

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
имени М.В. ЛОМОНОСОВА  
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

*На правах рукописи*

**Петров Андрей Владимирович**

**Тонкие пленки FeSeTe на аморфных подложках при низких  
температурах**

1.3.10 Физика низких температур

**ДИССЕРТАЦИЯ**

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:  
доктор физико-математических наук  
профессор Снигирев О.В.

Москва – 2026

## Содержание

Введение .....	3
1.1 Основные свойства железосодержащих сверхпроводников.....	23
1.1.1 Кристаллическая структура .....	24
1.1.2 Сверхпроводящие свойства .....	26
1.1.3 Энергия активации вихрей Абрикосова .....	27
1.1.4 Пиннинг .....	28
1.1.5 Второе критическое поле, линия необратимости, длины когерентности.....	30
1.1.6 Квази-двумерные эффекты и переход Березинского–Костерлица–Таулеса в тонких пленках FeSeTe.....	32
1.2 Технология изготовления тонких пленок.....	34
1.3 Сверхпроводники системы FeSeTe и области применения .....	35
Глава 2. Эксперимент .....	38
2.1 Подготовка мишеней и подложек.....	38
2.2. Метод получения пленок .....	40
2.2.1. Технологическая последовательность подготовки подложек и осаждения пленок FeSe <sub>0.5</sub> Te <sub>0.5</sub> на стекло К-208 .....	44
2.3. Методы исследования пленок .....	48
Глава 3. Исследование характеристик полученных пленок .....	51
3.1. Структурные и морфологические характеристики .....	51
3.2. Электрофизические характеристики пленок .....	55
3.2.1. Зависимости R(T, H) .....	55
3.2.2 Критическое поле, линия необратимости .....	58
3.2.3 Длины когерентности.....	60
3.2.4 Глубины проникновения магнитного поля .....	60
3.2.5 Анализ энергии активации и механизмов пиннинга вихрей ....	60
3.2.6 Зависимости j <sub>c</sub> (T, H) .....	63
3.2.7 Плотность силы пиннинга .....	68
3.3. Два типа получаемых пленок, БКТ-переход.....	69
3.4. Стехиометрический анализ пленок .....	73
Глава 4. Обсуждение полученных результатов.....	76
Основные результаты .....	90
Заключение.....	92
Цитируемая литература.....	97

## Введение

Интерес к классу высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), содержащих железо, возник с открытием сверхпроводимости в оксипниктидах железа [1], слоистых соединениях, аналогичных по структуре с купратными ВТСП. Несмотря на то, что формально эти материалы принадлежат к высокотемпературным сверхпроводникам, максимальная критическая температура,  $T_c$ , в них не столь велика по сравнению с ВТСП купратами. Вскоре после открытия слоистого сверхпроводника-оксипниктида  $\text{LaFeAsO}_{(1-x)}\text{F}_x$  (2008 г.) с  $T_c = 26 \text{ K}$  [1] последовали активные экспериментальные и теоретические исследования этой системы, в которых сообщалось о различных сверхпроводниках на основе железа (Iron-based superconductors, далее - IBS), которые содержали слои FeAs.

Первая серия (так называемая фаза 1111 [2]) сверхпроводников на основе железа — это  $\text{LaFeAsO}$  (лантаноиды), система с тетрагональной структурой (пространственная группа  $P4/nmm$ ) с чередованием (FeAs) – и (LaO) – слоёв (рис. 1а) [1, 3].

Сверхпроводящие переходы в системе лантаноидов наблюдались либо при замещении кислорода фтором, либо при дефиците ионов кислорода. Критическая температура  $\text{LaFeAsO}_{(1-x)}\text{F}_x$  составляет 43 К при высоком давлении [3]. Путем замены La на меньшие ионы лантаноидов, такие как Nd и Sm, критическая температура  $T_c$  увеличилась примерно до 55 К из-за химического давления [4, 5].

Вторая серия сверхпроводников на основе железа (фаза 122 [2]) — система  $\text{AFe}_2\text{As}_2$  (где A = Ba, Sr, Ca, Eu) с тетрагональной структурой пространственная группа  $I4/mmm$  (рис. 1б). Соединение  $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$  показало самое высокое значение  $T_c$ , равное 38 К [6].

Третья серия (фаза 111 [2]) — система  $\text{LiFeAs}$  с  $T_c = 18 \text{ K}$  [9, 10], кристаллизующаяся в слоистой тетрагональной структуре (пространственная группа  $P4/nmm$ ), в которой FeAs - слои разделены промежуточными слоями лития (рис. 1в).

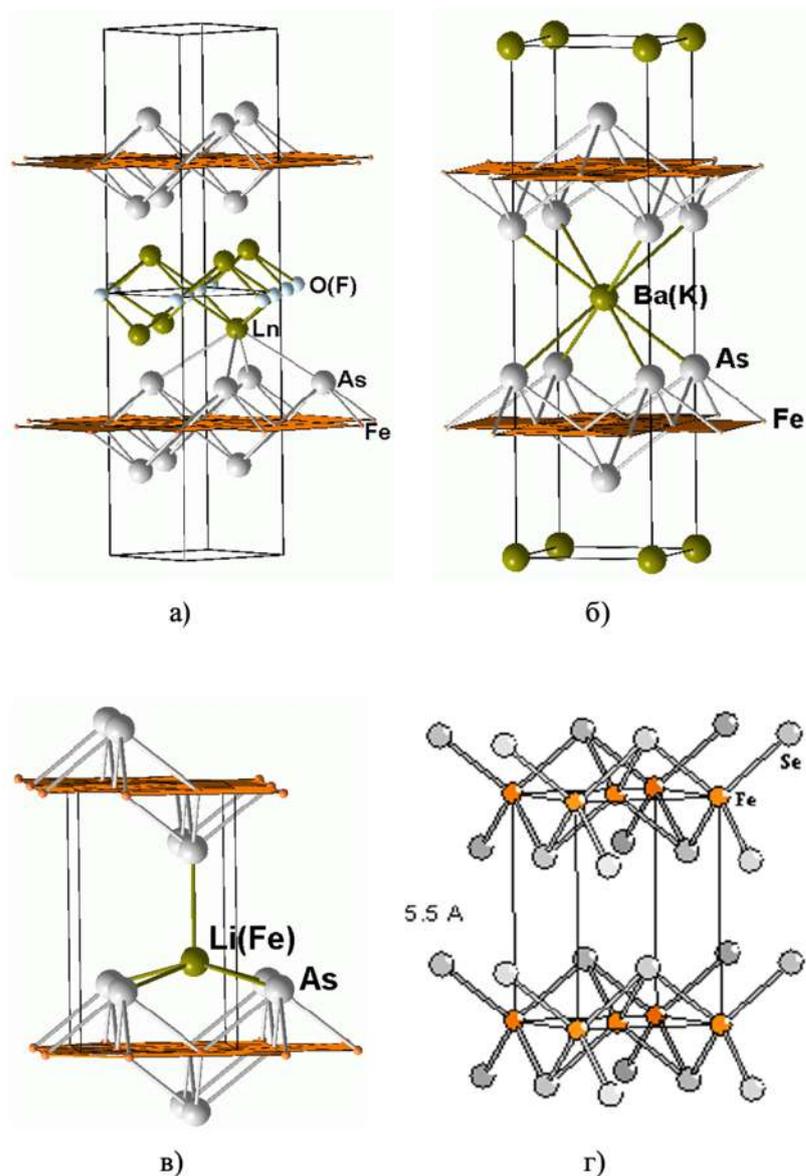


Рисунок 1. Структура кристаллической решетки семейства железосодержащих сверхпроводников: а)  $\text{LaOFeAs}$  – 1111 ( $8,6 \text{ \AA}$ ); б)  $\text{AEFe}_2\text{As}_2$  ( $\text{AE} = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$  и  $\text{Eu(II)}$ ) - 122 ( $7 \text{ \AA}$ ); в)  $\text{AFeAs}$  ( $\text{A}=\text{Li}, \text{Na}$ ) - 111 ( $6,3 \text{ \AA}$ ); г)  $\text{FeSe}$  - 011 ( $5,5 \text{ \AA}$ ).

Впоследствии было показано, что сверхпроводящий переход реализуется также в более простых по структуре халькогенидах железа — в соединениях семейства 11 (четвертая серия), прежде всего в  $\text{FeSe}$  [7]. При атмосферном давлении  $\text{FeSe}$  при комнатной температуре кристаллизуется в тетрагональной структуре (пространственная группа  $\text{P4/nmm}$ ), а при охлаждении в области 70–90 К переходит в орторомбически искаженную структуру; сверхпроводящий переход при этом реализуется при  $T_c = 8 \div 13,5 \text{ K}$  [8, 11] (рис. 1г).

Гексагональная фаза FeSe сверхпроводящей не является [9]. При замене части Se на S или Te критическая температура,  $T_c$  увеличивается до 15 К [10]. Под влиянием внешнего давления  $\sim 9$  ГПа,  $T_c$  увеличивается до 37 К [11]. FeSe допускает легирование щелочными металлами и Tl (соединение  $AFe_2Se_2$  – 122 фаза). Ионы металла встраиваются между блоками  $[Fe_2Se_2]$  и значительно увеличивают концентрацию электронов в системе. Критическая температура при этом повышается. Максимальная  $T_c \sim 31$  К достигнута в  $K_{0.8}Fe_2Se_2$  [12].

В целом, с момента их открытия в 2008 году [6] свойства железосодержащих сверхпроводников (IBS) вызывают большой интерес как в плане фундаментальных исследований механизмов возникновения сверхпроводимости, так и в прикладном плане из-за своеобразного сочетания критической температуры  $T_c$ , сравнимой с критической температурой классических металлических сверхпроводников, достаточно высоких значений критических магнитных полей,  $H_{c2}$ , и плотности критического тока,  $j_c$ , что делает IBS перспективными для широкого спектра практических приложений.

Дополнительным аргументом в пользу использования IBS в проводах для передачи энергии и для создания высокополевых магнитов является сочетание высоких значений верхнего критического поля  $H_{c2}$  с низкой анизотропией сверхпроводящих параметров. Для ряда соединений этого класса показано, что  $H_{c2}(0)$  достигает десятков тесла при температурах жидкого гелия, при этом критическая плотность тока  $j_c$  сохраняется на уровне  $10^4 - 10^5$  А/см<sup>2</sup> в полях до 20 – 30 Тл [13, 14]. Важную роль играет также повышенная устойчивость к разориентации зёрен: критический угол границ зёрен для IBS существенно больше, чем у купратных сверхпроводников на основе редкоземельных металлов (REBCO), что позволяет сохранять высокие значения  $j_c$  даже при заметном угловом разбросе ориентаций кристаллитов в плёнке. Это делает IBS естественными кандидатами для реализации покрытых проводников с менее жёсткими требованиями к степени текстурирования подложки и буферных слоёв.

Поскольку для использования сверхпроводимости в практических крупномасштабных энергетических приложениях требуются проводники в виде

гибких проводов или лент, необходимо компенсировать хрупкость сверхпроводящего материала, изготавливая их в так называемой архитектуре проводника с покрытием (Coated Conductors, в дальнейшем СС). Эта технология основана на сложной многослойной структуре буферных слоев (типично до 7 слоев) и двухосно текстурированных сверхпроводящих пленок на металлических подложках, что позволяет использовать исключительные свойства этих материалов [13, 15 - 17]. Однако такая сложная структура ограничивает расширение их прикладного потенциала из-за стоимости и временных затрат на производство. Кроме того, плотность критического тока в СС на основе редкоземельных металлов (REBCO) сильно снижается при увеличении разориентации зерен буферного слоя и, соответственно, пленок выше 4 угловых градусов [14] и сильно зависит от угла приложенного магнитного поля к плоскости провода вследствие большой анизотропии. В этом случае любое усовершенствование, которое приведет к упрощению структуры СС и удешевлению их стоимости, к понижению чувствительности к ориентации зерен буферного слоя и, следовательно, к сверхпроводящим слабым связям [18], может стать полезным моментом в их прикладных применениях.

Конкретные реализации архитектуры СС на основе REBCO и IBS наглядно демонстрируют, насколько сильно технологическая сложность проводника определяется именно набором буферных слоёв и способом текстурирования подложки. В классических REBCO-проводниках применяются гибкие подложки-ленты шаблоны на основе никелевых сплавов (Hastelloy) с наносимым по технологии IBAD оксидом MgO и последующим осаждением оксидных буферов (LZO, Gd:CeO<sub>2</sub> и др.), либо так называемые RABiTS - шаблоны на основе сплава Ni-W с многоступенчатой рекристаллизацией и нанесением нескольких оксидных слоёв [13, 16, 17]. В каждом случае требуется жёсткий контроль степени двуосности текстуры поскольку уже при увеличении разориентации зёрен выше  $\approx 4^\circ$  плотность критического тока  $j_c$  заметно падает вследствие формирования сети слабых связей на границах зёрен [14]. В условиях, когда стоимость и сложность буферной архитектуры становятся одним из основных

ограничений масштабирования технологии СС, особый интерес представляют подходы, позволяющие сократить число буферных слоёв и ослабить требования к их текстуре, как это демонстрируется в ряде работ по IBS-проводникам [14, 16, 18]. Одним из вариантов усовершенствования может быть использование сверхпроводников на основе железа, допускающих получение СС при использовании 1 - 2 буферных слоев, демонстрирующих достаточно большую плотность критического тока  $j_c$ , устойчивость к разориентации зерен (около  $9^\circ$  по сравнению с  $4^\circ$  для материалов REBCO) и к структурному беспорядку.

Среди множества IBS сверхпроводники тетрагонального халькогенида железа  $Fe_{1+\delta}Se_{1-x}Te_x$  (в дальнейшем FeSeTe или FST) привлекают значительное внимание благодаря простейшей кристаллографической структуре, облегчающей фундаментальные исследования, своей низкой токсичностью и низкой структурной анизотропией. Еще одним свойством, которое делает FeSeTe чрезвычайно привлекательным материалом, несмотря на невысокие критические температуры - около 15 К для объемного FeSeTe, – является низкая температура осаждения, 200 – 400 °С в условиях вакуума с использованием одного буферного слоя. Кроме того, тогда, как многие высокотемпературные сверхпроводники токсичны и нетехнологичны, селенид железа безопасен и допускает простые технологические операции. Эти характеристики делают использование сверхпроводящих халькогенидов железа, таких как FeSeTe, вместо REBCO в покрытом проводнике чрезвычайно выгодным, поскольку это приведет к значительному упрощению архитектуры СС, сложности и стоимости: от сложной буферной архитектуры (типично до 7 слоев в REBCO), необходимой для получения оптимально текстурированных пленок, до 1 – 2 слоев, необходимых для FeSeTe, благодаря высокой устойчивости к несоосности зерен и низкотемпературной обработке. Несколько работ уже показали [13, 19, 20-22], что ленты с FeSeTe могут быть успешно получены с использованием той же технологии, которая разработана для проводов на металлических лентах с пленками REBCO, благодаря схожим параметрам решетки. Было показано, в частности, что FST-пленки с критической плотностью тока  $j_c = 10^5$  А/см<sup>2</sup> в поле

30 Тл при 5 К могут быть получены на гибких металлических лентах-подложках с одним буферным слоем  $\text{CeO}_2$  при температуре полного перехода в сверхпроводящее состояние  $T_{c0} = 11,8$  К [13]. Кроме того, было продемонстрировано, что вставленная в магнит с полем 20 Тл дополнительная катушка из FST успешно генерировала поле более 1 Тл при критическом токе 84 А [23], а провод, изготовленный по технологии «порошок в трубке» недавно продемонстрировал плотность критического тока  $2.1 \times 10^5$  А/см<sup>2</sup> в поле, превышающем 30 Тл [24].

Систематические исследования плёнок  $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$  на различных технических шаблонах и подложках, выполненные в работах [13, 20-22], позволяют более детально оценить возможности и ограничения архитектур IBS-СС. Показано, что на RABiTS-шаблонах Ni–W с одним буферным слоем  $\text{CeO}_2$  или  $\text{CeO}_2(\text{Zr})$ , полученным методами импульсно-лазерного осаждения или химического осаждения из раствора, удаётся реализовать значения  $j_c$  в собственном поле порядка  $(0,1 - 1,1) \times 10^6$  А/см<sup>2</sup> при 4,2–5 К и сохранить  $j_c$  на уровне  $10^4$ – $10^5$  А/см<sup>2</sup> в магнитных полях до 18 – 30 Тл [13, 14, 20]. При этом угловые зависимости  $j_c(H, \theta)$  демонстрируют заметно более слабую анизотропию по сравнению с REBCO-плёнками, что связывают как с меньшей анизотропией сверхпроводящих параметров в  $\text{FeSeTe}$ , так и с иной структурой центров пиннинга [20, 21]. Сравнительные исследования плёнок FST на монокристаллических подложках ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{SrTiO}_3$ ) и на технических шаблонах показали, что на лентах  $j_c$  несколько ниже, чем на лучших монокристаллах, что обусловлено присутствием сети высокоугловых границ зёрен и повышенной шероховатостью интерфейса буфер/плёнка [21]. Попытка полностью отказаться от буферных слоёв и осаждавать  $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$  непосредственно на небуферированный Invar 36 привела к полному подавлению сверхпроводимости из-за интенсивной диффузии Ni в пленку [22], что подчёркивает ключевую роль тонкого буферного слоя в СС как химического барьера и структурного шаблона даже в «упрощённых» IBS-архитектурах.

