

02,05

Размерные зависимости магнитных свойств сверхпроводящих наноструктур свинца в пористом стекле

© Н.Ю. Михайлин¹, Д.В. Шамшур¹, Р.В. Парфеньев¹, В.И. Козуб¹,
Ю.М. Гальперин^{1,2}, Ю.А. Кумзеров¹, А.В. Фокин¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

² Department of Physics, University of Oslo,
PO Box 1048 Blindern, 0316 Oslo, Norway

E-mail: mikhailin.nik@gmail.com

Представлены результаты изучения сверхпроводящих наноструктур, созданных путем заполнения из расплава под давлением матрицы пористого стекла свинцом (Pb–ПС). Изучены образцы с характерным диаметром пористой структуры $d \approx 7, 3$ и 2 нм. Обнаружено, что критическая температура сверхпроводящего перехода исследованных образцов близка к соответствующему значению для объемного свинца $T_c \approx 7.2$ К. В то же время, в нанокompозитах обнаружено многократное увеличение критического магнитного поля вплоть до $H_c(T = 0 \text{ К})(\text{Pb–ПС } 3 \text{ нм}) \approx 165$ кОе по сравнению с $H_c(0) = 803$ Ое для массивного Pb. Низкотемпературные магнитополевые зависимости магнитного момента $M(H)$ характеризуются наличием квазипериодических скачков потока, исчезающих по мере уменьшения диаметра свинцовых наноструктур. Рассматривается качественная модель наблюдаемых эффектов.

DOI: 10.21883/FTT.2018.06.45976.11M

Введение

Исследование сверхпроводящих (СП) наноструктур представляет большой интерес, так как в таких структурах физические свойства, в том числе параметры СП-состояния, меняются в зависимости от размера и связности СП-структуры. СП-состояние в образцах, характерные размеры которых сравнимы с длиной когерентности ξ и глубиной проникновения магнитного поля λ , может существенно отличаться от СП-состояния объемных материалов.

В настоящей работе представлены результаты изучения СП-наноструктур, созданных путем заполнения из расплава под давлением матрицы — пористого стекла (ПС) — СП-металлом (свинцом). Достоинством этого способа наноструктурирования по сравнению с другими (напыление сверхтонких пленок, создание структур методом нанолитографии, использование в качестве матрицы искусственного опала и др.) состоит в том, что таким образом можно создавать трехмерные массивы наночастиц с различными характерными диаметрами вплоть до $d \sim 2$ нм. В качестве матрицы использовалось натрий-боросиликатное стекло ДВ1, в котором при химической обработке и отжиге образовывалась система хаотично пересекающихся пор с малым разбросом ($\sim 5\%$) по диаметру d (рис. 1, *a, b*), объем системы пор составлял $\sim 25\%$ общего объема стекла [1]. Для исследования были отобраны образцы с $d \approx 7, 3$ и 2 нм. Отметим, что механическая прочность нанокompозитов заметно уменьшалась по мере уменьшения характерного диаметра токопроводящей сети. Заполнение пор свинцом составляло $\sim 95\%$.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Исследования структур подобного типа, созданных при введении индия в поры опала с минимальными размерами $d \geq 10$ нм, показали, что сетка СП-частиц обладает свойствами, характерными для СП-материала 2 рода [2]. Также в них наблюдается рост значений критического магнитного поля СП-перехода ($H_c \leq 2T$ при $T = 0$ К) и критической температуры ($T_c \leq 4.5$ К) по сравнению со значениями для массивного индия ($T_c = 3.4$ К, $H_c(0) = 280$ Ое). Аналогичные эффекты изучались также в различных структурах на основе In [2,3] и Pb [4,5]. Отметим, что для массивного свинца $T_c = 7.2$ К, и заметного роста T_c в структурах на основе свинца, как правило, не наблюдалось. Ширина СП-перехода в наноструктурах, определенная из зависимостей сопротивления R от температуры $R(T)$ и от магнитного поля $R(H)$, увеличивалась по сравнению с объемным металлом.

