МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Московский физико-технический институт (государственный университет)
Кафедра физики твердого тела

Наблюдение вихрей Абрикосова в наноструктурированных пленках ниоб

Выпускная квалификационная работа на соискание степени бакалавра по направлению «Прикладные физика и математика»

Выполнил студент 022б группы

Беляев А.В.

Научный руководитель:

д. ф.-м. н. Винников Л.Я.

ЧЕРНОГОЛОВКА, 2014

Содержание

1	Введение.

	1.1 Сверхпроводники II рода.	3
	1.2 Методы исследования вихревой структуры.	4
	1.3 Мезоскопические структуры	5
2.	Экспериментальная часть.	
	2.1 Образцы	7
	2.2 Описание установки	9
	2.3 Техника декорирования	12
	2.4 Обработка экспериментальных результатов	
	2.5 Экспериментальные результаты	15
	2.6 Обсуждение результатов экспериментов	20
3.	Заключение	21
4.	Список литературы	22

1 Введение

1.1 Сверхпроводники II рода

Сверхпроводники делятся на два больших семейства: сверхпроводников І рода (к ним, в частности, относятся алюминий, свинец) и II рода (которыми обычно являются сплавы разных металлов). В открытии сверхпроводимости ІІ рода значительную роль сыграли работы Л. В. Шубникова[1] в 1930-е годы и А. А. Абрикосова[2] в 1950-е. В частности работа Абрикосова показала, что макроскопическим параметром, характеризующим принадлежность сверхпроводника к 1-му или 2-му роду, является отношение глубины проникновения магнитного поля λ к длине когерентности ξ : $\chi = \lambda/\xi$, называемое параметром Гинзбурга-Ландау. Если $\gamma > 1/\sqrt{2}$, то материал является сверхпроводником II рода. Отличием от сверхпроводников І рода для них является существование полей Hc1<H<Hc2, в диапазоне которых материал находится в смешанном состоянии.[3,4] Магнитное поле проникает в него в виде нитевидных структур, так называемых вихрей Абрикосова. Каждый вихрь несет в себе квант магнитного потока Фо=hc/2e. Благодаря магнитному взаимодействию токов вихрей происходит их отталкивание, что создает в материале вихревую решетку. Поведение сверхпроводников II рода в магнитном поле определяется именно вихревой структурой. Поэтому исследования в этой области являются одними из самых ключевых задач современной физики.

1.2 Методы исследования вихревой структуры.

На практике выделяются два основных метода изучения вихревой структуры.

Первый из них, основанный на магнито-оптических эффектах Фарадея-магнитооптический метод дает однозначную интерпретацию наблюдаемых картин распределения магнитной индукции и позволяет изучать как статические, так и динамические структуры, хотя и с небольшим пространственным разрешением, всего лишь порядка длины волны света λ , но с хорошим временным разрешением, до ~ 10 нсек. Был разработан DeSorbo и Healy в 1964 году.[5]

Второй метод- декорирование сверхпроводника ферромагнитными частицами(Bitter decoration technique). Был основан Биттером, впервые описавшего методику декорирования. [6] Но в его экспериментах был существенный недостаток: металлические частицы изготавливались заранее, после чего исследуемый образец помещался в эту взвесь. В течение эксперимента частицы слипались и до поверхности образца они уже долетали с крупными размерами. Усовершенствование методики произошло благодаря Хатчинсону[7] в 1965 году, применена была к исследованию сверхпроводников Тройблом и Эссманом в 1967. Собственно, именно эта концепция технологии дошла и до наших дней. В этой методике зарождение ферромагнитных частиц происходит в процессе эксперимента с помощью испарения ферромагнитного материала в атмосфере буферного газа(гелия). Это техника эксперимента довольно сложна и имеет свой ряд трудностей: подбор оптимальных режимов работы установки, нагрев системы (образца) при испарении металлических частиц. По этой причине на сегодняшний день буквально только несколько лабораторий в мире занимаются этой методикой и способами ее усовершенствования.

1.3 Мезоскопические структуры.

