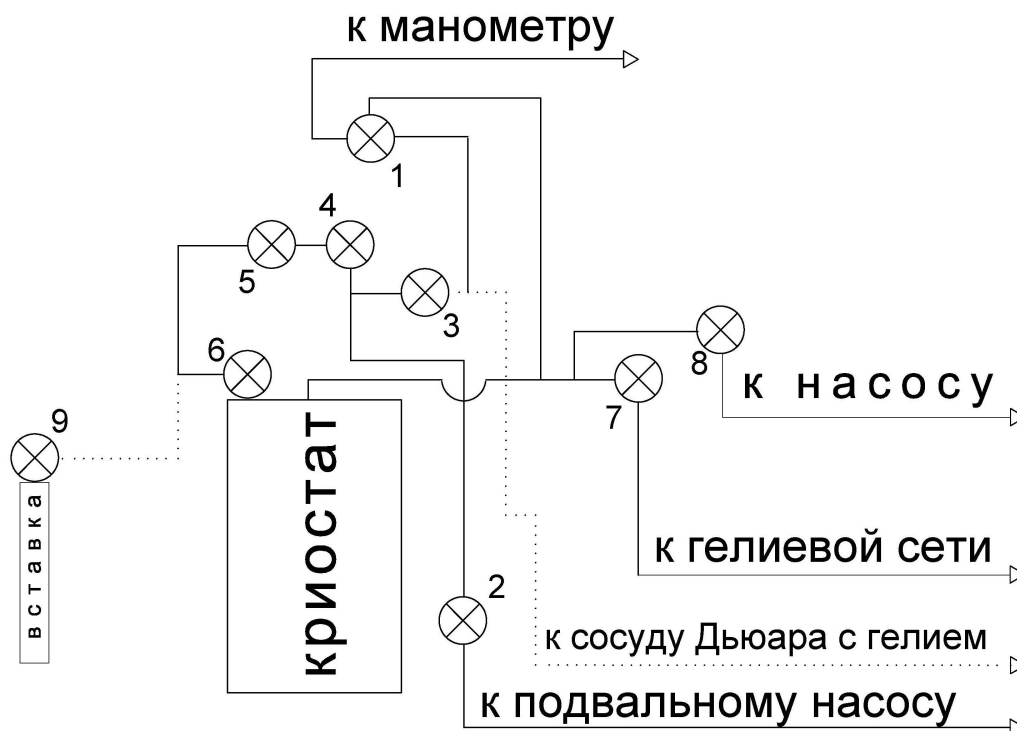


Рисунок 4: Схема установки

Цифрами на ней обозначены краны, манипуляции с ними детально будут рассмотрены позже, сейчас же остановимся на их предназначении. Идеологически все, что касается действий с вакуумной частью в эксперименте можно разбить на 5 этапов:

1. Подготовка к работе, откачка воздуха из рубашки криостата
2. Заливка азота в криостат
3. Откачка воздуха из вставки и наполнение ее гелием
4. Установка вставки в криостат, откачка из нее гелия
5. Заливка криостата гелием, откачка его паров для достижения температуры ниже 4,2К.

После этого производится собственно декорирование и напуск воздуха и гелия в систему. Действия с кранами на каждом этапе:

Действие Кран	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Откачка воздуха из рубашки	x	o	x	o	o	o	N/U	x	N/U
Заливка азота в криостат	x	o	x	o	o	x	N/U	x	N/U
Откачка воздуха из вставки	x	o	x	o	o	x	o	x	o
Напуск гелия во вставку	x	x	o	o	o	x	o	o	o
Откачка гелия из вставки	x	o	x	o	o	x	o	o	o
Заливка гелия	o	x	x	x	o	x	o	x	o
Включение насоса	x	x	x	x	o	x	x	o	o
Выключение насоса	x	x	x	x	o	x	x	x	x
Напуск гелия в сеть	x	x	x	x	o	x	o	x	x

Здесь x обозначает закрытый кран, o - открытый, N/U - сокращение от not used.

Первый кран служит для отсечения дьюара с гелием от гелиевой сети при напуске гелия во вставку(в ней должен быть как можно более чистый гелий), однако же при заливке гелия в криостат его очень важно открыть - иначе давление в дьюаре начнет быстро расти, и резиновая груша, используемая для переливания, может лопнуть.

