

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ НАБЛЮДЕНИЕ СВЕРХПРОВОДЯЩЕЙ ФАЗЫ С $T_c \approx 8,5$ К В БОЛЬШЕУГЛОВЫХ БИКРИСТАЛЛАХ ВИСМУТА

Д.В.Гицу, А.Д.Грозав, В.Г.Кистол, Н.И.Лепорда, Ф.М.Мунтяну

*Институт прикладной физики АН Молдовы,
277028, Кишинев*

Поступила в редакцию 20 февраля 1992 г.

Вблизи поверхности сращивания бикристаллов висмута с углами наклона $32^\circ \leq \theta \leq 62^\circ$ обнаружены сверхпроводящие включения с критической температурой $T_c \approx 8,5$ К, верхним критическим полем $H_{c2}^{\parallel} \approx 25$ кЭ и длиной когерентности $\xi \approx 120$ Å.

Особый интерес к изучению физических свойств бикристаллов возник в связи с идеей о возможной реализации в таких объектах "экситонного" механизма высокотемпературной сверхпроводимости ^{1,2}. Хотя экспериментальные поиски "экситонной" сверхпроводимости и не привели к положительным результатам, тем не менее бикристаллы оказались удобными объектами при исследовании сверхпроводимости плоскостей двойникования в металлах ³, электронных свойств слоев пространственного заряда в полупроводниках ⁴, etc.

В данной работе сообщается о наблюдении в большеугловых ($36^\circ \leq \theta \leq 62^\circ$) бикристаллах из чистого висмута сверхпроводящих областей, которые вызывают появление аномалий как на зависимостях сопротивления от температуры $R(T)$ и магнитного поля $R(H)$, так и на вольтамперных характеристиках (ВАХ). Температуры появления аномалий на кривых $R(T)$ и ВАХ практически совпадают и равны критической температуре $T_c \approx 8,5$ К, определенной с помощью экстраполяции температурной зависимости верхнего критического поля $H_{c2}^{\parallel}(T)$. Насколько нам известно, это первое сообщение о наблюдении у висмутовых образцов стабильных сверхпроводящих свойств при температурах выше 6 К без использования внешних давлений.

Бикристаллы висмута были получены методом зонной перекристаллизации с применением двойной затравки. Изучались образцы, у которых углы наклона между осями C_3 кристаллитов находились в интервале $8^\circ \leq \theta \leq 62^\circ$. При этом кристаллиты были развернуты друг относительно друга вокруг нормали к межкристаллитной границе (МКГ) раздела G на угол $0 \leq \varphi \leq 9^\circ$ ⁵. Измерения проводились на постоянном токе ($I \perp G$) стандартным четырехконтактным способом в диапазоне температур 4,2 – 300 К.

Исходя из величины угла θ и вида температурной зависимости сопротивления (рис.1), исследованные образцы были условно подразделены на два типа: бикристаллы типа А, имеющие, как правило, углы наклона кристаллитов больше 30° и немонотонную зависимость $R(T)$ и бикристаллы типа В ($\theta \leq 30^\circ$), обладающие типичным для однородных массивных образцов Вi металлическим ходом сопротивления ($dR/dT > 0$). Как следует из рис.1, характерными особенностями образцов А-типа являются малые значения отношения $\alpha = R(300\text{К})/R(10\text{К}) \approx 1 - 1,5$ и инверсия знака производной dR/dT (особенность типа минимум) при $T = T_{\min} \approx 150 - 180$ К.

Для бикристаллов типа А при $T < 9$ К обнаруживается скачкообразное уменьшение сопротивления в узком интервале температур ($\Delta T < 1$ К). Относительная величина скачка сопротивления $\delta = [R(10\text{К}) - R(5\text{К})]/R(5\text{К})$ может достигать 700%. При этом величина δ тем больше, чем меньше $R(T_{\min})/R(300\text{К})$.