Бурное развитие нанотехнологий в последние годы привело к тому, что объектами экспериментального исследования становятся системы с все меньшими линейными размерами. Мезоскопические структуры дошли и до физики сверхпроводимости, т.к. они вызывают наибольший интерес поведения сверхпроводящих свойств, в данном случаевихрей Абрикосова. На сегодняшний день уже изучена и теоретически, и экспериментально физика вихрей на больших сверхпроводниках(размеры образцов много больше λ вихря), в которых преобладает симметрия и взаимодействие между вихрями, система вихрей пытается занять места с минимальной энергией. На данный момент интерес представляет структура магнитного потока в образцах, размер которых соизмерим с характерными параметрами сверхпроводника (например, глубиной проникновения или расстояния между вихрями) т.е., мезоскопических структурах.

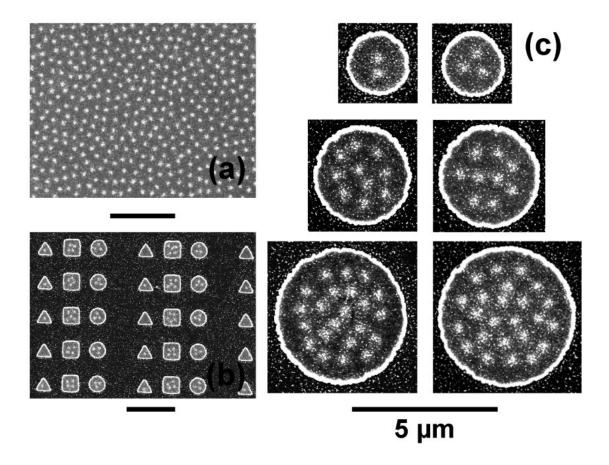
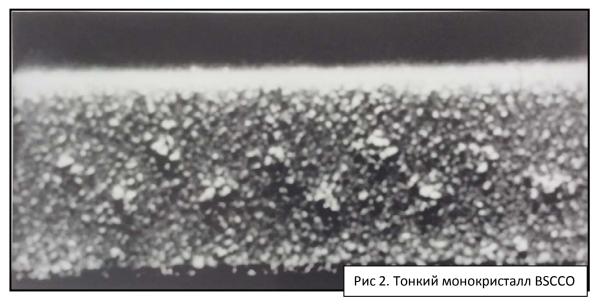
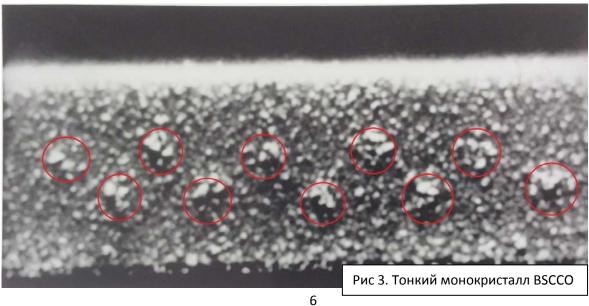


Рис1. СЭМ-изображения вихрей, полученных после охлаждения до 1,8К в (а) макроскопической пленке(H=30Э),(b) в части массива, содержащей точки(H=40Э), (с) вихревая структура в дисках с d= 2.3, 3.4 и 5.0 µm (H=40Э).

В 2006 году в работе[8] было исследовано расположение вихрей в зависимости от приложенного поля Н и размеров мезоскопических сверхпроводящих дисков ниобия. На рисунке 1С показано, что с увеличением диаметра, увеличивается количество вихрей и их расположение имеет строго симметричный характер по отношению друг к другу и к границам.



Похожие исследования были проведены в работе [9]. Были исследованы тонкие монокристаллы « усы» BSCCO (Рис 2,3). Декорирование было произведено с помощью ферромагнитных частиц. До декорирования образцы были заморожены в перпендикулярном магнитном поле при температурах ниже 4.2 К. Изучение образцов шло при полях 20-100 Э. Затем образцы помещались в сканирующие электронные микроскопы, где получались СЭМ-картины. В итоге были получены картины размещения вихрей Абрикосова в полоске шириной 3.3 µm. Как можно увидеть в картинке снизу, расположение вихрей имеет вид зигзага.



2. Экспериментальная часть.

2.1 Образцы.

