

Федеральное государственное учреждение науки
Физический институт им. П.Н. Лебедева
Российской Академии Наук

На правах рукописи

УДК 538.9

САДАКОВ АНДРЕЙ ВЛАДИМИРОВИЧ

ТРАНСПОРТНЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СЛОИСТЫХ
СВЕРХПРОВОДНИКОВ: ОКСИПНИКТИДОВ, ХАЛЬКОГЕНИДОВ И
ОКСИКАРБОНАТОВ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва — 2014

Работа выполнена в Отделении физики твердого тела

Федерального государственного учреждения науки Физического института
им. П.Н. Лебедева РАН

Научный руководитель:

д.ф.-м.н. Пудалов Владимир Моисеевич, ФИАН

Официальные оппоненты:

1. д.ф.-м.н. Красноперов Евгений Павлович, Национальный исследова-
тельский центр "Курчатовский институт"
2. д.ф.-м.н. Горшунов Борис Петрович, Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки Институт общей физики им. А.М. Про-
хорова Российской академии наук

Ведущая организация:

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Физиче-
ский факультет.

Защита состоится 29 сентября 2014 года в 12 часов на заседании диссертаци-
онного совета Д 002.023.03 в ФИАН по адресу: 119991, Москва, Ленин-
ский просп., 53.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФИАН и на сайте -
www.lebedev.ru.

Автореферат разослан “_____” _____ 2014 г.

Отзывы на автореферат просьба присылать по адресу: 119991 г. Москва,
Ленинский проспект, д. 53, ФИАН, Отделение физики твердого тела.

Ученый секретарь диссертационного совета

доктор физико-математических наук

Казарян Мишик Айразатович

Общая характеристика работы

Актуальность темы. Высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП) на основе пниктидов и халькогенидов железа являются новым классом сверхпроводящих материалов, открытым около пяти лет назад. К настоящему времени известно несколько типов таких соединений: REFeAsO (т.н. класс "1111 RE - редкоземельный элемент"), BaFe_2As_2 ("122"), LiFeAs ("111"), $\text{Sr}_2\text{VO}_3\text{FeAs}$ ("42622"). Кристаллическая структура перечисленных соединений характеризуется одной общей чертой - наличием слоев FeAs , что обуславливает квазидвумерный характер свойств этих материалов. Аналогичной кристаллической структурой обладает и халькогенид железа FeSe ("11"), в котором ранее была обнаружена сверхпроводимость при 14 К [1, 2, 3, 4, 5].

В соединениях класса "1111" ($\text{ReAsFeO}_{1-x}\text{F}_x$ (Re=Sm, Gd; $x=0-0.2$)), температура (T_c) перехода в сверхпроводящее состояние достигает 56 К [7], что уступает только критическим температурам сверхпроводников на основе купратов, а второе критическое поле $H_{c2}(0)$ сопоставимо с рекордными значениям $H_{c2}(0)$ для купратов или даже превышает их.

Кроме того, сверхпроводники на основе пниктидов обладают нетривиальными магнитными свойствами. Во-первых, исходная (родительская) недопированная фаза является антиферромагнетиком, во вторых, эти материалы обладают сильной магнитоструктурной связью - зависимостью параметров элементарной ячейки от магнитного момента подрешетки ионов Fe. Кроме этого, в сверхпроводящем состоянии, при температурах ниже T_c , в ряде соединений, содержащих магнитные редкоземельные ионы, возникает их магнитное упорядочение. По этой причине можно ожидать, что в механизме сверхпроводимости в пниктидах существенную роль играют магнитные флуктуации [6].

Таким образом, исследование свойств сверхпроводников на основе пниктидов и халькогенидов железа вызывает значительный интерес как с точки зрения выяснения механизма сверхпроводимости, так и с точки зрения возможных практических применений, в частности, в технике и технологии сильных магнитных полей. А анизотропия данных соединений определяет необходимость и актуальность проведения исследований на монокристаллических образцах высокого качества.

Целью настоящей работы являлось подробное изучение транспортных и магнитных свойств слоистых сверхпроводников - оксипниктидов и халькогенидов железа и оксикарбонатов висмута. В частности, была поставлена задача исследования поведения второго критического поля от температуры железосодержащих сверхпроводников, изучение магнитных свойств монокристаллов оксикарбоната висмута. Кроме этого была поставлена задача найти новые железосодержащие соединения - шаблоны, структурно родственные уже известным высокотемпературным Fe-сверхпроводникам и являющиеся основой для поиска новых ВТСП материалов.

Научная новизна работ, представленных в диссертации, заключается в получении целого ряда экспериментальных данных по сверхпроводящим свойствам новых соединений из класса оксипниктидов железа, изучение сверхпроводящих свойств впервые полученных монокристаллов оксикарбонатов висмута, а также, всесторонние исследования поведения второго критического поля от температуры на монокристаллах FeSe , для различных ориентаций магнитного поля относительно ab -плоскости кристалла. Отметим новизну полученных результатов:

- Обнаружена сверхпроводимость в соединении $\text{EuFeAsO}_{0.85}\text{F}_{0.15}$, представителе нового класса ВТСП - оксипниктидов железа. Исследованы сверхпроводящие переходы по восприимчивости и сопротивлению,

построены зависимости $H_{c2}(T)$.