С учетом вышесказанного, в данной диссертации представлены результаты поисковых работ по исследованию возможностей получения и характеристики сверхпроводящих пленок тетрагонального халькогенида железа  $Fe_{1+\delta}Se_{1-x}Te_x$  на диэлектрических аморфных подложках без какого-либо буферного слоя с целью изучения их физических характеристик и переноса этих исследований далее на диэлектрические аморфные гибкие длинномерные ленты-подложки, например, световоды для создания прототипов сверхпроводящих проводов на их основе.

Процессы успешного получения качественных пленок с высокими электрофизическими характеристиками на аморфных подложках как актуальных кандидатов на использование в сверхпроводящих проводах 3-го поколения практически не изучены, известны всего единицы публикаций на эту тему. Проблема заключается в том, что интересные для длинномерных проводов материалы возможных диэлектрических гибких подложек, например, оптических световодов, и материалы, сверхпроводников FST имеют в некоторых сочетаниях коэффициенты термического расширения (КТР), отличающие почти в 20 раз, что приводит к растрескиванию полученных пленок и их отшелушиванию от подложки при перепаде температур от  $\sim +300$  °С при напылении до  $\sim -270$  °С при измерениях. Кроме того, аморфные стекла, имеющие КТР близкие к КТР сверхпроводящих пленок, часто имеют температуры плавления ниже, чем температуры нанесения пленок. Нам удалось найти совместимую пару сверхпроводящая FST пленка-плоская аморфная диэлектрическая подложка – известное стекло К-208 [25], содержащее 2%  $SeO_2$  и получить значения  $j_c$ , близкие к  $3 \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> при 4,2 К в собственном поле при  $T_c = 9,5$  К [26-28], открывающие возможности дальнейших исследований характеристик пленок FST на диэлектрических аморфных и аморфных гибких подложках в плане фундаментальных исследований и повышения электрофизических параметров получаемых пленок в прикладном плане.

Следует подчеркнуть, что полученные к настоящему времени результаты по плёнкам  $FeSeTe$  на аморфных диэлектрических подложках занимают особое место на фоне многочисленных исследований плёнок FST на

монокристаллических подложках и технических лентах-шаблонах. Для плёнок на кристаллических подложках и на металлических лентах с буферными слоями  $\text{CeO}_2$  подробно изучены кристаллическая структура, микроструктура, угловые зависимости критической плотности тока и поведение в магнитных полях до 20–30 Тл [20-22]. При этом число работ, посвящённых плёнкам  $\text{FeSeTe}$  на аморфных диэлектрических подложках, существенно меньше и фактически ограничивается единичными исследованиями, включая наши собственные результаты по стеклу К-208 [26-28]. Это подчёркивает как фундаментальную значимость выбранного в настоящей работе направления — накопление знаний о свойствах плёнок FST на аморфных и аморфных гибких подложках — так и его прикладной потенциал в контексте разработки проводников третьего поколения на диэлектрических лентах-подложках.

Настоящая диссертация помимо Введения содержит 4 главы, Обсуждение результатов и Заключение.

Первая глава носит обзорный характер. В ней рассмотрены основные свойства железосодержащих сверхпроводников различных семейств (1111, 122, 111 и 11), особенности кристаллической структуры и сверхпроводящих характеристик халькогенидов железа  $\text{FeSe}$  и твёрдых растворов  $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ . Обсуждаются вихревое состояние, энергия активации движения вихрей Абрикосова и концепция линии необратимости  $H_{irr}(T)$ , вводятся основные соотношения теории Гинзбурга–Ландау для оценки верхнего критического поля  $H_{c2}(0)$ , длин когерентности и величины анизотропии. Отдельное внимание уделено квази-двумерным эффектам и переходу Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ) в тонких плёнках  $\text{FeSeTe}$ , а также современным представлениям о центрах пиннинга вихрей в высокотемпературных и железосодержащих сверхпроводящих плёнках.

Во второй главе описаны методы подготовки мишеней и подложек, а также лабораторная технология получения плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  методом импульсно-лазерного осаждения. Приведена схема и основные параметры работы установки импульсного лазерного осаждения (PLD), обсуждаются режимы напыления

(температура подложки, плотность энергии импульса, давление остаточного газа, частота и число импульсов). Подробно представлены применённые методы исследования: сканирующая электронная и атомно-силовая микроскопия для анализа морфологии поверхности; рентгеновская дифрактометрия и рентгено-фотоэлектронная спектроскопия для изучения структуры, текстуры и фазового состава; четырёхзондовые измерения зависимости сопротивления на сверхпроводящем переходе от температуры и магнитного поля,  $R(T, H)$ , и вольт-амперных характеристик (ВАХ); магнитометрические измерения для определения петель намагниченности и плотности критического тока бесконтактным методом.

Третья глава посвящена экспериментальным результатам исследования структурных, морфологических и электрофизических характеристик полученных плёнок FeSeTe на аморфном стекле К-208. Приведены результаты СЭМ- и АСМ-исследований поверхности, показана однородность плёнок и характер зеренной структуры, обсуждаются данные электронно-дисперсионной спектроскопии (ЭДС) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) о распределении элементов и глубинной стехиометрии при различных толщинах (от  $\sim 40$  до 120 нм). Представлены температурные и полевые зависимости сопротивления  $R(T, H)$  для различных ориентаций магнитного поля, результаты анализа критической температуры и ширины перехода, оценены второе критическое поле  $H_{c2}(T)$  и линия необратимости  $H_{irr}(T)$ , а также соответствующие длины когерентности и лондоновские глубины проникновения. Описаны результаты анализа термически активированного потока вихрей (TAFF) кривых Аррениуса и зависимости энергии активации вихрей  $U(H)$  для нелитографированных образцов с формой, близкой к квадрату, и микромостиков, исследованы переход БКТ и квази-двумерное поведение плёнок. Отдельно рассмотрены контактные и бесконтактные измерения плотности критического тока  $j_c(T, H)$  и анализ нормированной плотности силы пиннинга  $f_p(h)$ .

В четвёртой главе проводится обсуждение полученных экспериментальных данных в сравнении с известными результатами для плёнок FeSeTe на монокристаллических подложках и в архитектуре CC. Анализируются возможные механизмы самотекстурирования плёнок на аморфной подложке без буферных слоёв, происхождение выявленного квази-двумерного характера перехода и понижения  $T_c$  относительно мишени, роль протяжённых дефектов как доминирующих центров пиннинга. Обсуждается сопоставление контактных и магнитометрических оценок критической плотности тока, вклад различных типов дефектов в формирование ландшафта пиннинга и перспективы использования плёнок FeSeTe на аморфных диэлектриках для создания гибких сверхпроводящих элементов и проводников третьего поколения.

#### **Актуальность темы исследования:**

Исследование сверхпроводимости в тонких пленках FST имеет научную значимость как в фундаментальном аспекте, так и в поисково-прикладном аспекте. Для фундаментальных исследований важно, что в этом материале, имеющем очень простую кристаллическую структуру и две анизотропных щели в спектре возбуждений, до сих пор не раскрыт механизм образования куперовских пар и получение новой информации о физических характеристиках пленок, напыленных на необычную - аморфную - подложку исключительно актуально.

В поисково-прикладном физическом аспекте актуальность заключается в том, что разработка сверхпроводящих проводов на основе тонких плёнок FeSeTe предлагает потенциально недорогую и интересную альтернативу проводам на основе купратных сверхпроводников на основе редкоземельных элементов (REBCO) для применений в магнитах и современной электронике при гелиевом уровне охлаждения. Этому способствуют отсутствие токсичности, возможность напыления при температурах  $\sim 300^\circ\text{C}$  в вакууме вместо  $760^\circ\text{C}$  в кислородной среде, присущие железосодержащим сверхпроводникам высокие значения верхнего критического поля, не зависящие практически от направления приложенного поля по отношению к кристаллографическим плоскостям пленки,

и возможность адаптации свойств проводников FST под конкретные задачи с помощью тонкоплёночной технологии, преодолении ограничений, связанных с объёмными материалами, и возможностью применения в качестве низкодисперсионных линий передачи высокочастотных сигналов в криоэлектронных устройствах.

Как уже говорилось выше на странице 9, процессы успешного получения качественных плёнок с высокими электрофизическими характеристиками на аморфных подложках как актуальных кандидатов на использование в сверхпроводящих проводах 3-го поколения практически не изучены, известны всего единицы публикаций на эту тему. Причина заключается в том, что интересные для длинномерных проводов материалы возможных диэлектрических гибких подложек, например, оптических световодов, и материалы, сверхпроводников FST имеют в некоторых сочетаниях коэффициенты термического расширения (КТР), отличающие почти в 20 раз, что приводит к растрескиванию полученных плёнок и их отшелушиванию от подложки при перепаде температур от  $\sim +300$  °С при напылении до  $\sim -270$  °С при измерениях и образцы, пригодные для измерений, не получались. Кроме того, многие аморфные подложки-стекла, имеющие КТР близкие к КТР сверхпроводящих плёнок, имеют температуры размягчения или плавления ниже, чем температуры нанесения плёнок.

#### **Степень разработанности темы исследования:**

Единичные публикации по плёнкам FST на аморфных подложках подчеркивают отсутствие разработанности данной темы исследований. Однако, необходимо отметить, что в настоящее время известно несколько сотен работ, посвященных исследованию свойств тонких плёнок семейства FST на кристаллических подложках. В частности, многие из этих работ посвящены фундаментальным исследованиям влияния напряжений, возникающих на интерфейсном слое между кристаллической подложкой и плёнками этого семейства на температуру перехода в сверхпроводящее состояние,  $T_c$ , достигающую 16 - 18 К и выше на подложке  $\text{CaF}_2$  при обычном атмосферном

давлении. В этих работах широко представлены и физические характеристики получающихся пленок, что позволяет сравнивать свойства пленок FST на аморфных и кристаллических подложках. В литературе имеется также около десятка работ, посвященных исследованию электродинамических характеристик пленок FST вместо пленок REBCO на металлических лентах-подложках.

### **Цель работы:**

Цель работы состояла в формировании сверхпроводящих плёнок тетрагонального селенида железа интеркалированного теллуром  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  (далее FeSeTe или FST) на аморфных диэлектрических подложках без буферного слоя и исследовании их физических характеристик при низких температурах. В начале работы было необходимо подобрать аморфные подложки с коэффициентом теплового расширения (КТР), близким к КТР пленок FeSeTe, подобрать методику импульсно-лазерного осаждения, оптимизировать режимы роста: температуру подложки, давление в камере, энергию импульса, частоту и число импульсов, обеспечивающие воспроизводимое изготовление качественных сверхпроводящих пленок. После того как эта часть общей цели была достигнута, направлением работы стало изучение физических характеристик получаемых пленок, включающее исследование морфологии, структуры, фазового состава, нахождение температурной зависимости энергии активации вихрей Абрикосова, оценку верхнего критического поля  $H_{c2}$ , поля необратимости  $H_{irr}$  и плотности критического тока  $j_c$ , и других параметров.

Для достижения поставленной указанной цели в рамках настоящей работы были сформулированы следующие задачи:

1. Разработать методику безбуферного импульсно-лазерного осаждения (PLD) плёнок FeSeTe на аморфные подложки и оптимизировать параметры роста.
2. Исследовать морфологию поверхности, фазовый состав и элементную однородность плёнок методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), атомно-силовой микроскопии (АСМ) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС).

3. Определить электрофизические характеристики: зависимости сопротивления на переходе из нормального в сверхпроводящее состояние от температуры  $T$  и магнитного поля  $R(T, H)$ , критическую температуру  $T_c$ , критические поля  $H_{C2}$  и  $H_{irr}$ , зависимость плотности критического тока  $j_c$  от температуры и магнитного поля.
4. Провести анализ вихревой динамики термически активированных вихрей, определить энергию их активации, а также характер центров пиннинга.
5. Выявить механизмы, определяющие значения  $T_c$ , проявление квазидвумерных эффектов и перехода Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ).
6. Оценить перспективность применения полученных плёнок для создания ВТСП-проводов третьего поколения.

#### **Научная новизна работы:**

Научная новизна работы заключается в следующем:

- Разработана лабораторная методика воспроизводимого получения FeSeTe плёнок с устойчивой сверхпроводящей фазой с критической температурой перехода,  $T_c$ , до 9.5 К при безбуферном осаждении на аморфное боросиликатное стекло К-208 с 2% примесью окиси церия  $CeO_2$ , что выше известных результатов.

- Обнаружено, что в отличие от ситуации с FeSeTe пленками на монокристаллических подложках, демонстрирующих более высокие  $T_c$ , чем у распыляемой мишени с  $T_c \approx 14$  К, полученные значения  $T_c$  для пленок на аморфной подложке ниже, чем у мишени.

- Показано, что сверхпроводящее состояние в плёнках  $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$  на аморфной подложке К-208 носит квазидвумерный характер несмотря на то, что длина когерентности  $\xi_c(0) \approx 1,9$  нм больше межплоскостного расстояния в пленке, составляющего  $\approx 0.60$  нм, Квазидвумерный характер поведения подтверждается наличием перехода Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ) и

поведением зависимостей сопротивления пленки на переходе  $R(T,H)$  от температуры и магнитного поля.

- Показано, что возможной причиной квазидвумерного поведения пленок является измененная стехиометрия в слое с толщиной менее 40 нм от интерфейса, приводящая к отсутствию сверхпроводимости в нем и уменьшению эффективной сверхпроводящей толщины пленки. Результат подтвержден глубинным рентгено-фотоэлектронным спектроскопическим анализом, продемонстрировавшим, что в более толстых пленках (120 нм) поверхностная стехиометрия  $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$  практически совпадает с составом мишени, тогда как в образцах с более тонким слоем ( $\approx 40$  нм) возникают заметные отклонения фазового состава и размеров кристаллической ячейки от оптимальных.

- Найдены значения физических параметров полученных пленок при низких температурах - верхнего критического поля  $H_{C2}(0)$  для двух ориентаций магнитного поля относительно плоскости пленки, поля необратимости  $H_{irr}$ , значения энергии термической активации вихрей  $U(H)$ , длин когерентности, лондоновских глубин проникновения, анизотропии пленок  $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ .

- Показано что в исследуемых пленках доминирует коррелированный пиннинг на протяженных дефектах, причём характер полевой зависимости нормированной плотности силы пиннинга  $f_p(h)$  отличается от пленок сверхпроводников с преобладающим точечным пиннингом.

### **Теоретическая и практическая значимость результатов:**

Научная значимость заключается в разработке комплексной методики формирования и исследования тонких сверхпроводящих пленок  $FeSeTe$  на аморфных диэлектрических подложках, включающей подготовку образцов, режимов импульсно-лазерного осаждения, получение оценок температурной зависимости энергии активации вихрей Абрикосова, верхнего критического поля, поля необратимости, плотности критического тока, результаты измерений морфологических, структурных и электродинамических характеристик пленок, определение анизотропии сверхпроводящих параметров пленок - длин

когерентности и лондоновских глубин проникновения, анализ нормированной плотности силы пиннинга. Научная значимость заключается также в полученных данных о механизме самотекстурирования за счет изменения элементного фазового состава в осаждаемой пленке и размеров элементарной кристаллической ячейки без эпитаксии к подложке, обнаружении двумерности в поведении пленки, величине энергии активации вихрей и доминировании коррелированного пиннинга на протяжённых дефектах, что дополняет фундаментальные представления о вихревой динамике и устойчивости сверхпроводящего состояния в железосодержащих плёнках.

Практическая значимость заключается в демонстрации возможности получения сверхпроводящих FeSeTe - плёнок с  $T_c \approx 9,5$  К, высокими значениями  $H_{c2}$ ,  $H_{irr}$  и плотности критического тока при низкотемпературном (300 °С) импульсном лазерном осаждении в вакууме на аморфных подложках без применения буферных слоёв. Данный подход может быть адаптирован для гибких диэлектрических подложек типа световодов, что позволит формировать длинномерные сверхпроводящие элементы при сохранении ключевых характеристик и снижении себестоимости. Реализация этой технологии создаёт предпосылки для разработки гибких ВТСП-проводов третьего поколения, способных передавать сигналы и ток с низкими потерями.

### **Методология и методы исследования**

В работе использовался комплексный экспериментальный подход, включающий:

- импульсно-лазерное осаждение (PLD) тонких плёнок;
- атомно-силовую микроскопию (АСМ), сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) с микроанализом, рентгено-фотоэлектронную спектроскопию (РФЭС);
- электрофизические измерения на системе PPMS (Physical Property Measurement System Quantum Design): зависимости  $R(T,H)$ , вольт-амперные характеристики, измерения магнитного момента с

использованием вибрационного магнитометра (VSM) и СКВИД-магнитометрии;

- анализ критических параметров в рамках моделей TAFF (Thermally Activated Flux Flow) и Dew–Hughes для силы пиннинга.