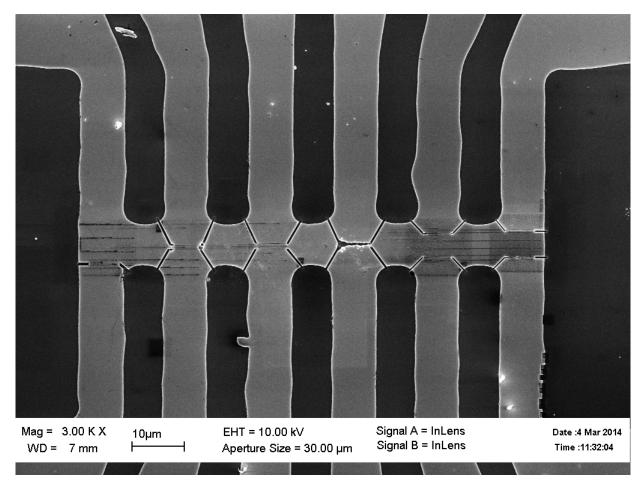
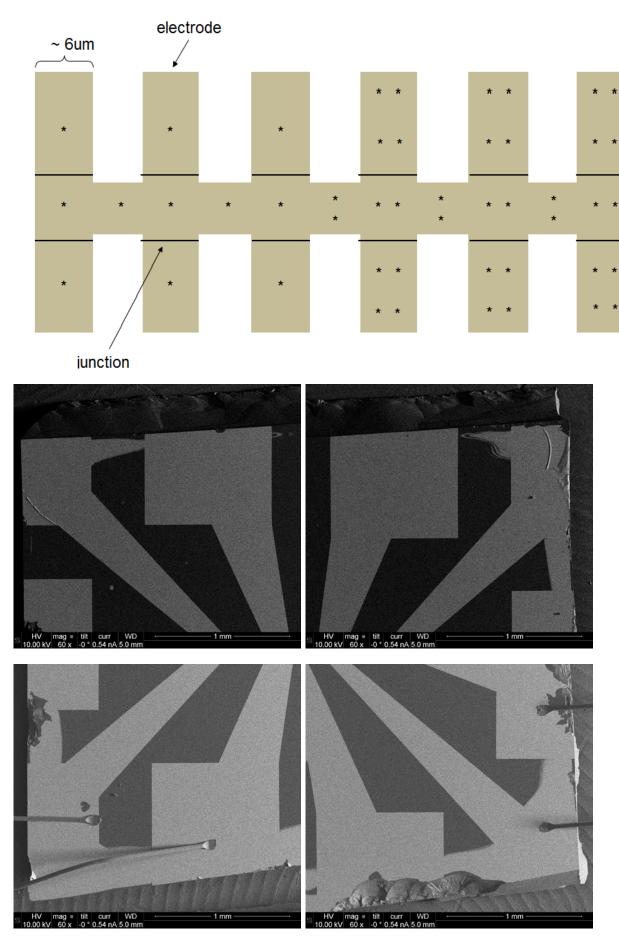


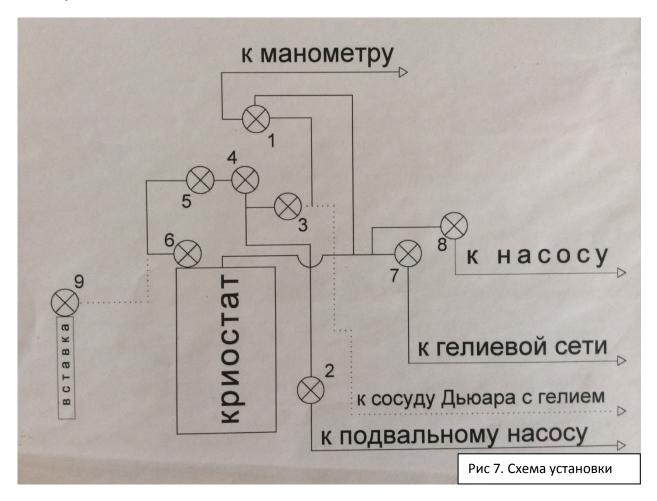
Рис 4. Мезоскопическая структура Nb

В качестве образцов использовались мезоскопические структуры Nb(Puc. 4, 5, 6), изготовленные в Стокгольмском университете. Изготовление этих образцов происходит с помощью литографии. Образование искусственных центров пиннинга осуществляется с помощью сфокусированного пучка ионов (focused ion beam). Эти мезы имеют малые размеры(~ 10 μm), сопоставимые с характерным параметром вихрей (λ). Сами образцы отличаются между собой разным местоположением отверстий в мезе . Теоретически эти отверстия должны являться наиболее вероятными центрами пиннинга вихрей. Ниже приведена схема расположения отверстий одного из образцов.