- Исследованы свойства впервые полученных монокристаллов сверхпроводящего оксикарбоната $Bi_2Sr_4Cu_2CO_3O_8$. Измерены петли гистерезиса намагничённости в магнитном поле. Из измерений восприимчивости при охлаждении в магнитном поле и в отсутствии поля сделан вывод о том, что сверхпроводящая фаза в образцах присутствует, но заполняет небольшую часть объёма, вероятно, в виде прослоек.
- Исследованы сверхпроводящие образцы монокристаллов $FeSe$, у которых плоскость кристалла ab совпадает с кристаллографической плоскостью (001) . Измерены зависимости $H_{c2}(T)$ в ориентации $H||c$ и $H||ab$. Установлено, что в первом случае зависимость критического поля хорошо согласуется с теорией WHN [8], которая описывает температурное поведение второго критического поля в сверхпроводниках второго рода, а во втором случае экспериментальная кривая отклоняется от теории, что связано с Паули-ограничением.

Научная и практическая ценность работы.

- В работе проведены исследования новых сверхпроводящих материалов $(EuFeAsO_{0.85}F_{0.15})$ в широком диапазоне полей (до 14 Тесла), определены ключевые параметры соединений.
- Отработаны методы получения сверхпроводящих образцов высокого качества состава $GdFeAsO_{1-x}F_x$. Экспериментальные значения производной $dH_{c2}/dT(T_c)=5.5\text{ T/K}$ и оценка величины второго критического поля в нуле температуры $H_{c2}(0)\simeq 200\text{ T}$ свидетельствуют о перспективности практического применения соединений класса "1111" для использования в сверхсильных магнитных полях.

- Впервые проведены детальные исследования температурной зависимости второго критического поля в монокристаллах FeSe с ориентацией плоскости (001).

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Обнаружена сверхпроводимость в соединении $\text{EuFeAsO}_x\text{F}_{1-x}$ при $T_c=11$ К. Переход в сверхпроводящее состояние исследован путем измерения температурных зависимостей магнитной восприимчивости, электросопротивления и теплоемкости. Из измерений температурных зависимостей сопротивления и восприимчивости в магнитных полях до 14 Т определена зависимость верхнего критического поля $H_{c2}(T)$.
2. Детально исследованы магнитные, транспортные и тепловые свойства в смешанном состоянии соединения $\text{GdFeAsO}_x\text{F}_{1-x}$ с различным содержанием фтора и кислорода. На основе анализа полученных данных построены зависимости $H_{c2}(T)$, которые демонстрируют крайне высокие значения dH_{c2}/dT и экстраполируются к значениям $H_{c2}(0)$, превышающим 200Т. Установлено, что качество образцов данного состава существенно улучшается при синтезе под высоким давлением. Обнаружена аномалия в температурной зависимости теплоемкости и магнитной восприимчивости при температурах ниже T_c , которая подтверждает антиферромагнитное упорядочение ионов Gd^{3+} .
3. Впервые исследованы свойства монокристаллов сверхпроводящего оксикарбоната $\text{Bi}_2\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{CO}_3\text{O}_8$. Измерены петли гистерезиса намагниченности в магнитном поле. Из измерений восприимчивости при охлаждении в магнитном поле и в отсутствии поля сделан вывод об отсутствии объемной сверхпроводимости в монокристаллических образцах этого соединения, несмотря на их структурное совершенство.

4. Впервые проведены детальные (в полях до 30 Т и температурах до 40 мК) транспортные исследования сверхпроводящих переходов монокристаллов FeSe, у которых плоскость кристалла совпадает с кристаллографической *ab*-плоскостью (001). Обнаружено, что: (1) в перпендикулярном магнитном поле экспериментальные данные количественно описывается теорией WHN [8] во всем исследованном диапазоне температур; (2) в параллельном магнитном поле наблюдается отклонение экспериментальных данных от теории WHN, из-за превышения парамагнитного предела.

Апробация работы. Основные результаты диссертации докладывались на семинарах Физического института им. П.Н. Лебедева РАН, а также на международных конференциях: ФПС'11, октябрь 2011 года, г. Звенигород, FPS'08 октябрь 2008 г., Звенигород, Российско-Украинско-Германском Совещании HTS-2013 (октябрь 2013г.).

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Работа изложена на 84 страницах, содержит 32 рисунка и 5 таблиц. Список литературы состоит из 102 наименований.

Краткое содержание диссертации

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи диссертации, кратко описана ее научная новизна, а также научная значимость работы.

В первой главе описаны методы получения, а также результаты характеристики и исследования свойств сверхпроводящих поликристаллов оксипниктидов железа - EuFeAsOF, GdFeAsOF, GdFeAsO (так называемый класс "1111"). Как известно, соединения REFeAsO - слоистые антиферро-

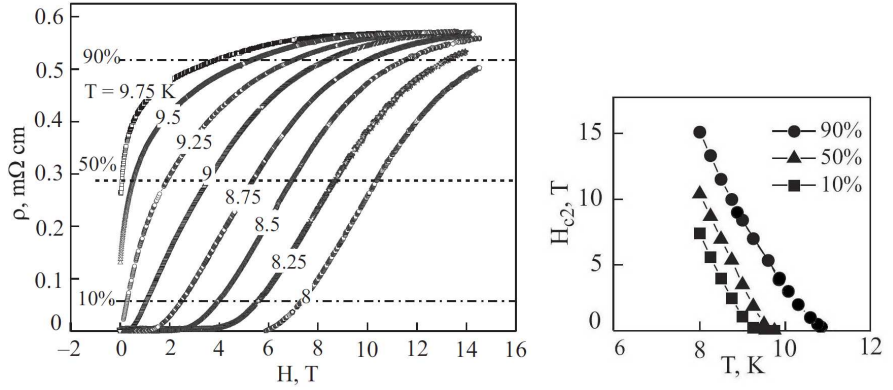


Рис. 1: (слева) Полевые зависимости сопротивления образца при различных температурах. Пунктирными линиями отмечен уровень на переходе, использованный для построения кривой $H_{c2}(T)$ (справа).

