### МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ (ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ) ФАКУЛЬТЕТ ОБЩЕЙ И ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ КАФЕДРА ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА

На правах рукописи

Костарев Виталий Алексеевич

### Создание гибридных наноструктур двумерная система - сверхпроводник (ферромагнетик) и исследование электронного транспорта в таких структурах

010900 – прикладные математика и физика

Выпускная квалификационная работа бакалавра естественных наук

Научный руководитель доктор физико-математических наук, доцент Девятов Э.В.

Черноголовка 2015

# Оглавление

Введение	2
Описание образца	5
Экспериментальные результаты	8
Обсуждение результатов	14
Литература	15

#### Введение

В настоящее время двухслойные сверхпроводниковые гетероструктуры (LaSr)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub>/LaCuO<sub>4</sub> представляют большой интерес из-за недавнего развития методики управления переходом сверхпроводник - нормальный проводник с помощью эффекта электрического поля. Внимание к исследованию таких систем привлекла возможность построения полевых транзисторов, способных переходить между нормальным и сверхпроводящим состоянием под действием затворного напряжения. Ранее, до появления различных полупроводниковых гетероструктур, обладающих сверхпроводящими свойствами, создавались полевые транзисторы переходящие из непроводящего в проводящее состояние, и возможность получения управляемых электрическим полем сверхпроводников рассматривалась только в теории. На сегодняшний день уже исследованы некоторые гетероструктуры, такие как MoS<sub>2</sub><sup>(1,2,3)</sup> и SrTiO<sub>3</sub><sup>(4,5,6)</sup> и установлена возможность управления сверхпроводимостью в слоистой системе, за счет изменения концентрации носителей заряда. Для создания электрического поля может использоваться как изолированный затвор<sup>(6)</sup>, так и электролит с замораживаемой поляризацией<sup>(1,2,3,4,5)</sup>. Также была двухслойная система диэлектрик-сверхпроводник (LaSr)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub>/La<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub><sup>(7)</sup> исследована И обнаружена сверхпроводимость на границе слоев.

Далее приведены некоторые важные результаты из указанных выше работ.

В работе *Nature* **455, 782 (2008)** <sup>(7)</sup> исследовалась двухслойная система  $(La_{1-x}Sr_x)_2CuO_4/La_2CuO_4$  в зависимости от расположения слоев и параметра **x** содержания стронция.

На рисунке слева - зависимость сопротивления слоя  $La_2CuO_4$  от температуры, справа - для  $(La_{1-x}Sr_x)_2CuO_4$  при x=0,22, то есть сверхпроводимости по отдельности не наблюдается.



Далее приведены результаты по управлению сверхпроводимостью, полученные для некоторых слоистых квазидвумерных систем.

 $MoS_2$  представляет собой слоистую кристаллическую структуру. В работах японских ученых (1,2,3) исследовалось управление сверхпроводимостью в системе слоев  $MoS_2$ , допированных щелочными металлами между слоями. Для управления использовались 2 вида затворов: электролитический и твердый. Электролитический ионный затвор позволял достигать большой концентрации носителей заряда при подаче напряжения и заморозке. Твердый затвор позволял изменять в небольшом диапазоне концентрацию зарядов при любых температурах.



На следующем рисунке представлены кривые переходов MoS<sub>2</sub> в сверхпроводящее состояние. Зависимость сопротивления на квадрат, нормированного на сопротивление при температуре 15К от температуры при различных фиксированных напряжениях на затворах. Сверху - для жидкого, снизу - для твердого.



В работе, опубликованной в журнале Nature <sup>(6)</sup>, исследовалось управление сверхпроводимостью в системе LaAlO<sub>3</sub>/SrTiO<sub>3</sub> при помощи затвора из золота.

Слой LaAlO<sub>3</sub> образовывал холловский мостик и лежал на слое  $SrTiO_3$ . Затвор из золота создавал электрическое поле.



На рисунке ниже представлена зависимость сопротивления слоя LaAlO<sub>3</sub> на квадрат от напряжения на затворе.