2.2 Описание установки.

Схема установки:



Вся система состоит из криостата, вставки, 2-ух насосов, сосуда Дьюара с гелием, гелиевой сети, 9 кранов и набора герметичных трубок(рис 7). Все действия с вакуумной установкой можно разделить на несколько частей:

- 1. Откачка воздуха из вакуумной рубашки криостата.
- 2. Заливка жидкого азота в криостат.
- 3. Подготовка вставки, откачка из нее воздуха.
- 4. Промывка вставки гелием, наполнение ее им.
- 5. Охлаждение вставки в кружке с жидким азотом.
- 6. Установка вставки в криостат.
- 7. Заливка криостата гелием.
- 8. Откачка паров гелия для достижения температуры ~2К.

После выполнения этих манипуляций идет уже завершающая стадия эксперимента-собственно, декорирование.

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.

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 желательно 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.

Устройство вставки показано на рис 8.



1-клеммы, 2-испаритель, 3-экран, 4-образцы на подложке, 5-термометр, 6-вакуумная смазка на поверхности, контактирующей с колпаком.

Следует заметить, что в криостате вставка вставляется верхним концом вниз, т.е. испаритель оказывается внизу. Экран сберегает образцы от прямого излучения, так же фольга на нем служит верным свидетелем удачного декорирования (точнее металлический налет на фольге). Налет на экране с двух сторон свидетельствует уже о диффузионном режиме напыления, чего мы добиваемся в каждом эксперименте.

2.3 Техника декорирования

В процессе всего эксперимента применяются следующие действия:

- 1. Включение и прогрев приборов.
- 2. Откачка воздуха из рубашки криостата.
- 3. Прекращение откачки воздуха из рубашки.
- 4. Заливка жидкого азота в криостат.
- 5. Приготовление вставки
 - 1) чистка поверхностей от металлического налета;
 - 2) смена испарителя;
 - 3) смазывание подложки клеем(Apezon);
 - 4) чистка образца и размещение его в вставке;
 - 5) насадка колпака и герметизация вакуумной смазкой;
- 6. Откачка раз воздуха из вставки.
- 7. Промывка вставки гелием(напуск и откачка).
- 8. Откачка гелия из вставки до давления 8000.
- 9. Охлаждение вставки в кружке с азотом до 77К.
- 10. Установка при температуре жидкого азота «боевого» давления.
- 11. Включение поля.
- 12. Помещение вставки в криостат, подключение к сети.
- 13. Подключение дьюара с гелием к сети, заливка гелия.
- 14. Отключение дьюара с гелием от сети.
- 15. Включение насоса для откачки паров гелия из вставки.
- 16. Включение источника тока на испарителе.

- 17. Проверка контакта на испарителе.
- 18. При достигнутых параметрах эксперимента включение декорирования.
- 19. Выключение насоса.
- 20. Извлечение вставки из криостата, отогревание системы.
- 21. Выключение приборов.

В данной методике был изменён процесс выбора оптимальных параметров(давления Р) при азотной температуре В этом случае проще установить оптимальное давление при постоянной температуре 77К. Ранее давление устанавливали в процессе охлаждения, когда вставка находилась в криостате, и происходила заливка гелия.

2.4 Обработка экспериментальных результатов.

Картина распределения частиц железа на исследуемом образце изучается на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ). Изображение получается за счет сочетания топографического контраста с эффектом зарядки диэлектрических слоев оксида железа. Скопления металлических частиц, показывающие места проникновения поля в образец, видны как белые пятна на темном фоне. Количественная информация о структуре проникновения магнитного поля в образец получается путем компьютерной обработки распределения уровня яркости на СЭМ-картинах.

