

УДК 669.293.295:537.312.62

## ДЕГРАДАЦИЯ ВТОРОГО КРИТИЧЕСКОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ В МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТАХ С НАНОРАЗМЕРНЫМИ СЛОЯМИ НИОБИЯ И СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО СПЛАВА Nb–Ti

© 2010 г. В. П. Коржов<sup>1</sup>, М. И. Карпов<sup>1</sup>, В. Н. Зверев<sup>1</sup>, А. В. Никулов<sup>2</sup>

E-mail: korzhov@issp.ac.ru

Исследованы многослойные ленты, содержащие слои из сверхпроводящих сплавов ниобия с 30 и 31 мас. % Ti, разделенные слоями ниобия. Толщина слоев – от ~140 до ~10 нм. Ленты получали трехэтапной прокаткой многослойных пакетов. Эффективное зацепление сверхпроводящих вихревых нитей происходило на межслойных границах Nb–NbTi. Установлено, что второе критическое магнитное поле  $H_{c2}$  уменьшалось с уменьшением толщины слоев. При малой толщине слоев его величина зависела от ориентации плоскости прокатки ленты относительно внешнего магнитного поля. Результаты объясняются эффектом близости.

### ВВЕДЕНИЕ

В смешанном состоянии сверхпроводников второго рода магнитное поле проникает в образец в виде квантовых вихревых нитей, имеющих нормальную сердцевину радиусом порядка длины когерентности  $\xi$  и вытянутых вдоль направления магнитного поля. Вокруг нитей течет незатухающий сверхпроводящий ток в области радиусом порядка глубины проникновения магнитного поля  $\lambda$ , которая может существенно превышать  $\xi$ .

При пропускании электрического тока через сверхпроводник на нити действует сила Лоренца. В сверхпроводниках без структурных дефектов вихревые нити должны начать двигаться при сколь угодно малой силе Лоренца, что приводит к дисси-пации энергии, и сверхпроводник теряет возможность проводить ток. Но в реальных сверхпроводниках всегда имеются разного рода структурные дефекты, на которых нити зацепляются. Эффективность зацепления зависит от размеров и характера дефектов. Наиболее эффективными центрами зацепления (пиннинга), способными обеспечить большую величину критической плотности тока  $j_c$  в сверхпроводнике, являются включения нормального металла с размерами порядка  $\xi$ . Более мелкие дефекты, такие как вакансии, одиночные примесные атомы и др., не являются эффективными центрами пиннинга.

Теоретическое рассмотрение взаимодействия вихревых нитей с плоской поверхностью сверхпроводника второго рода показало, что границы сверхпроводящих пластин являются эффектив-

ными центрами пиннинга [1], поэтому слоистая структура, в которой сверхпроводящие слои чередуются со слоями диэлектрика или нормального металла, способна в смешанном состоянии нести большой сверхпроводящий ток  $\sim 10^5 \text{ A} \cdot \text{см}^{-2}$ .

Такая слоистая структура была реализована в многослойных композитах Cu/Nb [2], в которых слои из ниобия, являющегося сверхпроводником второго рода, разделялись слоями меди. Измерения критического тока в полях 0.5–0.6 Тл показали, что при параллельной ориентации магнитного поля по отношению к плоскости ленты величина  $j_c$  в 410 раз больше, чем в случае перпендикулярной ориентации [2]. Большая анизотропия критической плотности тока свидетельствовала о зацеплении вихревых линий на протяженных плоских границах медь–ниобий. Аналогичные результаты получены в многослойных композитных лентах со слоями из сверхпроводящих сплавов ниобий–титан [3, 4].