магнитные полуметаллы, слои FeAs чередуются со слоями REO. В "материнских" недопированных соединениях, происходит антиферромагнитное упорядочение при температуре $T_N \simeq 140 \text{ K}$, и образование волны спиновой плотности. В таких соединениях сверхпроводимости не наблюдается. Если же допировать слои REO, например, заменой O на F или дефицитом кислорода, то волна спиновой плотности подавляется и при понижении температуры возникает сверхпроводящее состояние [9, 15]. Образцы с европием были получены твердофазным синтезом из соединений EuAs, EuF₃, Fe и Fe₂O₃ в откачаной и запаянной кварцевой ампуле.

Оптимально допированный EuFeAsO(F) переходит в сверхпроводящее состояние при 11 K. Для полученных соединений были проведены транспортные измерения в полях до 14 T (рисунок 1). Из этих данных (а также из измерений восприимчивости в полях до 9 T) были построены кривые $H_{c2}(T)$ для трех точек перехода - $0.9 \cdot \rho_n$, $0.5 \cdot \rho_n$, $0.1 \cdot \rho_n$, где ρ_n - значение

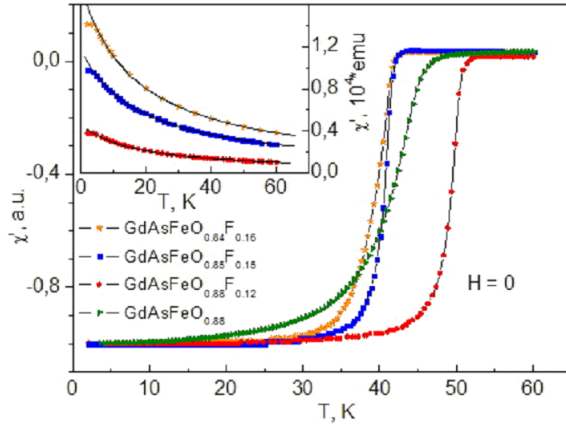


Рис. 2: Температурные зависимости восприимчивости в нулевом поле для нескольких образцов, полученных синтезом под давлением с различным содержанием фтора и кислорода. На вставке - данные для образцов такого же состава, но выращенных ампульным методом.

сопротивления в нормальном состоянии (рисунок 1). Из рисунка 1 видно, что значение производной $dH_{c2}/dT(T_c)$ равно 7 T/K , из которого получается оценка $H_{c2}(0)=80\text{ T}$ (по формуле $H_{c2} = -0.693 \cdot T_c \cdot (dH_{c2}/dT)|_{T_c}$ [8]).

Помимо $\text{EuFeAsO}(\text{F})$, были также получены и исследованы два других соединения из того же класса 1111: $\text{GdFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$ и GdFeAsO_{1-x} , с разным уровнем допирования x . Образцы с гадолинием были выращены двумя способами - твердотельным синтезом в откачанных ампулах и синтезом при высоком давлении, проведено сравнение свойств полученных соединений с одинаковым массовым процентным составом (Рисунок 2). Обнаружено, что образцы с высоким содержанием сверхпроводящей фазы получаются при синтезе под давлением. Были измерены температурные зависимости

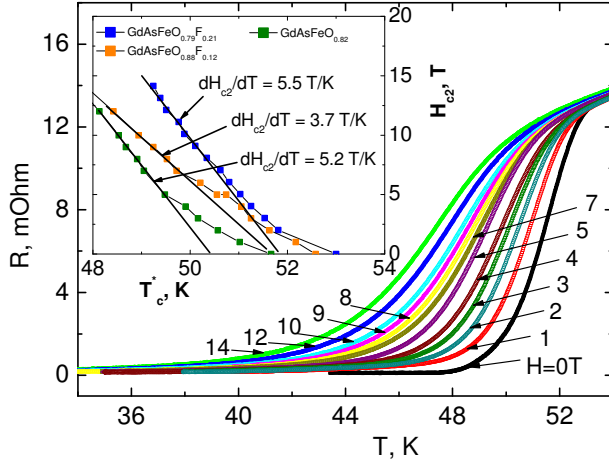


Рис. 3: а) Температурные зависимости сопротивления образца в различных магнитных полях. На вставке показаны построенные зависимости $H_{c2}(T_c)$ по середине перехода для трех образцов

сопротивления и восприимчивости при сверхпроводящем переходе, а также измерена зависимость теплоемкости от температуры в различных полях. Были обнаружены характерные особенности на температурных зависимостях восприимчивости и теплоемкости в сверхпроводящем состоянии при температурах 5 К, по-видимому, связанные с антиферромагнитным упорядочением подрешетки ионов Gd^{3+} . Эти особенности исчезают при приложении поля более 6Т, которое, как мы полагаем, разрушает антиферромагнитное упорядочение.

На рисунке 3 приведены данные измерений сопротивления при сверхпроводящем переходе в полях до 14 Т. Величина производной $dH_{c2}/dT(T_c)$ для нескольких образцов: №1 - $GdAsFeO_{0.88}F_{0.12}$, $dH_{c2}/dT = 3.65$ Т/К; №2

- состав $\text{GdAsFeO}_{0.82}$, $dH_{c2}/dT = 5.15 \text{ T/K}$; №3 - состав $\text{GdAsFeO}_{0.79}\text{F}_{0.21}$, $dH_{c2}/dT = 5.47 \text{ T/K}$. Для лучшего образца №3 оценка величины второго критического поля в нуле температуры по формуле $H_{c2} = -0.693 \cdot T_c \cdot (dH_{c2}/dT)|_{T_c}$ дает 200 Т. Оценка показывает, что данное соединение весьма перспективно для практических применений технике сверхсильных магнитных полей.