Таким образом, в описанных работах успешно реализовано управление сверхпроводимостью в квазидвумерных слоистых сверхпроводящих системах, что показывает потенциальную возможность затворного управления сверхпроводимостью и в квазидвумерной системе (LaSr)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub>/La<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub>, именно этому посвящена данная работа. Конечной целью является создание сверхпроводящего полевого транзистора на основе структуры сверхпроводник-диэлектрик-затвор.

# Описание образца

Образец представляет собой слоистый кристалл, выращенный на подложке из LaSrAlO<sub>4</sub> методом лазерного испарения мишени для достижения атомарно резких границ слоев. Слои образуют систему с двумя проводящими слоями. Схема расположения слоев изображена на рис 1. Передний слой, состоящий из  $(LaSr)_2CuO_4$  толщиной 70Å и защищенный от окисления пленкой золота около 100Å является проводящим и исследуется на сверхпроводимость. За передним проводящим слоем расположен промежуточный диэлектрический слой La<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> толщиной 530Å и отделяет передний проводящий слой от заднего проводящего слоя. Задний проводящий слой состоит как и передний из  $(LaSr)_2CuO_4$  и имеет толщину 260Å. Задний проводящий слой лежит на подложке из LaSrAlO<sub>4</sub> 1мм.

На образце(LaSr)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> травлением производилось удаление переднего слоя и формирование холловского мостика для прохождения промежуточного слоя La<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> и получения доступа к заднему слою для напыления контактных площадок и формирования из него полевого затвора. Холловский мостик шириной 150мкм имеет 3 боковых контакта с каждой стороны. Холловские контакты расположены симметрично относительно токовых контактов на расстоянии 500мкм между каждыми соседними вдоль каждой стороны, ширина каждого бокового контакта в области сужения и примыкания к мостику 3мкм. Расстояние между сужениями токовых контактов 1 и 2 1250мкм. Геометрия сформирована фотолитографией в проходящем пучке. Травление производилось на участках, не покрытых фоторезистом, в магнетроне, в аргоновой плазме на глубину 250Å интервалами по 100с с перерывами по 120с для предотвращения перегрева. Для распайки образца на уширенные участки токовых и холловских контактов были напылены золотые квадратные контактные площадки со стороной 200мкм и толщиной 800Å. Распайка выполнена методом ультразвуковой сварки алюминиевой проволокой.



Рисунок 1

Далее следует подробное описание процессов фотолитографии и напыления:

#### Фотолитография:

- 1. Стакан для ацетона промывается чистым ацетоном и заполняется на треть ацетоном.
- 2. В ацетон из чашки Петри кладется образец и стакан ставится в термостат с горячей водой для прогрева в течение нескольких минут.
- 3. Образец промывается струей ацетона затем изопропанола и продувается воздухом.
- 4. Фоторезист наносится двумя каплями и распределяется на центрифуге (6000 об/мин, 30с)
- 5. Фоторезист сушится на плитке (90°С, 4:00 мин)
- 6. Маска для засветки перед совмещением промывается ацетоном и изопропанолом, затем устанавливается в прибор совмещения.
- 7. Образец кладется на столик для совмещения и с включенным присосом задвигается под маску.
- 8. Совмещение образца и маски производится в не прижатом состоянии при помощи микрометрических винтов с контролем через микроскоп.
- 9. Образец плотно прижимается к маске до исчезновения теневых границ.
- 10. Образец засвечивается в режиме HARD CONTACT (3с).
- 11. После засветки образец опускается в раствор проявителя нужной концентрации и запускается таймер (50 с)
- 12. После сигнала таймера образец погружается в остановитель (вода) и продувается воздухом.
- 13. Качество фотолитографии оценивается под микроскопом: проверяется отсутствие тонких пленок в области засветки и нарушения целостности слоя фоторезиста на закрытых участках.

