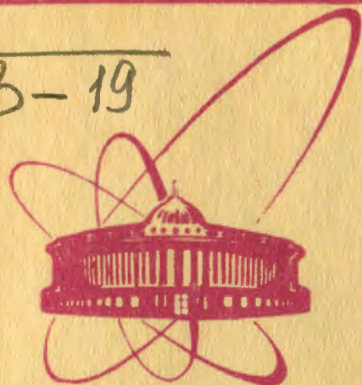


B-19



объединенный
институт
ядерных
исследований
дубна

5800/2-81

23/4-8

P8-81-613

П.Г.Василев, И.Н.Гончаров

К ПРОБЛЕМЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ВЕРХНИХ КРИТИЧЕСКИХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ
НА ОСНОВЕ РЕЗИСТИВНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Направлено в журнал "Физика низких температур"

1981

ВВЕДЕНИЕ

Резистивные методы определения верхних критических магнитных полей сверхпроводников второго рода /СП II / используются многими авторами, особенно при исследовании малогабаритных образцов /пленки, фольги, проволочки/, для которых измерения намагниченности, теплоемкости и т.д. связаны с большими экспериментальными трудностями или не позволяют найти достаточно точно их истинные значения. К сожалению, в настоящее время не существует общепринятого универсального способа отыскания верхнего критического магнитного поля H_{c2} и критического магнитного поля поверхностной сверхпроводимости H_{c3} на основе резистивных измерений, как это видно, например, из работ /1-6/. Сложность выбора такого способа состоит в том, что форма и положение на оси абсцисс обычно используемых кривых типа $R(H)/R_n$, где R - сопротивление, R_n - остаточное электросопротивление в нормальном состоянии, существенным образом определяются плотностью измерительного тока J и зависят от структуры и формы образца, а также от состояния его поверхности и ориентации относительно внешнего магнитного поля /7/.

В случае массивных образцов /однородных или имеющих только локализованные пиннинг-центры /ПЦ/, например, поры или редкие выделения второй фазы/ правильному определению H_{c2} мешает только наличие поверхностной сверхпроводимости /см. обзор /8/ /. В магнитном поле $H > H_{c2}$ последняя существует в тонком слое толщиной порядка длины когерентности $\xi(T)$ на участках образца, поверхность которых не строго перпендикулярна вектору магнитного поля. Даже в наиболее простом случае образцов из тонкой фольги /с большим отношением ширины к толщине/ в поле $H_1 > H_{c2}$, перпендикулярном плоскости образца, критический ток поверхностной сверхпроводимости I_{c3} обычно оказывается отличным от нуля /особенно для СП II с небольшим параметром Гинзбурга-Ландау κ /.

Проблема определения H_{c2} и H_{c3} из резистивных измерений усложняется при наличии пространственной неоднородности структуры протяженной природы /возникшей, например, в результате деформации, механической обработки и т.д./, а также если одновременно имеет место сильный поверхностный и слабый объемный пиннинг. Ниже мы покажем, что даже высокотемпературный /при $T_{отж}/T_{пл.} \sim 0,6$ / отжиг тугоплавких сплавов с целью рек-

ристаллизации холоднодеформированных фольг лишь частично улучшает указанную ситуацию. И в этом случае в образце остается сеть областей /обычно по границам зерен/ с повышенной плотностью дефектов и, следовательно, с повышенным значением H_{c2} по сравнению с верхним полем внутри зерна H_{c2}^{grain} . На наш взгляд, существуют вполне достоверные методы определения и той и другой величины только на основании резистивных измерений.

В этой работе рассматривается проблема определения верхних критических магнитных полей СП II и на примере экспериментальных данных, полученных на фольгах из сплавов Nb-Ti ($k \leq 20$), предлагается способ однозначного отыскания H_{c2} и H_{c3} из резистивных измерений.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве образцов использовались фольги, полученные путем холодной деформации стержней диаметром 9 мм, из сплавов Nb-3 ат. % Ti /толщиной 0,1 и шириной 1,5 мм/ и Nb-20 ат. % Ti /толщиной 0,05 и шириной 1,5 мм/. Часть из них после рекристаллизационного отжига была равномерно насыщена гелием в результате облучения альфа-частицами. Приготовление образцов, их облучение и микроструктура описаны в работах /9-11/. В таблице приведены режимы отжига и некоторые характеристики образцов, упоминающихся в настоящей работе. Отметим, что отжижки обычно производились в вакууме $\sim 2 \cdot 10^{-6}$ Торр, который достигался с помощью диффузионного масляного насоса с азотной ловушкой. Исключения: а/ образец 24 был рекристаллизован в вакууме $\sim 10^{-5}$ Торр /в другой печи/; б/ рекристаллизация образца 51 и послерадиационный отжиг образца 34-1200 проводились в безмасляном вакууме не хуже 10^{-7} Торр. Перед рекристаллизацией образцы вырубались с помощью штампа и протравливались для снятия заусенцев в течение нескольких секунд в растворе HF-HCl-H₂SO₄.