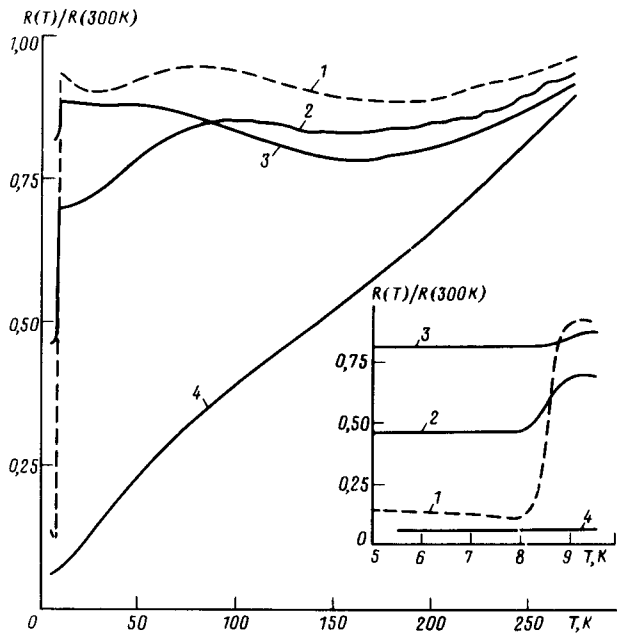


Рис.1. Температурные зависимости сопротивления для трех бикристаллов А-типа (1, 2, 3) и одного - В-типа (4). Образцы имеют следующие параметры (в последовательности θ , φ , α , δ): 1 - Bi-1A (62° ; 2° ; 1,08; 6,83); 2 - Bi-2A (33° ; 9° ; 1,44; 0,51); 3 - Bi-3A (56° ; 6° ; 1,14; 0,08); 4 - Bi-4B (8° ; 0° ; 12,9, скачок отсутствует). На вставке показано низкотемпературное поведение сопротивления тех же образцов в увеличенном масштабе

Независимо от угла наклона кристаллитов, резкое увеличение проводимости происходит практически при одной и той же критической температуре $T_c = T(0,9\delta) = 8,5 \pm 0,2$ К. Следует отметить, что величина T_c не зависит от того, при нагревании или при охлаждении образца записаны кривые $R(T)$. Для бикристаллов В-типа, у которых обычно $\alpha > 10$, в поведении зависимостей $R(T)$ не обнаружено каких-либо четко выраженных особенностей.

Одной из причин аномального возрастания проводимости образцов А-типа может быть существование вблизи высокоугловой поверхности сращения кристаллитов сверхпроводящей фазы с $T_c = 8,5$ К (ненулевое сопротивление при $T < T_c$ отражает неоднородность МКГ бикристаллов Bi). Такое предположение подтверждается и другими измерениями.

На рис.2 приведены изотермы магнитосопротивления $r(H)|_T = [R(H, T) - R(0, T)]/R(0, T)$, полученные в продольных магнитных полях $I \parallel H \perp G$ для одного из бикристаллов А-типа. По мере увеличения H магнитосопротивление испытывает переход на общий для всех температур уровень $r(H) \simeq r_N$. Как и для традиционных сверхпроводников⁶, форма основной части резистивного перехода ($0,4r_N \leq r \leq 0,9r_N$) в магнитном поле не изменяется при увеличении температуры. Последнее позволяет определить температурный наклон верхнего критического поля dH_{c2}^{\parallel}/dT , используя стандартные критерии: по середине кривых перехода или по уровню $0,9r_N$ (см. вставку на рис.2). Значения производных $|dH_{c2}^{\parallel}/dT|_{0,5r_N}$ и $|dH_{c2}^{\parallel}/dT|_{0,9r_N}$ совпадают и равны 3кЭ/К . Из зависимости $H_{c2}^{\parallel}(T)$, построенной по критерию $0,9r_N$, получается $H_{c2}^{\parallel}(0) \simeq 25\text{кЭ}$, что очень близко к величине $|dH_{c2}^{\parallel}/dT|_{T_c}$. С помощью соотношения $\xi^2(0) = \Phi_0/2\pi H_{c2}^{\parallel}(0)$, где $\Phi_0 = 2,07 \cdot 10^{-7}$ Гс·см², оценена длина когерентности $\xi(0) \simeq 120\text{А}$.