#### Напыление:

- 1. Стеклянный колпак установки для напыления очищается от загрязнений ацетоном и плотной хлопковой тканью.
- 2. Диффузионный насос ставится на прогрев на 30 минут.
- 3. Образец прижимается металлической пластинкой к поворотному держателю, отвернутого вверх.
- 4. Навеска золота кладется в лодочку (передний нагреватель), закрепленную зажимами.
- 5. Навеска никеля кладется на вольфрамовый проволочный нагреватель (задний нагреватель), закрепленный зажимами.
- 6. Колпак ставится на уплотнение и включается откачка форвакуумным насосом.
- 7. После достижения достаточно низкого давления () открывается клапан к диффузионному насосу. В азотную ловушку заливается жидкий азот.
- 8. В измеритель толщины покрытия вводятся параметры для золота (ρ/2=9,66г/см<sup>3</sup>) и для никеля(ρ=8,91г/см<sup>3</sup>).
- 9. Заслонка закрыта.
- 10. Через 60 минут между зажимами проволочного нагревателя подается ток для расплавления навески никеля.
- 11. После расплавления никеля заслонка открывается и ток наращивается до появления показаний по датчику толщины покрытия.
- 12. Регулировкой тока (35А) настраивается необходимая скорость напыления (1Å/с) и выдерживается постоянной до достижения необходимой толщины покрытия (d=47Å, t=50c).
- 13. После напыления держатель с образцами отворачивается от нагревателя, заслонка закрывается, ток выводится в нуль и переключается на передний нагреватель с лодочкой.
- 14. Через зажимы лодочки медленным наращиванием подается ток для расплавления золотой навески.

- 15. Заслонка открывается и ток медленно увеличивается далее до начала показаний датчика толщины покрытия.
- 16. Держатель с образцами переворачивается лицевой стороной к лодочке.
- 17. Ток увеличивается (17А) для достижения рекомендуемой скорости напыления и контролируется для сохранения постоянной скорости (1Å/с) в течение всего времени напыления (d<sub>по датчику</sub>=1600Å, t=28мин)
- 18. После окончания напыления держатель с образцами переворачивается вверх.
- 19. Под колпак напускается атмосферный воздух и образцы снимаются с держателя.

Удаление фоторезиста:

- 1. Стакан для грязного ацетона заполняется на треть высоты и ставится на нагреватель.
- 2. После нагрева в него кладется образец и выдерживается в течение 15 минут.
- 3. Далее образец освобождается от пленки золота, лежавшей на фоторезисте, струей ацетона под слоем ацетона.
- 4. Образец перекладывается в другой стакан с чистым ацетоном и промывка струей повторяется.
- 5. Потом образец быстро перекладывается в стакан с изопропанолом.
- 6. После промывки изопропанолом образец незамедлительно продувается воздухом для удаления капель изопропанола.
- Качество удаления золота и фоторезиста контролируется по отсутствию остатков золотой пленки на месте фоторезиста, по целостности пленки на участках без фоторезиста и отсутствию разводов.

#### Экспериментальные результаты

Сопротивление переднего слоя измерялось по четырехточечной схеме подключения, изображенной на рис 2, в которой для задания тока использовались контакты 1 и 2, а напряжение измерялось между контактами 3 и 4. Измерения сопротивления производились при помощи синхронного усилителя (lock-in amplifier) Signal Recovery 7225 в режиме дифференциального входа с чувствительностью 50мкВ. Ток задавался с амплитудой 1мкА и частотой 70Гц. Такое значение тока было выбрано для недопущения нагревания образца и получения устойчивого малошумного сигнала по напряжению между 3 и 4.



Рисунок 2

Во время всех измерений образец был закреплен внутри герметичной вставки, заполненной газообразным гелием при давлении, необходимом для теплопередачи без конвекции. Вставка погружалась в сосуд Дьюара с жидким гелием. Поднятие вставки на некоторую высоту над уровнем жидкого гелия позволяло изменять температуру образца. Температура измерялась при помощи рутений-оксидного термометра, подключенного к синхронному усилителю EG&G Princeton Applied Research 5208. Сопротивление термометра измерялось при токе 1мкА во избежание перегрева на частоте 110Гц, не кратной 70Гц, по двухточечной схеме, представленной на рис 3. Сопротивление термометра пересчитывалось в значение температуры по известной калибровке.