Величина критической плотности тока  $j_c$  многослойных композитных лент увеличивалась с уменьшением толщины слоев вследствие возрастания плотности границ, за которые вихревые нити зацеплялись. Однако в композитах с очень малой толщиной слоев  $d \leq 12 \text{ нм}$   $j_c$  превышала критическую плотность тока композитов с большей толщиной слоев только в относительно небольших магнитных полях  $H < 6 \text{ Тл}$ . В полях более 6 Тл величина  $j_c$  композитов с  $d \leq 12 \text{ нм}$  резко уменьшалась (рис. 1б) и становилась меньше критической плотности тока композитов с толщиной слоев 80–140 нм (рис. 1а). Наблюданное резкое уменьшение критической плотности тока в композитах с очень малыми толщинами слоев в полях  $H > 6 \text{ Тл}$  может быть связано с уменьшением их второго критического магнитного поля  $H_{c2}$ . Для

<sup>1</sup> Учреждение Российской академии наук Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка.

<sup>2</sup> Учреждение Российской академии наук Институт проблем микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка.

проверки данного предположения были проведены измерения  $H_{c2}$  композитов, содержащих минимальное и максимальное число слоев.

### ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследования были многослойные ленты Cu/Nb/NbTi, в которых слои из сплавов Nb–30 и 31 мас. % Ti наноразмерной толщины разделялись слоями ниобия. Медь в композите содержалась в виде двух наружных слоев.

Ленты получали методом поэтапной прокатки [5]. Этап включал сборку многослойного пакета, горячую прокатку пакета и прокатку его при комнатной температуре. На первом этапе пакет собирался из фольг ниобия и сплава. Чтобы получить набор композитных лент с различной толщиной отдельных слоев, исходные пакеты формировали из различного количества фольг ниобия и сплава ниобий–титан. Например, для композита Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti с минимальным числом слоев (675 – ниобия, 540 – сплава), а значит, с максимальной их толщиной, число Nb-фольг было равно 5, число фольг сплава – 4. Для ленты с максимальным числом слоев (7440 – Nb, 6975 – сплава) и минимальной их толщиной исходное количество Nb-фольг равнялось 16, число фольг сплава – 15. На втором этапе пакет собирался соответственно из 9 и 31 многослойных фольг толщиной 0.3 мм, полученных после первого этапа; на третьем этапе – из 15 многослойных фольг, полученных после второго этапа, и фольг меди, для обоих композитов. Чтобы довести толщину слоев ниобия и сплава соответственно до ~5 и ~2.5 нм, композит Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti с максимальным числом слоев дополнительно прокатывали до толщины 0.15 и 0.075 мм.

На рис. 2а показана микроструктура поперечного сечения композитной ленты, которая содержала 2730 слоев из ниобия и 2340 слоев из сплава Nb–31%Ti. Исследуемое сечение расположено вдоль направления прокатки. В растровом электронном микроскопе слои ниобия выглядели светлыми полосами, слои сплава – темными. Фото микроструктуры (рис. 2б и в), полученное с помощью просвечивающей электронной микроскопии, свидетельствует об отсутствии смешения слоев после холодной деформации и низкотемпературного отжига. По оценкам толщина слоев в этой ленте не превышала 100 нм, а в большинстве случаев составляла 50–60 нм, что хорошо соответствовало расчетным значениям толщины слоев ниобия и сплава.

### ИЗМЕРЕНИЕ ВТОРОГО КРИТИЧЕСКОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ

Второе критическое магнитное поле  $H_{c2}$  определяли из экспериментов по измерению  $H_{c2}$  вбли-

