Письма в ЖЭТФ, том 93, вып. 5, с. 317 – 320 © 2011 г. 10 марта

Вихревая структура в монокристаллах FeTeSe

Л. Я. Винников[+1)], *А. В. Радаев*[+*], *И. С. Вещунов*[+], *А. Г. Трошина*[∇], *Ю. Лиу*[□], *Ч. Т. Лин*[□], *А. В. Борис*[□]

[+]*Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черноголовка, Московская обл., Россия*

[*]*Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Московская обл., Россия*

[∇]*МГУ им. М.В. Ломоносова, 119992 Москва, Россия*

[□]*Max Planck Institute for Solid State Research, D-70569 Stuttgart, Germany*

Поступила в редакцию 3 февраля 2011 г.

Исследовалась вихревая структура в монокристаллах $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ с $T_c \sim 11.7$ K и $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ с $T_c \sim 14.5$ K методом декорирования. Обнаружено, что в простейших, с точки зрения кристаллической структуры, монокристаллах семейства 11 железосодержащих сверхпроводников (без промежуточных слоев), как и в ранее исследованных семействах 122 и 1111, не наблюдается регулярная вихревая решетка. Методом просвечивающей электронной микроскопии наблюдалась дислокационная структура с плотностью $\sim 10^9$ см$^{-2}$. Обсуждается проблема пиннинга в монокристаллах железосодержащих сверхпроводников.

Неослабевающий интерес к железосодержащим высокотемпературным сверхпроводникам на основе пниктидов, открытым в 2008 г. [1], стимулировал исследования сверхпроводимости в более простых соединениях железа, в частности, FeSe с $T_c \sim 8$ K [2]. Однако под давлением T_c этого соединения увеличивается до 27 K [3] или 30 K [4], а монокристаллы соединения $FeTe_{0.5}Se_{0.5}$ показывают объемную сверхпроводимость с $T_c = 14.5$ K при атмосферном давлении [5]. Соединения $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ обнаруживают общие свойства с пниктидами (см. сравнение с $SmFeAsO_{1-x}F_x$ [6]. Поскольку соединения халькогенидов железа FeSe и $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ имеют простейшую квазидвумерную слоистую структуру без промежуточных слоев допантов, они представляют собой интерес для прояснения внутренних (intrinsic) свойств железосодержащих сверхпроводников и взаимовлияния сверхпроводимости и магнетизма [7]. К особенностям свойств семейства пниктидов следует отнести высокие критические токи, обнаруживаемые в монокристаллах [8, 9], а также отсутствие регулярной вихревой решетки в монокристаллах $Ba(Fe_{0.93}Co_{0.07})_2As_2$ в широком интервале магнитных полей от мТл до 9 Тл при исследовании тремя независимыми методами (декорирование, нейтронная дифракция и сканирующая туннельная микроскопия) [10, 11]. Аналогичный результат получен методом декорирования в широком классе пниктидов со структурой 122 и 1111, где наблюдена разупорядоченная вихревая структура вне зависимости от типа кристаллической структуры, метода синтеза и степени допирования в монокристаллах $Ba(Sr)_{1-x}K_xFe_2As_2$ [12]. Поэтому представляет интерес исследование вихревой структуры в монокристаллах семейства халькогенидов типа 11, к которым относятся монокристаллы $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$.

В настоящей работе исследовались монокристаллы $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ с $T_c \sim 11.7$ K и $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ с $T_c \sim 14.5$ K, выращенные из расплава исходных компонентов (“self-flux”) в MPI Stuttgart [13]. Магнитные измерения (рис.1) свидетельствуют об объемном характере сверхпроводимости в монокристаллах $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ (объемная доля сверхпроводящей фазы почти 100%), чего не наблюдалось в монокристаллах $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$.