Рисунок 3

В переднем слое  $(LaSr)_2CuO_4$  наблюдается переход в сверхпроводящее состояние при T=16K. На рис 4 представлены кривые зависимости сопротивления холловского мостика от температуры. Сопротивление достигает максимального значения при температуре около 22K и падает до нуля при дальнейшем охлаждении. При охлаждении и нагревании наблюдается небольшой гистерезис, это может быть связано в первую очередь с расположением термометра на 2см ниже образца и наличием градиента температуры из-за протяженности вставки и неравномерного охлаждения в жидком гелии.



С помощью предполагаемого эффекта поля на переднем слое производилось управление сверхпроводимостью. Для этого при исходных параметрах четырехточечной схемы подавалась разность потенциалов между передним и задним слоями на контакты 1 и 6 соответственно. Напряжение между контактами 1 и 6 задавалось калиброванным источником Keithey 230 в диапазоне от +37В до -28В. Выбор такого диапазона объясняется с одной стороны необходимостью подавить сверхпроводимость, с другой стороны возникновением существенного межслоевого тока при больших напряжениях. Схема подключения представлена на рис 5.



9

При приложении разности потенциалов между передним и задним слоями удается разрушить сверхпроводящее состояние. На рис 6 изображены кривые зависимости напряжения между холловскими от напряжения, заданного калибратором, при различных температурах. При температуре 4,2 К сверхпроводимость исчезает при напряжениях +21В и -24В. При увеличении температуры сужается диапазон напряжений, при которых сверхпроводимость переднего слоя сохраняется. При температурах выше 10К наблюдаются значительные флуктуации сопротивления образца от напряжения на калибраторе. Наиболее вероятными причинами данных флуктуаций являются нестабильность температуры и высокая чувствительность сопротивления к ее изменению.



Для установления наличия контакта к заднему слою при различных температурах измерялось дифференциальное сопротивление между контактами 7 и 8 в зависимости от напряжения, задаваемого калибратором в диапазоне от -10В до +10В. Дифференциальное сопротивление измерялось по двухточечной схеме подключения при помощи синхронного усилителя Signal Recovery 7225 током с амплитудой 2,4нА, много меньшей постоянной составляющей тока, и частотой 70Гц. Частота 70Гц была выбрана не кратной частоте в электросети, а также чтобы мнимая компонента гармонического сигнала с выхода синхронного усилителя была много меньше действительной, (70 Гц\*680 нФ)<sup>-1</sup> << 372 кОм. Напряжение на образце измерялось мультиметром Keithey 2700 в режиме вольтметра со шкалой ±20В по схеме на рис 7.



На рис 8 изображена зависимость дифференциального сопротивления между контактами к заднему слою при нескольких различных температурах. При понижении температуры оно возрастает, но остается конечным, 1,3МОм при T=4,2К. Это означает, что задний слой является проводящим при температурах эксперимента.



Сопротивление заднего слоя измерялось также и между контактами 5 и 6 в зависимости от температуры. Измерение производилось постоянным током 2,6нА при помощи вольтметра Keithey 2700 со шкалой 0,1В по схеме на рис 9.



Рисунок 9

Сопротивление термометра при этом измерялось переменным током 1мкА, 70Гц на синхронном усилителе Signal Recovery 7225 по схеме на рис 3 и пересчитывалось в значение температуры по известной калибровке.

Зависимость сопротивления заднего слоя от температуры для охлаждения и нагревания, представленая на рис 10, также подтверждает, что сопротивление заднего слоя остается конечным при температуре жидкого гелия.



Для проверки качества диэлектрика при приложении напряжения между слоями измерялась зависимость дифференциального сопротивления от напряжения на калибраторе между контактами 1 и 6. Дифференциальное сопротивление измерялось по двухточечной схеме подключения при помощи синхронного усилителя Signal Recovery 7225 током с амплитудой 10нА, много меньшей постоянной составляющей тока, и частотой 70Гц по схеме на рис 11. Напряжение на образце измерялось мультиметром Keithey 2700 в режиме вольтметра со шкалой ±20В.