Измерения критических токов I_c во внешнем магнитном поле проводились всегда так, что $\vec{I} \perp \vec{H}$. За I_c принимался ток, при котором электрическое поле равнялось $50 \cdot 10^{-8}$ В/см. Часть образцов измерялась в криостате, позволявшем менять угол ϕ между плоскостью образца и магнитным полем от перпендикулярной ориентации (ϕ_{\perp}) до параллельной (ϕ_{\parallel}).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

А. Методика определения H_{c2} и H_{c3}

На рис. 1 показаны характерные зависимости $r(H) = R(H)/R_n$ /при различных плотностях измерительного тока J / и $J_r(H)$

Таблица

№ образца	Рекристаллизационный отжиг, °С / час	$C_{He} \cdot 10^{-2}$ ат.%	Последовательный отжиг, °С / час	ρ_n · мОм.см	T_c , К	δ_{gr}	δ_{cl}	H_{c3} / H_{c2}
<u>Nb - 3 ат. % Ti</u>								
21	1020/1	0	-	0,9	9,3	1,4	2,2	1,70 ± 0,05
24	1100/1	0	-	2,4	9,2	2,5	3,7	1,70 ± 0,05
25	1150/1	0	-	0,9	9,3	1,4	2,2	1,70 ± 0,05
8(ОБА)	1100/1	7	-	1,1	9,1	-	1,4	1,70 ± 0,20
10(ОБА)	1100/1	5	-	1,1	9,1	-	1,4	1,70 ± 0,07
6-1100	1080/1	8	1100/1	3,0	8,9	3,2	2,9	1,70 ± 0,10
<u>Nb - 20 ат. % Ti</u>								
30-ХД	-	0	-	22,1	9,6	20	18	~ 1,2
31	1250/2	0	-	20,2	9,4	15	16	~ 1,2
51	1000/1,5	0	-	20,8	9,5	16	16	~ 1,2
34-1200	1250/2	5	1200/1	8,8	9,4	7	5	~ 1,3

$$\kappa_{py} = 0,8 + 7,5 \cdot 10^{-8} \gamma^{1/2} \rho_n$$

$$\kappa_{OL} = \left(\frac{dH_{c2}}{dT} \right)_{T_c} \cdot (\sqrt{2} \frac{dH_c}{dT})_{T_c}^{-1} = \left(\frac{dH_{c2}}{dT} \right)_{T_c} (\sqrt{2} \cdot 0,43 \frac{K\bar{e}}{K})^{-1}$$

/при $\gamma = 0,01; 0,25; 0,50; 0,75$ и $0,99$ / для двух рекристаллизованных образцов разного состава в перпендикулярном и параллельном магнитном поле. Мы постараемся обосновать предположение, в соответствии с которым: а/ за H_{c2} следует принимать поле, при котором в случае ϕ_1 зависимость $J_c(H)$ для заданного малого значения γ , например $\gamma = 0,01$, начинает отклоняться вправо от сравнительно протяженного линейного участка /на рис. 1 оно

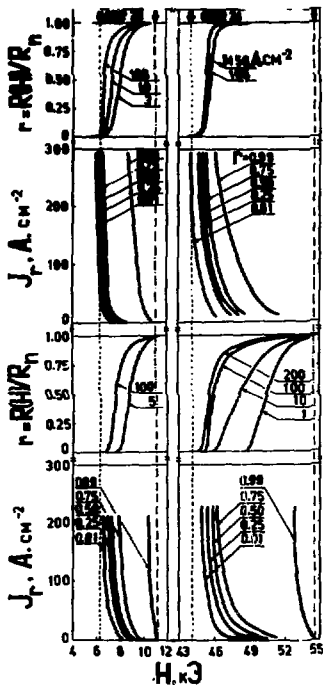


Рис.1. $R(H)/R_n$ и $J_c(H)$ для образцов 21 и 31 в перпендикулярном /четыре верхних рисунка/ и параллельном /четыре нижних рисунка/ плоскости образца полях при $T=4,2$ К. Сплошные стрелки указывают H_{c2} , контурные - H_{c3} .