Вихревая структура исследовалась методом декорирования [14]. Исследуемый монокристалл FeTeSe приклеивался на медную подложку рядом с контрольным образцом, в качестве которого служил монокристалл BSCCO(2212), как и в экспериментах с пниктидами [12]. Образцы с площадью несколько квадратных миллиметров в базисной плоскости (001) и толщиной несколько десятых миллиметров перед декорированием очищались с помощью скотча. Декорирование проводилось в режиме замороженного потока при температуре ~ 5 K. После отогрева камеры для декорирования до комнатной температуры образцы извлекались и исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа для визуализации распределения магнитных частиц на поверхности монокристаллов.

На рис.2a показана типичная структура на поверхности монокристалла $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ в магнитном поле 20 Э. Плотность скоплений магнитных частиц согласуется с величиной кванта магнитного потока (среднее расстояние между скоплениями ~ 1 мкм,

[1)]e-mail: vinnik@issp.ac.ru

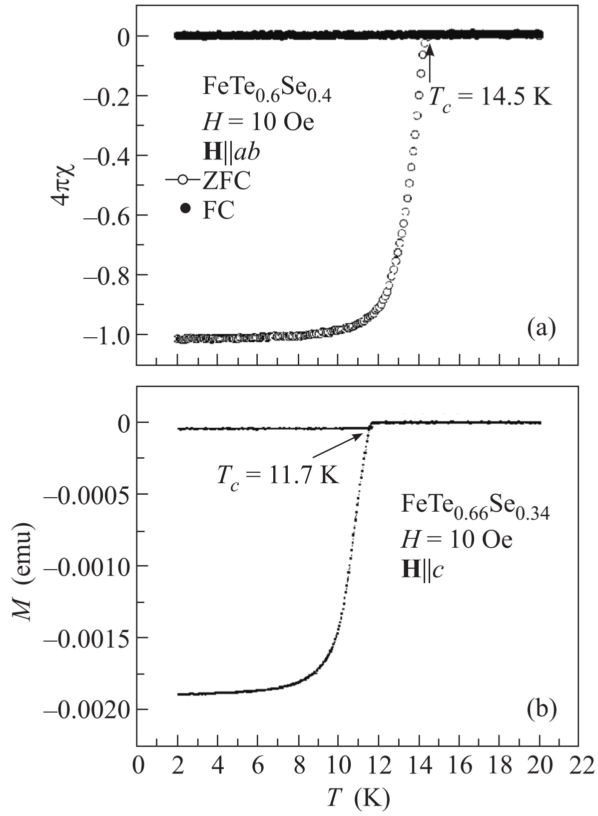

Рис.1. Температурная зависимость: (a) магнитной восприимчивости монокристаллов $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$; (b) намагниченности монокристаллов $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$

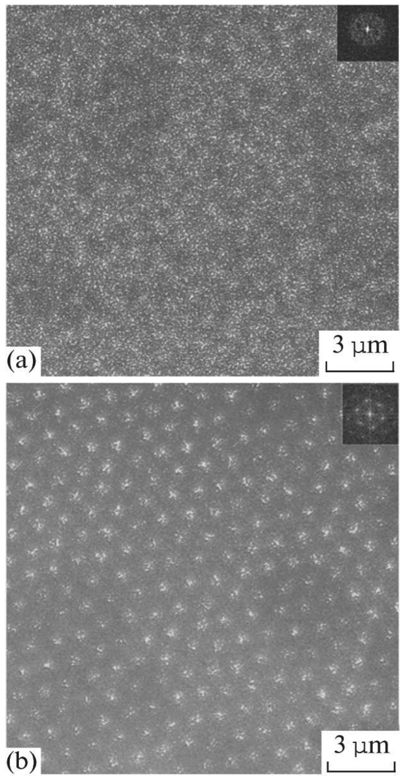

Рис.2. Вихревая структура: (a) в монокристалле $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ в магнитном поле 20 Э; (b) в монокристалле-свидетеле BSCCO(2212) в том же эксперименте