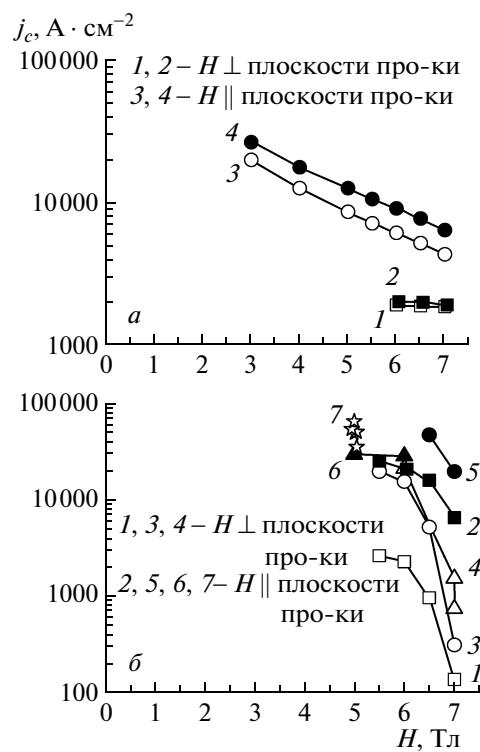


Рис. 1. Зависимости  $j_c(H)$  при 4.2 К для композитов Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti, при параллельной и перпендикулярной ориентации плоскости прокатки ленты и направлении магнитного поля: а и б – толщины слоев ниобия и сплава равны ~91 и ~138 нм, ~8 и ~12 нм соответственно.

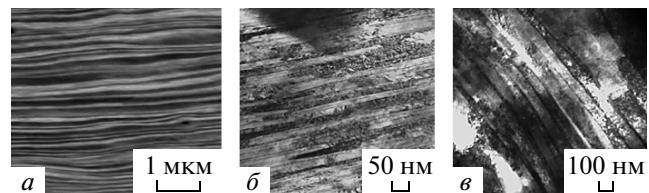
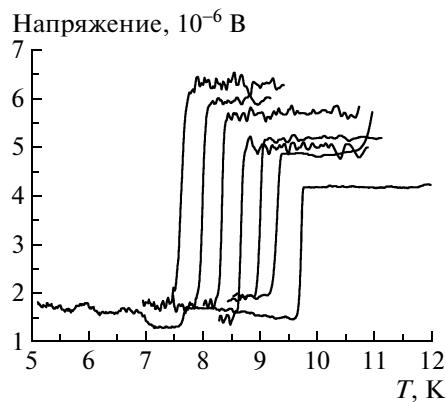
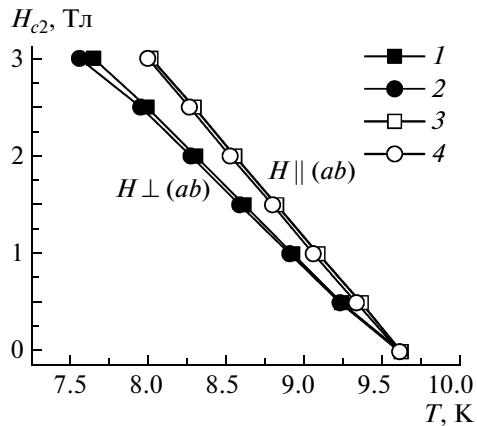


Рис. 2. Микроструктура поперечного сечения многослойных лент Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti: а – растровая электронная микроскопия, без отжига; б и в – просвечивающая электронная микроскопия, после отжига при 360°С в течение 3 ч.

зи критической температуры  $T_c$  [6]. Эксперимент заключался в измерении температуры перехода в сверхпроводящее состояние при фиксированных значениях напряженности магнитного поля  $H$ , создаваемого сверхпроводящим соленоидом. Измерительный ток был ~1 мА. Величина температуры перехода изменялась по положению резистивных переходов, показанных на рис. 3. Второе критическое поле при нулевой температуре  $H_{c2}(0\text{ К})$  вычислялось



**Рис. 3.** Кривые сверхпроводящего перехода для композита Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti в магнитном поле 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 и 3 Тл (справа налево) при перпендикулярной ориентации плоскости прокатки и направления  $H$ . Измерительный ток  $\sim 1$  мА. Отжиг: 360°C, 3 ч.