показано вертикальной штриховой линией и сплошной стрелкой/; б/ для образцов с невысокими κ за H_{c3} следует принимать поле, при котором в случае $\phi_{||}$ зависимость $J_c(H)$ для заданного значения $\tau \rightarrow 1$, например $\tau=0,99$, пересекается с осью абсцисс /на рис. 1 оно показано вертикальной штрих-пунктирной линией и контурной стрелкой/.

На рис. 2 сравниваются определенные указанными выше образом H_{c2} /см. стрелки/ с экстраполяцией к нулю кривых $J_c(H)$ и

$\sqrt{F_c(H)} = \text{const} \sqrt{J_c \cdot H}$, полученных при ϕ_{\perp} и $\phi_{||}$, где F_c - объемная сила пиннинга. Видно, что для этих образцов в первом случае получается почти полное совпаде-

ние, а экстраполяция $\sqrt{F_c(H)}$ дает значение H_{c2} завышенное на несколько процентов. Однако надо иметь в виду, что иногда /см., например, [7]/ кривые $J_c(H)$ и $J_0(H)$ сильно расходятся и тогда предпочтение надо отдавать $J_c(H)$. Что же касается

экстраполяции $\sqrt{F_c(H)}$ /особенно, если за H_{c2} принимать поле, при котором только начинается отклонение вправо от линейного участка/, то она должна, по-видимому, приводить к правильному значению H_{c2} в частном случае, когда вблизи H_{c2} объемная сила пиннинга описывается зависимостью типа

$$F_c(H, T) \sim [H/H_{c2}(T)]^n [1 - H/H_{c2}(T)]^2, \quad //$$

где n может лежать в достаточно широком интервале значений, например между 0,5 и 1,5. Это будет означать, что объемная сила пиннинга $F_c(H)$ равняется нулю в поле H_{c2} , а $\sqrt{F_c(H)}$ приблизительно линейно меняется с полем при $H \leq H_{c2}$.

По нашему мнению, достаточно убедительным доказательством правильности предлагаемого выше способа определения H_{c2} яв-

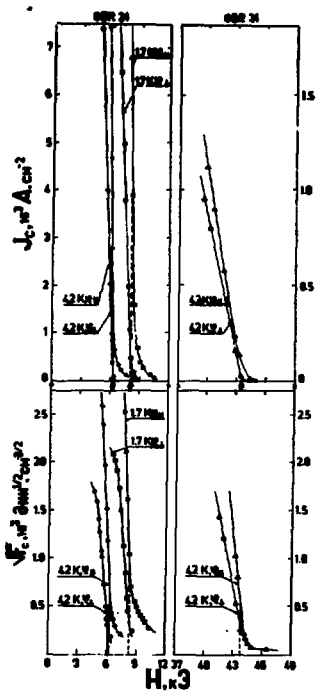


Рис. 2. $J_c(H)$ и $\sqrt{F_c(H)}$ для образцов 21 и 31 в перпендикулярном (ϕ_{\perp}) и параллельном (ϕ_{\parallel}) магнитных полях.

лется характерное поведение кривых $I_{c\parallel}(H)/I_{c\perp}(H)$ /рис. 3/: в магнитном поле $H \leq H_{c2}$ они круто поднимаются вверх, а выше H_{c2} выходят на плато, на котором значение анизотропии оказывается несколько больше, чем простое отношение ширины образца к ее толщине /равное в данном случае 15/. То, что $I_{c\parallel}/I_{c\perp}$ при $H > H_{c2}$ превышает 15, не удивительно, если учесть, что вероятность обнаружения близких параллельным H участков поверхности образца на боковых гранях тонкой фольги, по-видимому, меньше, чем на широких гранях.