**Положения, выносимые на защиту:**

1. Прямое импульсно-лазерное осаждение (PLD) плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфное боросиликатное стекло К-208 с 2%  $\text{CeO}_2$  без буферных слоёв обеспечивает формирование устойчивого сверхпроводящего состояния с критической температурой перехода  $T_c$  до 9.5 К, что обосновывает реализуемость безбуферной архитектуры  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфных диэлектрических подложках.
2. Формирование в плёнках  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфной подложке К-208 интерфейсного слоя толщиной менее 40 нм с изменённой стехиометрией уменьшает эффективную сверхпроводящую толщину и приводит к проявлению квазидвумерных эффектов, включая переход Березинского–Костерлица–Таулеса при  $T_{\text{ВКТ}} \approx 7$  К, а также к понижению  $T_c$  по сравнению с мишенью, что обосновывает определяющую роль состояния интерфейса плёнка–подложка в формировании квазидвумерного сверхпроводящего состояния и снижении  $T_c$  в безбуферных плёнках на аморфных подложках.
3. Анализ вихревой динамики в плёнках  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на К-208 по температурно-полевым зависимостям сопротивления обеспечивает определение энергии активации вихрей  $U(H)$  и поля необратимости и указывает на доминирование коррелированного пиннинга на планарных дефектах, что выявляет механизм пиннинга, обеспечивающий значения активационной энергии и критических характеристик, сопоставимых с характерными для плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на монокристаллических подложках.
4. Анализ сверхпроводящего перехода в магнитном поле для двух ориентаций поля относительно плоскости плёнки и транспортных характеристик плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфной подложке обеспечивает оценку ключевых параметров:  $H_{c2}(0) \approx 68$  Тл ( $H \parallel ab$ ) и 51 Тл ( $H \perp ab$ ),  $\gamma \approx 1.3$ ,  $\xi_{ab} \approx 2.5$  нм,  $\xi_c \approx$

1.9 нм,  $j_c$  до  $(5 - 6) \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> при 2 К, что подтверждает сопоставимость совокупности критических параметров безбуферных плёнок на аморфной подложке с параметрами плёнок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на монокристаллических подложках.

5. Прямое PLD-осаждение плёнок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на аморфные диэлектрики без буферных слоёв обеспечивает возможность формирования сверхпроводящих элементов в упрощённой технологической схеме, исключая стадию создания буферной архитектуры, что создает предпосылки для переноса подхода на протяжённые конфигурации сверхпроводящих структур, где критичны технологическая простота и воспроизводимость безбуферного формирования сверхпроводящего слоя.

#### **Достоверность и обоснованность результатов:**

Все экспериментальные данные в диссертации получены на современных высокоточных установках (PLD-установка, XRD, SEM, XPS, PPMS, VSM, MPMS) с соблюдением единых процедур подготовки образцов и повторения измерений на разных сериях образцов. Результаты R(T, H), V-I, TAFF- и БКТ-анализов обработаны с применением проверенных методов статистической обработки и согласуются между собой и с литературными данными для FeSe<sub>x</sub>Te<sub>1-x</sub> на кристаллических подложках. Основные положения работы неоднократно обсуждались на научных семинарах кафедры и докладывались на научных конференциях, а ключевые результаты опубликованы в рецензируемых журналах. Такая комплексная верификация и внешнее рецензирование подтверждают научную обоснованность и достоверность полученных выводов.

#### **Апробация результатов:**

По материалам диссертации опубликовано 3 статьи в изданиях, рекомендованных для защиты в диссертационном совете МГУ по специальности и отрасли наук

- Петров А. В., Снигирев О. В., Маресов А. Г., Блинова Ю. В., Порохов Н. В., Чареев Д. А., Варлашкин А. В., Цветков А. Ю. Характеристики плёнок

FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на аморфной подложке // Вестник Московского университета. Серия 3: Физика. Астрономия. – 2025. – Т. 80. № 6. Ст. 2560504. Импакт фактор 0,52 (РИНЦ). Объем 0.6 п.л. Вклад автора: 0.5.

Petrov A. V., Snigirev O. V., Maresov A. G., Blinova Yu. V., Porokhov N. V., Chareev D. A., Varlashkin A. V., Tsvetkov A. Yu. Characteristics of FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> Films on an Amorphous Substrate // Moscow University Physics Bulletin. 2025. Vol. 80. No. 6. P. 1087–1095.

- Петров А. В., Снигирев О. В., Овченков Е. А., Маресов А. Г., Блинова Ю. В., Девятериков Д. И., Порохов Н. В., Чареев Д. А., Лубенченко А. В. Структура пленок FeSeTe на аморфной подложке // Известия РАН. Серия физическая. 2025. Т. 89. № 11. С. 1734–1741. Импакт фактор 0,7 (РИНЦ). Объем 0.5 п.л. Вклад автора: 0.5.

Petrov A. V., Snigirev O. V., Ovchenkov E. A., Maresov A. G., Blinova Yu. V., Devyaterikov D. I., Porokhov N. V., Chareev D. A., Lubenchenko A. V. Structure of FeSeTe Films on Amorphous Substrate // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2025. Vol. 89. No. 11. P. 2094–2101.

- Петров А.В., Снигирев О.В., Овченков Е.А., Блинова Ю.В., Порохов Н.В., Шевченко А.Р., Чареев Д.А., Маресов А.Г. Плёнки FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на стекле с примесью CeO<sub>2</sub> // Вестник МГУ. Сер. 3: Физика, астрономия. 2025. Т. 80, № 2. Ст. 2520502. Импакт фактор 0,52 (РИНЦ). Объем 0.5 п.л. Вклад автора: 0.5.

Petrov A. V., Snigirev O. V., Ovchenkov E. A., Blinova Yu. V., Porokhov N. V., Shevchenko A. R., Chareev D. A., Maresov A. G. FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> Films on Glass with CeO<sub>2</sub> Doping // Moscow University Physics Bulletin. 2025. Vol. 80. P. 306–313.

Материалы диссертационной работы докладывались автором на следующих всероссийских и международных конференциях:

- *Петров А.В., Снигирев О.В., Блинова Ю.В., Маресов А.Г.* Плёнки FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на стекле с примесью CeO<sub>2</sub>. XXIV Всероссийская школа-

семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-24), г. Екатеринбург, стендовый доклад, 14 марта 2025.

- *Петров А.В., Кочергин М.Д.* Исследование возможности получения тонких плёнок  $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$  на аморфных подложках. XXXI Международная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2024», секция «Физика», Москва, устный доклад, 16–24 апреля 2024.

Все вышеперечисленные работы соответствуют теме диссертации и полностью отражают ее содержание, а сама работа соответствует специальности 1.3.10 Физика низких температур (паспорт научной специальности ВАК РФ), в том числе следующим пунктам:

1. «Разработка физико-технических и физико-технологических основ проектирования, создания и исследования элементной базы, устройств и приборов слаботочной сверхпроводниковой электроники».

3. «Разработка физико-технических и физико-технологических основ и процессов изготовления низкотемпературных и высокотемпературных проводов и кабелей на их основе»;

6. «Исследование механических, электрических, магнитных, оптических, тепловых и других физических свойств вещества при низких температурах»

#### **Личный вклад автора**

Формулирование темы диссертации, обоснование задач исследования, планирование работы и анализ полученных результатов проводились автором совместно с научным руководителем Снигиревым О.В. и Маресовым А.Г. Все результаты, представленные в диссертационной работе, получены автором лично, либо при его непосредственном участии. Автор совместно с Пороховым Н.В. спроектировал установку импульсного лазерного осаждения лично собрал и отладил ее, а также самостоятельно подобрал оптимальные режимы роста пленок (плотность энергии, давление в камере, частота, число импульсов, температура подложки, скорость нагрева). Автор лично выполнил изготовление всех исследованных образцов  $\text{FeSeTe}$  на аморфных подложках К-208. Автор лично произвел первичные магнито-резистивные измерения полученных пленок

и выполнил анализ и интерпретацию полученных результатов. В плодотворной кооперации с Овченковым Е.А., Пороховым Н.В., Варлашкиным А.В. им были выполнены измерения физических характеристик полученных пленок при низких температурах (зависимостей сопротивления от температуры и магнитного поля  $R(T,H)$ ), вольт–амперные характеристики  $V-I$  при различных температурах и полях, зависимости магнитного момента  $M$  от температуры  $T$  и магнитного поля  $H$  ( $M(T,H)$ ). Автор лично выполнил полную обработку всех полученных электродинамических данных, включая оценку плотности критического тока  $j_c$  и критических полей  $H_{c2}$ ,  $H_{irr}$ , энергии термической активации вихрей. Хотя рентгеноструктурные измерения, РФЭС-анализ фазового состава осуществляли соавторы, автор совместно с Ю.В. Блиновой, А.В. Лубенченко и О.В. Снигиревым интерпретировал полученные результаты. Автор самостоятельно обработал все экспериментальные данные, в кооперации с научным руководителем Снигиревым О.В. подготовил рукописи статей для публикации в журналах и материалы докладов на конференциях.

## Глава 1. Литературный обзор

### 1.1 Основные свойства железосодержащих сверхпроводников

Открытие в 2008 г. сверхпроводимости в допированном фтором оксоарсениде железа и лантана  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  (рис. 2) с критической температурой ( $T_c$ ) равной 26 К вызвало громадный интерес в научном сообществе. Это открытие инициировало многочисленные работы по изучению свойств допированных материалов  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$ , а также интенсивные поиски новых сверхпроводящих материалов среди родственных систем. В результате исследований критическая температура была поднята до 55 К [4]. В настоящее время достигнуты значительные успехи в синтезе и изучении свойств этих веществ: получены и охарактеризованы представители четырех семейств сверхпроводников, а именно, так называемое семейство 1111 с общей формулой  $\text{LnOFeAs}$  (Ln – редкоземельный металл); 122 -  $\text{AEFe}_2\text{As}_2$  (AE = Ca, Sr, Ba и Eu(II)); 111 -  $\text{AFeAs}$  (A=Li, Na) и 011 – FeSe (рис. 2).

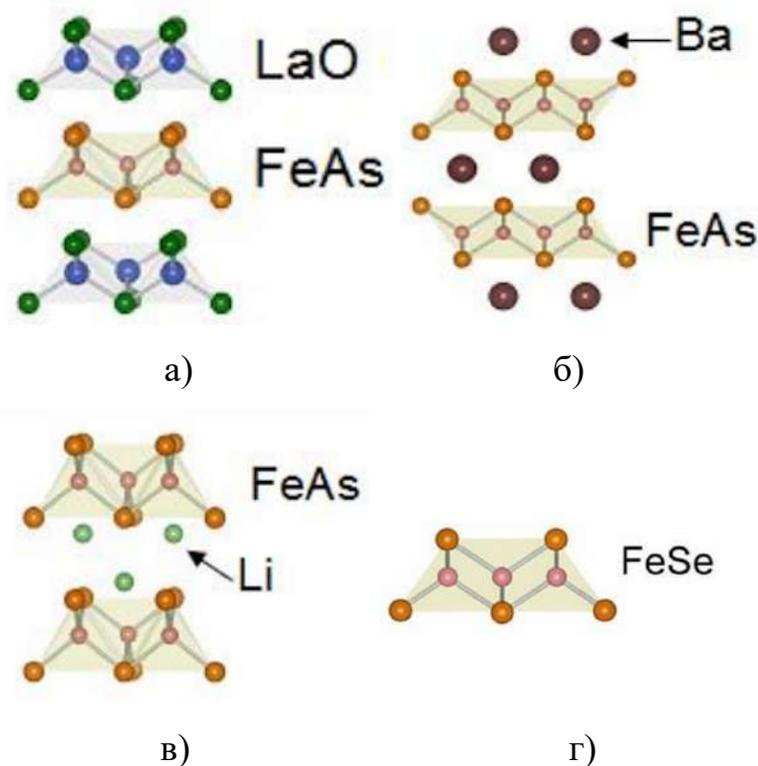


Рисунок 2. Строение кристаллической решетки семейства железосодержащих сверхпроводников: а)  $\text{LaOFeAs}$  – 1111; б)  $\text{AEFe}_2\text{As}_2$  (AE = Ca, Sr, Ba и Eu(II)) - 122; в)  $\text{AFeAs}$  (A=Li, Na) - 111; г) FeSe - 011 [15]

Среди соединений семейства 11 наибольший интерес представляет FeSe, так как его сверхпроводящие свойства заметно зависят от кристаллической структуры, стехиометрии и внешнего давления [8, 11]. Подробно структурные модификации FeSe и их связь со сверхпроводимостью рассмотрены в п. 1.1.1.

### 1.1.1 Кристаллическая структура

Несмотря на относительную структурную простоту кристаллов FeSe (рис. 2г), получение высококачественных монокристаллов и однофазных керамик остается сложной задачей. Для FeSe характерна узкая область гомогенности вблизи стехиометрии Fe:Se  $\approx 1:1$ , поэтому даже небольшие отклонения состава приводят к заметному изменению структурных и сверхпроводящих свойств [8].

Селенид железа FeSe встречается в нескольких фазах:

При атмосферном давлении и комнатной температуре FeSe имеет тетрагональную структуру типа PbO (P4/nmm) с параметрами решетки  $a \approx 0,378$  нм и  $c \approx 0,549$  нм. Схематическое изображение этой структуры и проекция, демонстрирующая тетрагональность, приведены на рис. 3. При понижении температуры от  $T = 300$  К FeSe претерпевает структурный переход в интервале 70–90 К от тетрагональной фазы к орторомбически искаженной; сверхпроводящий переход ( $T_c \approx 8$  К) реализуется в низкотемпературной фазе и не сопровождается отдельным магнитным переходом [8].

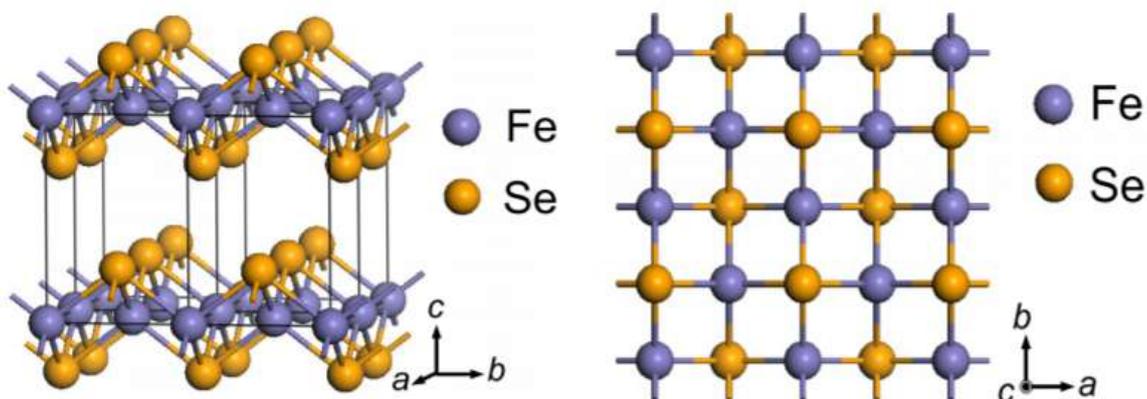


Рисунок 3. Схематическая кристаллическая структура FeSe при атмосферном давлении (тип PbO, P4/nmm): объемное изображение и проекция на плоскость ab, демонстрирующая тетрагональность решетки.

При повышении давления  $T_c$  возрастает и достигает максимума 36,7 К при  $P \approx 8,9$  ГПа [11], после чего сверхпроводимость подавляется при переходе в фазу MnP-типа (Pnma) при большем давлении, которую в ряде работ также описывают как гексагональную NiAs-родственную область. Данная эволюция отражена на фазовой диаграмме  $Fe_{1.01}Se$  в координатах температура–давление (рис. 4) [11]. Структурное различие между фазой PbO-типа и MnP/NiAs-родственной фазой показано на структурных схемах (рис. 5) [32].