Магнитные свойства пористых матриц, заполненных СП I рода, существенно отличаются от магнитных свойств массивного материала. Зависимость магнитного момента от магнитного поля $M(H)$ характеризуется большим гистерезисом и наличием скачков M в зависимости от внешнего магнитного поля при $T < T_c$ [5,6].

Магнитополевые и температурные зависимости магнитного момента нанокompозитов Pb–ПС с характерным диаметром пор 7 нм (изучался в виде порошка и объемного материала), 3 нм (объем) и 2 нм (объем) были измерены в диапазоне температур $T = 2$ К– 7 К в магнитном поле до 140 кОе с помощью вибрационного магнитометра, в том числе на установке PPMS-14. На

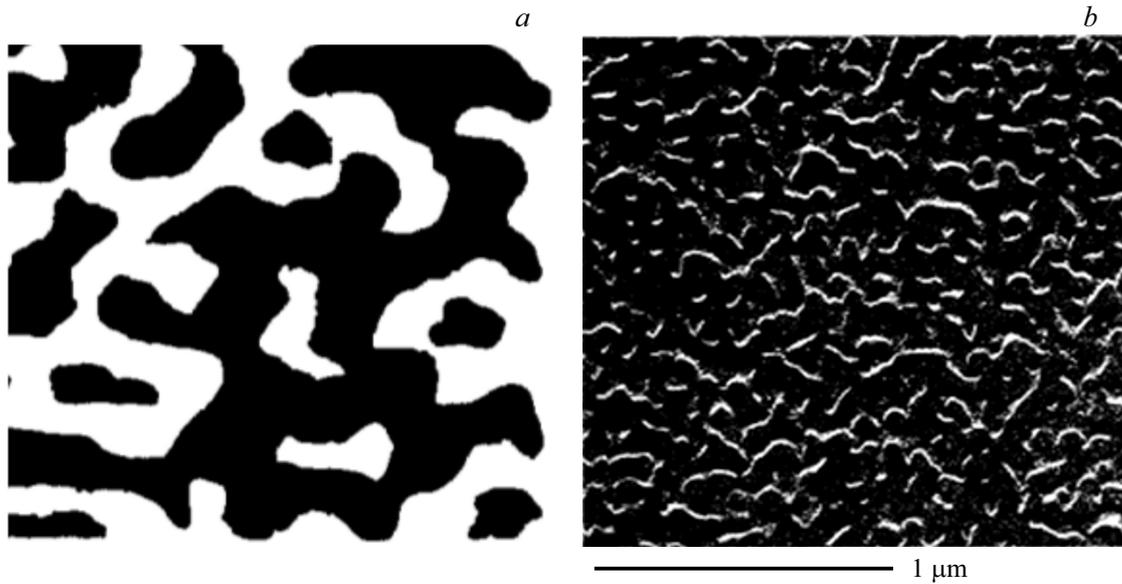


Рис. 1. Слева: схематическое изображение структуры пористого стекла (светлый контраст — поры, в дальнейшем заполняемые СП-металлом; справа: фотография пористого стекла [1]).

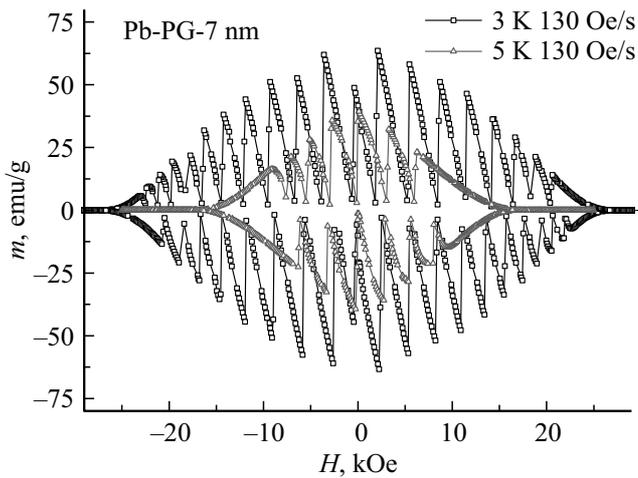


Рис. 2. Зависимость намагниченности m нанокompозита Рb–ПС (7 nm, объем) от магнитного поля H , скорость развертки магнитного поля $dH/dt = 130$ Oe/sec, $T = 3$ K, 5 K.