Дополнительным свидетельством правильности определения служит также изменение вблизи H_{c2} вида вольтамперных характеристик ВАХ: снижении поля $H \leq H_{c2}$ на них появляются все увеличивающиеся

выгибы /обратимые по току/, как это показано на рис. 4. При этом на линейном участке ВАХ для достаточно больших токов динамическое сопротивление $R_f = \frac{dU}{dI} = R_n$ вплоть до поля H_{c2}^{grain} ,

начиная с которого наклон линейных участков уменьшается и возникает обычная зависимость $R_f(H)/R_n$ /см., например, рис. 7 и 8/. Мы полагаем, что появление выгибов в данном случае связано с проникновением тока внутрь образца за счет возникновения сверхпроводимости в областях с повышенным значением κ . Выход кривой $U(I)$ с выгибом на линейный участок говорит о том, что во всех этих областях достигнуты критические токи.

В случае $H > H_{c2}^{grain}$ весь ток при этом начинает течь только в поверхностном слое. Динамическое сопротивление, измеряемое с точностью 1%, оказывается равным R_n , как и должно быть, если $R_{fs}/R_{ns} > 0,01$ /здесь R_{ns} - сопротивление слоя толщиной ξ в нормальном состоянии; R_{fs} - динамическое сопротивление вихревой решетки поверхностной сверхпроводимости/^{8/}. Заметим,

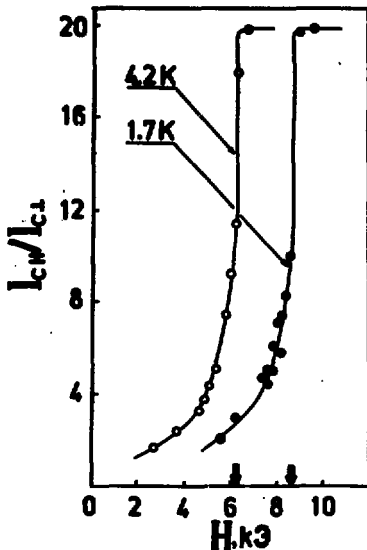


Рис.3. Анизотропия критического тока образца 21 вблизи H_{c2} .

что наклон этого участка с ростом I меняется мало, несмотря на заметный перегрев образца из-за диссипируемой мощности: мы наблюдали скачкообразные переходы из состояния с $R_f = R_n$ в нормальное состояние при удельных тепловых потоках от образца к жидкому гелию /при $4,2 \text{ K}$ / порядка $0,2-0,4 \text{ Вт/см}^2$, что соответствует перегреву непосредственно перед скачком в несколько десятых градуса. Сам скачок, очевидно, возникает из-за перехода к пленочному кипению гелия, а малая чувствительность наклона к перегреву обусловлена сравнительно большим запасом по температуре. Действительно, если внешнее поле H' , например, порядка $H_{c2}/4,2$, то требуется нагреть образец на $\Delta T \sim 2 \text{ K}$ для достижения $H_{c2}/4,2 + \Delta T = H'$. При более низких температурах этот запас еще более возрастает. По мере перехода в смешанное состояние всего объема образца ниже H_{c2}^{grain} относительная роль областей с повышенным κ уменьшается и выгибы постепенно исчезают. Отметим, что в полях $H > H_{c2}^{\text{grain}}$ отношение динамических токов поверхностной сверхпроводимости $I_{d\parallel}$ для ϕ_{\parallel} и ϕ_{\perp} /они определяются пересечением с осью абсцисс экстраполированного линейного участка ВАХ/, как и следовало ожидать, близко к отношению ширины образца к его толщине.

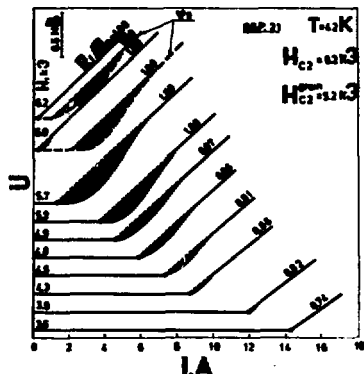


Рис.4. ВАХ образца 21 в районе H_{c2} . Черными точками обозначен динамический критический ток. Все кривые - для случая ϕ_{\perp} , кроме двух, отмеченных знаком ϕ_{\parallel} .