Второй кран используется в соединении системы с форвакуумным насосом, расположенным в подвале. Насос этот используется для откачки воздуха и гелия из всех частей системы, кроме внутренней части криостата. Единственное замечание, касающееся этого крана, состоит в том, что при напуске воздуха в насос его следует закрыть, чтобы сохранить вакуум в системе.

Третий кран, как видно из схемы, используется при напуске гелия во вставку и его откачке - он отделяет дьюар с гелием от насоса и вставки.

Четвертый в силу конструктивных особенностей удобно использовать при окончательной откачке гелия из вставки. Для этого второй кран открывается полностью при закрытом четвертом, а потом последний медленно минимально приоткрывается, что позволяет задать давление с точностью до  $5 * 10^{-3}$  торр.

Пятый практически не используется, иногда можно его закрывать для сохранения баратрона от резких перегрузок.

Шестой отделяет рубашку криостата и должен быть закрыт сразу после откачки во избежание создания криогенного насоса.

Седьмой служит для соединения системы с сетью свободно парящего гелия. Его **обязательно** открыть на время проведения манипуляций с гелием(помимо откачки насосом, расположенным в криогенной

лаборатории), и желательнее держать закрытым все остальное время. При этом закрыть его на этапе откачки можно лишь убедившись в том, что она началась (наблюдается визуально по ртутному манометру, а также аудиально и кинестетически по трубам, идущим к насосу). Кран этот снабжен регулируемым клапаном, позволяющим вручную напускать гелий в систему.

Восьмой соединяет насос, расположенный в криогенной лаборатории, со внутренней частью криостата, внешней вставки и гелиевой сетью.

Наконец, девятый - это кран, расположенный на вставке. Он закрывается **сразу** по окончании основного эксперимента для наилучшей сохранности результата. Во избежание конденсации водяных паров из воздуха, открывается он для напуска воздуха во вставку и ее открытия лишь по ее отогреву до комнатной температуры. Производить эту процедуру также следует аккуратно.

Части установки соединены между собой сильфонными шлангами, что минимизирует количество остаточного газа, адсорбированного частями системы.

Теперь рассмотрим подробнее устройство самой вставки. Ее схема изображена ниже.

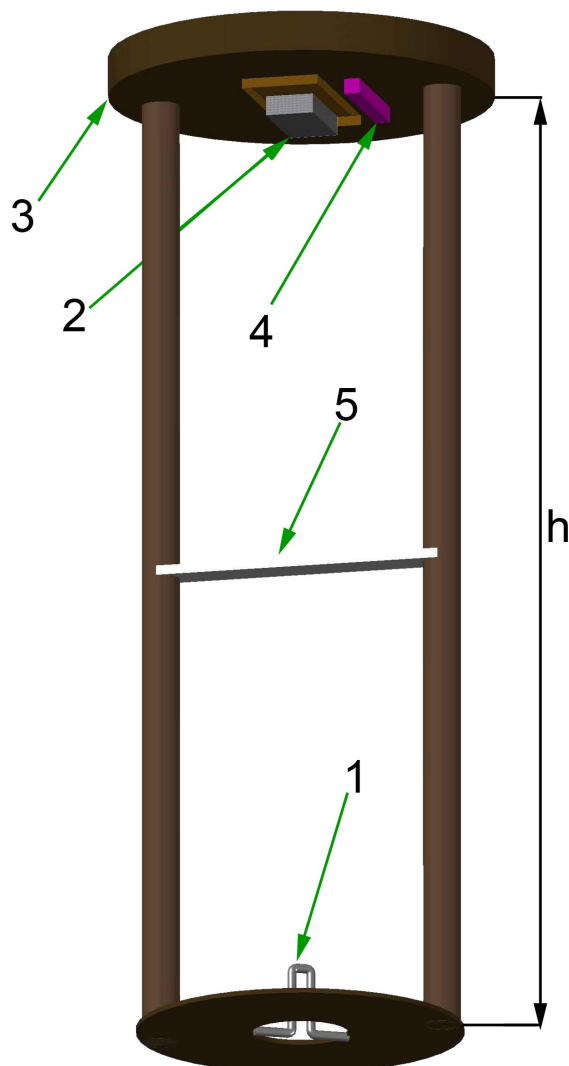


Рисунок 5: 1 - испаритель, 2 - образец, 3 - держатель, 4 - термометр, 5 - экран

Здесь следует обратить внимание на экран и положение испарителя. Экран покрыт тонкой фольгой и призван уберечь образец от нагрева излучением.