рис. 2 показана зависимость намагниченности m (магнитный момент, отнесенный к единице массы) нанокompозита Рb–ПС (7 nm, объем) $m(H)$ в магнитном поле H при различных температурах $T = 3$ и 5 K. Зависимость имеет сложный вид с гистерезисом и наличием скачков $m(H)$, число и положение которых зависит от температуры. Как видно из зависимости на рис. 2, в Рb–ПС ($d \approx 7$ nm) уже при $T = 3$ K достигается $H_c \leq 27$ kOe, что многократно превышает значения для массивного свинца $H_c(T = 0$ K) = 803 Oe.

Измерения намагниченности нанокompозита Рb–ПС 7 nm в виде массивной частицы и порошка проводились с целью изучения влияния макроскопической структуры

образца на лавинообразные процессы, происходящие во время скачка намагниченности. В массивном образце лавинообразные процессы развиваются по всему объему, и, как следствие, в нем наблюдаются ярко выраженные скачки намагниченности. В порошке границы и пустоты между отдельными частицами могли бы препятствовать развитию скачка, в результате чего на зависимости наблюдалось бы большое количество скачков с малой амплитудой, соответствующих отдельным частицам в порошке. Оказалось, однако, что структура скачков в случае объемного нанокompозита Рb–ПС и порошка с диаметром частиц $D \sim 100 \mu\text{m}$ близка, как следует из экспе-

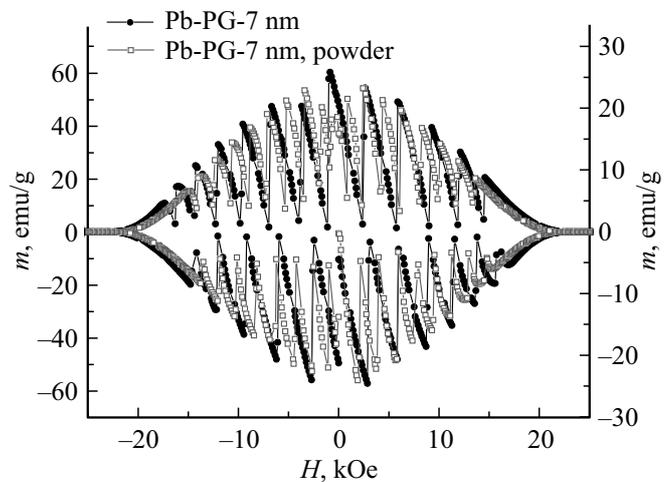


Рис. 3. Сравнение магнитопольевой зависимости намагниченности $m(H)$ образцов нанокompозита Рb–ПС (7 nm, объем) и Рb–ПС (7 nm, порошок), скорость развертки магнитного поля $dH/dt = 130$ Oe/sec, $T = 4$ K.

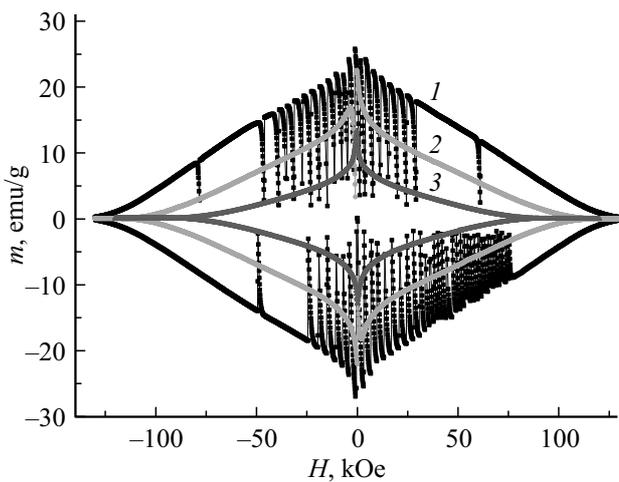


Рис. 4. Зависимость магнитного момента M нанокompозита Pb–PC (3 nm) от магнитного поля, скорость развертки магнитного поля $dH/dt = 130$ Oe/sec, $T = 2$ K (1), 3 K (2), 4 K (3).