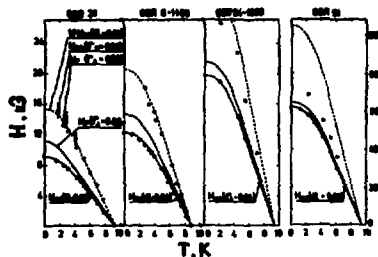


Рис. 5. Температурная зависимость верхних критических магнитных полей для нескольких образцов с разными значениями параметра κ .

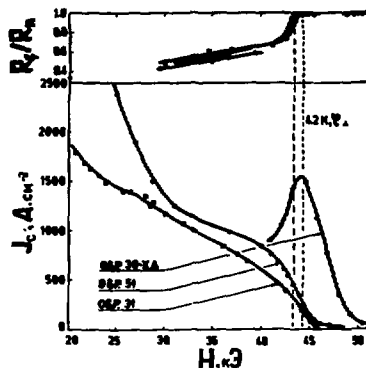


Рис. 6. $R_f(H)/R_n$ и $J_c(H)$ для холодно деформированного и рекристаллизованных при разных условиях образцов из сплава Nb-20атм. %Ti.

Обоснуем теперь, почему при определении H_{c2} мы предлагаем строить кривые $J_c(H)$ для малых γ /например $\gamma=0,01$ /, а не для более высоких значений, например для $\gamma=0,5$ /как это обычно принято при определении T_c /. На рис. 5 видно, что в случае образцов 21 и 6-1100 с небольшими κ экспериментально найденное H_{c2} по $J_{\gamma=0,99}(H_{\parallel})$ близко к величине $1,7 H_{c2}$, определенной по $J_{\gamma=0,01}(H_{\perp})$ а не к величине $1,7 H_{c2}$, полученной из $J_{\gamma=0,50}(H_{\perp})$. Малая величина γ при определении H_{c2} использовалась также в работах /5,7,12/. Отметим, однако, что для образцов с большими κ критерии $\gamma_{\perp}=0,01$ и $\gamma_{\parallel}=0,99$ приводят к $\frac{H_{c2}}{H_{c2}} < 1,7$, даже если парамагнитный эффект /18/ в этих образцах незначителен /см. таблицу/. Этот факт нуждается в дополнительном изучении.

Остановимся немного подробнее на вопросе о влиянии пространственных неоднородностей на резистивное поведение вблизи верхнего критического поля. На рис. 6 и 7 для нескольких образцов хорошо видно, что H_{c2}^{grain} , определенное по экстраполяции кривых $\frac{R_f}{R_n}$ к единице, отражающих движение вихрей во всем объеме образца, на 10-20% ниже H_{c2} , определенного экстраполяцией кривых $J_c(H)$. При этом наибольшее различие, по-видимому, имеется для холодно деформированного /х.д./ образца 30, хотя определить

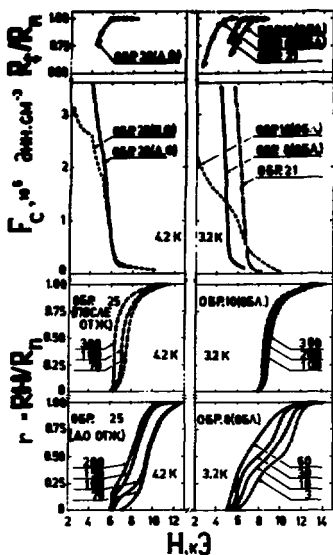


Рис. 7. $R_f(H)/R_n$, $F_c(H)$ и $R(H)/R_n$ для некоторых образцов с различной микроструктурой.

R_f в области пика на кривых $F_c(H)$ и не удалось: найдено лишь, что по крайней мере для поля $H' < H_{c2}$ $R_f = R_n$. На рис. 7 видна также трансформация вида кривых $R(H)|_I$ при изменении микроструктуры либо за счет отжига /образец 25, отжиг в жидком гелии при переходе образца в нормальное состояние за счет пропуска достаточно сильного тока/, либо за счет облучения альфа-частицами /образцы 10 и 8/. В первом случае характерные ступеньки, заметные при некоторых измерительных токах, исчезли за счет сдвига влево верхних участков

кривых $R(H)$, обусловленного, вероятно, уменьшением κ отдельных областей в образце. Во втором случае ступеньки появились за счет сдвига влево нижних участков кривых, связанного с некоторым уменьшением пространственной модуляции свойств образца /10, 11/, при котором прервались пути для непрерывного протекания сверхпроводящего тока /в полях выше 6 кЭ/.

