

**ОДНОВРЕМЕННОЕ НАБЛЮДЕНИЕ ВИХРЕЙ АБРИКОСОВА И ДЕФЕКТОВ В ТОНКИХ МОНОКРИСТАЛЛАХ  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$** 

*Л.Я.Винников, Л.А.Гуревич, Ю.И.Латышев\*, А.М.Никитина\*,  
А.В.Антохина\*, М.П.Лисицкий\*, Н.П.Кухта\**

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

*\*Институт радиотехники и электроники РАН,  
103907, Москва, Россия*

Поступила в редакцию 20 января 1993 г.

После переработки 4 февраля 1993 г.

С помощью просвечивающего электронного микроскопа в высокотемпературном сверхпроводнике наблюдались одновременно дефекты в кристалле и картины декорирования вихревой структуры. Обнаружены особенности в вихревой структуре, связанные с дефектами, ориентированными в направлении оси роста монокристаллов.

Хорошо известно, что в идеальных (изотропных и совершенных) сверхпроводниках второго рода в магнитном поле должна образовываться регулярная треугольная вихревая решетка (ВР) <sup>1</sup>. В реальных сверхпроводящих материалах регулярная ВР наблюдается крайне редко, поскольку в них всегда в той или иной мере присутствуют дефекты или неоднородности, нарушающие строгий порядок в ВР вследствие эффектов пиннинга.

Наблюдение вихрей Абрикосова методом декорирования дисперсными ферромагнитными частицами оказывается полезным для изучения морфологии вихревых структур и механизмов пиннинга. Для таких исследований наиболее информативной является методика, объединяющая визуализацию вихревой структуры на поверхности сверхпроводника методом декорирования ферромагнитными частицами и просвечивающую электронную микроскопию, выявляющую дефекты, распределенные в объеме кристалла. Главная трудность в таких исследованиях заключается в приготовлении тонких фольг для просвечивающей микроскопии. Эта методика была реализована в работе <sup>2</sup> применительно к деформированным монокристаллам Nb, где впервые удалось одновременно наблюдать вихревую и дислокационную структуру. К сожалению, известные нам способы утончения монокристаллов ВТСП приводят к значительной деградации поверхности, делающей невозможным визуализацию вихрей методом декорирования. Используя тонкие лентообразные монокристаллы BSCCO состава 2212, прозрачные для просвечивающей электронной микроскопии без дополнительного утончения нам удалось осуществить одновременное наблюдение вихревой решетки и дефектов кристаллического строения.

Тонкие монокристаллы получались из обогащенной висмутом шихты путем закалки от температуры 1100 до 300°С и длительной (трех-пятидневной) выдержки при 840°С в потоке кислорода <sup>3</sup>. Выраставшие по всей поверхности закаленной затравки тонкие монокристаллы имели длину до 15 мм, толщину – доли микрона, а ширину – от нескольких микрон до нескольких десятков микрон. По данным локального рентгено-спектрального анализа и электронной микродифракции состав выращенных монокристаллов соответствует фазе

составляла  $T_c \cong 80$  К. Важно отметить, что в ходе исследований поверхность монокристаллов не подвергалась дополнительной обработке. Малая толщина ( $< 0,2$  мкм) исследуемых образцов позволяла проводить их изучение как в сканирующем (на отражение), так и в просвечивающем режимах на микроскопе JEOL 100СХ при ускоряющем напряжении 100 кэВ. Вихревая структура визуализировалась методом декорирования дисперсными ферромагнитными частицами при 4,2 К после охлаждения образцов в магнитном поле ( $H \sim 20 - 100$  Э) от температуры  $T > T_c$ .