Во второй главе описаны результаты исследований свойств поликристаллов новых соединений - перовскитовых оксихалькогенидов железа с общей формулой $\text{Ca}_2\text{CuFeO}_3\text{Ch}$ ($\text{Ch}=\text{S}, \text{Se}$). Оба новых соединения, $\text{Ca}_2\text{CuFeO}_3\text{S}$ и $\text{Ca}_2\text{CuFeO}_3\text{Se}$, принадлежат структурному типу «42262» ($\text{Sr}_2\text{CuGaO}_3\text{S} = \text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ga}_2\text{O}_6\text{S}_2$), самому «молодому» [4, 10, 11] представителю железосодержащих сверхпроводников, в котором Sr замещен на Ca. Измерены температурные зависимости восприимчивости и сопротивления образцов - сверхпроводимости не обнаружено вплоть до 4 К. В главе обсуждается химические и структурные особенности полученных впервые соединений. На основе рентгеноструктурных исследований элементарной ячейки делается предположение о том, что кальций является хорошим инструментом «химического давления», способным увеличить температуру сверхпроводящих переходов в сверхпроводящих соединениях класса «42262» по аналогии с тенденциями, например, в классе «1111». Однако, в соединениях с Ca, по измерениям сопротивления и восприимчивости, нам не удалось обнаружить наличие сверхпроводимости при температурах выше 4 К.

В третьей главе описаны методы получения, а также результаты характеристики и исследования свойств сверхпроводящих монокристаллов оксикарбоната $\text{Bi}_2\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{CO}_3\text{O}_8$. Поиск, создание и исследование сверхпроводящих свойств новых монокристаллических высокотемпературных сверхпроводников, в частности купратов на основе висмута, остается одной из приоритетных задач в сфере высокотемпературной сверхпроводимости.

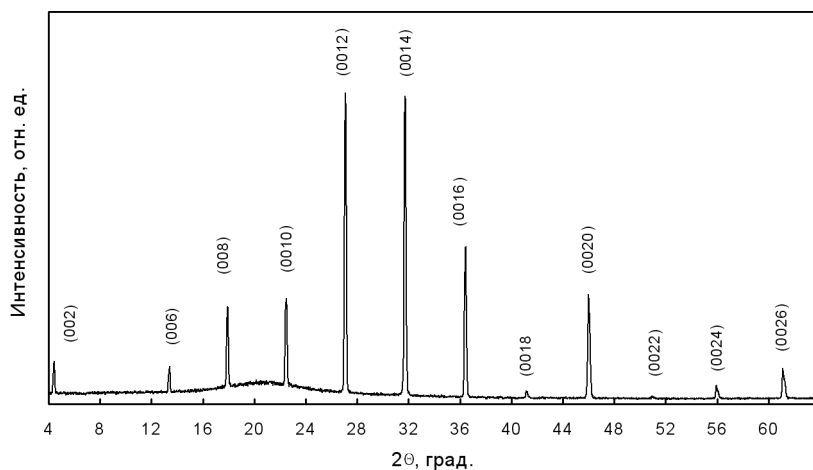


Рис. 4: Типичная дифрактограмма монокристалла оксикарбоната $\text{Bi}_2\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{CO}_3\text{O}_8$, выращенного в газовой камере раствора-расплава.

Поскольку большинство имеющихся в литературе данных по оксикарбонатам Bi-ВТСП получено на керамических образцах, важной задачей является получение и исследование сверхпроводящих свойств монокристаллов этих новых соединений [12, 13, 14]. Монокристаллические образцы были получены методом роста в растворе-расплаве двумя способами. В зависимости от условий выращивания, кристаллы росли либо в газовых камерах внутри раствора-расплава, либо рост происходил на поверхности расплава.

Как видно из дифрактограммы (Рисунок 4), кристаллы, полученные в газовых камерах имеют практически идеальную структуру и не содержат побочных фаз. В то же время, на поверхности расплава росли кристаллы не однофазные - в них присутствуют фазы как оксикарбоната, так и "Bi-2201". Были исследованы сверхпроводящие свойства кристаллов, полученных обоими способами. Для исследования образцов, выращенных в газовых камерах, использовался СКВИД-магнетометр (чувствительность

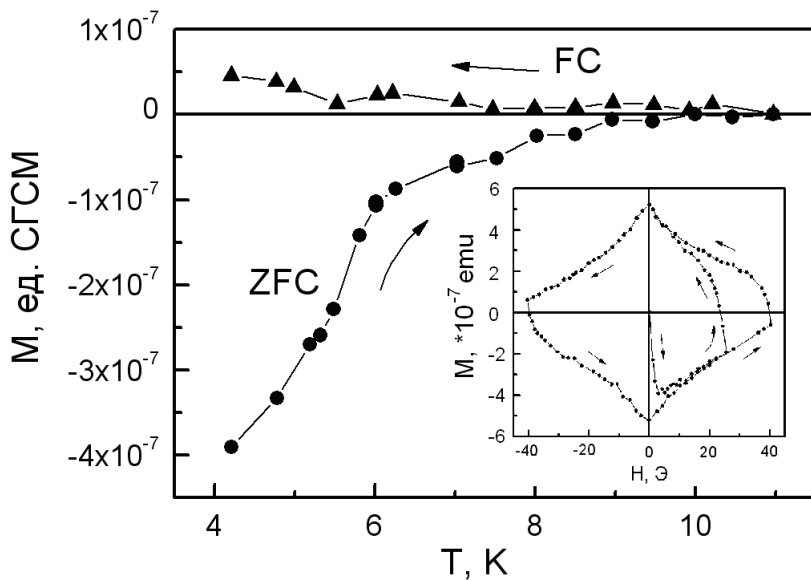


Рис. 5: Зависимость намагниченности образца оксикарбоната от температуры в магнитном поле 5 Э в режимах охлаждения в нулевом магнитном поле (ZFC - zero field cooling) и измерение на отогреве; охлаждение и измерение в поле (FC - field cooling) стрелками показано направление изменения температуры в процессе измерений. На вставке - график зависимости намагниченности от поля. Стрелками показано направление изменения поля при измерениях петли гистерезиса магнитного момента

10^{-9} emu при $T=4.2$ К в поле до 100 Oe). Измерения на двух кристаллах, выросших в каверне внутри раствора-расплава, показали, что эти кристаллы являются сверхпроводниками с $T_c = 6,7$ К и 5,6 К. Тем не менее, из зависимости намагниченности от температуры в магнитном поле 5 Э в режимах ZFC и FC видно, что объем сверхпроводящей фазы в этих образцах очень мал (рис. 5).