В перпендикулярном по отношению к направлению тока магнитном поле резистивные переходы сильно размыты из-за маскирующего действия магнитосопротивления несверхпроводящего висмута, в силу чего корректное определение анизотропии верхних критических полей затруднено. Однако в этом случае

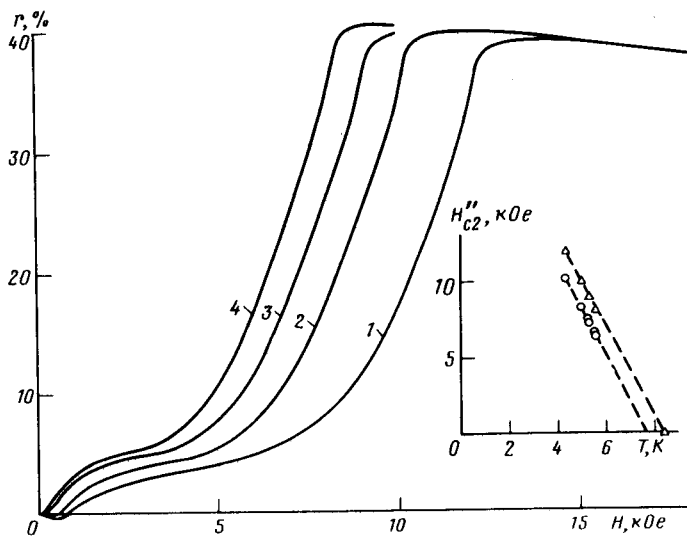


Рис.2. Изотермы зависимостей относительного изменения сопротивления от продольного магнитного поля ($I \parallel H \perp G$) для бикристалла Bi-2A при температурах 4,32 К (1), 4,97 (2), 5,30 (3) и 5,56 К (4). На вставке показаны температурные зависимости верхнего критического поля H''_{c2} , определенные по уровням $0,9r_N$ (Δ) и $0,5r_N$ (0)

при $H > 50$ кЭ удалось наблюдать хорошо выраженные квантовые осцилляции сопротивления как при параллельной ($I \perp H \parallel G$), так и при поперечной ($I \perp H \perp G$) относительно МКГ ориентации поля. Оказалось, что для бикристаллов типа А, в отличие от образцов В-типа, преобладают шубниковские осцилляции, периоды которых $P^{\parallel, \perp}(1/H)$ меньше, чем минимально возможные периоды от электронной ($0,53 \cdot 10^{-5} \text{ Э}^{-1}$) и дырочной ($0,45 \cdot 10^{-5} \text{ Э}^{-1}$) частей поверхности Ферми однородного монокристалла висмута⁷. Например, образцам Bi-1A, Bi-2A, Bi-3A (см. рис.1) соответствуют $p^{\parallel}(1/H) = 0,23 \cdot 10^{-5}$, $0,34 \cdot 10^{-5}$, $0,39 \cdot 10^{-5} \text{ Э}^{-1}$ и $p^{\perp}(1/H) = (0,20 - 0,24) \cdot 10^{-5} \text{ Э}^{-1}$. Согласно этим результатам, в большеугловых бикристаллах Bi существуют области с концентрацией носителей заряда n в 50 – 100 раз больше, чем в основной матрице у которой $n = 3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$.

Были также измерены ВАХ бикристаллов Bi в режиме заданного тока в интервале $I = 1 - 500$ мА. Примеры ВАХ, записанных при трех температурах близких к T_c , показаны на рис.3а. Видно, что при $T < T_c$ на ВАХ отчетливо проявляется максимум дифференциального сопротивления dV/dI (рис.3б), положение которого на шкале напряжений V_g зависит от температуры при $T \rightarrow T_c$ как $V_g \sim (1 - T/T_c)^{1/2}$ (см. вставку на рис.3б).

Тут, видимо, стоит подчеркнуть, что полученные для бикристаллов А-типа ВАХ подобны тем, какие наблюдались у микроконтактов Bi-Bi⁸ и Sb-Sb⁹. Сопоставление зависимостей $V_g(T)$ с температурной зависимостью для энергетической щели $\Delta(T)$ в модели БКШ позволило авторам⁸ сделать вывод о присутствии в висмутовых микроконтактах сверхпроводящих кластеров с $T_c \simeq 3,9$ и $5,9$ К.