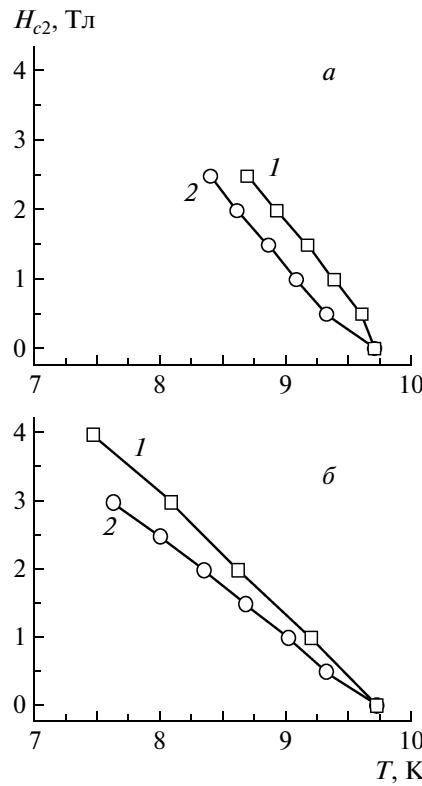


**Рис. 4.** Зависимости  $H_{c2}(T)$  композитов Cu/Nb/Nb<sub>30</sub>Ti при параллельной (3 и 4) и перпендикулярной (1 и 2) ориентации плоскости прокатки композита и направления магнитного поля: 1 и 3 – после холодной деформации; 2 и 4 – после холодной деформации и отжига при 250°C, 295 ч. Толщина ленты – 0.15 мм. См. таблицу, п. 6 и 7.

по формуле  $H_{c2}(0) = 0.69 T_c (-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$ , где  $(-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$  – наклон линейной зависимости  $H_{c2}(T)$  вблизи  $T_c$ , построенной по результатам измерений. Второе критическое поле  $H_{c2}$ , как и критический ток, измерялось при параллельной (3 и 4) и перпендикулярной (1 и 2) ориентациях плоскости прокатки композита и направления магнитного поля (рис. 4).

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты измерений  $(-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$  и  $H_{c2}(4.2 \text{ K})$  приведены в таблице. Величина второго критического поля при температуре кипения жидкого гелия  $H_{c2}(4.2 \text{ K})$  равна примерно  $\sim 95\%$  от  $H_{c2}(0 \text{ K})$ .



**Рис. 5.** Зависимости  $H_{c2}(T)$  композитов Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti со слоями сплава толщиной 138 (а) и 12 нм (б) при параллельной (1) и перпендикулярной (2) ориентации плоскости прокатки композита и направления магнитного поля. Отжиг: 360°C, 3 ч.

В верхних трех строках таблицы сравниваются результаты измерений композитов Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti с разной толщиной слоев. В следующих строках приведены данные для “однослоиной” ленты сплава Nb-31%Ti (4), композита Cu/Nb<sub>31</sub>Ti/Nb<sub>31</sub>Ti, не содержащего Nb-слои (5), и композитов Cu/Nb/Nb<sub>30</sub>Ti с различными термообработками (6–10). Число слоев сплава Nb-31%Ti толщиной 9.6 нм в композитной ленте Cu/Nb<sub>31</sub>Ti/Nb<sub>31</sub>Ti, равное 27791, примерно соответствовало общему числу слоев ниобия и сплава в композите Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti.

Для композита Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti со слоями сплава минимальной (11.8 нм) толщины наблюдалась анизотропия второго критического поля  $H_{c2}$  относительно ориентации слоев во внешнем магнитном поле  $H$ . Наклон зависимости  $H_{c2}(T)$ , а следовательно, и  $H_{c2}(4.2 \text{ K})$ , при перпендикулярной ориентации плоскости прокатки композита относительно направления  $H$  был заметно меньше, чем для параллельной ориентации (рис. 5б). Для композита с максимальной (137.6 нм) толщиной слоев такая анизотропия не наблюдалась (рис. 5а).