Вероятно, сверхпроводящая фаза присутствует в них по всему объему

в виде отдельных прослоек или микрогранул. Из измерений зависимости намагниченности от магнитного поля при температуре 4,2 К для данных образцов (вставка к рис. 5) были определены $H_{c1} = 0,7 \text{ Э}$ и $1,2 \text{ Э}$, сделаны оценки $H_{c2} = 110 \text{ Э}$ и 50 Э для образцов №1 и №2, соответственно. Полученные данные по сверхпроводящим свойствам кристаллов оксикарбоната показывают, что несмотря на высокое качество структуры и состава выращенных образцов, объем сверхпроводящей фазы в них невелик и нам пока не удалось получить монокристаллы с большим объемом сверхпроводящей фазы. Одной из возможных причин этого может быть неоптимальный катионный состав. По данным элементного анализа катионное соотношение $\text{Bi/Sr} = 0.61\text{-}0.63$, а для $\text{Bi/Cu} = 1.16\text{-}1.19$, т.е. наблюдается недостаток Sr и Cu в образцах по сравнению со стехиометрией.

В четвертой главе описаны результаты исследования транспортных и магнитных свойств сверхпроводящих монокристаллов FeSe. FeSe является простейшим представителем семейства сверхпроводников на основе железа. Благодаря относительно простой кристаллической структуре, FeSe можно рассматривать как модельную систему для понимания механизмов сверхпроводимости в этом классе сверхпроводников.

Получить такие образцы $\beta\text{-FeSe}$ (сверхпроводящая фаза) весьма непросто. Очень узкий диапазон составов вблизи стехиометрии, низкая температура роста создают препятствия для получения этого материала стандартными методами. Магнитные примеси, такие как $\alpha\text{-Fe}$, Fe_7Se_8 , Fe_3O_4 , присутствуют практически во всех описанных в литературе кристаллах и большинстве керамик и влияют на их свойства [16].

Однофазные образцы, не содержащие свободного Fe, его оксидов и более сложных соединений, можно получить только при очень точном соблюдении состава соединения и его выращивании при низких температурах. В данной работе представлено первое тщательное исследование температур-

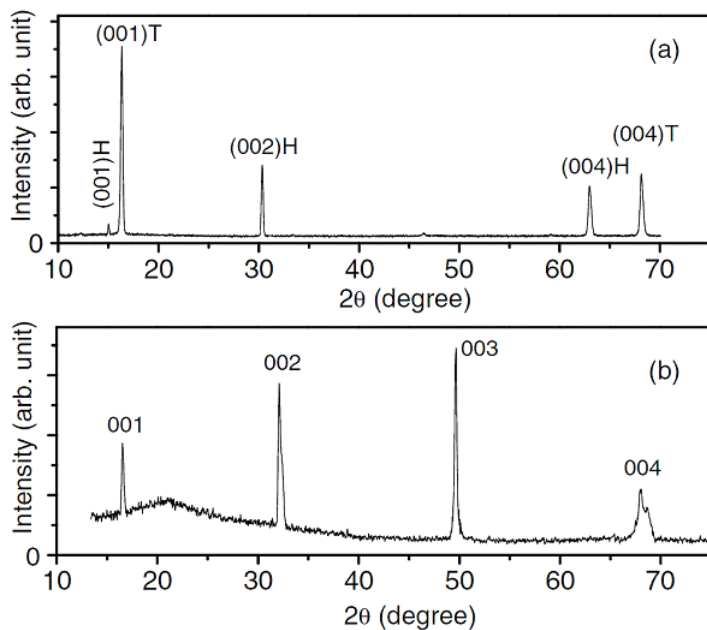


Рис. 6: (a) Рентгеновская диффракция показывает пики тетрагональной (Т) и гексагональной (Н) фазы; (b) На диффрактограмме видны только пики тетрагональной фазы (00N)

ных зависимостей сопротивления при сверхпроводящем переходе в широком диапазоне температур от T_c до 40 мК, а так же исследование температурных зависимостей второго критического поля H_{c2} (определенного из $R(T)$) в монокристаллах FeSe с ориентацией (001).

На рисунке 6 приведены дифрактограммы двух исследованных образцов: на панели (a) видны пики (001) и (004) тетрагональной фазы и три пика гексагональной фазы. На рисунке 6(b) видны только пики (00N) тетрагональной фазы, что означает, что кристаллографическая ось c строго

перпендикулярна плоскости кристалла, а примесная фаза отсутствует.

На рисунке 7 приведены результаты измерения температурных зависимостей сопротивления в нулевом магнитном поле стандартным 4-х контактным методом. Сопротивление в плоскости кристалла изменяется с температурой практически линейно при $T < 200$ К, вплоть до сверхпроводящего перехода; наклон dR/dT для различных образцов изменяется в пределах от 0.6 до 1.3 mKOhm/K. Кривые сопротивления имеют характерную особенность при $T \sim 80$ К, связанную с фазовым переходом от тетрагональной к орторомбической фазе (отмечено стрелкой), о которой сообщалось ранее [5]. Величина T_c увеличивается с увеличением концентрации тетрагональной фазы. Оценка содержания тетрагональной фазы была сделана из отношения амплитуды пиков тетрагональной фазы к амплитуде гексагональных пиков.