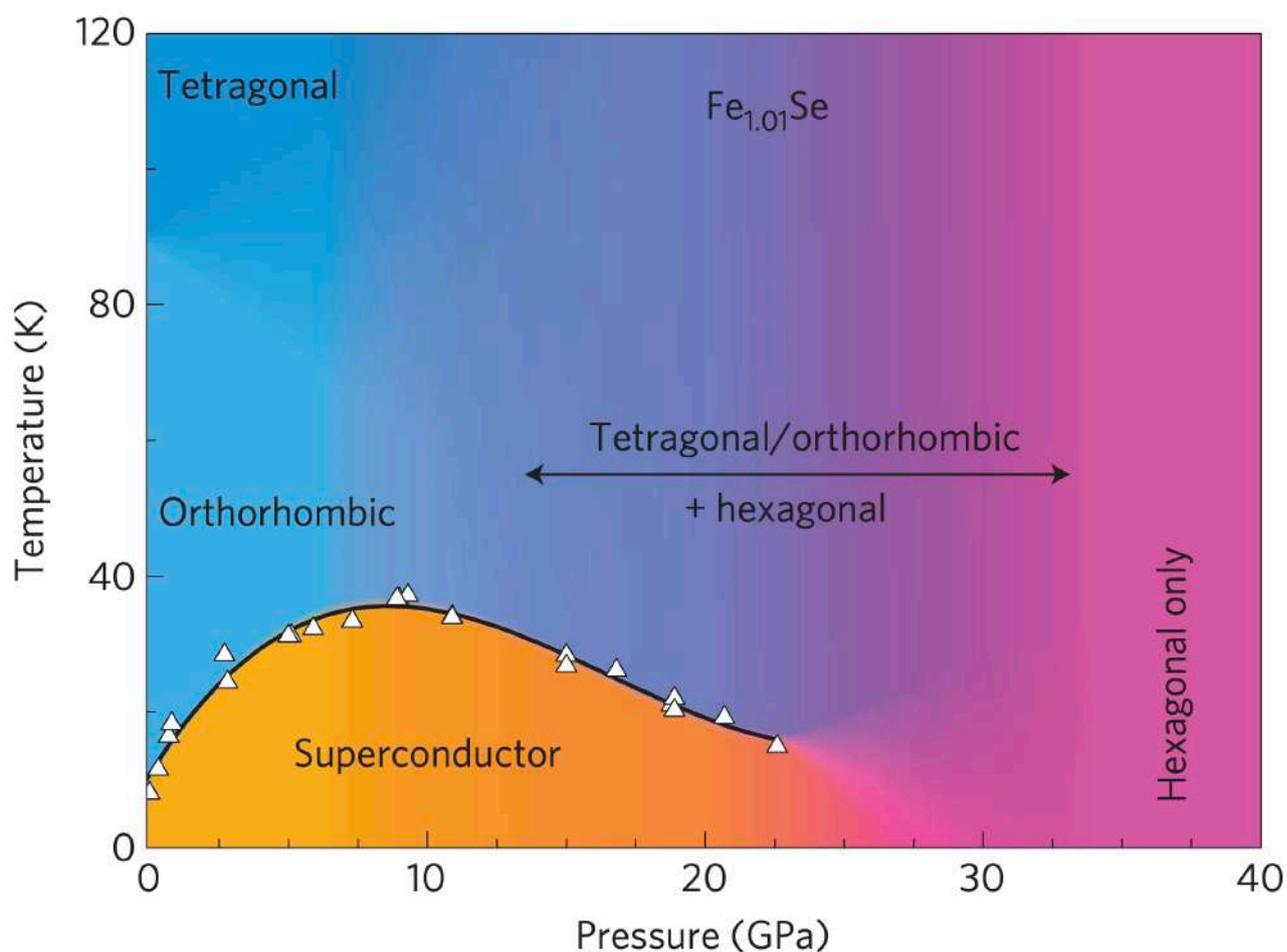


Рисунок 4. Фазовая диаграмма  $Fe_{1.01}Se$  в координатах температура–давление: области тетрагональной, орторомбической и гексагональной фаз и купол сверхпроводимости (максимум  $T_c = 36,7$  К при  $P \approx 8,9$  ГПа) [11].

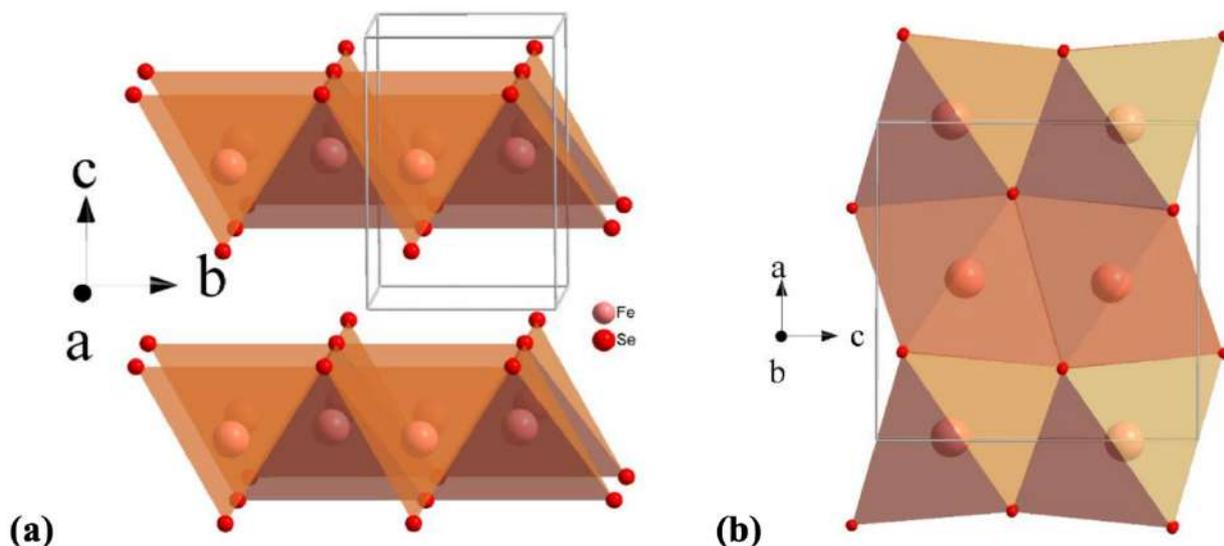


Рисунок 5. Кристаллические структуры FeSe при атмосферном и высоком давлении: (a) тетрагональная структура типа PbO ( $P4/nmm$ ); (b) структура типа MnP ( $Pnma$ ) при высоком давлении [32].

Помимо сверхпроводящей ветви FeSe, в системе Fe–Se присутствуют несверхпроводящие фазы, в частности  $\alpha$ -Fe,  $Fe_7Se_8$ ,  $Fe_3O_4$ , практически во всех известных кристаллах и большинстве керамик и влияют на их свойства [30]. Дефицит Fe или Se в FeSe влияет на электронные и магнитные свойства, а также на сверхпроводящее состояние FeSe [8]. При замене части Se на S или Te критическая температура  $T_c$  увеличивается до 15 К [10]. FeSe допускает легирование щелочными металлами и Tl (обозначим их символом A), образуя соединение  $AFe_2Se_2$  – 122 фаза). Ионы металла встраиваются между блоками  $[Fe_2Se_2]$  и значительно увеличивают концентрацию электронов в системе. Критическая температура при этом повышается. Максимальная  $T_c \sim 31$  К достигнута в  $K_{0.8}Fe_2Se_2$  [8].

### 1.1.2 Сверхпроводящие свойства

На данный момент сверхпроводящие свойства халькогенидов на основе железа активно исследуются по всему миру. Можно точно сказать, что они заметно отличаются от традиционных низкотемпературных металлических сверхпроводников. Прежде всего, это касается максимальной критической температуры перехода, величина которой оказывается намного выше, чем это

следует из общепринятой для низкотемпературных сверхпроводников теории Бардина-Куппера-Шриффера (теория БКШ), описывающей возникновение куперовских пар за счет электрон-фононного взаимодействия: оно оказывается слишком слабо, для того, чтобы обеспечивать температуры перехода выше  $\sim 30$  К [33]. Критическая температура перехода монокристаллов и пленок FS и FST варьируется от 8 К для объемных образцов до 75 К для пленок в один монослой [34].

Селенид железа FeSe принадлежит группе сверхпроводников II-го рода, главной особенностью которых является способность сохранять свои сверхпроводящие свойства в крайне высоких внешних магнитных полях. Начиная с некоторого значения  $H_{c1}$ , внешнее поле начинает проникать в образец в виде магнитных вихрей, так называемых вихрей Абрикосова, каждый из которых соответствует кванту магнитного потока  $\Phi_0 = h/2e$  вплоть до достижения внешним полем величины  $H_{c2}$ , при которой сверхпроводимость разрушается [33]. Таким образом, при величине внешнего магнитного поля в пределах от  $H_{c1}$  до  $H_{c2}$ , в сверхпроводнике образуется решетка вихревых токов, циркулирующих вокруг областей нормальной фазы, размерами порядка длины когерентности  $\xi$  (эффективный размер носителя сверхпроводящего тока - куперовской пары), так называемое смешанное состояние. Вихревой ток, при этом, охватывает область радиуса порядка глубины проникновения магнитного поля  $\lambda$ . Образование вихревой решетки обусловлено отрицательной величиной энергии поверхности границы нормальной и сверхпроводящей фаз: начиная с некоторого момента, увеличение площади такой границы становится энергетически выгодно.

### 1.1.3 Энергия активации вихрей Абрикосова

Как уже было сказано, одной из наиболее характерных особенностей сверхпроводников второго рода является их способность переносить большие транспортные токи в присутствии магнитного поля. Предельное значение, критическая плотность тока, задается балансом двух противоположных сил, действующих перпендикулярно линии магнитного потока: силой пиннинга из-за

пространственных изменений энергии конденсации и силы Лоренца, создаваемой транспортным током. Энергия рассеивается при движении линий потока. Традиционно различают два режима диссипации: «крип магнитного потока», когда доминирует сила пиннинга, и «течение магнитного потока», когда доминирует сила Лоренца, которые описываются моделями сверхпроводящего стекла (Vortex Glass) [24], и моделью стимулированного теплового возбуждения течения магнитного потока — TAFF (Thermally Assisted Flux Flow) [25], соответственно.

Чтобы понять сложное поведение вихрей в селениде железа, изучается эффективная энергия активации ( $U_0$ ) пиннинга вихрей от магнитного поля и температуры. Один из общепринятых методов исследования этой зависимости заключается в измерении резистивного перехода при различных приложенных магнитных полях. Предполагается, что сопротивление высокотемпературных сверхпроводников в области малых значений удельного сопротивления ( $\rho \ll \rho_n$ ) может быть описано законом Аррениуса [35].

#### 1.1.4 Пиннинг

Эффективность пиннинга вихрей в значительной степени определяется типом и пространственными размерами дефектов в решётке сверхпроводника. При анализе центров пиннинга размеры дефектов сопоставляют с характерным масштабом длины когерентности  $\xi$ . В зависимости от размерности выделяют точечные 0D-дефекты, такие как вакансии, примесные атомы и мелкие включения, протяжённые вдоль одного направления 1D-дефекты (дислокации, нано-колонны, «нитевидные» неоднородности), двумерные 2D-дефекты (слоистые или планарные неоднородности) и трёхмерные 3D-дефекты — объёмные частицы. Каждый из этих типов центров по-разному влияет на закрепление вихревых линий и тем самым на величину критического тока плёнки.

Наибольшая плотность закреплённых вихрей достигается в том случае, когда характерный размер дефектов сопоставим с размером вихревого ядра,

задаваемым длиной когерентности  $\xi$ . Поэтому при разработке сверхпроводящих плёнок важной задачей является формирование оптимального «ландшафта» центров пиннинга, включающего комбинацию 0D, 1D, 2D и 3D-дефектов, ориентированных по отношению к направлению внешнего поля. Схематическое изображение возможных типов дефектов, обеспечивающих пиннинг вихрей в ВТСП-плёнках, приведено на рис. 6 [36].

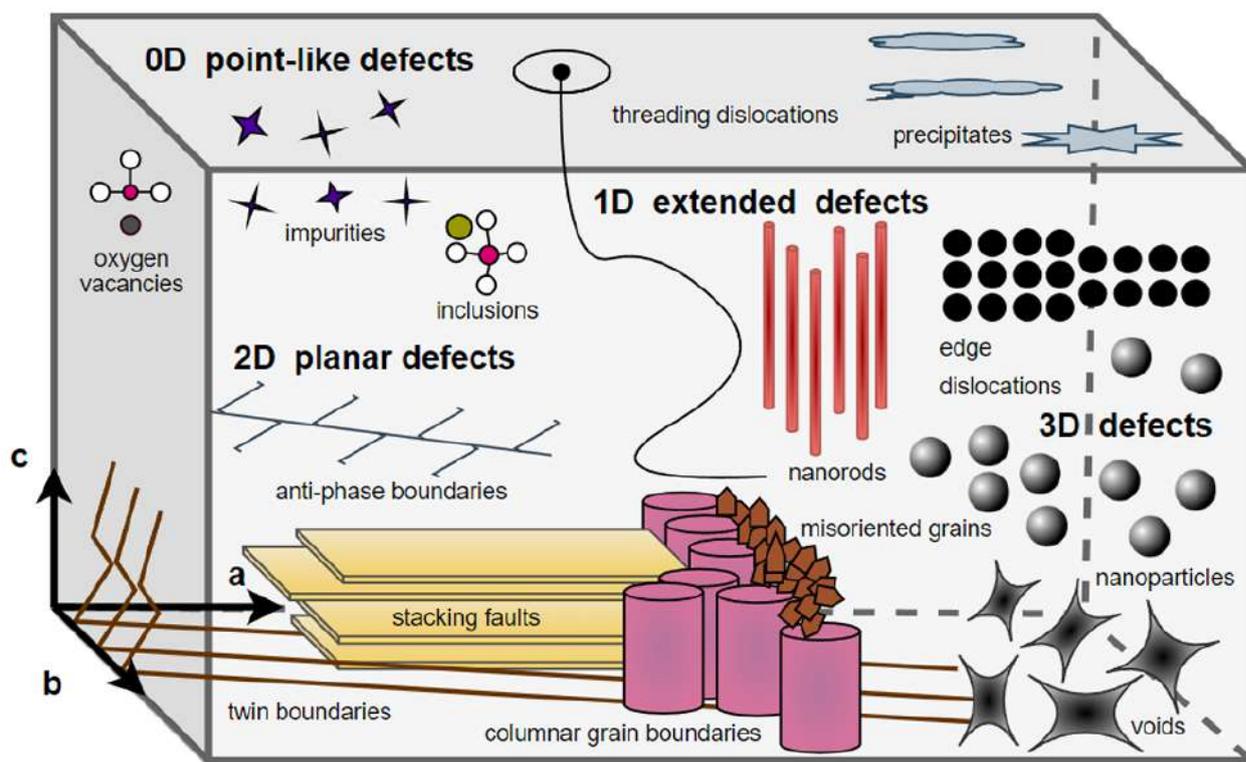


Рисунок 6. Схематический «ландшафт» возможных центров пиннинга вихрей в высокотемпературных сверхпроводящих плёнках: 0D-точечные дефекты, 1D-протяжённые дефекты, 2D-планарные дефекты и 3D-объёмные частицы (по [36]).

Плотность силы пиннинга в сверхпроводниках характеризует, насколько эффективно дефекты в решётке удерживают вихревые линии и препятствуют их дрейфу под действием токов и магнитного поля. Для её определения используют зависимости плотности критического тока от магнитного поля, полагая

$$F_p = j_c(H) \cdot H \quad (1)$$

Для анализа поля и температуры, при которых различные типы центров пиннинга вносят основной вклад, удобно рассматривать нормированную плотность силы пиннинга  $f_p(h) = F_p / F_{p,max}$  как функцию нормированного поля  $h = H / H_{irr}$ . В рамках моделей типа Дью-Хьюза [37]  $f_p(h)$  аппроксимируют выражением

$$f_p(h) = h^p \cdot (1 - h)^q, \quad (2)$$

где параметры  $p$  и  $q$  зависят от характера доминирующих центров пиннинга. Положение максимума  $h_{max}$  и форма кривой  $f_p(h)$  позволяют различать преимущественно точечный, планарный или коррелированный линейный пиннинг.

### 1.1.5 Второе критическое поле, линия необратимости, длины когерентности

К середине 1980-х годов критическая температура перехода  $T_c$  и верхнее критическое поле  $H_{c2}$ , выше которого исчезает сверхпроводимость, рассматривались в качестве основных параметров качества магнитных применений сверхпроводников. В настоящее время показано, что высокие значения  $H_{c2}$  и выраженный пиннинг не являются достаточными критериями для применения в сильных магнитных полях. В реальных приложениях сильных полей основными проводниковыми материалами остаются Nb–Ti и Nb<sub>3</sub>Sn, тогда как в области сверхвысоких полей развиваются гибридные LTS/HTS-конфигурации с использованием REBCO- и Bi-2212-проводников. Тепловые флуктуации ослабляют пиннинг и вызывают плавление твердых вихревых структур, приводя к диссипации значительно ниже  $H_{c2}$ . В результате, сверхпроводник может нести токи без рассеяния только в меньшей части его фазовой диаграммы  $T - H$ , ограниченной так называемым полем необратимости  $H_{irr}(T)$ , при котором  $J_c(H)$  обращается в нуль. При более высоких полях ( $H_{irr} < H < H_{c2}$ ) и купраты, и сверхпроводники на основе железа ведут себя как плохие металлы, и их высокие значения  $H_{c2}$  становятся неактуальными [38]. Тем не

менее, значения  $H_{irr}$  у пленок FST, как правило, выше, чем у  $MgB_2$  и существенно выше, чем у  $Nb-Ti$  (при одинаковом критерии определения  $H_{irr}$ ).

Два основных теоретических подхода используется для интерпретации линии необратимости (Irreversibility line), один из которых заключается в том, что вихри активированы термически. В этом случае обратимое поведение возникает, когда эффекты крипа магнитного потока становятся доминирующими. Другая линия рассуждений предполагает, что при температуре необратимости  $T_{irr}$  происходит фазовый переход [39]. Например, в монокристаллах YBCO были обнаружены три различные фазы вещества: почти совершенная вихревая решетка, неупорядоченное вихревое тело (или вихревое стекло) и вихревая жидкость. Эта довольно сложная фазовая диаграмма была упрощена для сверхпроводников с сильным пиннингом, в которых были обнаружены только вихревое стекло и вихревая жидкость. Эти фазы разделены линией необратимости  $H_{irr}(T)$ .