Одним из самых важных параметров вихревой структуры, извлекаемых из полученных фотографий, является взаимное расположение вихрей- для этого производится Фурье-преобразование СЭМ-картинок. Максимумы яркости на Фурье-образе соответствуют вихревым рядам в перпендикулярном направлении в прямом пространстве. Элементарная ячейка на Фурье-образе соответствет Фурье-преобразованию уредненной по всей фотографии элементарной ячейке вихревой структуры в прямом пространстве. Обработка Фурье- образа может дать колличественную информацию о геометрии вихревой структуры (углы между вихревыми рядами, расстояние между ними).

2.5 Экспериментальные результаты.

Было произведено порядка 40 экспериментов. В итоге была собрана база картин вихрей Абрикосова и результатов при различных условиях. Магнитные поля, при которых были декорированы образцы, варьировались от 1 до 20 Э. Большинство экспериментов проводилось в режиме замороженного потока. Ниже приведены параметры декорирования для некоторых удачных экспериментов.

В каждом эксперименте одновременно исследовались два образца –мезоскопическая структура и плёнка ниобия -«свидетель», как показано на рис 8.

1. Пленка Nb(200нм) в поле 20Э. В таблице указаны все параметры экспер
--

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Date	Exp	Образец	Р _{нач}	Pĸ	I _H ,A	H,Oe	Т _{нач}	T _{max}	Т _{дек}	Примечания
			Torr*10 ⁻²	Torr*10 ⁻²						Torr*10 ⁻²
13.10.2013	42-	Nb(200нм)	4,3	7,3	9,7	20	1,9		4	T=80, P=160
	13									
			4,3	8,2			1,9	5,2	5	T=4.2, P=7.3
			4,3	8,3			1,9	5,3	5	
			4,3	8,8			1,9	8,4	6	

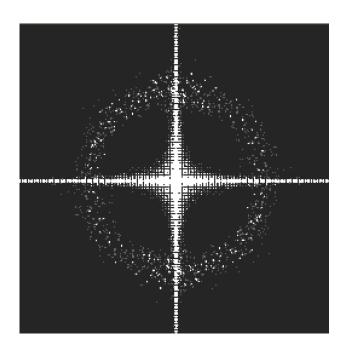
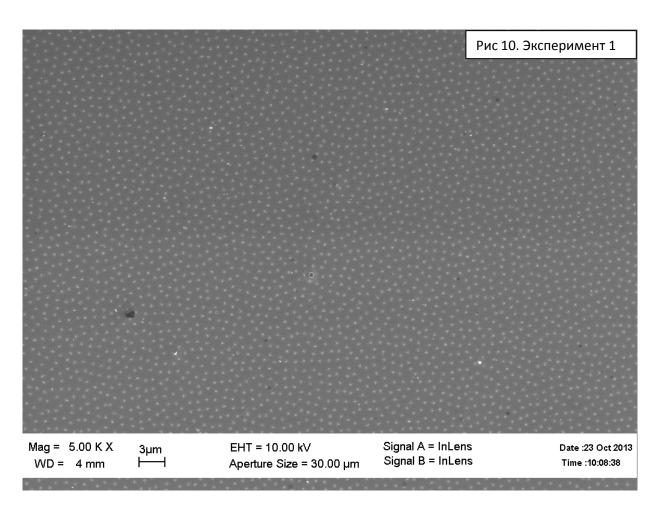


Рис 9. Фурье-образ рис-ка 10.

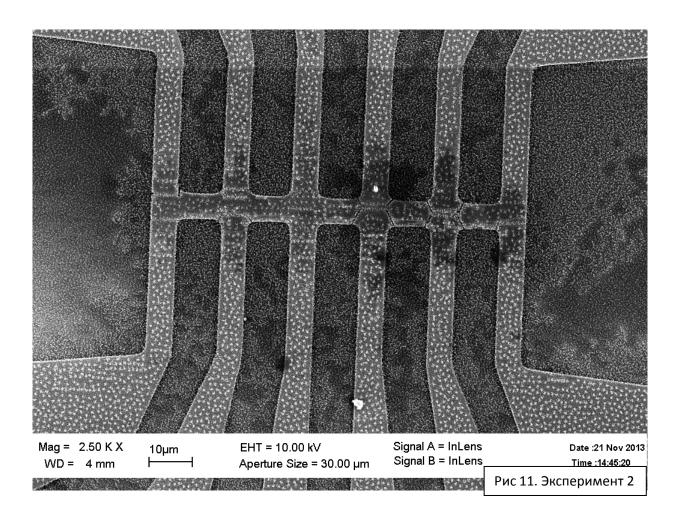


Пояснения к таблице.