На рисунке 8 показаны зависимости ρ_{ab} и ρ_c от температуры в нулевом поле для образца 1. Данные для сопротивления вдоль оси c поделены на 3 для удобства сравнения. Так же как и в случае ρ_{ab} , кривые сопротивления ρ_c демонстрируют почти линейную температурную зависимость "металлического" типа. Для характеристики межслоевой связи обычно используется такой параметр, как анизотропия сопротивления ρ_c/ρ_{ab} (γ). Наибольший из полученных коэффициентов анизотропии ρ_c/ρ_{ab} равен 4 при температуре чуть выше T_c , что свидетельствует о том, что FeSe - практически трехмерная система со слабой анизотропией (в сравнении со сверхпроводящими купратами).

Было обнаружено, что анизотропия в нулевом магнитном поле практически не зависит от температуры для всех исследованных образцов. Такое поведение говорит о том, что транспортные свойства в плоскости ab и вдоль направления c характеризуется одинаковым механизмом рассеяния.

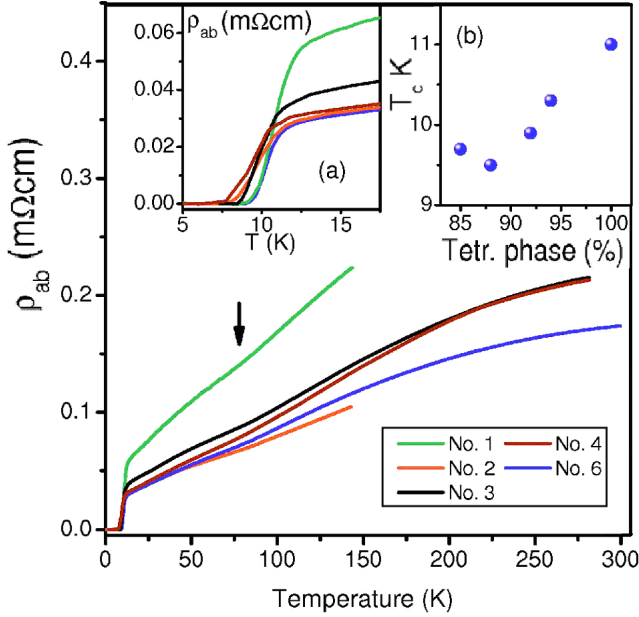


Рис. 7: Зависимости удельного сопротивления нескольких образцов монокристаллов FeSe от температуры в нулевом поле. На вставке (a) - увеличенная область сверхпроводящего перехода, на вставке (b) - зависимость величины T_c (по середине перехода) и процентного содержания тетрагональной фазы (см. текст).

Магнитотранспортные измерения на этих образцах были выполнены для двух ориентаций магнитного поля – параллельно и перпендикулярно оси c кристалла. В последнем случае была использована конфигурация, при которой ток в плоскости ab был перпендикулярен полю H .

Зависимости сопротивления $\rho_{ab}(H)$ одного из образцов (№ 2) от магнитного поля, направленного перпендикулярно (a) и параллельно (b) ab -плоскости кристалла при различных фиксированных температурах представлены на рисунке 9. При низких температурах вблизи сверхпроводя-

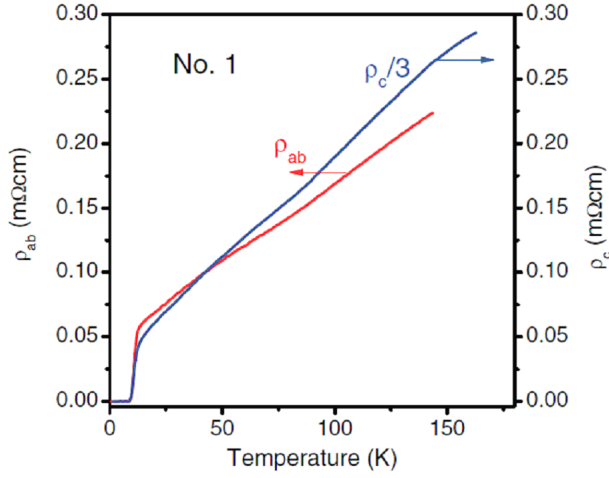


Рис. 8: Сравнение температурного хода сопротивлений ρ_{ab} и ρ_c образца FeSe 1 в нулевом поле.

щего перехода (при $H > H_c$) кривые практически параллельны друг другу. С ростом температуры наблюдается уширение сверхпроводящего перехода от магнитного поля. С увеличением магнитного поля точка начала перехода (onset T_c) равномерно смещается в сторону более низких температур для обоих направлений магнитного поля, причем переход по сопротивлению становится значительно шире при $H \parallel ab$, по сравнению с геометрией $H \parallel c$. Такое поведение перехода в конфигурации $H \parallel ab$ можно объяснить состоянием вихревой жидкости, по аналогии с купратами [17].