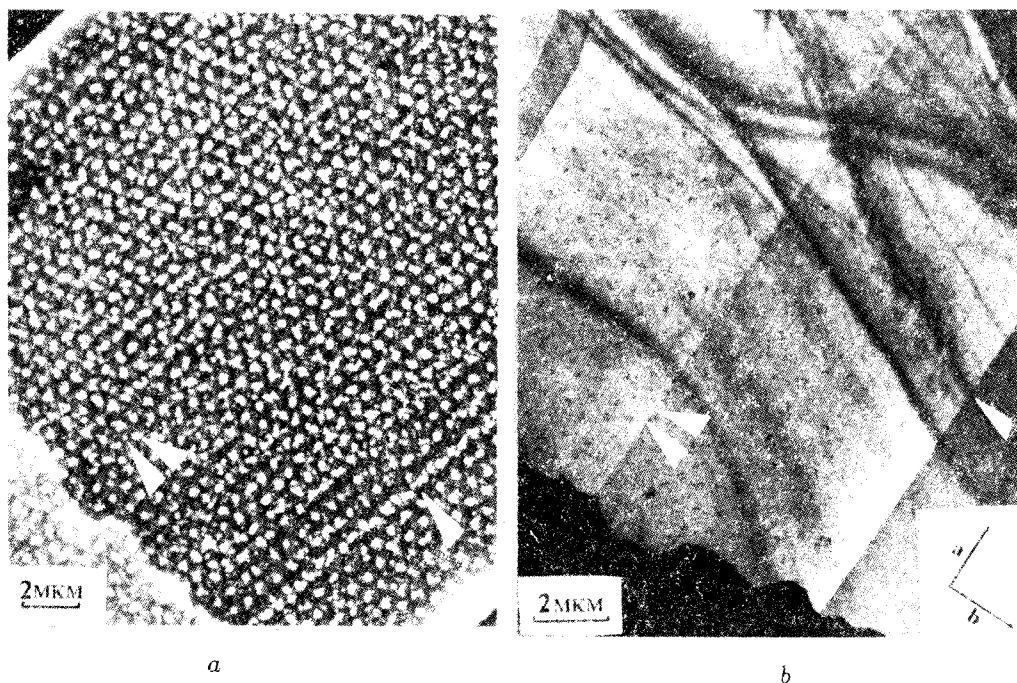


Рис.1. Микрофотографии одного и того же места на монокристалле  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ , полученные как в сканирующем (а), так и в просвечивающем режиме (b) после декорирования. Образец декорирован в магнитном поле  $H = 52$  Э

На рис.1 а приведена микрофотография вихревой структуры в монокристалле  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ , полученная в режиме сканирования после декорирования в поле  $H = 52$  Э. Светлые точки на поверхности образца представляют собой контраст от скопления дисперсных ферромагнитных частиц и соответствуют местоположению абрикосовских вихрей. На рис.1 б показана микрофотография того же самого места монокристалла  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ , полученная в просвечивающем режиме изображения (в правом углу фотографии виден непрозрачный участок медной сеточки, на которую был закреплен перед декорированием образец). В этом режиме скопления ферромагнитных частиц, декорирующие абрикосовские вихри, видны как темные точки на светлом фоне вследствие абсорбционного контраста, значительно более слабого, чем дифракционный. Наряду с дефектами, выявляемыми на просвет (рис.1 б), на обеих микрофотографиях хорошо видна ВР. Замечено, что искажений в ВР в направлении оси а меньше, чем в двух других плотноупакованных рядах вихрей. Из рис.1, видно, что один из плотноупакованных рядов ВР параллелен длинной оси монокристалла, совпадающей с кристаллографической осью а, как следует из

соответствующей микродифракционной картины (кристаллографические направления  $a$  и  $b$  легко различаются на микродифракционных картинах благодаря сверхструктурным рефлексам в направлении оси  $b$ :  $b' \approx 4,7b^{-3}$ ). В этом же направлении строго ориентированы дефекты в монокристалле, которые выявляются при исследовании в электронном микроскопе на просвет благодаря дифракционному контрасту <sup>4</sup>. Часто видно, что вихревой ряд "садится" на такой дефект, вдоль которого контраст резко изменяется (рис.1  $b$ ). Указанные дефекты отличаются по эффективности воздействия на ВР. Так дефект, помеченный одной стрелкой на рис.1  $b$ , вызывает увеличение плотности вихревого ряда (рис.1  $a$ ), в то время как на подобном дефекте, помеченном двумя стрелками, явных особенностей не обнаруживается. Такие картины наблюдаются и в других исследованных относительно совершенных монокристаллах.