В первых трех колонках указаны дата, номер и образец эксперимента. В четвертом и пятом столбце указаны начальное и конечное давление при самом декорировании, а именно в промежутке нагрева проволоки. 6-ой столбец: ток на нагревателе. 7-ой столбец: магнитное поле. 8,9,10 столбцы: температуры в процессе декорирования. В последнем столбце указаны промежуточные ключевые параметры системы во время всего эксперимента.

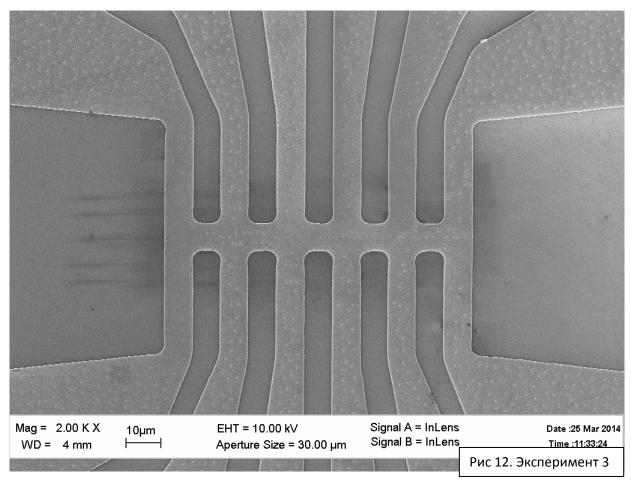
2. Мезоструктура и плёнка из Nb в поле 13,7Э

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Date	Exp	Образец	Рнач	Pκ	I _H ,A	Н,	Т _{нач}	T _{max}	Тдек	Примечан
						Oe				ИЯ
			Torr*10 ⁻²	Torr*10 ⁻²						Torr*10 ⁻²
20.11.2013	58-13	Nb(150)+	10.4	14.3	9,7	13,7	1,95	8,2	5	T=75.9,
										P=210
										T=4.15,
										P=12,3
										вихри есть

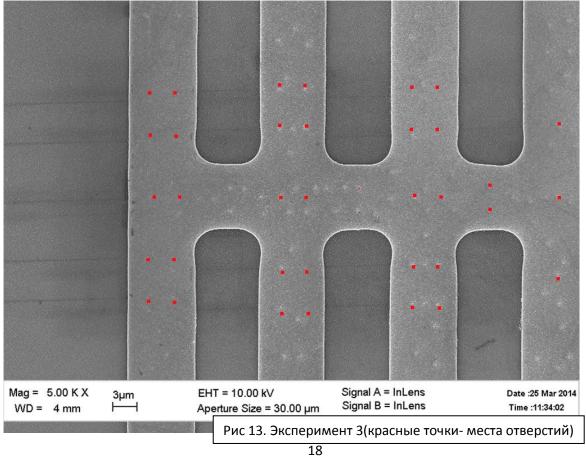


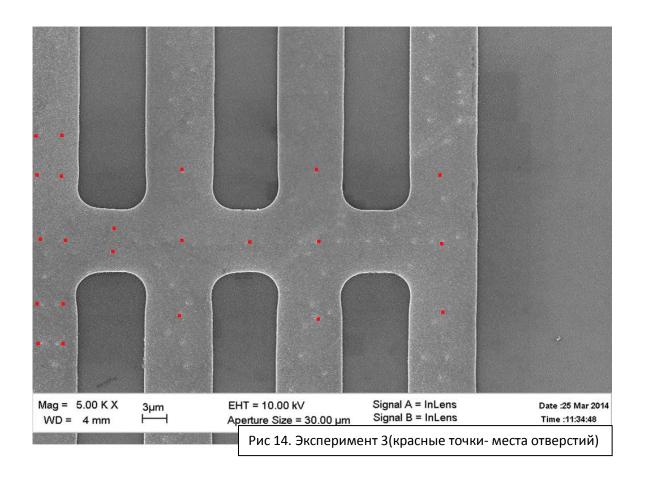
3. Мезоструктура и плёнка из Nb в поле 1,5 Э

Date	Exp	Образец	Рнач	Рк	H,Oe	Ін,А,	Тнач	Tmax	Тдек	Примечания
			Torr*10-2	Torr*10-2		Α				Torr*10 ⁻²
24.03.2014	14-14	Nb+obr1(Краснова)	9.700	13.400	1-2	8,5	1,9	6	4,7	T=75.9, P=200
										T=4.16,
										P=11,3
										вихри есть



Обработанные изображения(рис 13,14), красные точки- места отверстий.