Измерения подтвердили высказанное выше предположение об уменьшении величины второ-

Результаты измерения  $H_{c2}$  вблизи  $T_c$

Характеристика образца	$(-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$ , Тл · К $^{-1}$		$H_{c2}(4.2 \text{ K})$ , Тл	
	$H \perp$ плоскости прокатки	$H \parallel$ плоскости прокатки	$H \perp$ плоскости прокатки	$H \parallel$ плоскости прокатки
1. 9100/91/138 нм Cu/Nb/Nb31Ti 360°C, 2 ч	2.17	2.21	13.8	14.2
2. 9400/8/12 нм Cu/Nb/Nb31Ti без отжига	1.50	1.82	9.7	11.8
3. То же 360°C, 3 ч	1.46	1.78	9.4	11.5
4. Лента из сплава Nb–31%Ti толщиной 0.3 мм без отжига	2.34	2.27	15.2	14.8
5. ~27800 слоев 9.6 нм Cu/Nb31Ti/Nb31Ti 300°C, 2 ч	2.39	2.36	15.4	15.3
6. 8600/3.6/5.4 нм Cu/Nb/Nb30Ti без отжига	1.60	1.88	10.0	11.8
7. То же 250°C, 295 ч	1.54	1.87	9.6	11.8
8. То же 600°C, 5 ч	1.57	1.68	9.9	10.7
9. То же 600°C, 5 ч + 250°C, 295 ч	1.57	1.71	9.9	10.9
10. То же 350°C, 285 ч	1.44	1.75	9.0	11.0
11. 8600/7/10.5 нм Cu/Nb/Nb30Ti 350°C, 285 ч	1.51	1.75	9.4	10.7

го критического поля в композитах с малой толщиной слоев. Для ленты с толщиной слоя  $d \approx 12$  нм при параллельной ориентации плоскости ленты и магнитного поля  $H_{c2}(4.2 \text{ K}) = 11.8$  Тл, что заметно меньше, чем для “однослоиной” ленты из сплава Nb–31%Ti (14.8 Тл) и ленты с толщиной слоя (Nb–Ti), равной 138 нм (14.2 Тл). Отжиг при 360°C, в результате которого в слоях сплава выделялась  $\alpha$ -фаза, практически не изменял величину  $H_{c2}$  (4.2 K). В случае перпендикулярной ориентации плоскости прокатки и магнитного поля уменьшение второго критического магнитного поля было еще больше:  $H_{c2}(4.2 \text{ K}) = 13.8$  Тл при  $d \approx 138$  нм и  $H_{c2}(4.2 \text{ K}) = 9.7$  Тл при  $d \approx 12$  нм.

Критическая плотность тока композита Cu/Nb31Ti/Nb31Ti в магнитных полях 5–6 Тл (рис. 6) была на порядок меньше, чем в лентах с Nb-слоями (см. рис. 1б). Это можно объяснить тем, что в этом композите вихревые нити зацеплялись на менее эффективных границах между

двумя сверхпроводниками NbTi–NbTi. Но резкое падение  $j_c$ , начиная с 6.5 Тл, не наблюдалось. Зависимости  $H_{c2}(T)$  ленты Cu/Nb31Ti/Nb31Ti (рис. 7а) при разной ориентации плоскости ленты в магнитном поле имели практически одинаковые наклоны  $(-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$ , равные 2.36–2.39 Тл · К $^{-1}$ , и, следовательно, одинаковые критические поля:  $H_{c2}(4.2 \text{ K}) = 15.3$ –15.4 Тл. Эти значения  $(-dH_{c2}/dT)_{T=T_c}$  и  $H_{c2}(4.2 \text{ K})$  композита Cu/Nb31Ti/Nb31Ti не отличались от значений аналогичных параметров “однослоиной” ленты из сплава Nb–31%Ti (рис. 7б) толщиной 0.3 мм.

Таким образом, наши измерения подтвердили, что второе критическое поле многослойных лент Cu/Nb/Nb31Ti, в которых есть слои Nb, уменьшается при малой толщине слоев, сравнимой с длиной когерентности сверхпроводника  $\xi(T)$  [1]. Очевидно, это связано с наличием слоев ниобия, который в больших магнитных полях находится в