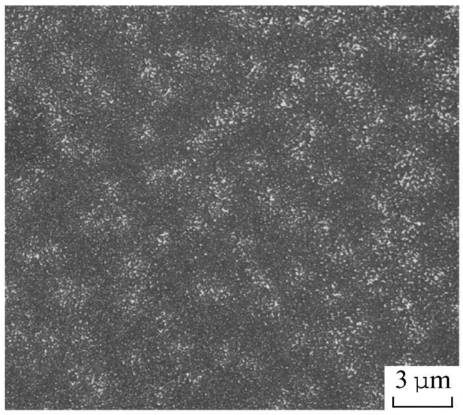

Рис.3. Вихревая структура в монокристалле $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ в магнитном поле 5 Э

что можно получить из измерения радиуса окружности на фурье-картине, см. вставку), из чего следует, что наблюдаемая картина соответствует разупорядоченной вихревой структуре. На рис.2b представлена вихревая структура на монокристаллеб свидетеле BSCCO(2212) в том же эксперименте. Отчетливо видна треугольная вихревая решетка с межвихревым расстоянием ~ 1 мкм. Разупорядоченная вихревая структура наблюдается в исследованных монокристаллах FeTeSe в полях меньше 20 Э, где отдельные вихри разрешить легче (рис.3), а в больших полях изображения вихрей сливаются и разрешение падает. Не обнаружено существенного различия в вихревой структуре монокристаллов $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ и $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$. Из наблюдения изолированных вихрей в малых полях можно получить верхнюю оценку лондоновской глубины проникновения, которая составила ~ 0.5 мкм для $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ и $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$. Эти результаты коррелируют с измерениями лондоновской глубины проникновения, измеренной другими методами [15, 16].

Основным результатом наблюдения структуры магнитного потока в монокристаллах $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$ и $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$ является отсутствие упорядоченной вихревой решетки. Такой же результат был получен ранее на других монокристаллах железосодержащих пниктидов [10 – 12]. В совокупности с данными о высоких критических токах выдвигалось предположение о сильном пиннинге в этих монокристаллах, природа которого остается неясной. Возможной причиной могли бы служить обычные несовершенства кристаллического строения, такие как включения других фаз, дислокации и т.п (“extrinsic” центры пиннинга по терминологии [17]). Были приготовлены образцы отслаиванием тонких пластинок из исследованных монокристаллов, пригодные для наблюдения в просвечивающем электронном микроскопе. Результат представлен на рис.4, где наблюдается дислокационная структура с плотностью $\sim 10^9$ см$^{-2}$, но

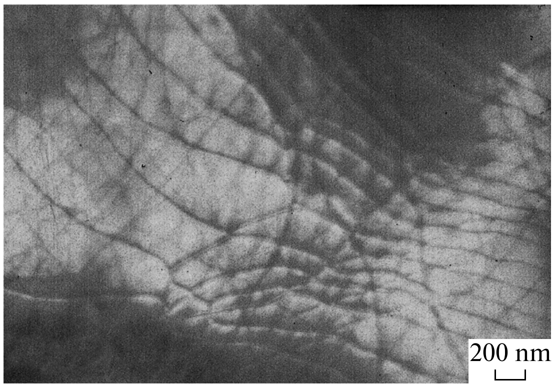

Рис.4. Дислокационная структура в монокристалле $FeTe_{0.66}Se_{0.44}$

не видно каких-либо инородных включений с размерами, близкими к длине когерентности ~ 10 нм, которые могли бы служить эффективными центрами пиннинга.

Наблюдаемые дислокации, лежащие в базисной плоскости, даже при их высокой плотности вряд ли являются сильными центрами пиннинга в перпендикулярном плоскости поле, так как в этой геометрии служат как бы точечными центрами. К тому же часть этих дислокаций, возможно, возникла при приготовлении образцов. Аналогичные структуры наблюдались нами и для монокристаллов, например, $Ba_{1-x}K_xFe_2As_2$. Тем не менее наблюдавшаяся плотность дислокаций на несколько порядков выше, чем в контрольных монокристаллах BSCCO, и, в принципе, может приводить к разупорядочению вихревой решетки. Поэтому природа разупорядоченности вихревой структуры в сверхпроводящих кристаллах на основе железа нуждается в дальнейшем прояснении. В последнее время появились сообщения о важной роли в допировании и зарядового состояния допирующих ионов [17, 18]. Так, в работе [18] без допирования в чистых монокристаллах KFe_2As_2 ($T_c = 3.9$ K) нейтроннографически для семейства пниктидов наблюдали дифракционные картины, соответствующие регулярной треугольной вихревой решетке. В этом же сообщении упоминается об отсутствии регулярной решетки в монокристаллах семейства 11 $FeTe_{0.6}Se_{0.4}$. В работе [17] наблюдали уменьшение плотности критического тока на несколько порядков при частичной замене мышьяка изовалентным допантом (фосфором) в монокристаллах $BaFe_2(As_{1-x}P_x)$. Таким образом, находит некоторое подтверждение предположение [12] о существовании внутренне присущего (intrinsic) механизма пиннинга в монокристаллах пниктидов, которое нуждается в дополнительном исследовании.