2.6 Обсуждение результатов экспериментов.

Исследуем результаты экспериментов. В первом эксперименте мы видим пленку Nb толщиной 150нм, продекорированную в поле 20 Э, которая в последующих экспериментах участвовала в качестве «свидетеля». Видно, что вихри на поверхности Nb плёнки не обнаруживают правильной треугольной решётки, наблюдается лишь ближний порядок, когда существует среднее расстояние между вихрями, соответствующее внешнему магнитному полю. Это видно на Фурье-образе картинки(рис 9), то есть наблюдается неупорядоченная вихревая структура.

Во втором эксперименте декорирование происходило в поле 13,7 Э. Исследуемый образец продекорировался, но с небольшим перепылением. В этом магнитном поле вихри в узких участках мезоскопической структуры, шириной 6 микрон наблюдается только ближний порядок. (рис11).. Но можно заметить, что некоторые вихри выстраиваются в цепочки под действием дефектов.

В третьем эксперименте (Рис 12-14) декорирование происходило в поле 1,5 Э. При такой магнитной индукции в узких полосках наблюдаются индивидуальные вихри, положение которых не всегда совпадает с координатами искусственно созданных центров пиннинга в виде отверстий, образованных облучением тяжёлыми ионами. . На картинках сверху красными точками обозначены искусственные центры пиннинга- это свидетельствует о том, что исследуемые плёнки ниобия несовершенны и содержат много « собственных» центров пиннинга, который конкурирует с пиннингом, создаваемым отверстиями.

3. Заключение.

В данной работе исследованы наноструктурированные сверхпроводники Nb. Были проведены многочисленные эксперименты над образцами при различных параметрах установки с целью поиска оптимальных. Была изучена техника декорирования, техника работы с жидкими азотом и гелием. Получены изображения вихрей Абрикосова в исследуемых образцах. Исследована вихревая структура в перпендикулярном магнитном поле 1-20 Э для мезоскопических образцов Nb с искусственными дефектами. В полях 5-20Э наблюдалась неупорядоченная вихревая структура с ближним порядком. В малых полях (1-2 Э) наблюдались индивидуальные вихри, которые не всегда располагались в месте искусственно созданных центрах пиннинга - это свидетельствует о том, что исследуемые плёнки ниобия несовершенны и содержат много « собственных» центров пиннинга, который конкурирует с пиннингом, создаваемым отверстиями.

Я благодарен моему научному руководителю Л. Я. Винникову за неоценимую помощь при выполнении работы и конструктивные замечания, высказанные им при написании диплома. Кроме того я благодарен Д. В. Матвееву за помощь при использовании электронного микроскопа, А. Юкиной за помощь при декорировании.

4. Список литературы.

- L. V. Shubnikov, V.I. Khotkevich, Yu. D. Shepelev, Yu. N. Riabinin, Phys. Z. Sowjet. 10 (1936) 165
- 2. A. A. Abrikosov, Sov. Phys. JETP 5 (1957) 1174
- 3. В.В.Шмидт "Введение в физику сверхпроводников", М., МЦНМО, 2000.
- 4. П.де Жен "Сверхпроводимость металлов и сплавов", М., Наука, 1968.
- 5. W. DeSorbo, W.A. Healy, Cryogenics 4,257 (1964)
- 6. F. Bitter, Phys. Rev. 38, 1903 (1931)
- 7. R. I. Hutchinson, P. A. Lavin, J. R. Moon, J. Sci. Instrum 42, 885 (1965)
- 8. L.V. Grigorieva et al., Phys. Rev., PRL 96, 077005 (2006)
- 9. L.Ya. Vinnikov et al., World Scientific, 9-14, (1994).