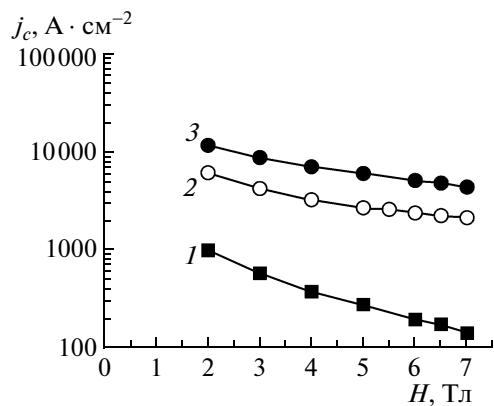


Рис. 6. Зависимости  $j_c(H)$  при 4.2 К для композитной ленты, не содержащей Nb-слои, при перпендикулярной (1) и параллельной (2 и 3) ориентациях плоскости прокатки и  $H$  в состоянии после прокатки (2) и после прокатки и отжига 300°C, 2 ч (1 и 3).

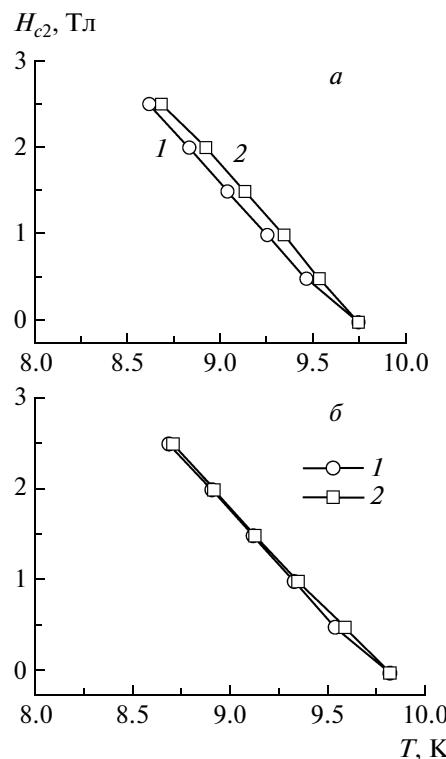


Рис. 7. Зависимости  $H_{c2}(T)$  при перпендикулярной (1) и параллельной (2) ориентации плоскости прокатки и  $H$  для композита, не содержащего Nb-слои, после холодной деформации и отжига при 300°C в течение 2 ч (а), и “однослойной” ленты из сплава Nb–31%Ti (б).

нормальном (несверхпроводящем) состоянии, так как измерения показали, что  $H_{c2}$  композита Cu/Nb31Ti/Nb31Ti, содержащего только слои из сплава Nb–31%Ti, сверхпроводящего в больших магнитных полях, совпадает с  $H_{c2}$  массивной лен-

ты из того же сплава. Сам же факт уменьшения  $H_{c2}$  композита Cu/Nb/Nb31Ti с  $d \approx 12$  нм попробуем объяснить эффектом близости. Слои Nb с малой величиной второго критического поля и поэтому находящиеся в нормальном состоянии в больших магнитных полях, подавляют сверхпроводимость в слоях сплава Nb–31%Ti на глубину порядка длины когерентности [1]. Это не может привести к уменьшению измеряемого значения  $H_{c2}$  при толщине слоев сплава  $d$ , которая больше двойной длины когерентности  $\xi(T)$ :  $d > 2\xi(T)$ , так как в этом случае сверхпроводимость будет оставаться неподавленной внутри слоя. Но при  $d \approx 2\xi(T)$  сверхпроводимость подавляется во всем слое и поэтому  $H_{c2}$  уменьшается. Величину  $\xi$  при данной температуре можно определить из результатов измерения  $H_{c2}$  по формуле  $\xi(T) = (\Phi_0/2\pi H_{c2})^{1/2}$  [1], где  $\Phi_0 \approx 2.07 \cdot 10^{-15}$  Тл · м<sup>2</sup> – квант магнитного потока. При максимальном значении  $H_{c2} \approx 4$  Тл, которое мы могли измерить, и температуре измерения  $T$ , равной ~7.5 К,  $\xi(T) \approx 9$  нм. Для композита Cu/Nb/Nb31Ti с минимальным числом слоев толщина слоев  $d$ , равная 138 нм, много больше  $2\xi(T) \approx 18$  нм, в то время как в композитах, содержащих максимальное число слоев,  $d \approx 12$  нм <  $< 2\xi(T) \approx 18$  нм. Следовательно, уменьшение  $H_{c2}$  в композитах Cu/Nb/Nb31Ti с толщиной слоев  $\leq 12$  нм может быть объяснено подавлением сверхпроводимости вследствие эффекта близости.