В настоящей работе обнаружено, что и в простейших с точки зрения кристаллической структуры монокристаллах семейства 11 железосодержащих сверхпроводников (без промежуточных слоев), как и в ранее исследованных семействах 122 и 1111 [12], не наблюдается регулярная вихревая решетка. Принимая во внимание уже обширный набор экспериментальных результатов, причину разупорядоченности вихревой структуры в монокристаллах упомянутых сверхпроводников, по-видимому, следует искать в специфических центрах пиннинга в этих соединениях [17].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (10-02-01297). Авторы выражают благодарность Е.Ю. Постновой и Л.Н. Завельской за помощь в проведении электронномикроскопических исследований.

1. Y. Kamihara, T. Watanabe, M. Hirano, and H. Hosono, J. Am. Chem. Soc. **130**, 3296 (2008).
2. F. C. Hsu, J. Y. Lup, K. W. Yeh et al., Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **105**, 14262 (2008).
3. Y. Mizuguchi, F. Tomioka, S. Tsuda et al., Appl. Phys. Lett. **93**, 152505 (2008).
4. H. Okabe, N. Takeshita, K. Horigane et al., arXiv condmat 1002.1832v2.
5. B. C. Sales, A. S. Sefat, M. A. McGuire et al., Phys. Rev. B **79**, 094521 (1009).
6. M. Tropeano, I. Pallecchi, M.R. Cimberle et al., Supercond. Sci. Technol. **23**, 054001(2010).
7. C. Michioka, H. Ohta, M. Matsui et al., arxiv0911.3729.
8. R. Prozorov, N. Ni, M. A. Tanatar et al., Phys. Rev. B **78**, 224506 (2008).
9. N. D. Zhigadlo, S. Katrych, Z. Bukowski et al., J. Phys.: Condens. Matter **20**, 342202 (2008).
10. M.R. Eskildsen, L. Ya. Vinnikov, T. D. Blasius et al., Phys. Rev. B **79**, 100501(R) (2009); Physica C **469**, 529 (2009).
11. Yi Yin, M. Zech, T. L. Williams et al., Phys. Rev. Lett. **102**, 097002 (2009).
12. Л. Я. Винников, Т. М. Артемова, И. С. Вещунов и др., Письма в ЖЭТФ, том **90**, 325 (2009).

13. Y. Liu and C. T. Lin, J. Supercond. Nov. Magn. (DOI 10.1007/s10948-010-0916-4).
14. L. Ya. Vinnikov, I. V. Grigor'eva, and L. A. Gurevich, *The Real Structure of high-Tc Superconductors*, Springer Series in Materials Science, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, Ed. V. Sh. Shekhtman, **23**, 89 (1993).
15. H. Kim, C. Martin, R. T. Gordon et al., Phys. Rev. B **81**, 180503(R), (2010).
16. M. Bendele, S. Weyeneth, R. Puzniak et al, Phys. Rev. B **81**, 224520 (2010).
17. C. J. van der Beek, M. Konczykowski, S. Kasahara et al., arXiv 1005.2129.
18. H. Kawano-Furukawa, C. J. Bowell, E. M. Forgan et al., *Book of Abstract*, International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM2010), Turkey, Antaliya April 24-30, 2010, s.142.