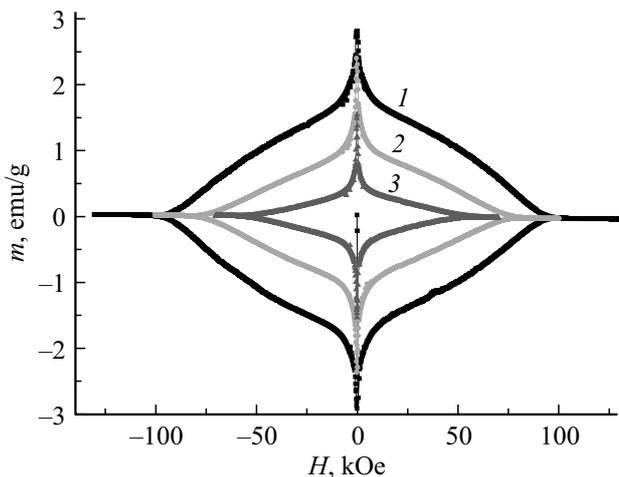


Рис. 5. Зависимость намагниченности m нанокompозита Pb–PC (2 nm) от магнитного поля при различных температурах $T = 2$ K (1), 3 K (2) и 4 K (3). Скорость развертки магнитного поля $dH/dt = 130$ Oe/sec.

риментальных зависимостей на рис. 3, где показано сравнение магнитопольевых зависимостей намагниченности $m(H)$ образцов нанокompозита Pb–PC (7 nm, объем) и Pb–PC (7 nm, порошок) при одинаковых условиях (скорость развертки магнитного поля 130 Oe/sec, $T = 4$ K).

На рис. 4 показано, как уменьшение диаметра токопроводящей сетки в Pb–PC ($d \approx 3$ nm) отражается на изменении характера скачков магнитного момента $M(H)$ и температуре их появления ($T \leq 3$ K). Качественно зависимости $M(H)$ подобны, различия наблюдаются в величине H_c , температуре появления скачков потока и их количестве. При сравнимой массе образцов Pb–PC 7 nm и Pb–PC 3 nm наблюдается кратное уменьшение величины магнитного момента в нанокompозите Pb–PC ($d \approx 3$ nm); одновременно критическое магнитное поле

образца H_c при $T = 3$ K достигает величины 128 kOe по сравнению с $H_c = 27$ kOe в образце с $d \approx 7$ nm.

На рис. 5 показаны зависимости магнитного момента M нанокompозита Pb–PC (2 nm) от магнитного поля при различных температурах $T = 2$ K, 3 K и 4 K. H_c нанокompозита, как и в предыдущих случаях, на порядок превышает H_c массивного свинца и достигает при $T = 3$ K величины $H_c = 110$ kOe. Эта величина близка к соответствующей в образце Pb–PC (3 nm) и также значительно больше H_c нанокompозита Pb–PC (7 nm). В то же время обращает на себя внимание отсутствие скачков магнитного потока на зависимостях $M(T)$ в Pb–PC (2 nm) при всех температурах вплоть до $T = 2$ K и при той же скорости развертки магнитного поля $dH/dt = 130$ Oe/sec, что и в представленных ранее на рис. 2–4 зависимостях. Отметим также, что в Pb–PC (2 nm) пиковое значение m на порядок меньше, чем в Pb–PC (3 nm).

Ранее скачки магнитного потока наблюдались в индиевых наноструктурах на основе искусственного опала [6], свинцовых наноструктурах в пористом стекле ($d \approx 7$ nm) [7], а также в объемных СП 2-го рода [8]. В последнем случае их появление связывают с термомагнитной неустойчивостью системы вихрей, когда срыв нескольких вихрей с центров пиннинга вызывает локальное выделение тепла, которое приводит к локальному повышению температуры и в свою очередь ослабляет пиннинг вихрей. В результате создается положительная обратная связь, и происходит лавинообразное проникновение магнитного поля в материал.