Действительно, при общей мощности в  $\sim 20W$ , выделяющейся на нагревателе(при токе в 10 А напряжение меняется почти линейно от 0 до 3,5-4 вольт), на излучение приходится  $\sigma ST^4$ ; что при площади в примерно  $20mm^2$  и температуре 1800К дает  $\sim 10W$ . Кроме того, экран служит хорошим косвенным признаком того, что

испарение было произведено, и режим действительно был диффузионным - в этом случае с обеих сторон экрана осаждается железо, которое хорошо видно при его протирке.

Что же касается испарителя, то он расположен внизу - во-первых, конвективные потоки, возникающие после релаксации изначального импульса, будут стремиться поднять частицы железа вверх, к образцу, а, во-вторых, буферный газ при расширении не будет встречать дополнительных излишних препятствий, что позволяет снизить температуру декорирования. Помимо этого, были опробованы новые, вдвое более тонкие испарители, и найдены режимы работы с ними. Все это позволило снизить температуру декорирования на 1-1,5К(см. графики ниже).

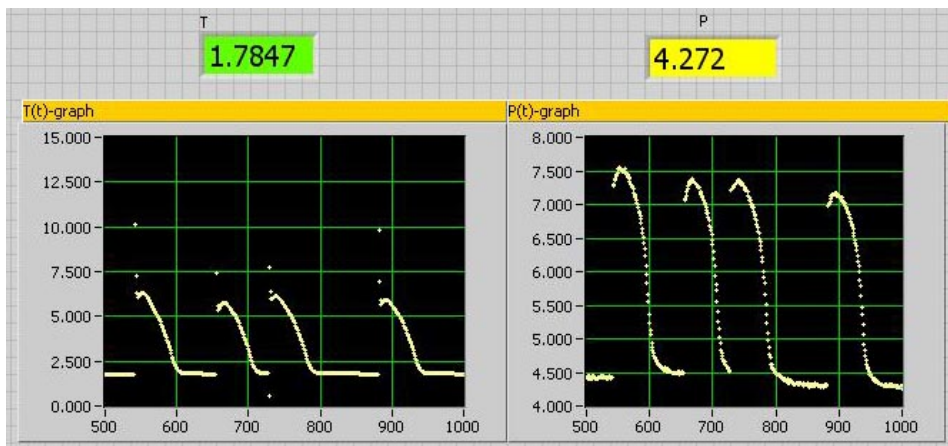


Рисунок 6: Характерная картина декорирования на старом криостате

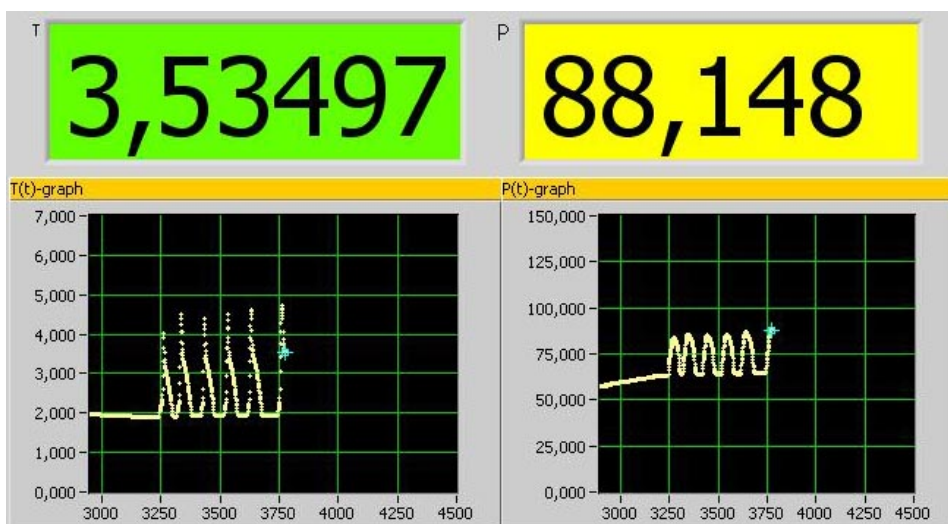


Рисунок 7: Картина декорирования на новом криостате с применением упомянутых методик

## 2.2 Описание методики декорирования

Для напыления железа на образец производятся следующие действия:

1. Включение приборов(вольтметры, насос, вакуумметр, источники тока)
2. Откачка воздуха из рубашки криостата
3. Перекрытие рубашки(во избежание создания криогенного насоса), заливка азота в криостат
4. Сборка вставки
  - (a) Чистка поверхностей(в особенности, экрана) от железа
  - (b) Подготовка образца(приклеивание на подложку/промывка)
  - (c) Смазывание держателя Arizon'ом, установка образца
  - (d) Установка испарителя
  - (e) Протирка колпака и ответной части вставки
  - (f) Герметизация вакуумной смазкой, установка колпака
5. Откачка воздуха из вставки до минимального давления( $50 - 70 * 10^{-3}$  торр); пункты 4 и 5 повторяются 2-3 раза.
6. Включение поля
7. Охлаждение образца в жидком азоте до азотной температуры
8. Откачка гелия из вставки до давления 1,4-2 торр
9. Помещение вставки в криостат, подключение ее к сети свободно парящего гелия
10. Проверка контакта в цепи испарителя
11. Заливка гелия(5мин)
12. Отключение дьюара с гелием от гелиевой сети и насоса
13. Включение насоса для откачки паров гелия из вставки
14. При достижении температуры 2К включение источника тока для нагревателя(предварительно необходимо проверить положение реле)
15. Проверка силы тока(закоротка клемм источника)

16. Производство декорирования
17. Выключение насоса, адиабатический вывод поля, открытие сети свободно парящего гелия
18. Поднятие давления в сети до атмосферного(это может произойти естественным путем, а можно аккуратно наполнить ее гелием из дьюара)
19. Извлечение вставки из криостата, отогрев ее до комнатной температуры
20. Медленное подпускание воздуха во вставку, снятие колпака
21. Выключение приборов(в частности, закрытие подвального насоса и напуск в него воздуха)

В эту методику автором было внесено существенное изменение(см. пункт 8). Дело в том, что раньше, на старом криостате, откачка происходила уже после помещения вставки в криостат и дальнейшего ее охлаждения. Конструктивные особенности(то, что в вакуумном уплотнении вставки задействованы различные материалы) и по сей день не позволяют применять разработанную методику. Более подробное описание разработанного метода имеется в разделе [Экспериментальные результаты](#)

## 2.3 Экспериментальные результаты

Было обнаружено, что при откачке гелия из вставки при азотной температуре дальнейший ход зависимости давления от времени может принимать самые различные формы и зависит, по-видимому, от времени, прошедшего между установкой вставки в криостат(и времени, на это затраченного), то есть от температуры, после которой при заливке гелия вставка внутренняя часть вставки действительно начинает охлаждаться. Однако же при этом конечное давление остается практически неизменным - в противовес случаю, когда оно зависело не только от мастерства экспериментатора, но и множества других факторов, все из которых учесть не представляется возможным. Была получена точность в  $5 * 10^{-3}$  торр при задании конечного давления - почти вдвое выше, чем была на прежней установке. Это позволяет говорить о высокой воспроизводимости экспериментальных результатов. Изображения, полученные с помощью СЭМа, подтверждают оптимальность подобранных параметров:

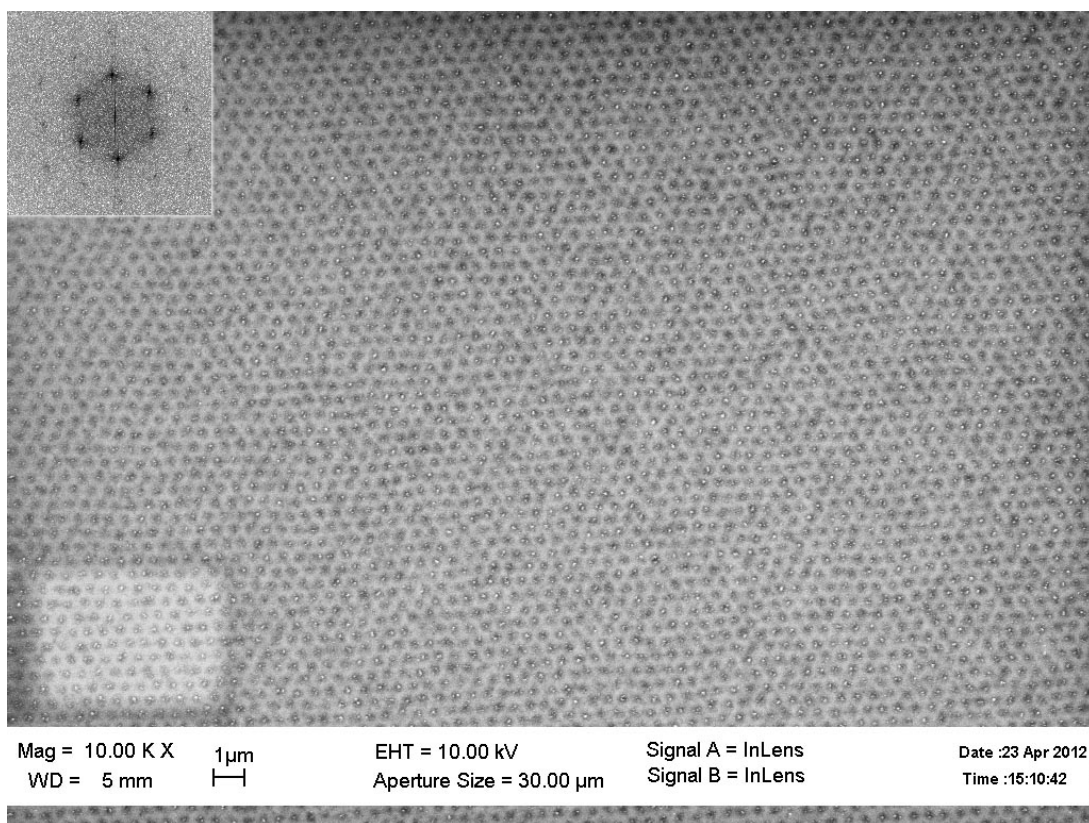


Рисунок 8: BSCCO,  $T_{dec} = 3,5K$ ,  $P_{init} = 70 * 10^{-3}$  торр

Здесь мы видим практически идеальную картину декорирования BSCCO, что ясно из фрагмента фурье-образа(в левом верхнем углу, был поднят контраст для облегчения восприятия).



Также экспериментально было выяснено, что облако железных частиц имеет резкую границу при  $h$  (см. рисунок 5), равном 46мм. Это соответствует расстоянию от кончика (tip'a) испарителя до образца в 36мм. Кратко этот феномен описан в конце раздела Основные концепции декорирования. Оптимальное давление же, по-видимому, составляет  $70 - 80 * 10^{-3}$ торр, что соответствует, согласно изложенной теории, размеру частиц порядка 70Å.

Таким образом, была разработана качественная модель происходящего, а также, что более важно, экспериментально подобраны оптимальные параметры декорирования. Стоит упомянуть и о том, что было произведено декорирование образца ANL-N6(BaFe<sub>2</sub>(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>),  $x = 0,6$ ) с температурой сверхпроводящего перехода  $T_c = 7K$ , что уже можно рассматривать как расширение экспериментальных возможностей метода (см. приведенное фото, полученное с помощью СЭМ):