Наконец, рис. 8 иллюстрирует пример, когда ступеньки на $R(H)/R_n$ при некоторых температурах /повышенных/ смазываются, превращаясь в видимость затянутых нижних "хвостов" перехода. Лишь при достаточно низких температурах они проявляются четко. Заметим, что при этом кривая $H_{c2}(T)$ правильной формы возникает при построении $J_c(H_{\perp})$ именно для экспериментально определенной величины $\gamma_{\perp} = 0,01$, а не для полученной путем экстраполяции к нулю крутого линейного участка $\gamma(H)$, которая обозначена на рис. 8 как $\gamma_{\text{экстр}}$. Это говорит о том, что в данном образце при низких температурах области с повышенными значениями κ способны нести большие токи, хотя и не образуют сплошной сети /губки/.

Б. Критические токи поверхностной сверхпроводимости

Хороший дополнительный контроль правильности выбора H_{c2} состоит в том, что в районе этого поля плотность критического тока поверхностной сверхпроводимости J_{cs} , рассчитанная на

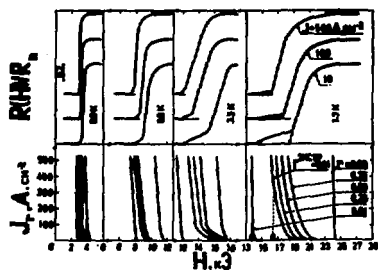


Рис. 8. Изменение формы кривых $R(H)/R_n$ и $J_T(H)$ для образца 24 при разных температурах (ϕ_1).

единицу длины участков образца, параллельных магнитному полю, не должна превышать предельной величины, рассчитанной Абрикосовым ^{/13/} для безвихревого состояния поверхностного слоя:

$$J_{cs}^A = 0,94 \kappa^{-2} \rho_n^{1/2} H_{c2}(T) \times [1 - H/H_{c3}(T)]^{3/2}, \quad /2/$$

где ρ_n - удельное остаточное сопротивление, выражено в Ом-см; H_{c2} - в эрстедах; J_{cs}^A - в А/см. Следует отметить, что когда $J \perp H$, то эта величина допустимого тока снижается еще на 20% ^{/14/}. В случае наших образцов это требование всегда выполнялось.

Эксперименты указывают на то, что практически реализуется вихревое состояние поверхностного слоя /см., например, обзор ^{/8/}, для которого J_{cs} определяется пиннингом, и в полях $H_{c2} < H < H_{c3}$ оказывается гораздо меньше предельной величины J_{cs}^A , определяемой токами разрушения куперовских электронных пар. В качестве иллюстрации на рис. 9 приведены кривые $J_T(H)$ для двух образцов, один из которых /образец 6-1100/ содержит большое количество гелиевых пор и выделений второй фазы ^{/9/}. Видно, что в последнем случае сильный поверхностный пиннинг позволяет течь без диссипации заметным токам вплоть до поля H_{c3} . Как следствие, переходы $\gamma(H) = R(H)/R_n$ оказываются в районе этого поля достаточно крутыми для не очень маленьких плотностей измерительного тока. В противоположность этому в случае рекристаллизованного образца 21 поверхностный пиннинг очень мал, и поэтому плотность измерительного тока порядка нескольких А/см² уже приводит к появлению резистивности даже в полях, лишь немного превышающих H_{c2} . При этом переходы $\gamma(H)$ оказываются размазанными по полю /их вид легко представить себе, сделав горизонтальные сечения кривых $J_T(H)$ /.

Модель динамического поверхностного пиннинга ^{/15/} предсказывает зависимость типа

$$J_{cs} \sim \kappa^{-2} H_{c3}^{3/2}(T) [1 - H/H_{c3}(T)]^2. \quad /3/$$

Хотя мы не проводили систематических исследований, однако можно отметить существование указанной зависимости по крайней мере в полях, лишь немного превышающих H_{c2} . Любопытно, что экстра-

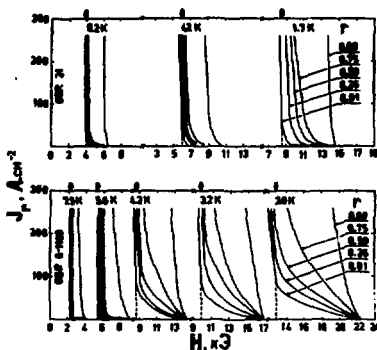


Рис.9. $J_c(H)$ для образцов 21 κ 6-1100 при разных температурах.