В наноструктурах также реализуется механизм, связанный с локальным нагревом, который посредством положительной обратной связи вызывает рост температуры всего образца, однако его природа, по-видимому, другая. Характерный диаметр свинца в изученных наноструктурах много меньше глубины проникновения магнитного поля λ в объемном свинце ($\lambda(0 K) = 39$ nm), и в нитях свинца вихри образоваться не могут. В то же время в нанокompозитах имеется многосвязная система СП-контуров, и при увеличении H , когда достигается критический ток для одного или нескольких контуров, происходит скачкообразное проникновение магнитного потока в них, сопровождающееся выделением тепла. Можно предположить, что „спусковым механизмом“ при возникновении скачков магнитного потока в нанокompозитах являются случайные слабые связи в СП-контурах.

Как видно из рис. 3–5, величина максимума магнитного момента H на зависимости $M(H)$ падает с уменьшением характерного размера элемента структуры. Как уже отмечалось, с уменьшением характерного диаметра d СП-нанокompозита его механическая прочность также уменьшается. Можно предположить, что при использовании матрицы с меньшим размером пор ухудшается однородность внутренней структуры нанокompозита, т.е. увеличивается количество слабых связей и уменьшается их „однородность“. Это может служить причиной того, что скачки магнитного потока

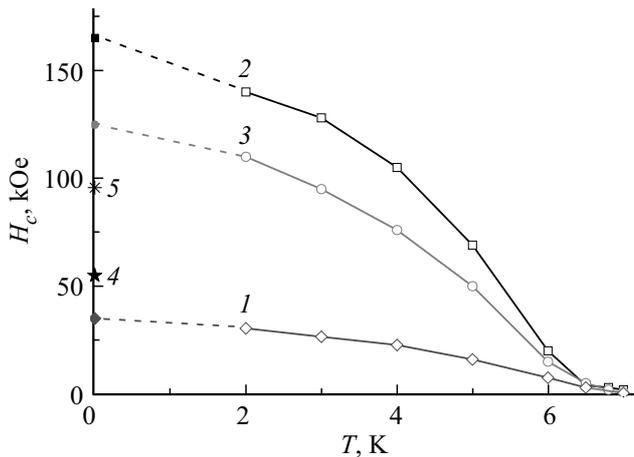


Рис. 6. Зависимость критического магнитного поля в нанокompозитах Pb–ПС, $d \approx 7$ nm (1, порошок и объем), 3 nm (2) и 2 nm (3), от температуры. Также приведены данные [8] для Pb–ПС 3 nm (4) и 6 nm (5).

в Pb–ПС по мере уменьшения d проявляются при все более низких температурах, и в нанокompозите с $d \approx 2$ nm не видны вплоть до $T = 2$ K, как следует из данных рис. 2, 4, 5. Учитывая, что намеренное нарушение структуры образца Pb–ПС $d \approx 7$ nm вплоть до порошка с диаметром частиц $D \sim 100 \mu\text{m}$ не привело к изменению характера скачков $m(H)$ (см. рис. 3), следует заключить, что в нанокompозитах Pb–ПС $d \approx 3$ nm, 2 nm неоднородности СП-сети проявляются на заметно меньших масштабах.

Из зависимостей $m(H, T)$ и $M(H, T)$ были определены величины критических магнитных полей $H_c(T)$ в нанокompозитах Pb–ПС, 2, 3 и 7 nm (рис. 6) (отметим, что значения для массивного образца Pb–ПС, $d \approx 7$ nm, и порошка из того же материала практически совпадают, как показано на рис. 4). Критическое поле в образце Pb–ПС (3 nm) достигает $H_c > 140$ kOe при $T = 2$ K, что более чем на 2 порядка превышает критическое поле массивного свинца, и в ~ 5 раз значения, полученные в Pb–ПС, 7 nm ($H_c \approx 30$ kOe при $T = 2$ K). Дальнейшее уменьшение характерного диаметра свинцового нанокompозита до $d \approx 2$ nm не оказывает существенного влияния на $H_c \approx 110$ kOe при $T = 2$ K. Заметим, что полученные нами результаты для Pb–ПС (3 nm) в ~ 1.5 раза превышают данные [8]. Отметим также, что в экспериментальных данных, приведенных на рис. 6, обращает на себя внимание изменение вида зависимости $H_c(T)$ при T близких к T_c .