Поле необратимости  $H_{irr}(T)$ , является наибольшим магнитным полем для применений высокотемпературных сверхпроводников [40]. Пример вихревой фазовой диаграммы FeSe продемонстрирован на Рис. 7.

Для количественного описания анизотропных свойств сверхпроводников принято использовать соотношения теории Гинзбурга–Ландау, связывающие верхнее критическое поле с длинами когерентности. Для поля, перпендикулярного плоскости  $ab$ , величина  $H_{c2\perp}(0)$  выражается через  $\xi_{ab}(0)$  как

$$H_{c2\perp}(0) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}^2(0)}, \quad (3)$$

а для поля, параллельного плоскости  $ab$ ,

$$H_{c2\parallel}(0) = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}(0)\xi_c(0)}, \quad (4)$$

где  $\Phi_0 \approx 2.07 \times 10^{-15}$  Вб – квант магнитного потока,  $\xi_{ab}(0)$  и  $\xi_c(0)$  – длины когерентности в плоскости  $ab$  и вдоль оси  $c$  соответственно. В эксперименте зависимости  $H_{c2}(T)$  обычно строятся для двух ориентаций магнитного поля; в окрестности температуры перехода  $T_c$  они близки к линейным, что позволяет

оценить  $H_{c2}(0)$  по наклону  $dH_{c2}/dT|_{T_c}$  с использованием усечённой формулы Вертхамера–Хельфанда–Хоенберга [41] вида

$$H_{c2}(0) = -0.693 T_c \left. \frac{dH_{c2}}{dT} \right|_{T=T_c}. \quad (5)$$

Подставляя полученные значения  $H_{c2\perp}(0)$  и  $H_{c2\parallel}(0)$  в приведённые выражения, можно найти  $\xi_{ab}(0)$ ,  $\xi_c(0)$  и степень анизотропии  $\gamma = H_{c2\parallel}(0) / H_{c2\perp}(0)$  материала.

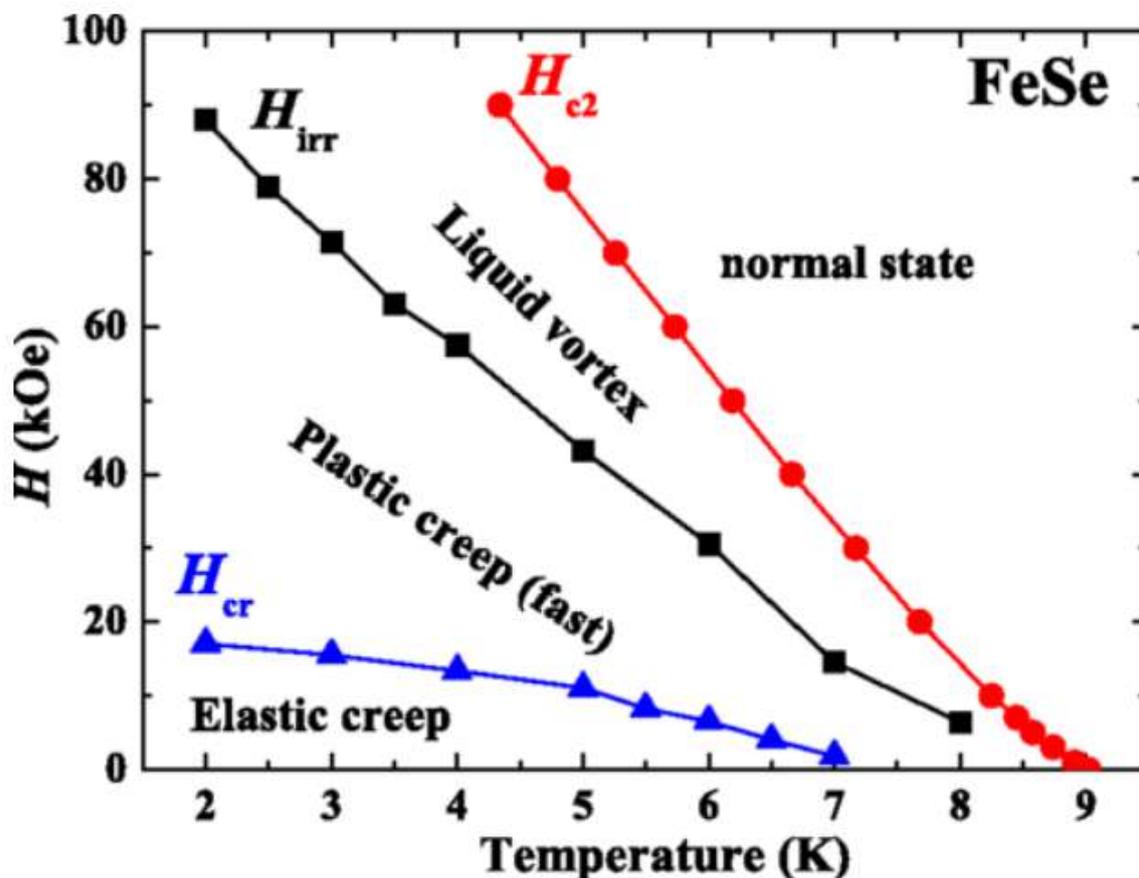


Рисунок 7. Вихревая фазовая диаграмма для монокристалла FeSe при  $H \parallel c$  [42].

### 1.1.6 Квази-двумерные эффекты и переход Березинского–Костерлица–Таулеса в тонких пленках FeSeTe

В последние годы особое внимание уделяется проявлению квази-двумерных эффектов в железосодержащих сверхпроводящих плёнках. Экспериментальные исследования показывают, что в тонких слоях FeSe и FeSeTe наблюдается существенное отклонение сверхпроводящих свойств от объёмного поведения. В частности, отмечается значительное расширение температурного

диапазона перехода в сверхпроводящее состояние, а также заметное влияние толщины плёнки и характера подложки на параметры перехода и морфологию структуры [43, 44]. Для сверхтонких плёнок FeSeTe при уменьшении толщины фиксируется переход к изолирующему состоянию, в то время как сверхпроводимость реализуется только при достижении определённого порогового значения толщины, выше которого происходит полная релаксация растягивающих напряжений в плёнке [44]. Однако, в плёнках моноатомной толщины зарегистрирована наиболее высокое значение критической температуры перехода [34], что является очередной загадкой свойств этого материала.

Ключевым экспериментальным маркером квази-двумерности в железоселенидных плёнках выступает наблюдение перехода Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ) [45], обусловленного формированием и аннигиляцией топологических вихрей в двумерной системе. Анализ температурных зависимостей избыточной проводимости, а также вольт-амперных характеристик в окрестности перехода показывает, что их поведение хорошо описывается двумерной теорией Асламазова–Ларкина и уравнением Гальперина–Нельсона [43, 44]. В частности, в логарифмических координатах фиксируется степенная зависимость напряжения от тока ( $V \propto I^n$ ) с характерным скачкообразным изменением показателя степени  $n$  от 1 к 3 при достижении температуры БКТ-перехода в так называемых чистых системах [43], говорящем о двумерном поведении исследуемого объекта. В реальных FST плёнках скачок размыт и переход может быть найден обработкой зависимости  $R(T, H)$  [44]. Другими индикаторами перехода от 3D к 2D размерности системы являются значительная анизотропия значений  $H_{c2}(0)$  для направлений магнитного поля параллельно и перпендикулярно плоскости  $ab$  структуры и переход от параллельного сдвига точки on-set на зависимости  $R(T, H)$  к уширению перехода из одной точки.

Экспериментальные данные показывают, что температура БКТ-перехода, ширина сверхпроводящего перехода и интенсивность флуктуационных эффектов

существенно зависят от толщины плёнки и внутренних напряжений, связанных как с параметрами осаждения, так и с механическими свойствами подложки [43, 44].

## 1.2 Технология изготовления тонких пленок

Метод импульсного лазерного осаждения (PLD – Pulsed Laser Deposition) зарекомендовал себя как наиболее доступный и эффективный метод синтеза тонких ВТСП пленок. В качестве мишени для осаждения используется объёмный образец ВТСП материала. При взаимодействии мишени с высокоэнергетичным сфокусированным лазерным излучением вещество мишени испаряется, образуя в направлении, перпендикулярном к поверхности мишени, плазменный факел, вместе с разлетающимися твердыми и жидкими частицами вещества. Режим работы, при котором образуется светящийся факел и происходит выброс вещества в виде отдельных жидких и твердых фракций (аэрозоля), называется лазерной абляцией [46].

Подложка напыляемого образца закрепляется в нагреваемом держателе, который устанавливается в нескольких сантиметрах от мишени, при этом находясь в контакте с факелом. В результате, напыленная тонкая пленка имеет химический состав, близкий к мишени. Среди преимуществ PLD, можно отметить сохранение пленкой стехиометрии мишени, низкий уровень загрязнения получаемой пленки.

Метод импульсного лазерного осаждения позволяет относительно легко варьировать экспериментальные параметры, такие как: температура подложки, энергия потока атомов, относительная и абсолютная скорость осаждения атомов для пленок из соединений, а также давление в камере. Как показывает практика, для выращивания ВТСП технология должна отвечать следующим требованиям [47]:

а) должна существовать возможность точно контролировать температуру подложки;

б) Поток осаждаемых атомов должен иметь энергии от 5 до 10 эВ, для обеспечения поверхностной диффузии, нуклеации и достаточного коэффициента прилипания не разрушая образец при этом;

в) атомы многокомпонентного материала должны прибывать на подложку в точно необходимом для данного соединения относительном соотношении;

г) процесс должен происходить при низком давлении ( $<10^{-5}$  мБар), с целью поддержания стехиометрии летучих соединений на нагреваемой подложке, и контроля энергии потока осаждаемых частиц.

Импульсное лазерное осаждение отвечает всем обозначенным критериям.

Метод позволяет легко создавать многослойные структуры и сверхрешетки с ровными, вплоть до атомных масштабов, границами слоев. Все эти преимущества сделали импульсное лазерное осаждение одним из основных методов создания тонких пленок.

### **1.3 Сверхпроводники системы FeSeTe и области применения**

Среди железосодержащих сверхпроводниковых материалов семейство 11 (FeSe и FeSeTe) имеет самую простую структуру, что облегчает фундаментальные и прикладные исследования свойств этого сверхпроводника. Известно большое число работ, посвящённых исследованию свойств тонких плёнок этого семейства на кристаллических подложках (см., например, обзор [48]). В частности, многие из этих работ посвящены фундаментальным исследованиям влияния напряжений, возникающих на интерфейсном слое между кристаллической подложкой и плёнками этого семейства (см., например, [49, 50]), на температуру перехода в сверхпроводящее состояние, которая достигает 16-18 К и выше на подложке CaF<sub>2</sub> при обычном атмосферном давлении [51].

Сверхпроводники на основе железа изучаются и на предмет их потенциала для высокополевых прикладных применений в сильных магнитных полях. Привлекательными моментами являются низкая температура напыления, составляющая около 300 градусов Цельсия вместо 760 градусов у купратных сверхпроводников, напыление в вакууме вместо кислородной среды, отсутствие требований к эпитаксиальности на интерфейсе с подложкой. В этом плане

исследовались плёнки FeSe и FeSeTe, полученные на гибких металлических лентах с буферными слоями [21] и на аморфных стеклянных подложках с промежуточным слоем  $\text{CeO}_2$  и даже без него [53, 54].

При анализе опубликованных данных обращает на себя внимание, что относительно высокие значения температуры перехода, критического магнитного поля и плотности критического тока достигаются при использовании оксида церия в качестве одного из буферных слоев на никель-вольфрамовых лентах [21] и промежуточного слоя  $\text{CeO}_2$  толщиной около 5 нм в плёнках FeSeTe на стеклянной подложке [53, 54] или на бескислородной подложке  $\text{CaF}_2$ .

Действительно, оценка значения верхнего критического поля  $H_{c2}$  в пленках FeSeTe на монокристаллических подложках  $\text{CaF}_2$  достигает 35 Тл [55], а измеренные значения плотности критического тока  $j_c$  находятся на уровне  $3.5 \text{ MA/cm}^2$  в собственном поле при 6 К [56].

После того, как экспериментально было обнаружено, что FST пленки с плотностью критического тока,  $j_c$ ,  $10^5 \text{ A/cm}^2$  в поле 30 Тл при 5 К могут быть получены на металлических гибких подложках с одним буферным слоем  $\text{CeO}_2$  [13] и на аморфных диэлектрических подложках без каких-либо буферных слоев [53, 54] возросла актуальность исследований характеристик пленок, получаемых на различных подложках [16, 21] с целью значительного упрощения конструкции сверхпроводящих проводов и удешевления их производства.

При этом в исследовательском плане наиболее актуально получение FST пленок на длинномерных гибких диэлектрических подложках – для прототипов сверхпроводящих проводов 3-го поколения, позволяющих снизить диссипацию передаваемой энергии по сравнению с проводами на металлической подложке. Однако, такие подложки являются аморфными, что осложняет процессы получения качественных пленок. Как уже говорилось, сложность решения этой задачи обусловлена как большой разницей коэффициентов термического расширения пленок и аморфных подложек, достигающей 20 раз для купратных сверхпроводников  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  (YBCO), так и разницей температур размягчения таких подложек и температуры осаждения сверхпроводящих пленок [59].

Например, предпринятые многократные попытки получения пленок YBCO на аморфном кварце с платиновым буфером обычно заканчивались растрескиванием пленки, а в случае успеха - получением пленки без трещин с полным переходом в сверхпроводящее состояние около 9 К вместо типичных 90 К [60].

Как отмечено выше, FeSeTe-плёнки на кристаллических подложках демонстрируют рекордные значения верхнего критического поля и плотности критического тока при низкой анизотропии, в то время как публикации об успешном получении плёнок на аморфных подложках остаются единичными. Отсутствие эпитаксии, недостаточно изученные механизмы роста и значительные различия в коэффициентах термического расширения между плёнкой и подложкой осложняют достижение высоких сверхпроводящих характеристик в таких системах. Вместе с тем, как следует из приведённого анализа, прямой рост FeSeTe-плёнок на аморфных диэлектриках при относительно низких температурах в вакууме значительно упрощает технологию и может способствовать развитию сверхпроводящих проводников нового поколения. В связи с этим, настоящая работа направлена на экспериментальное исследование структуры, морфологии и сверхпроводящих свойств FeSeTe-плёнок, полученных методом импульсно-лазерного осаждения непосредственно на аморфные стеклянные подложки, а также на определение их ключевых сверхпроводящих параметров.

## Глава 2. Эксперимент

### 2.1 Подготовка мишеней и подложек

Поликристаллические мишени FeSeTe были получены из элементов в вакуумированных ампулах из кварцевого стекла при 450 °С с последующим прессованием полученного порошка под нагрузкой две тонны в таблетки диаметром 10 мм и высотой 8 мм, при одном промежуточном перетирании [61]. Мишени FeSeTe могут демонстрировать значительную нестабильность при пребывании на воздухе. Влияние кислорода и влаги может вызывать химические реакции с компонентами мишени, что приводит к ухудшению её структурных и электрических свойств. Эти реакции могут изменять фазовый состав материала и разрушать его сверхпроводящие свойства, что, в свою очередь, делает такие мишени менее пригодными для воспроизводимых экспериментов. Для оценки стабильности используемой в эксперименте мишени FeSeTe в условиях неизбежного контакта её с воздухом при смене подложек в камере и техническом обслуживании установки были проведены замеры зависимости температуры её сверхпроводящего перехода. Эти замеры показали, что критическая температура находилась на уровне 14 К в течение 50 дней в пределах погрешности измерительного прибора ( $\approx 1$  К), хотя переход незначительно размывался, что указывает, в целом, на хорошее качество материала мишени.

Рентгенофазовый анализ вещества мишени был выполнен на дифрактометре Empyrean в излучении Cu. Дифрактограмма мишени приведена на Рис. 8. По данным полнопрофильного анализа, фазовый состав мишени: 97% FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>, 3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; параметры ячейки FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>:  $a = 3,797 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,975 \text{ \AA}$  [26], что совпадает с известными данными для близкого по композиции соединения FeSe<sub>0.44</sub>Te<sub>0.56</sub> [62].