Резкое падение критической плотности тока  $j_c$ , измеряемой при  $T = 4.2$  К, в композитах Cu/Nb/Nb31Ti с  $d \leq 12$  нм от высоких ( $\sim 10^5$  А · см<sup>-2</sup>) значений при  $H = 5$  Тл до  $\sim 10^3$  А · см<sup>-2</sup> в полях более 6.5 Тл происходит из-за уменьшения  $H_{c2}$  (4.2 К), которое, как мы определили, равно ~11 Тл. При этих значениях  $H_{c2}$  и  $T$  двойная длина когерентности  $2\xi(T) \approx 10$  нм, что примерно совпадает с толщиной слоев ~12 нм.

Анизотропию  $H_{c2}$  можно объяснить увеличением критического магнитного поля с уменьшением толщины пластины [1], за которую в композитах можно принять толщину слоев сплава. Причем эффект увеличения  $H_{c2}$  работает только при параллельной ориентации внешнего магнитного поля и плоскости пластины, а эффект близости, понижающий  $H_{c2}$ , не зависит от ориентации пластины в магнитном поле. Для ленты толщиной  $d \approx 12$  нм второе критическое поле имело анизотропию ( $H_{c2\parallel}/H_{c2\perp} = 1.22$ ), но значения второго критического поля как для параллельной (11.5–11.8 Тл), так и для перпендикулярной ориентации (9.4–9.7 Тл) заметно меньше, чем для лент без слоев Nb.

## ВЫВОДЫ

1. Измерения второго критического магнитного поля вблизи  $T_c$  подтвердили предположение о падении критической плотности тока многослойных лент Cu/Nb/Nb<sub>31</sub>Ti с наноразмерными слоями из сплава Nb-31%Ti в полях более 6.5 Тл из-за уменьшения  $H_{c2}$  при толщине слоев  $\leq 12$  нм.

2. Уменьшение  $H_{c2}$  композитных лент с максимальным числом слоев объясняется эффектом близости несверхпроводящих в больших магнитных полях ниобиевых слоев и сверхпроводящих слоев сплава, в результате которого при уменьшении толщины слоев наступает такой момент, когда сверхпроводимость будет частично подавляться во всем объеме слоя сплава. При этом двойная длина когерентности становится примерно равной толщине слоя:  $2\xi(T) \approx d$ .

3. При малой толщине слоев величина  $H_{c2}$  зависит от ориентации плоскости прокатки ленты относительно направления внешнего магнитного

поля. Значение анизотропии  $H_{c2\parallel}/H_{c2\perp}$  составляло 1.22 и объяснялось увеличением  $H_{c2}$  с уменьшением толщины пластины, за которую можно принять толщину слоев сплава, при параллельной ориентации направления внешнего магнитного поля и плоскости пластины.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Шмидт В.В. Введение в физику сверхпроводников. М.: Наука, 1982. 240 с.
- Карпов М.И., Коржов В.П., Внуков В.И. и др. // Материаловедение. 2005. № 1. С. 43.
- Карпов М.И., Коржов В.П., Внуков В.И. и др. // Материаловедение. 2008. № 6. С. 35.
- Карпов М.И., Коржов В.П., Зверев В.Н. и др. // Физика и техника высоких давлений. 2008. Т. 18. № 4. С. 70.
- Карпов М.И., Коржов В.П., Внуков В.И. и др. Деформация и разрушение материалов. 2008. № 6. С. 18.
- Hake R.R. // Appl. Phys. Lett. 1967. V. 10. № 6. P. 189.