12

На рис 12 представлена зависимость для дифференциального сопротивления при различных температурах. При 4,2К сопротивление между слоями остается конечным и равным 860 кОм. Вольт-амперная характеристика при температуре жидкого гелия между передним и задним слоями показывает падение дифференциального сопротивления между слоями более чем вдвое при приложении напряжения 1В в обоих направлениях. При дальнейшем увеличении подаваемого напряжения по абсолютному значению до 10В происходит падение дифференциального сопротивления ходит сопротивления слоями в 2 раза, это свидетельствует о протекании тока через промежуточный слой.



### Обсуждение результатов

При приложении электрического поля между слоями сверхпроводящее состояние сохраняется в некотором диапазоне напряжений для каждого значения температуры. Кривые на рис 6 показывают, что данный диапазон при повышении температуры сужается. При температуре жидкого гелия повторно полученные кривые с высокой точностью совпадают, при температурах выше 10К происходят существенные флуктуации температуры, так как вставка охлаждается неравномерно, и точное установление температуры без нагревателя с обратной связью невозможно.

Падение дифференциального сопротивления между слоями до 200кОм при напряжениях ±10В свидетельствует о слабых диэлектрических свойствах промежуточного слоя и наличии существенного тока через него. Для установления роли тока утечки в переводе переднего слоя в нормальное состояние произведем оценку его значения при межслойных напряжениях, разрушающих сверхпроводимость при различных температурах.

По характеру зависимости дифференциального сопротивления от приложенного на калибраторе напряжения можно утверждать, что при увеличении абсолютного значения напряжения сопротивление не будет возрастать. Тогда оценим ток утечки для напряжений разрушения сверхпроводимости и сопротивления 200кОм, результаты приведены в таблице.

		Estimated resistance	Estimated current
T,K	V interlayer, Volts	R interlayer, kOhms	I <sub>leak</sub> , μA
4,2	21	200	105
4,2	-24	200	-120
9,1	13	200	65
9,1	-10	200	50
10,7	18	200	90
10,7	-13	200	65
12	3	200	15
12	-1	260	4

При температуре 4,2К ток утечки при напряжениях подавления сверхпроводимости превышает 100мкА. Это свидетельстует о том, что наиболее вероятной причиной перехода переднего слоя (LaSr)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> в нормальное состояние является критический ток.

### Благодарности

В заключение я хочу выразить искреннюю благодарность моему научному руководителю Э.В. Девятову за руководство, постоянное внимание и большую помощь в работе и освоении многих полезных навыков, М.Ю. Мельникову за помощь в освоении методов работы с напылительным и измерительным оборудованием, А. Кононову за полезные обсуждения, а также всем сотрудникам ЛКТ ИФТТ РАН за внимание и полезные советы.

Отдельная благодарность Г.Ю. Логвенову за предоставленные для исследования образцы.

## Литература

- 1. Kouji Taniguchi, Akiyo Matsumoto, Hidekazu Shimotani, and Hidenori Takagi, *APPLIED PHYSICS* LETTERS 101, 042603 (2012)
- J. T. Ye, Y. J. Zhang, R. Akashi, M. S. Bahramy, R. Arita, Y. Iwasa, *Science*, 338, 1193-1196 (2012)
- 3. J.T. Ye, Y.J. Zhang, M. Yoshida, Y. Saito, Y. Iwasa, *J Supercond Nov Magn* DOI 10.1007/s10948-013-2422-y
- 4. K. Ueno, T. Nojima, S. Yonezawa, M. Kawasaki, Y. Iwasa, and Y. Maeno, *PHYSICAL REVIEW* B 89, 020508(R) (2014)
- 5. Kazunori Ueno, Hidekazu Shimotani, Hongtao Yuan, Jianting Ye, Masashi Kawasaki, and Yoshihiro Iwasa, *Journal of the Physical Society of Japan* 83, 032001 (2014)
- 6. A. D. Caviglia, S. Gariglio, N. Reyren, D. Jaccard, T. Schneider, M. Gabay, S. Thiel, G. Hammerl, J. Mannhart, J.-M. Triscone, *Nature* **456**, **624-627** (**4 December 2008**)
- 7. A. Gozar, G. Logvenov, L. Fitting Kourkoutis, A. T. Bollinger, L. A. Giannuzzi, D. A. Muller, I. Bozovic, *Nature* **455**, **782** (**2008**)