На рисунке 10 показана температурная зависимость приведенного H_{c2}^* для ряда исследованных образцов, полученная из кривых магнитосопротивления в геометрии $H \parallel c$ (a) и $H \parallel ab$ (b). Одновременно с экспериментальными данными на рисунке показаны теоретические кривые Вертхамера, Хелфанда и Хохенберга (WHH), которые описывают поведение второго

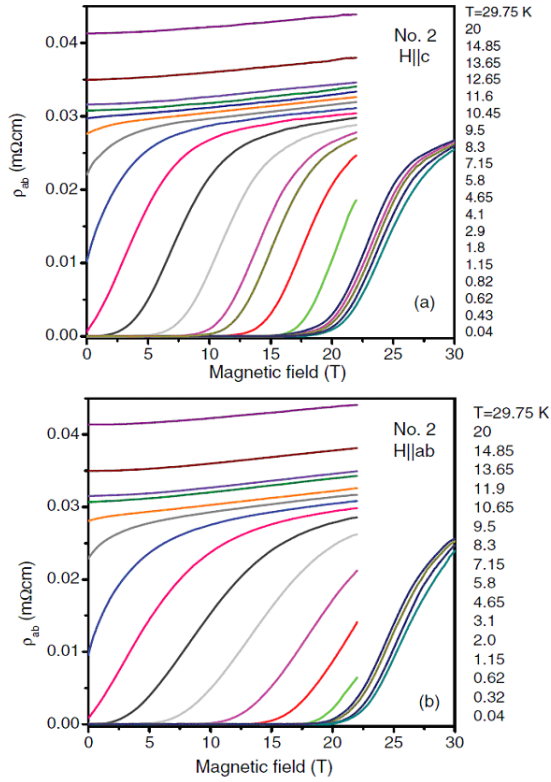


Рис. 9: Сверхпроводящие переходы по сопротивлению кристалла № 2 в магнитном поле (a) $H||c$ и (b) $H||ab$ при разных фиксированных температурах.

критического поля в обычных сверхпроводниках второго рода без учета спиновых парамагнитных и спин-орбитальных эффектов [8]. В геометрии $H||c$ температурная зависимость второго критического поля вплоть до температур $T/T_c < 0.006$ находится в хорошем согласии с теорией WHH. В геометрии $H||ab$ данные сильно отклоняются от теории из-за парамагнитного ограничения сверхпроводимости [18]. Из проведенных измерений параметра анизотропии γ и его температурной зависимости выявлено, что при

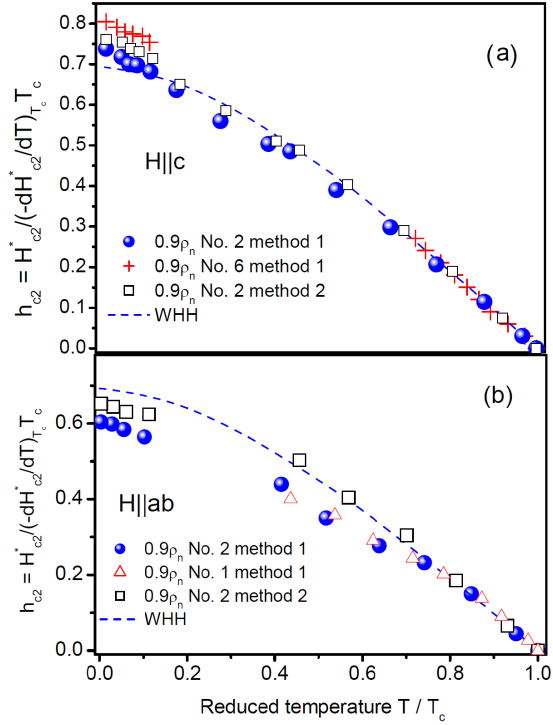


Рис. 10: Зависимость приведенного второго критического поля H_{c2}^* от температуры в двух ориентациях поля относительно плоскости кристалла (a) $H \parallel c$ и (b) $H \parallel ab$. Точками показаны экспериментальные данные, пунктирная линия - теория WHH (см. текст)

уменьшении температуры параметр анизотропии уменьшается и кристаллы FeSe становятся практически изотропными в пределе $T \rightarrow 0$.

В заключении приведены основные результаты диссертации.

Основные результаты:

1. Обнаружена сверхпроводимость соединения $\text{EuFeAsO}_x\text{F}_{1-x}$ ($x=15$)

при $T_c=11$ К. Измерены температурные зависимости сверхпроводящих переходов по сопротивлению и восприимчивости при различных фиксированных величинах магнитного поля, определена зависимость верхнего критического поля $H_{c2}(T)$.

2. Апробированы методы получения сверхпроводящих образцов высокого качества с составом $GdFeAsO_{1-x}F_x$ и $GdFeAsO_{1-x}$. Исследованы магнитные и транспортные свойства этих соединений. Оценка величины второго критического поля в нуле температуры по теории WHH [8] дает 200 Т. Полученная оценка H_{c2} указывает на перспективность данных соединений для практических применений в технике сильных магнитных полей.
3. Впервые проведены исследования свойств монокристаллов сверхпроводящего оксикарбоната $Bi_2Sr_4Cu_2CO_3O_8$. Из измерений восприимчивости при охлаждении в магнитном поле и в отсутствие поля сделан вывод об отсутствии объемной сверхпроводимости в образце.
4. Проведены детальные исследования сопротивления и магнитосопротивления при сверхпроводящем переходе в монокристаллов $FeSe$, у которых плоскость кристалла совпадает с кристаллографической аб-плоскостью (001). Обнаружено, что: (1) в перпендикулярном магнитном поле экспериментальные данные количественно описывается теорией WHH [8] во всем исследованном диапазоне температур; (2) в параллельном магнитном поле наблюдается отклонение эксперимента от теории WHH из-за достижения парамагнитного предела.