Согласно⁶ вблизи T_c зависимость параметра щели от температуры приблизительно описывается соотношением

$$\Delta(T) \simeq (7/4)\Delta(0)(1 - T/T_c)^{1/2}, \quad T \rightarrow T_c. \quad (1)$$

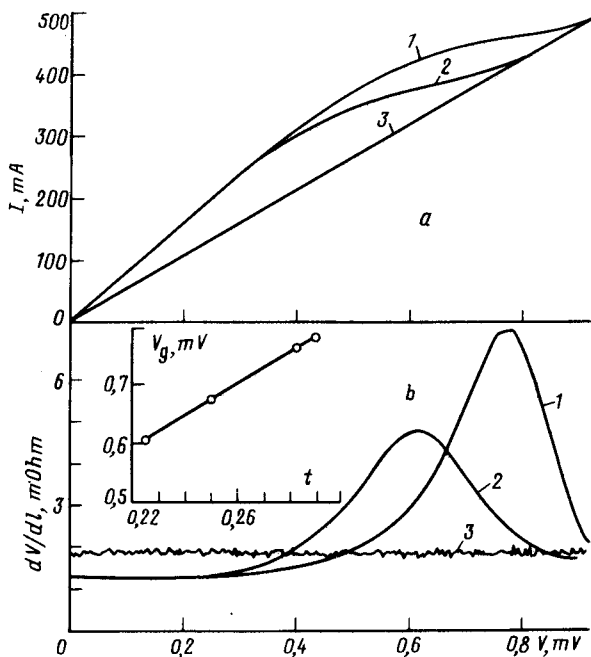


Рис.3. ВАХ (а) и их производные (б) для бикристалла Bi-2A при температурах 7,82 К (1), 8,07 К (2), 8,65 К (3). На вставке приведена зависимость положения максимума дифференциального сопротивления от параметра $t = (1 - T/T_c)^{1/2}$

Исходя из полученной нами корневой зависимости $V_g(T)$ в предположении, что к ней применимо соотношение (1), можно сделать оценку возможного значения для $2\Delta(0) \approx 3,3$ мэВ, которая представляется вполне разумной для случая сильносвязанного сверхпроводника.

Факт наблюдения стабильных сверхпроводящих характеристик у кристаллических образцов Bi при атмосферном давлении отнюдь не тривиален (обычный ромбоэдрический Bi не является сверхпроводником). Возникновение куперовского спаривания носителей заряда в бикристаллических образцах, по видимому, является следствием структурной перестройки решетки висмута (происходящей в областях, непосредственно примыкающих к высокоугловым МКГ) в результате взаимного прорастания кристаллитов или под воздействием сильных полей упругой деформации. В последнем случае можно ожидать, что за сверхпроводимость бикристаллов ответственна одна из фаз высокого давления BiII-BiVI¹⁰. Судя по величине T_c , таковой может быть BiIV ($T_c = 8,7$ К при $p = 4,3$ ГПа) или BiVI ($T_c = 8,55$ К при $p = 9,0$ ГПа).

Однако, неисключено, что сверхпроводимость вызвана сосредоточением остаточных примесей свинца (порядка 10^{-4} атом.%) на МКГ бикристаллов висмута и образование включений ϵ -фазы сплавов висмут-свинец.

Авторы выражают благодарность Л.Конопко и М.Ону за помощь в проведении экспериментов, В.Кайцери и В.Дедю за обсуждение работы.

1. В.Л.Гинзбург, УФН **95**, 91 (1968).
2. Б.М.Вул, Э.И.Заварицкая, ЖЭТФ **76**, 1089 (1976).
3. И.Н.Хлюстикова, А.И.Буздин, УФН **155**, 47 (1988).
4. Э.И.Заварицкая, ЖЭТФ **93**, 952 (1987).
5. F.M.Muntyanu, M.I.Onu and V.G.Kistol, Phys. Stat. Sol. (b) **158**, 301 (1990).
6. М.Тинкхам, Введение в сверхпроводимость. М.: Атомиздат, 1980.
7. R.N.Bhargava, Phys. Rev. **158**, 785 (1967).
8. O.I.Shklyarevskii, A.M.Duif, A.G.M.Jansen and P.Wyder, Phys. Rev. B **34**, 1956 (1986).
9. О.И.Шкляревский, И.К.Янсон, Н.Н.Грибов, ФНТ **14**, 479 (1988).
10. Физико-химические основы получения сверхпроводящих материалов. Под. ред. Е.М.Савицкого, О.Хенкеля, Ю.В.Ефимова. М.: Металлургия, 1981.