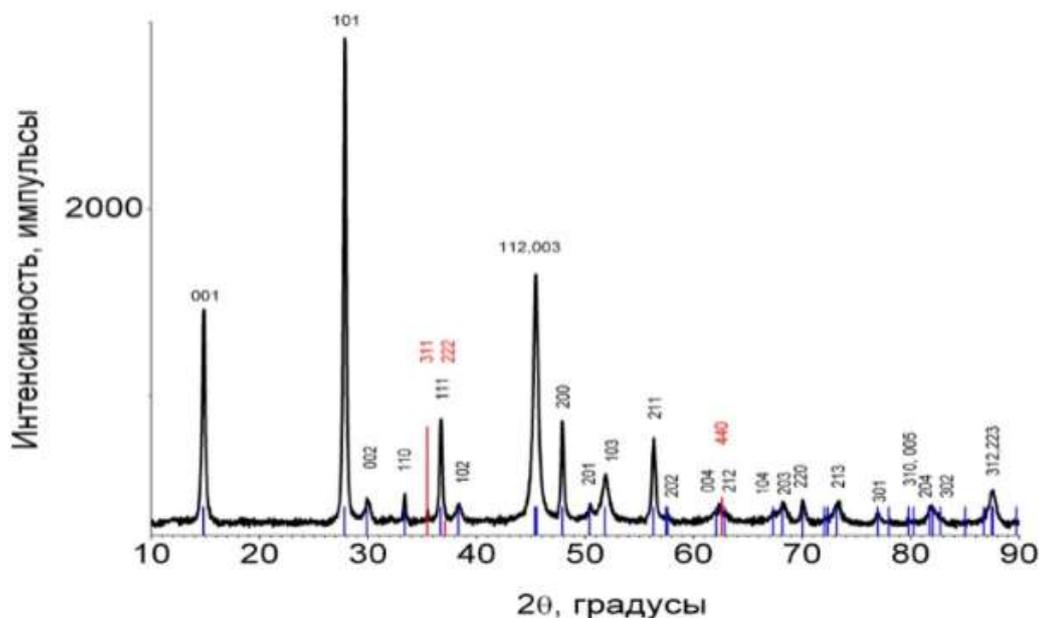


Рисунок 8. Дифрактограмма мишени (черные пики), излучение Cu K- $\alpha$ . Фазовый состав мишени: 97% FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> (синие пики), 3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (красные пики). Параметры ячейки FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>:  $a = 3,797 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,975 \text{ \AA}$  [26].

В качестве аморфной подложки в эксперименте использовалось стекло, состав которого включает следующие компоненты: SiO<sub>2</sub> — 69,49%, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — 11,93%, Na<sub>2</sub>O — 10,33%, K<sub>2</sub>O — 6,25%, и CeO<sub>2</sub> — 2,0%, известное под названием К-208. Одним из ключевых условий для успешного осаждения тонких пленок является соответствие коэффициентов термического расширения (КТР) подложки и самой пленки. Для обеспечения стабильности и предотвращения возникновения напряжений и дефектов в пленке, важно, чтобы КТР подложки был близок к КТР пленки. Коэффициент термического расширения выбранного аморфного стекла составляет примерно  $(7 \div 8) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [25]. Этот показатель попадает по порядку величины в диапазон известных значений КТР для материалов семейства FeSe, которые обычно варьируются от 1 до  $10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [63] в температурном диапазоне от 1 до 300 К. Таким образом, КТР выбранного стекла достаточно близок к КТР пленок FeSeTe, что допускает его пригодность в качестве подложки для осаждения тонких пленок данного материала.

Для подтверждения аморфной природы стекла был проведён рентгеноструктурный анализ, результаты которого подтвердили отсутствие

кристаллических включений и характерное аморфное состояние материала. Результаты представлены на рис. 9. Эти данные свидетельствуют о том, что подложка обладает однородными физико-химическими свойствами, что необходимо для данной задачи.

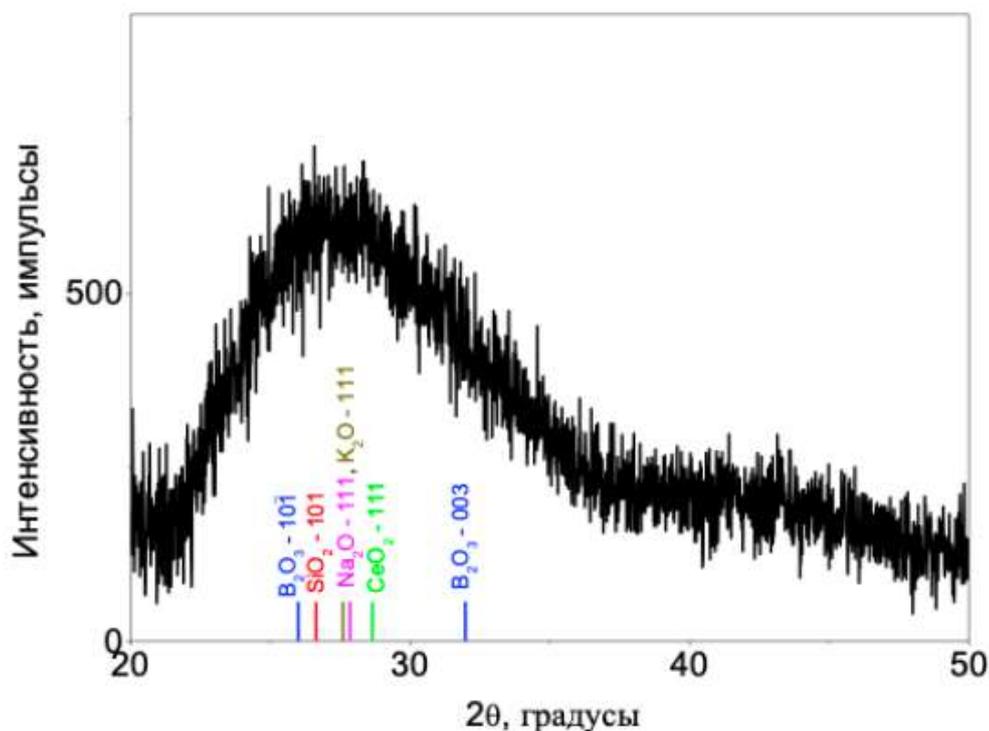


Рисунок 9. Рентгеноструктурный анализ подложки К-208. Излучение Cu K-α. На графике указано местоположение первых пиков от соединений, на основе которых изготовлено стекло [26].

## 2.2. Метод получения пленок

В данной работе для напыления тонких пленок использовался метод лазерной абляции — метод испарения вещества с поверхности лазерным импульсом. В нашей работе использовались две вакуумные камеры и один лазер.

В первой камере ранее напылялись сверхпроводники YBCO, диэлектрики и металлы, в нашем случае - Ag. Поскольку осаждение железосодержащих сверхпроводников и оксидных YBCO невозможно в одной камере в силу сильного загрязнения всей камеры первыми, была разработана и создана новая вакуумная камера (рис. 10, 11, 12) под процесс осаждения селенида железа. Основное отличие от камеры для нанесения оксидных купратов YBCO (рис. 13)

заключается в отказе от использования зеркала и диафрагмы, что позволило добиться большей плотности энергии, также был произведен тщательный подбор материалов более высокого качества с целью улучшения качества и чистоты процесса абляции. Также был уменьшен объем камеры, что значительно сократило время откачки с атмосферного до рабочего давления. Были рассчитаны параметры, необходимые для получения максимальной плотности энергии лазера на мишени. По этим параметрам была изготовлена новая фокусирующая линза.

Экспериментальная установка для осаждения тонких пленок методом лазерной абляции аналогична любой другой конструкции физического осаждения из паровой фазы. Схема экспериментальной установки представлена на рис. 10. Данная установка состоит из эксимерного KrF лазера (Lambda Physik LPX205i, длина волны 248 нм), диафрагмы и фокусирующей линзы, стоящих на оптической оси лазера, и вакуумной камеры, внутри которой расположены держатель мишени, оборудованный вращательным двигателем, инфракрасный нагреватель с термопарой хромель-алюминий, спай которой находится в непосредственной близости с местом крепления подложек, и держатель образцов. Плоскости мишени и подложки параллельны друг другу и отклонены на  $45^\circ$  от направления лазерного луча. Расстояние между мишенью и подложкой может варьироваться в диапазоне от 40 до 70 мм.

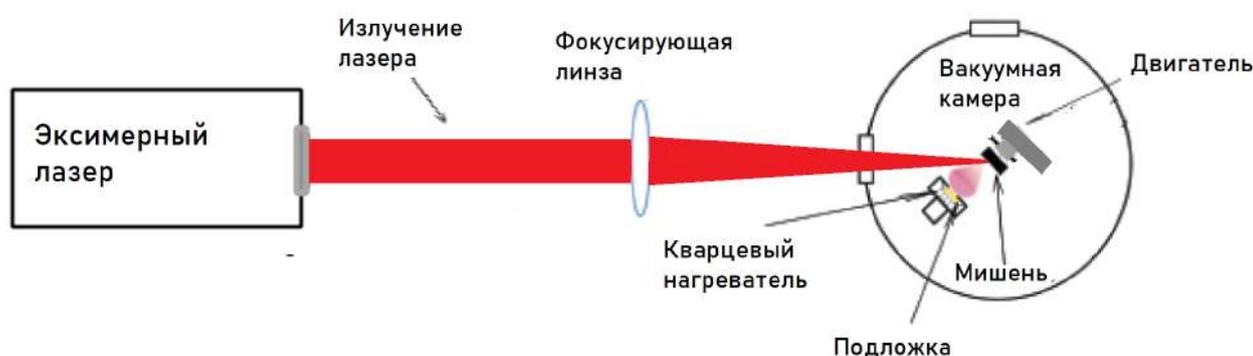


Рисунок 10. Схема разработанной установки для импульсно-лазерного осаждения железосодержащих сверхпроводников.



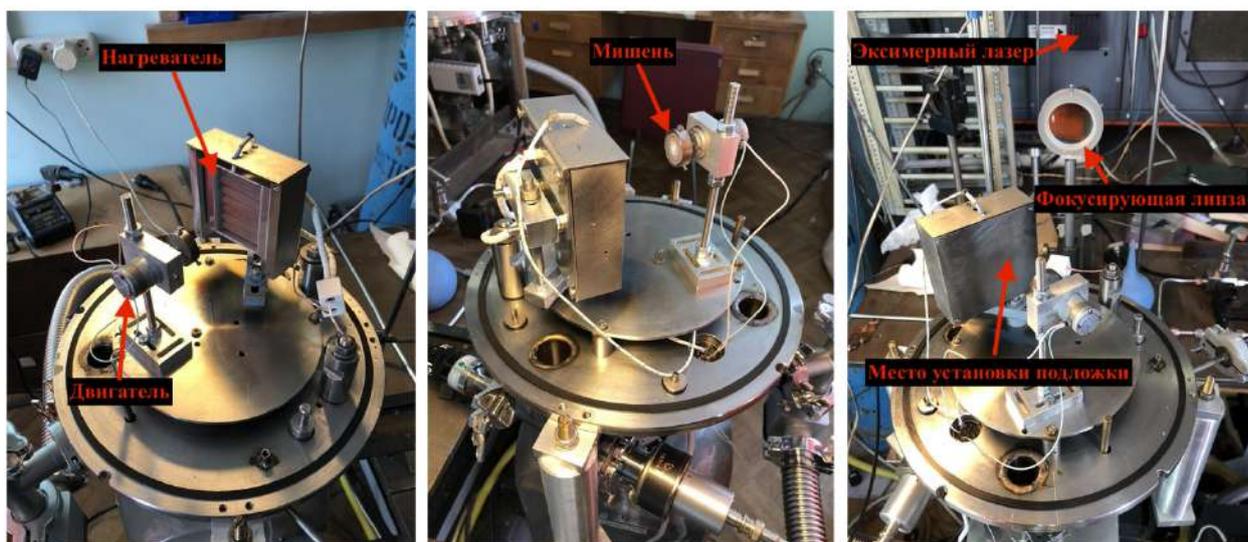


Рисунок 12. Вакуумная камера для импульсно-лазерного осаждения железосодержащих сверхпроводников.

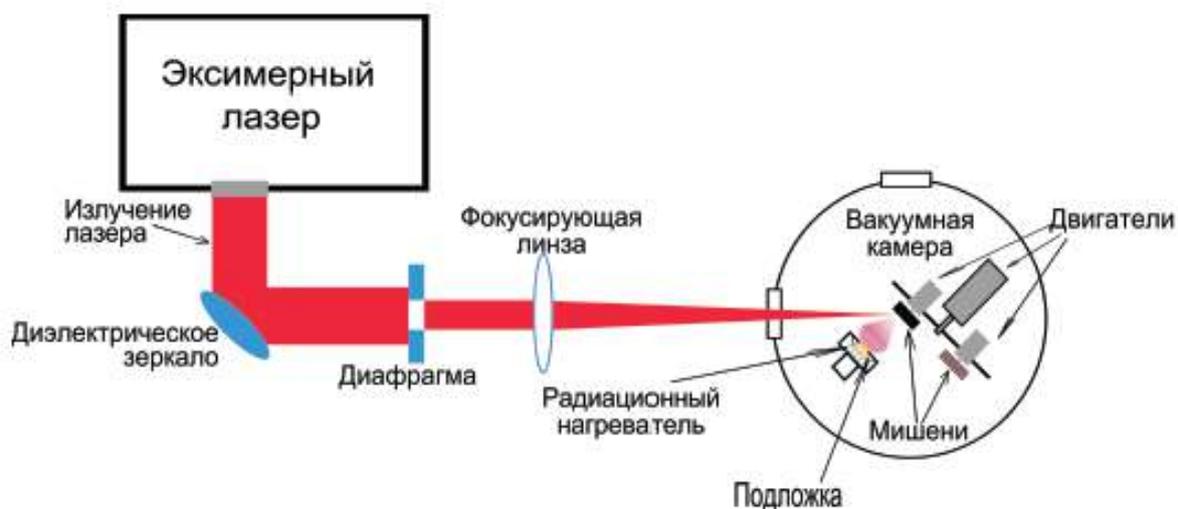


Рисунок 13. Схема установки для импульсно-лазерного осаждения YBCO.

Установка отвечает следующим требованиям:

- Дистанционное управление вращением мишени
- Поддержание вакуума в камере не ниже  $10^{-5}$  мБар
- Дистанционное управление мощностью нагрева/охлаждения и контроль температуры по термопаре/с помощью пирометра через обзорное окно

- Поддержание постоянной энергии лазерного излучения  $\sim 200$  мДж
- Юстировка оптической схемы
- Возможность регулирования положения мишени, подложек

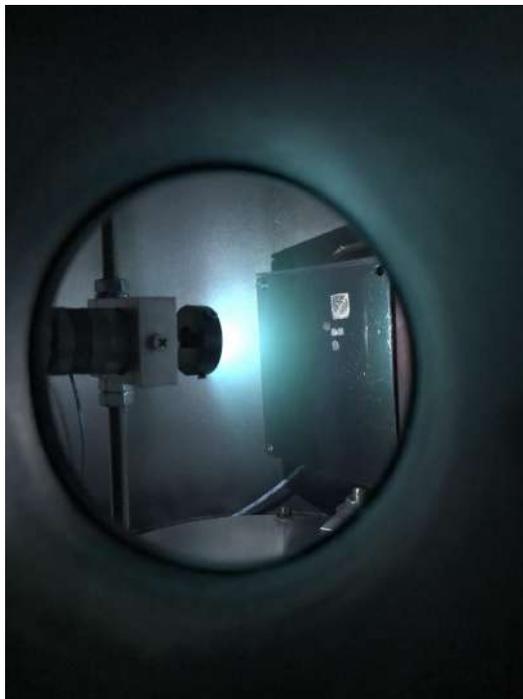


Рисунок 14. Фото в процессе осаждения FeSeTe.

В эксперименте для осаждения тонких пленок FeSeTe использовался метод лазерной абляции со следующими экспериментально подобранными оптимальными параметрами: расстояние мишень-подложка 40 мм, плотность энергии лазерного излучения на мишени около  $2 \text{ Дж/см}^2$ , давление в камере  $1,7 \times 10^{-5}$  мбар, температура подложки  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ , частота следования импульсов 3 Гц, общее количество импульсов 10 800. Толщина полученной пленки при этом составила 120 нм, что соответствует скорости напыления около 0,01 нм/импульс.

### **2.2.1. Технологическая последовательность подготовки подложек и осаждения пленок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на стекло К-208**

Для повышения воспроизводимости процесса осаждения пленок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на аморфные подложки К-208 в работе использовалась фиксированная технологическая последовательность операций, включающая

подготовку подложек, подготовку мишени, вакуумно-термическую подготовку системы, осаждение пленки и нанесение защитного металлического слоя. Применение регламентированной последовательности операций позволило снизить разброс характеристик образцов между сериями и обеспечить корректное сопоставление результатов структурных и электрофизических измерений.

Подложки из стекла К-208 вырезались на скрайбере из исходных пластин размером 50x40 мм. В зависимости от последующих измерений использовались подложки двух типоразмеров: 10x10 мм<sup>2</sup> (для рентгеноструктурных исследований, части транспортных измерений и изготовления микромостиков) и 4x4 мм<sup>2</sup> (для бесконтактных измерений критического тока). После механической подготовки подложек выполнялась их многостадийная очистка.

Процедура очистки включала предварительную механическую очистку поверхности с использованием ацетона, далее - ультразвуковую обработку в ацетоне в течение 5 мин, затем ультразвуковую обработку в изопропиловом спирте в течение 5 мин и последующую промывку в деионизированной воде. Сушка подложек осуществлялась центрифугированием. Такая последовательность подготовки использовалась для удаления органических загрязнений и частиц с поверхности стекла перед вакуумным осаждением. После завершения процедуры очистки поверхность каждой подложки контролировалась с помощью оптического микроскопа на предмет наличия загрязнений и твердых частиц.