Публикации по теме диссертации:

1. Superconducting and magnetic properties of a new $EuAsFeO_{0.85}F_{0.15}$ superconductor, V.M. Dmitriev, I.E. Kostyleva, E.P. Khlybov, A.J. Zaleski,

- A.V. Terekhov, L.F. Rybaltchenko, E.V. Khristenko, L.A. Ishchenko, O.E. Omel'yanovskiy, and A.V. Sadakov. *Fizika Nizkikh Temperatur* 35, No. 7, p. 659-662, 2009.
2. Magnetic and Superconducting Properties of FeAs-based High-Tc Superconductors with Gd, E. P. Khlybov, O. E. Omelyanovsky, A. Zaleski, A. V. Sadakov, D. R. Gizatulin, L. F. Kulikova, I. E. Kostyleva, V. M. Pudalov, *JETP Letters* 90, issue 5, p 429, 2009.
 3. Growth and Properties of Layered Oxycarbonate $\text{Bi}_2\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{CO}_3\text{O}_8$ Single Crystals, J.I. Gorina, G.A. Kaljuzhnaya, M.V. Golubkov, V. V. Rodin, N. N. Sentjurina, V. A. Stepanov, S. G. Chernook, O. E. Omel'yanovskii, and A. V. Sadakov, *Crystallography Reports*, 55, No. 3, pp. 525-530, 2010.
 4. Synthesis, crystal structure, and properties of novel perovskite oxychalco-genides $\text{Ca}_2\text{CuFeO}_3\text{Ch}$ ($\text{Ch} = \text{S}, \text{Se}$), D.O. Charkin, A.V. Sadakov, O.E. Omel'yanovskii, S.M. Kazakov, *Materials Research Bulletin* 45, 2012-2016, 2010.
 5. В.Л. Гинзбург и развитие в ФИАНе экспериментальных работ по высокотемпературной сверхпроводимости: 'железные сверхпроводники', Пудалов В. М., Омеляновский О. Е., Хлыбов Е. П., Садаков А. В., Ельцев Ю. Ф., Мицен К. В., Иваненко О. М., Перваков К. С., Гизатулин Д. Р., Усольцев А. С., Дормидонтов А. С., Гаврилкин С. Ю., Цветков А. Ю., Пономарев Я. Г., Кузьмичев С. А., Михеев М. Г., Чесноков С. Н., Шаныгина Т. Е., Казаков С. М., *УФН* 181 672-677, 2011.
 6. Temperature dependence of the upper critical field of FeSe single crystals, S. I. Vedenev, B. A. Piot, D. K. Maude, and A. V. Sadakov, *Phys. Rev. B* 87, 134512, 2013.

7. Transport, Magnetic, and Tunneling Characteristics of FeSe Crystals, J. I. Gorina, G. A. Kaljuzhnaia, M. V. Golubkov, V. V. Rodin, A.V. Sadakov, N. N. Sentjurina, V. A. Stepanov, S. G. Chernook, T. A. Romanova, S. I. Vedeneev, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* 26, Issue 9, pp 2875-2876, 2013.

Литература

- [1] Y. Kamihara, T. Watanabe, M. Hirano, H. Hosono, J. Am. Chem. Soc. 130 (2008) 3296.
- [2] M. Rotter, M. Tegel, D. Johrendt, Phys. Rev. Lett., 101 (2008), p. 107006
- [3] J. H. Tapp, Z. Tang, B. Lv, K. Sasmal, B. Lorenz, P. C. W. Chu, and A. M. Guloy, Phys. Rev. B 78 , 60505(2008)
- [4] X. Zhu, F. Han, G. Mu, P. Cheng, B. Shen, B. Zeng, and H. H. Wen, Phys. Rev. B 79, 220512 (2009).
- [5] F. C. Hsu, J. Y. Luo, K. W. Yeh, T. K. Chen, T. W. Huang, P. M. Wu, Y. C. Lee, Y. L. Huang, Y. Y. Chu, D. C. Yan, and M. K. Wu, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A 105, 14262 (2008)
- [6] I. I. Mazin, D. J. Singh, M. D. Johannes, and M. H. Du, Phys. Rev. Lett. 101, 057003 (2008)
- [7] Wang, C., et al., 2008, Europhys. Lett. 83, 67006.
- [8] N. R. Werthamer, E. Helfand, and P. C. Hohenberg, Phys. Rev. 147, 295 (1966).

- [9] G. F. Chen, Z. Li, D. Wu, G. Li, W. Z. Hu, J. Dong, P. Zheng, J. L. Luo, and N. L. Wang, Phys. Rev. Lett. 100, 247002 (2008)
- [10] S. Sato, H. Ogino, N. Kawaguchi, Y. Katsura, K. Kishio, J. Shimoyama, H. Kotegawa, and H. Tou, Supercond. Sci. Technol. 23, 45001(2010).
- [11] H. Ogino, Y. Matsumura, Y. Katsura, K. Ushiyama, S. Horii, K. Kishio, and J. Shimoyama, Supercond. Sci. Technol. 22, 75008 (2009).
- [12] D. Pelloquin, A. Maignan, M. Caldes, et al., Phys. C 212, 199 (1993).
- [13] B. Raveau, C. Michel, B. Mercey, et al., J. Alloys Compd. 229, 134 (1995).
- [14] B. Raveau, M. Hervieu, and C. Michel, Phys. C 282–287, 41 (1997).
- [15] M. Rotter, M. Tegel, I. Schellenberg, W. Hermes, R. Pottgen, and D. Johrendt, Phys. Rev. B 78, 020503 (2008).
- [16] H. Rongwei, L. Hechang, M. Abeykoon et al. Phys. Rev. B, 83, 224502 (2011).
- [17] D. J. C. Walker, O. Laborde, A. P. Mackenzie, S. R. Julian, A. Carrington, J. W. Loram, and J. R. Cooper, Phys. Rev. B 51, 9375 (1995).
- [18] S. I. Vedeneev, A. G.M. Jansen, E. Haanappel, and P.Wyder, Phys. Rev. B 60, 12467 (1999).