Таким образом, исследованные образцы демонстрируют необычайно высокие значения критического магнитного поля. $H_c(0)$, определенное экстраполяцией по формуле $H_c(T) = H_c(0)(1 - (T/T_c)^2)$, увеличивается от $H_c(0)$ (Pb–ПС (7 nm, порошок и объем)) ≈ 35 kOe до $H_c(0)$ (Pb–ПС (3 nm)) ≈ 165 kOe. Отметим, что в рассматриваемых нанокompозитах Pb–ПС длина свободного пробега ограничена поперечным размером нано-

структур свинца $d \geq 2$ nm; глубина проникновения магнитного поля $\lambda \gg d$ (для массивного свинца $\lambda \approx 39$ nm при $T = 0$ K). В соответствии с этим в изученных образцах Pb–ПС должен проявляться размерный эффект увеличения критического магнитного поля H_c , что и наблюдается в эксперименте (рис. 6). Оценка верхнего критического магнитного поля была выполнена в соответствии с формулой [9] для СП-цилиндра в магнитном поле $H_c^d(T) = \kappa \cdot H_c^{\text{bulk}}(T) \cdot \lambda(T)/d$. Выбрав коэффициент $\kappa = 6$ (промежуточное значение между $\kappa = 4$ и $\kappa = 8$ в случае перпендикулярного и параллельного направления H относительно оси цилиндра) и используя $\lambda \approx 39$ nm (для объемного свинца), получим H_c^d (Pb–ПС 7 nm) ≈ 27 kOe и H_c^d (Pb–ПС 2 nm) ≈ 94 kOe, что удовлетворительно согласуется с полученными экспериментально значениями.

Заключение

В работе представлены результаты изучения низкотемпературных магнитных свойств СП-наноструктур, созданных путем заполнения пористого стекла (диаметр пор $d \approx 7, 3$ и 2 nm) свинцом. Установлено, что критическая температура СП-перехода нанокompозитов $T_c \approx 7.2$ K, что хорошо совпадает с T_c массивного свинца. В то же время, при уменьшении характерного диаметра проводящей сети d в изученных образцах наблюдается многократное возрастание критического магнитного поля вплоть до $H_c(0)$ (Pb–ПС (3 nm)) ≈ 165 kOe, что удовлетворительно согласуется с теоретическими оценками для верхнего критического поля с учетом размерного эффекта. Низкотемпературные магнитопольные зависимости магнитного момента $M(H)$ характеризуются наличием квазипериодических скачков потока, исчезающих по мере уменьшения диаметра свинцовых наноструктур.

Список литературы

- [1] H. Thomas. Elmer Corning, Incorporated, Reprinted with permission from „Porous and Reconstructed Glasses“. Engineered Materials Handbook. V. 4, Ceramic and Glasses. P427-32. Copyright 1932.
- [2] Д.В. Шамшур, А.В. Черняев, А.В. Фокин, С.Г. Романов. ФТТ **47**, 11, 1927 (2005).
- [3] M.J. Graf, T.E. Huber, C.A. Huber. Phys. Rev. B **45**, 6 (1992).
- [4] A.E. Aliev, S.B. Lee, A.A. Zakhidov, R.H. Baughman. Physica C **453**, 15 (2007).
- [5] C. Tien, E.V. Charnaya, D.Y. Xing, A.L. Pirozerskii, Yu.A. Kumzerov, Y.S. Ciou, M.K. Lee. Phys. Rev. B **83**, 014502 (2011).
- [6] R.V. Parfeniev, D.V. Shamshur, M.S. Kononchuk, A.V. Chernyaev, S.G. Romanov, A.V. Fokin. Proc. 24 Int. Conf. on Low Temp. Physics. Orlando, Florida, USA. August 10–17, 235 (2005).
- [7] K.-H. Müller, C. Andrikidis. Phys. Rev. B **49**, 2, 1294 (1994-II).
- [8] N.K. Hindlev, J.H.P. Watson. Phys. Rev. **183**, 2, 525 (1969).
- [9] В.Л. Гинзбург. ЖЭТФ **34**, 113 (1958).