Подготовленные подложки устанавливались на металлический держатель с использованием серебряной пасты, обеспечивающей надежный тепловой контакт и более стабильную терморегуляцию подложки в процессе нагрева и осаждения. Между сериями оснастка и держатель подвергались механической очистке с последующей обработкой спиртом, что уменьшало риск загрязнения камеры и перекрестного переноса материала между экспериментальными сериями.

Перед началом осаждения поверхность мишени  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  подготавливалась механической зачисткой до получения визуально однородной поверхности. В процессе осаждения мишень вращалась для повышения равномерности абляции и снижения локальной выработки поверхности мишени. Дополнительно перед нанесением пленки проводилась предабляция мишени без установленного образца. Эта операция применялась для удаления поверхностного слоя мишени, измененного при хранении на воздухе, и для выхода процесса абляции на стационарный режим.

После загрузки подложек в камеру сначала выполнялась предварительная откачка при комнатной температуре в течение около 5 ч до достижения рабочего вакуума. После этого включался нагрев: выход на рабочую температуру  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  осуществлялся в течение примерно 2 ч, затем выполнялась термостабилизация при этой температуре в течение 4 часов. Давление  $1.7 \times 10^{-5}$  мбар, указанное в параметрах процесса (табл. 1), соответствовало состоянию камеры после прогрева подложки при рабочей температуре. Осаждение пленок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  проводилось без напуска рабочего газа, в вакууме.

На этапе осаждения параметры лазерного излучения поддерживались в соответствии с оптимизированным режимом (табл. 1), при этом энергия лазерного импульса контролировалась в ходе всего процесса и удерживалась в пределах отклонения не более 2 процентов по мощности. Расстояние мишень-подложка 40 мм использовалось как результат предварительной оптимизации режима роста. Для одной экспериментальной серии обычно изготавливалось от 2 до 4 образцов на стекле К-208, а также контрольный образец-свидетель на кристаллической подложке ( $\text{CaF}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (r-cut)).

После завершения осаждения пленки  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  выполнялось контролируемое охлаждение образцов в вакууме в течение около 6 ч до комнатной температуры. Охлаждение проводилось без разгерметизации камеры, при остаточном давлении не хуже рабочего (к концу охлаждения давление, как правило, дополнительно снижалось до области высоковакуумных значений

порядка  $10^{-6}$  мбар). Такой режим уменьшал вероятность окисления и термического растрескивания пленок при охлаждении.

В связи с тем, что тонкие пленки FeSeTe подвержены деградации при контакте с воздухом, для защиты и стабилизации сверхпроводящих свойств пленки при переносах на измерительное оборудование в камере для YBCO, показанной на рис. 13 наносился слой серебра толщиной 50 нм. Нанесение серебра выполнялось после переноса образца в другую камеру (временной интервал между выгрузкой и загрузкой составлял порядка 5 мин), на всю поверхность образца. Параметры осаждения Ag приведены в табл. 1 и соответствовали тем же вакуумным условиям и тому же расстоянию мишень-подложка, что и при осаждении FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>.

Параметры каждой серии (времена операций, режимы осаждения, нумерация образцов и сопутствующие технологические замечания) фиксировались в электронной таблице технологического журнала. Такой формат регистрации параметров использовался для контроля воспроизводимости и последующего сопоставления технологических условий с результатами структурных и электрофизических измерений. Визуальный контроль качества пленок после осаждения включал оценку сплошности, отсутствия выраженного растрескивания и отслоения; случаи визуального брака наблюдались редко.

Таблица 1. Оптимальный режим напыления пленок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на подложки К-208.

Материал подложки	Мишень	T <sub>осж</sub> , °C	E <sub>осж</sub> , мДж	F <sub>изл</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	N <sub>имп</sub>	f, Гц	d <sub>пленки</sub> , нм
К-208	FeSe <sub>0.5</sub> Te <sub>0.5</sub>	300	200	2	10800	3	120
	Ag	100	200	2	6000	6	50

### 2.3. Методы исследования пленок

Для измерения электродинамических характеристик образцов использовалась измерительная установка Quantum Design PPMS (Physical Property Measurement System) с применением четырёхточечного метода. Часть образцов измерялась непосредственно в виде исходных плёнок, а для более детального анализа на некоторых образцах с помощью оптической литографии и последующего травления ионами аргона были изготовлены микромостики длиной 100 мкм и шириной 20 мкм (рис. 15). Для этих микромостиков зависимость вольт-амперных характеристик от температуры и магнитного поля определялась с использованием контактных электрических измерений на установке PPMS. Для реализации четырёхточечной схемы измерений микромостик закреплялся на специально изготовленной печатной плате с контактными площадками для токовых и потенциальных выводов; ультразвуковая сварка алюминиевых проволочных выводов к площадкам микромостика и платы выполнялась на установке West Bond Model 7476E (рис. 16).

Измерения проводились в стандартной четырёхконтактной геометрии с отдельными токовыми и потенциальными контактами.

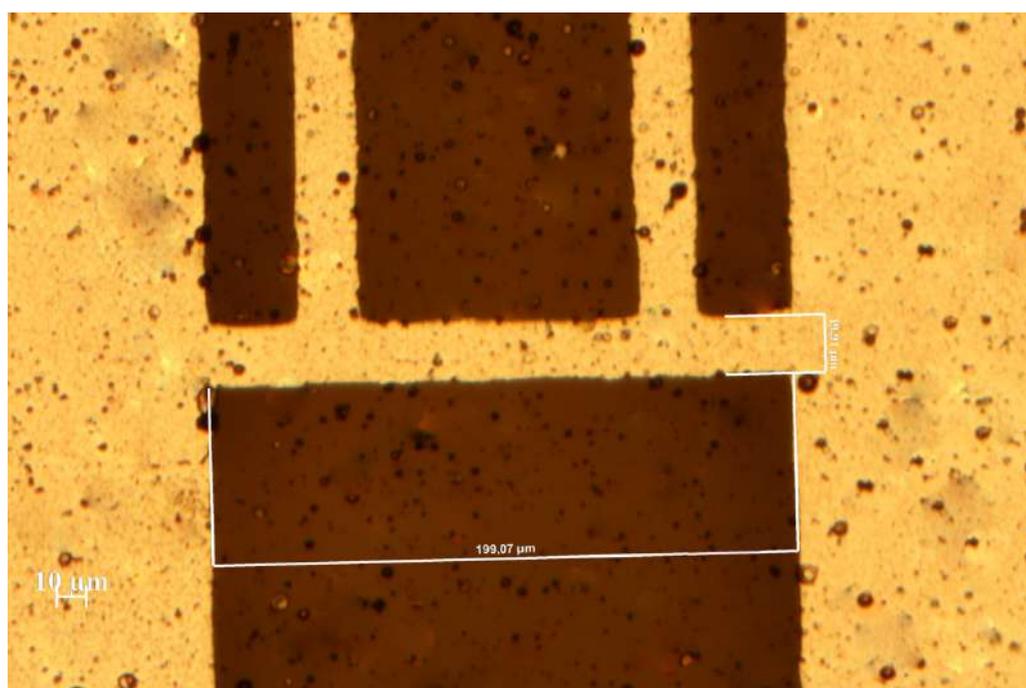


Рисунок 15. Фотография микромостика в оптическом микроскопе.

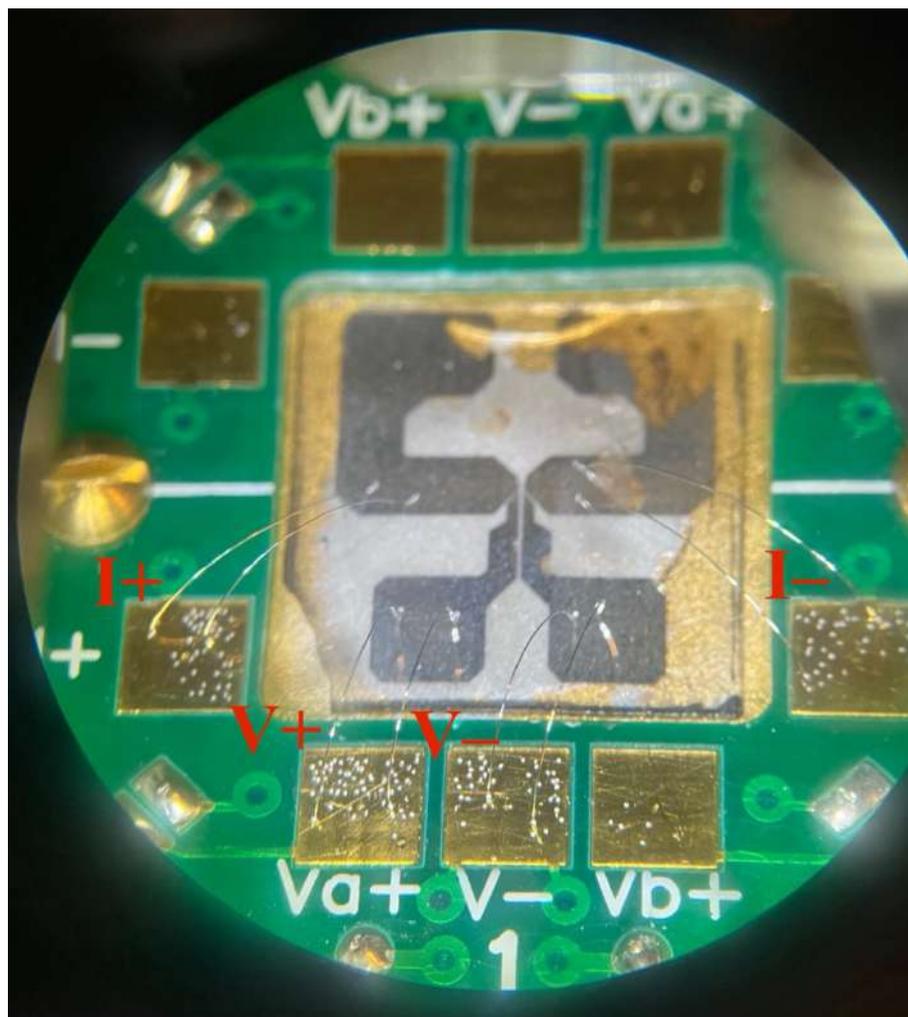


Рисунок 16. Фотография образца в держателе PPMS после разварки контактных площадок.

Помимо контактных электрических измерений на микромостиках, плотность критического тока дополнительно определялась бесконтактным методом по размаху гистерезиса петель намагниченности плёночных образцов. Магнитометрические измерения выполнялись на системе Quantum Design PPMS–9 с использованием встроенного вибрационного магнитометра (VSM) при развёртке магнитного поля со скоростью 100 Э/с в поле до 100 кЭ, а также на установке MPMS (СКВИД-магнитометра) в магнитном поле до 100 Эрстед. По ширине петель намагниченности  $\Delta M(H)$  в рамках модели Бина для тонких плёнок оценивались значения плотности критического тока  $J_c(H)$ , которые затем сопоставлялись с результатами контактных транспортных измерений.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) пленочных образцов FeSeTe на аморфных стеклянных подложках был выполнен на дифрактометре Empyrean PANalytical в излучении CoK $\alpha$ . Микроструктура образца была исследована методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на приборе TESKAN MIRA с приставкой для микроанализа Ultim MAX.

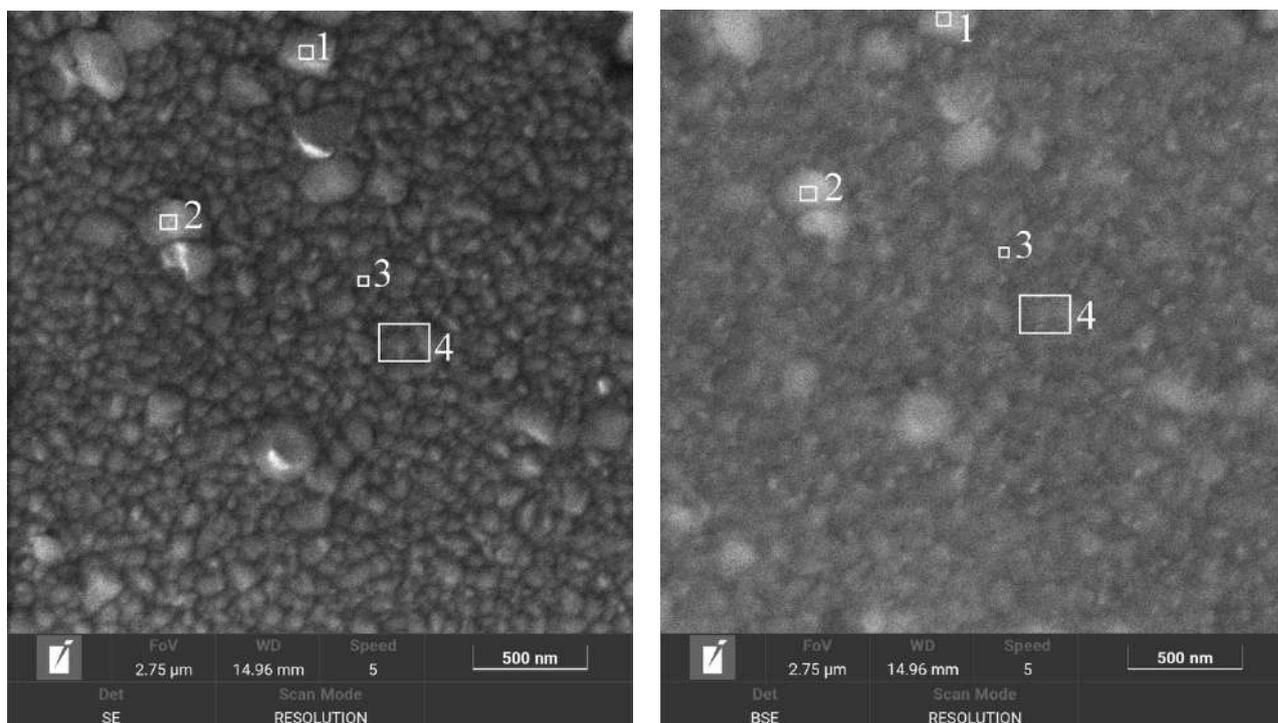
Морфология поверхности полученных пленок FeSeTe была исследована на разных участках снимками на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) TESKAN MIRA с приставкой для рентгеновского микроанализа Ultim Max Oxford Instruments и прописями на сканирующих зондовых микроскопах Solver Next и AIST-NT с разным увеличением.

Для контроля стехиометрического состава пленок на разном расстоянии от интерфейса с подложкой использовалась рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС). Рентгеновские фотоэлектронные спектры были получены с помощью модуля электронно-ионной спектроскопии на базе платформы «Нанофаб 25» (НТ-МДТ). Для снятия верхних слоев исходной пленки при исследованиях распределения химического состава по глубине проводилось распыление ее поверхности. Распыление пленок проводилось в аналитической камере пучками ионов аргона под углом 70°, отсчитанным от нормали к поверхности, с энергией 500, 1000, 3000 эВ. Рентгеновские фотоэлектронные спектры от пленок записывались до и после каждого этапа ионного воздействия.

## Глава 3. Исследование характеристик полученных пленок

### 3.1. Структурные и морфологические характеристики

Морфология поверхности полученных плёнок FeSeTe в данной работе исследовалась на разных участках с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) TESCAN MIRA с приставкой для рентгеновского микроанализа Ultim Max (Oxford Instruments) и сканирующих зондовых микроскопов Solver Next и AIST-NT с различным увеличением. На рисунках 17(а) и 17(б) представлены снимки участков поверхности плёнки FST толщиной 120 нм в двух режимах формирования изображения: в режиме SE (вторичные электроны) контраст формируется за счёт рельефа поверхности, в режиме BSE (обратно-отражённые электроны) – за счёт рельефа и элементного состава. Из микрофотографий СЭМ видно, что плёнка FeSeTe, нанесённая на стекло К-208, однородна и плотна. На рисунке 17(а) размер зёрен составляет в основном от 30 до 100 нм с редкими включениями гранул порядка 200 нм. Результаты энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) подтвердили, что химический состав плёнки близок к номинальному  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ , а пространственные флуктуации содержания элементов на поверхности не превышают ~5 %. Такая однородность и стабильность состава являются важными условиями для формирования устойчивых сверхпроводящих свойств. Элементный состав плёнки по результатам ЭДС на отмеченных участках 1, 2, 3, 4 приведён в таблице 2 [28].