полция этой зависимости к оси абсцисс, например для образца 21 в случае ϕ_k при $T=4,2$ К и $1,7$ К, дает значение поля, близкое к $1,7 H_{c2}^{grain}$. Этого и следовало ожидать, если учесть, что именно до значения этого поля сверхпроводимость существует на всей площади поверхности, параллельной полю,

а не только вдоль сети участков с повышенным значением κ , как это должно быть для $1,7 H_{c2}^{grain} < H < H_{c3}$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе результатов работы можно сделать следующие выводы:

1. Обоснован способ определения верхнего критического магнитного поля из резистивных измерений: за H_{c2} , вероятнее всего, следует принимать поле, при котором кривая $J_c(H)$ начинает отклоняться вправо от сравнительно протяженного линейного участка. В качестве $r = R(H)/R_n$ выбирается некоторое малое значение, например 0,01.
2. Показано, что в случае тугоплавких сплавов даже высоко-температурный отжиг / $T_{отж.пл.} - 0,6$ / не устраняет полностью заметной неоднородности свойств внутри образца, приводящей к тому, что экспериментально определенное H_{c2} на $10 \div 20\%$ выше верхнего критического поля внутри зерна (H_{c2}^{grain}). Последнее определяется экстраполяцией к единице кривой $R_c(H)/R_n$.
3. Продемонстрирована устойчивость к перегреву поверхностного слоя в резистивном состоянии /с $I_{d3} \neq 0$ и $dU/dI = R_n$ / при $H > H_{c2}^{grain}$.
4. Обнаружен факт снижения H_{c3}/H_{c2} ниже величины 1,695, предсказываемой теорией, при κ выше $4 \div 6$. Величина снижения не может быть объяснена простым влиянием парамагнетизма /16/.

ЛИТЕРАТУРА

1. Powell R.L., Clark A.F. Cryogenics, 1978, 18, No.3, p.137-141.
2. Orlando T.P., McNiff E.I. Phys.Rev.B., 1979, 19, No.9, p. 4545-4561.

3. Kirshenbaum J. Phys.Rev.B., 1975, 12, No.9, p.3690-3696.
4. Lemberger T.R., Ginsberg D.M. Phys.Rev.B., 1978, 18, N11, p.6105-6115.
5. Пан В.М., Прохоров В.Г., Каменский Г.Г. Физика низких температур, 1980, 6, №8, с. 968-978.
6. Domb E.R., Johnson W.L. J.Low Temp.Phys., 1978, 33, No.1/2, p. 29-42.
7. Ralls K.M. Phys.Lett.A., 1966, 23, No.1, p. 29-30.
8. Миненко Е.В., Кулик И.О. Физика низких температур, 1979, 5, №11, с. 1237-1275.
9. Василев П. и др. Физика металлов и металловедение, 1981, 51, №2, с. 309-315.
10. Василев П.Г. и др. В кн.: XXI Всесоюзное совещание по физике низ. температур /тезисы докладов/, ч.1. Сверхпроводимость. Изд-во Физ.-техн. института низких температур АН УССР, Харьков, 1980, с. 82-83.
11. Василев П.Г. и др. ОИЯИ, Р8-81-182, Дубна, 1981.
12. Nake R.R. Physica, 1971, 55, p. 311-316.
13. Абрикосов А.А. ЖЭТФ, 1964, 47, №8, с. 720-733.
14. Русинов А.И. ЖЭТФ, 1969, 56, №4, с. 1441-1447.
15. Trefny J.V. J.Low Temp.Phys., 1977, 26, No. 5/6, p. 545-555.
16. Saint-James D., Sarma G., Thomas E.J. Type II Superconductivity. Oxford, Pergamon Press, 1969.
/См. перевод: Сан-Жам Д., Сарма Г., Томас Е. Сверхпроводимость второго рода. "Мир", М., 1970/.

Рукопись поступила в издательский отдел
23 сентября 1981 года.