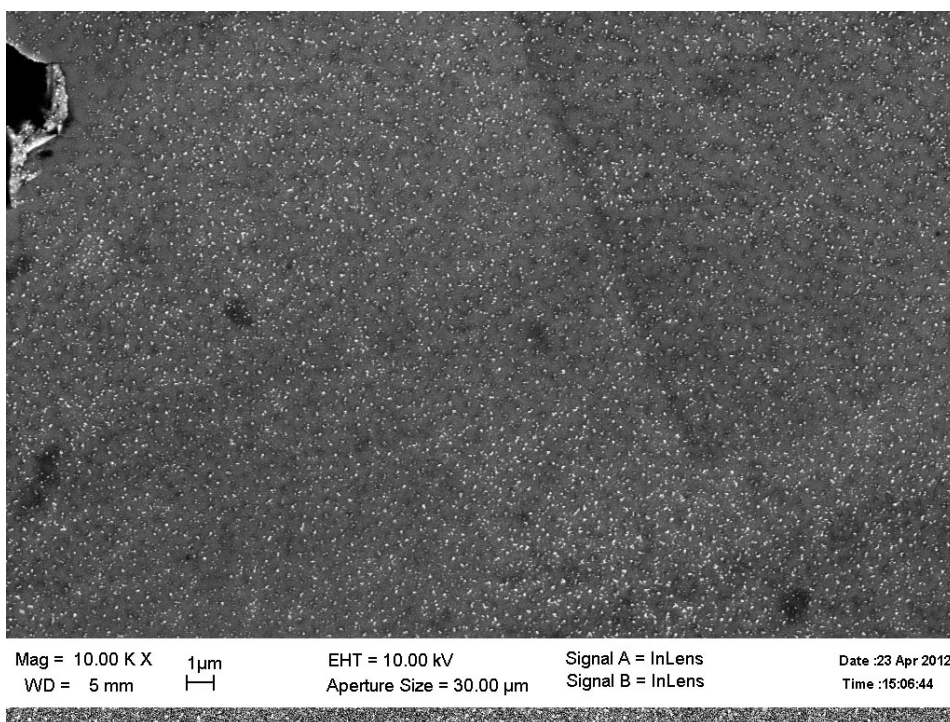


Рисунок 9: ANL-N6,  $T_{dec} = 3,5K$ ,  $P_{init} = 70 * 10^{-3}$ торр

### 3 Приложение - процесс декорирования и геометрические параметры установки

В работе используются испарители двух основных типоразмеров - "толстые" (диаметром 0,3мм) и "тонкие" (0,15мм, соответственно). Расстояние от tip'a испарителя до места его крепления составляет 10мм во всех случаях. Были подобраны следующие параметры для тока через испаритель:

"Толстые" испарители - не менее 9А;

"Тонкие" - 2,4-3,2А.

Ток подается относительно коротким импульсом ( $\sim 2,5$ с), испарение происходит за время порядка 0,3с. Критерием начала испарения является "загиб" на графике напряжения на испарителе от времени. Это имеет под собой простую физическую основу - пока испаритель греется, его сопротивление растет, что при постоянном значении тока ведет к росту напряжения. Резкое замедление этого роста и будет свидетельствовать о том, что рост сопротивления связан только с испарением железа. Идеальный ход этой части эксперимента в качестве графика  $U(t)$  показан ниже (второй подход):

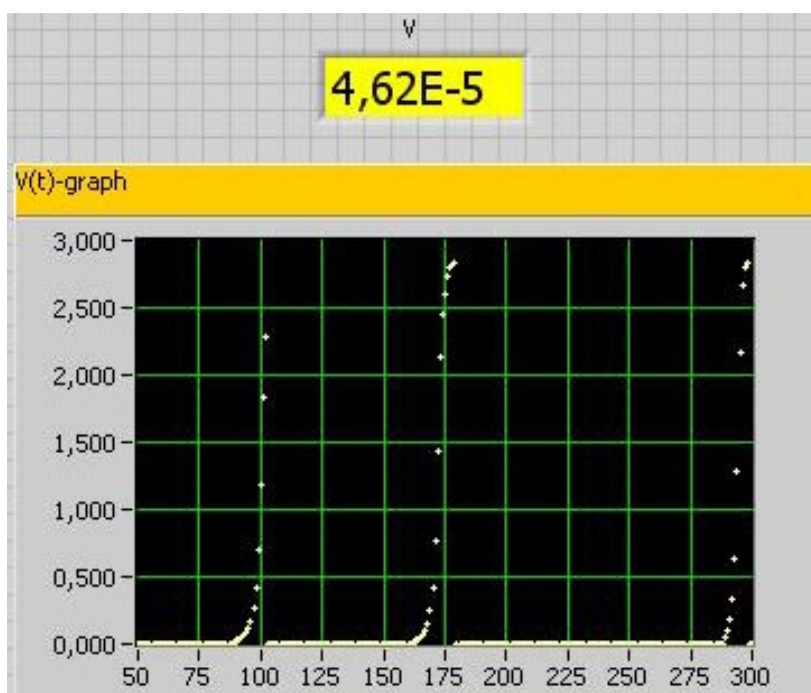


Рисунок 10: Зависимость напряжения на испарителе от времени при декорировании, по оси x развертка 0,1с/дел, т.е. одна большая клетка соответствует 2,5с

## Использованная литература

- [1] W. DeSorbo, W. A. Healy, *Cryogenics* **4**, 257 (1964).
- [2] P. E. Goa, H. Hauglin, M. Baziljevich, E. Il'yashenko, P. L. Gammel, T. H. Johansen, *Supercond. Sci. Technol.* **14**, 729 (2001)
- [3] F. Bitter, *Phys. Rev.* **38**, 1903 (1931).
- [4] R. I. Hutchinson, P. A. Lavin, J. R. Moon, *J. Sci. Instrum.* **42**, 885 (1965).
- [5] S. J. Bending, *Adv. Phys.* **48**, 449 (1999).
- [6] R. H. Davies, A. T. Dinsdale, J. A. Gisby, J. A. J. Robinson, S. M. Martin, *CALPHAD* **26(2)**, 229 (2002).