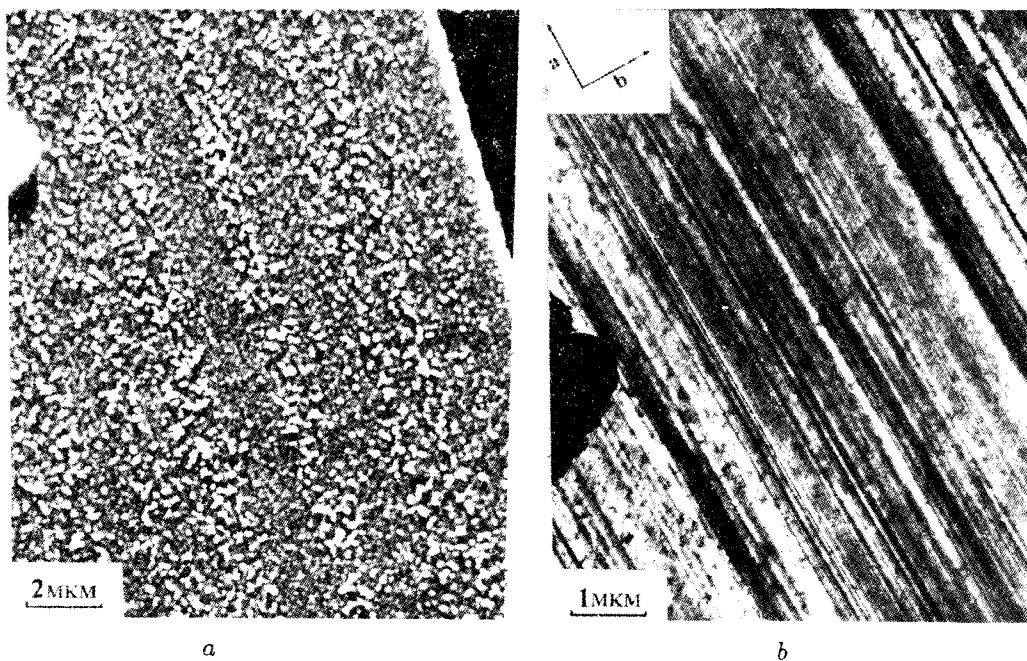


Рис.2. Вихревая структура для монокристалла  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$  с высокой плотностью дефектов:  $a$  - режим сканирования,  $b$  - просвечивающий режим. Образец декорирован в магнитном поле  $H = 23 \text{ Э}$

На рис.2 показана вихревая структура в монокристалле, которая радикально отличается от представленной на рис.1. Видно, что ВР полностью разрушена, но сохраняется "текстура" магнитного потока вдоль оси  $a$ . На рис.2  $b$  помимо вихрей выявлена высокая плотность дефектов, которые также строго ориентированы в направлении  $a$ . Таким образом, среди исследованных тонких кристаллов встречаются как более совершенные кристаллы с относительно малой плотностью дефектов, где разрешается ВР, так и несовершенные кристаллы с высокой плотностью дефектов, где ВР не наблюдается.

В настоящее время природа обнаруженных дефектов точно не установлена. Можно лишь утверждать, что это не двойниковая структура, подобная наблюдавшейся в  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  <sup>5</sup>, поскольку на микродифракционных картинах несовершенных монокристаллов  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$  не наблюдается чередования

а и б по направлению. Тем не менее наблюдаемые дефекты также являются сильными центрами пиннинга. По характеру изменения дифракционного контраста при наклоне образца в электронном микроскопе рассматриваемые дефекты подобны плоским границам между слегка разориентированными областями кристалла. Однако для окончательного вывода о природе обнаруженных дефектов требуется более детальное электронно-микроскопическое исследование. Мы полагаем, что возможности комбинированного изучения вихревой структуры и дефектов в кристалле позволит в дальнейшем оценить эффективность дефектов (дислокаций, межфазных и межкристаллических границ и тому подобные ) в качестве центров пиннинга.

Авторы благодарны В.Н.Губанкову за поддержку данной работы и проявленный к ней интерес и В.Н.Тимофееву за обсуждение полученных результатов.

- 
1. H.Trauble and U.Essmann, Phys. St. Sol. **20**, 95 (1967).
  2. C.P.Herring, J. Phys. F: Metal Phys. **6**, 99 (1976).
  3. Yu.I.Latyshev, F.M.Nikitina, V.U.Antokhina, et al., Proceeding of Applied Superconductivity Conference, Chicago, 1992.
  4. П.Б.Хирш, А.Хови, Р.Николсон и др., Электронная микроскопия тонких кристаллов, М.: Мир, 1968, перевод с английского.
  5. L.Ya.Vinnikov, L.A.Gurevich, G.A.Yemelchenko, and Yu.A.Ossipyan, Sol. St. Comm. **67**, 421 (1988).