(a)

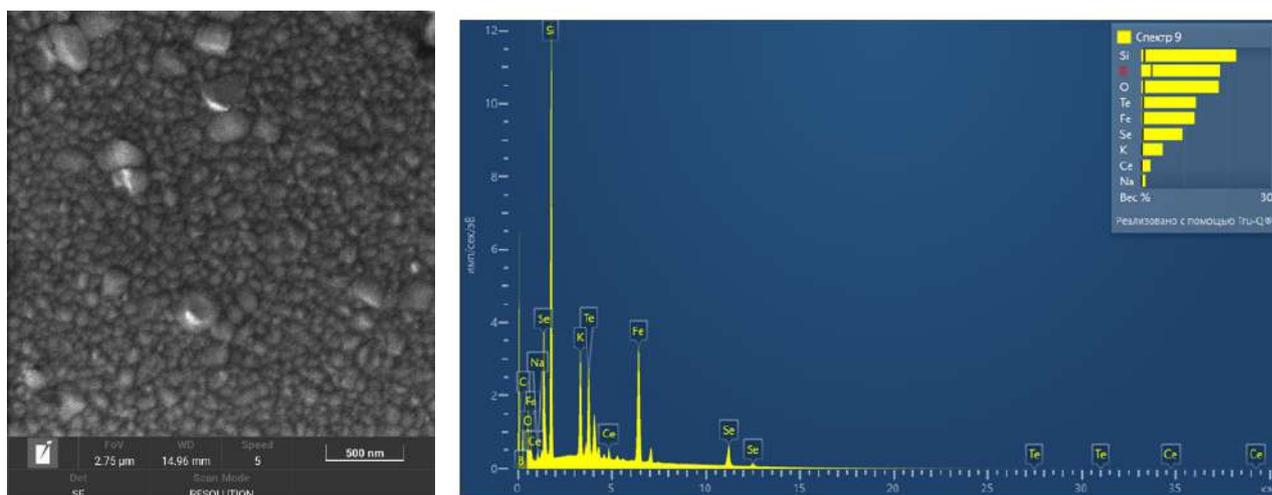
(б)

Рисунок 17. Фотография участков поверхности пленки FST и мест спектрального анализа фазового состава пленки. Режим SE – (а), режим BSE – (б) [28]

Таблица 2. Результаты микроанализа элементного состава пленки [28].

Элемент	Участок 1 Ат. %	Участок 2 Ат. %	Участок 3 Ат. %	Участок 4 Ат. %
Fe	50.1	50.5	50.0	50.0
Se	27.1	26.5	27.1	27.2
Te	22.8	23.0	22.9	22.7

На рисунках 18(а, б) показаны поверхность участка пленки и полный спектр возбуждаемого характеристического излучения пленки на подложке К-208. На рисунке 18(а) можно видеть, что размер зерен FeSeTe пленки составляет, в основном, от 30 до 100 нм с редкими включениями гранул с размером порядка 200 нм. На рисунке 18(б) помимо линий от элементов пленки видны линии, соответствующие составу подложки.

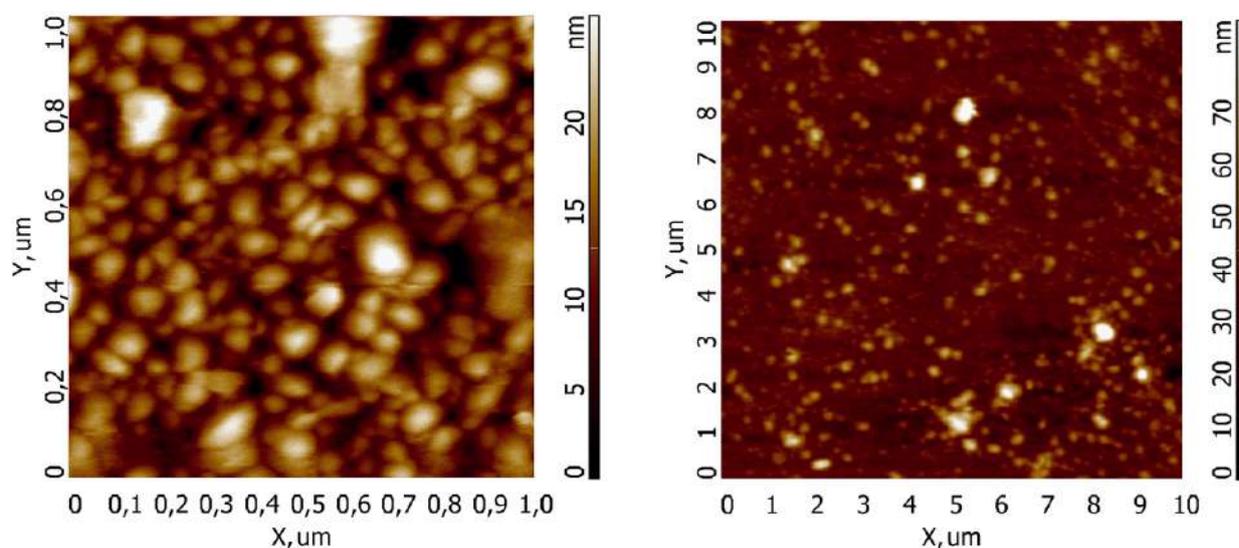


(а)

(б)

Рисунок 18. Фотография поверхности пленки – (а) и полный спектр возбуждаемого характеристического излучения пленки на подложке – (б).

На рисунках 19(а) и 19(б), 20 приведены типичные результаты измерений на сканирующих зондовых микроскопах, обработка которых показывает, что среднеквадратичные значения высот выростов на поверхности пленки составляют  $4 \div 6$  нм в поле  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup> и  $7 \div 10$  нм в поле  $10 \times 10$  мкм<sup>2</sup> [28].



(а)

(б)

Рисунок 19. Изображение поверхности пленки на сканирующем зондовом микроскопе в поле  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup> – (а) и в поле  $10 \times 10$  мкм<sup>2</sup> – (б) [28].

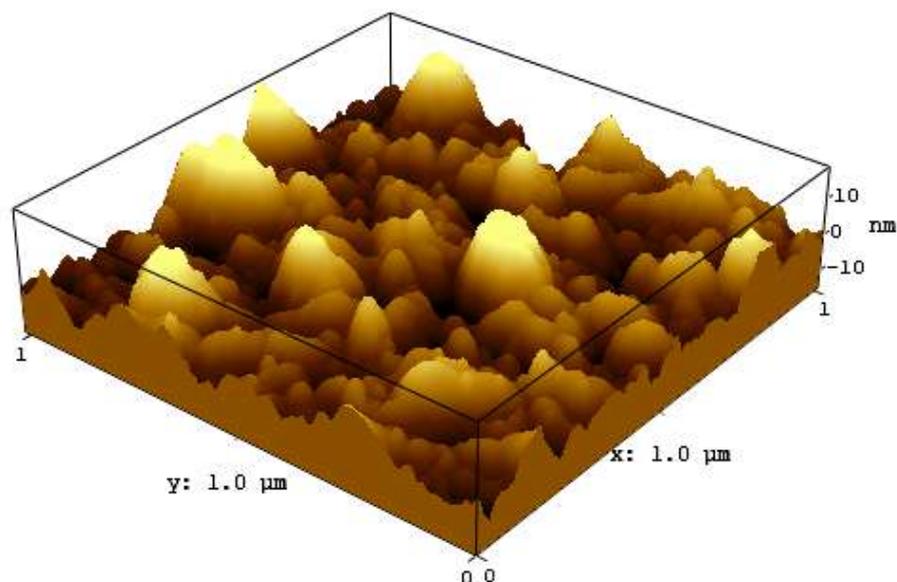


Рисунок 20. Трёхмерная визуализация рельефа поверхности плёнки FeSeTe толщиной 120 нм, полученная методом атомно-силовой микроскопии при размере сканируемой области  $1 \times 1 \text{ мкм}^2$

В предыдущих разделах основное внимание уделялось анализу плёнок FeSeTe толщиной 120 нм, поскольку именно эта толщина была определена в ходе предварительных исследований как оптимальная для достижения максимальных значений критической температуры перехода. Однако, для оценки влияния толщины на структурные и морфологические свойства, дополнительно были исследованы плёнки с толщиной 40 нм. Такой подход позволяет выявить возможные эффекты размерной зависимости при формировании текстуры и морфологической структуры, а также более детально проследить эволюцию кристаллохимических параметров по мере уменьшения толщины плёнки.

Дифрактограммы нелитографированных образцов толщиной 40 нм и 120 нм приведены на рис. 21. Толщина пленок измерялась по снимку слома образца на сканирующем электронном микроскопе при угле наблюдения 70 градусов. Дифрактограммы показывают, что в обеих пленках сформировалась текстура (001). Параметры элементарной ячейки фазы  $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$  были определены с

помощью полнопрофильного анализа и составляют для образца толщиной 120 нм:  $a = 3.80 \text{ \AA}$ ,  $c = 6.05 \text{ \AA}$ ; для образца толщиной 40 нм:  $a = 3.75 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.98 \text{ \AA}$  [27].

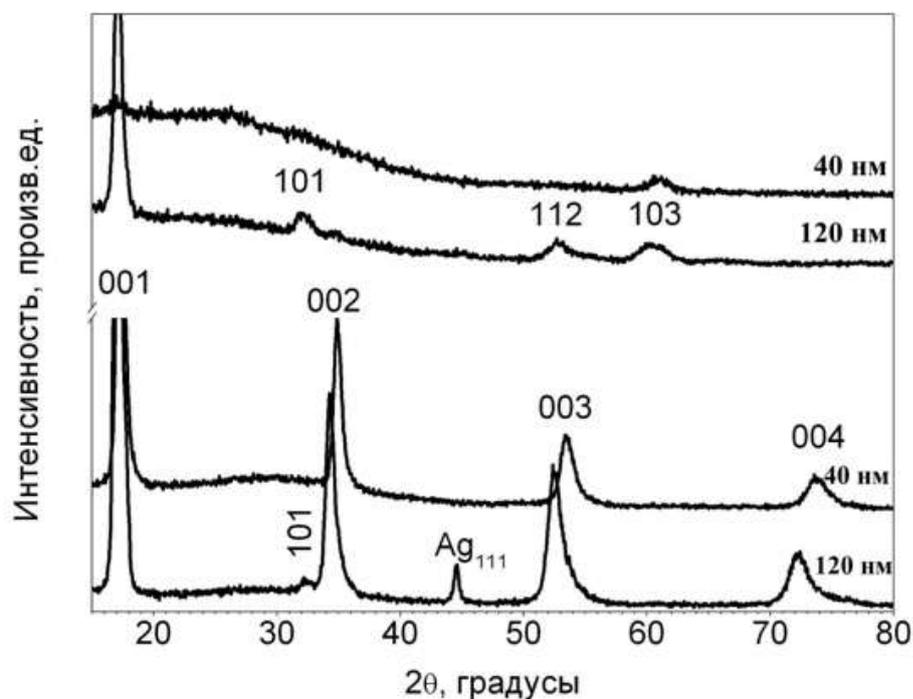


Рисунок 21. Рентгеновские дифрактограммы образцов толщиной 40 нм и 120 нм, две верхние дифрактограммы измерены в геометрии скользящего падения, угол между первичным пучком и плоскостью образца –  $1^\circ$ , две нижние – в симметричной геометрии [27].

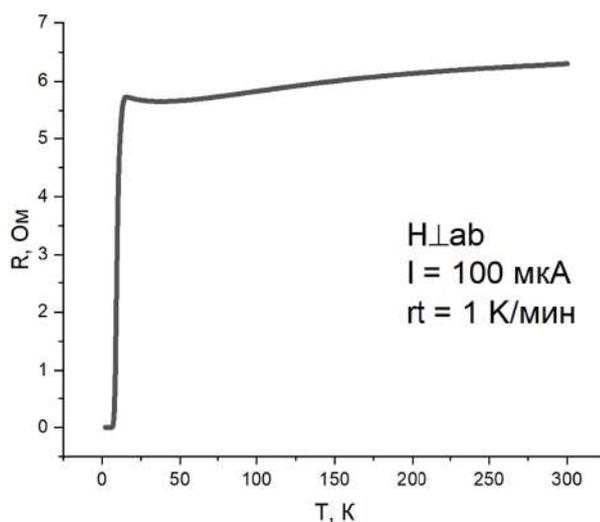
### 3.2. Электрофизические характеристики пленок

Как было изложено ранее, для измерения зависимостей основных электродинамических характеристик получаемых пленок контактными электрическими измерениями на тонкопленочной структуре, на некоторых образцах методом оптической литографии с последующим травлением ионами аргона был изготовлен микромостик длиной 100 мкм и шириной 20 мкм.

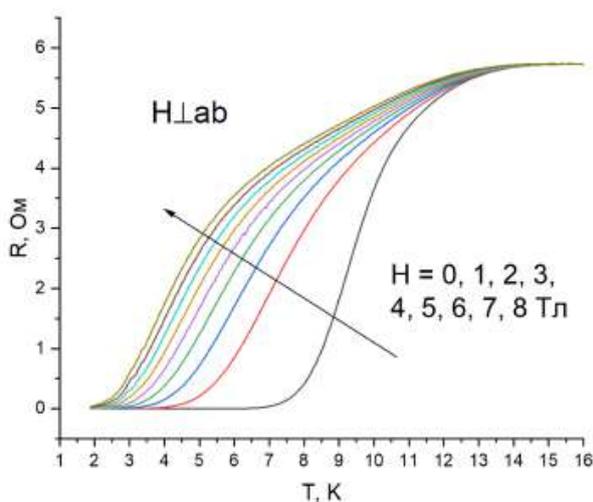
#### 3.2.1. Зависимости $R(T, H)$

Зависимости интегрального сопротивления перехода  $R(T)$  нелитографированного квадратного образца, измеренные четырёхточечным методом, приведены на рисунке 22 при различной ориентации магнитного поля

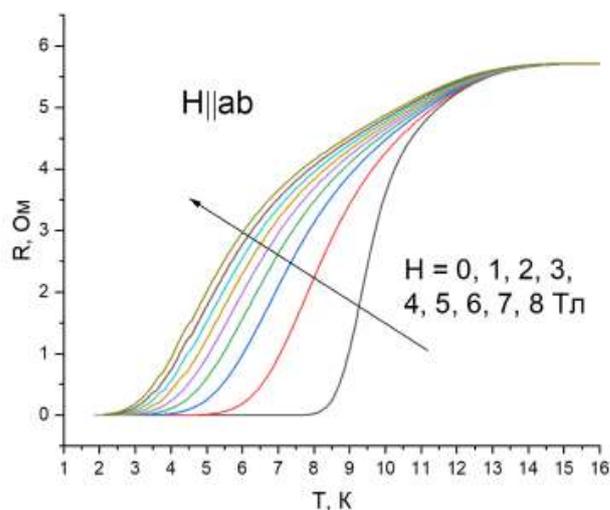
по отношению к плоскости  $ab$  плёнки. Критическая температура перехода в нулевом поле по середине перехода составила  $T_{c(\text{mid})} \approx 9,5$  К, при этом полная ширина перехода  $\Delta T_c \approx 3$  К (от  $T_{c(\text{onset})} \approx 11,5$  К) [26-28]. Следует отметить, что практически постоянные значения  $R(T)$  в температурном диапазоне 300–10 К (рис. 22а) характерны также для плёнок FST на монокристаллических подложках для различных толщин напылённых плёнок [65, 66].



(а)



(б)



(в)

Рисунок 22. Интегральное сопротивление перехода  $R(T)$  образца: в широком температурном диапазоне ( $I = 100$  мкА — измерительный ток,  $rt$  — скорость изменения температуры при съёме  $R(T) = 1$  К/мин) — (а); при различной ориентации магнитного поля по отношению к плоскости  $ab$  плёнки — (б) и (в) [28].

Такое поведение свидетельствует о реализации в плёнке грязного предела. В этом случае длина свободного пробега электронов  $\ell$  значительно меньше длины когерентности  $\xi$ , что типично для сверхпроводящих тонких плёнок с развитой системой точечных и протяжённых дефектов. Такой режим реализуется, когда  $\ell \ll \xi$ , а электропроводность носит диффузионный характер. Именно в этом случае наблюдается почти постоянное значение сопротивления вплоть до перехода в сверхпроводящее состояние, как это видно на представленных кривых  $R(T)$ .

Измерения температуры сверхпроводящего перехода микромостика были проведены с использованием системы Quantum Design PPMS (Physical Property Measurement System) при токах 1, 0.1 и 0.01 мА в нулевом поле (рис 23а).

В эксперименте были проведены измерения зависимости сопротивления на сверхпроводящем переходе от температуры для плёнок FeSeTe толщиной 120 нм в магнитном поле от 0 до 9 Тесла, параллельном оси  $c$  (рис. 23б). Переход при нулевом поле не очень резкий, с шириной перехода, определяемой по ширине производной  $dR/dT$  на половине высоты пика,  $\Delta T_C \approx 3,5$  К; при этом  $T_C(\text{onset}) \approx 12,5 \pm 0,5$  К, а  $T_C(\text{zero}) \approx 7$  К, что выше ранее сообщённых результатов для тонких плёнок FeSeTe на аморфных подложках [53, 54]. Определение критической температуры по середине перехода даёт величину  $T_C \approx 9,5$  К. Этот результат выше полученных ранее значений (5 К) на аморфных подложках Fischer Scientific без буферного слоя  $\text{CeO}_2$  [53, 54]. С увеличением магнитного поля  $T_C$  смещается в сторону более низких температур до 6-7 К при  $B = 9$  Тл. Эти измерения позволили найти значения энергии активации вихрей, тип дефектов, определяющих пиннинг в плёнке, положение линии необратимости и оценить значения второго критического поля для данных плёнок [26-28].

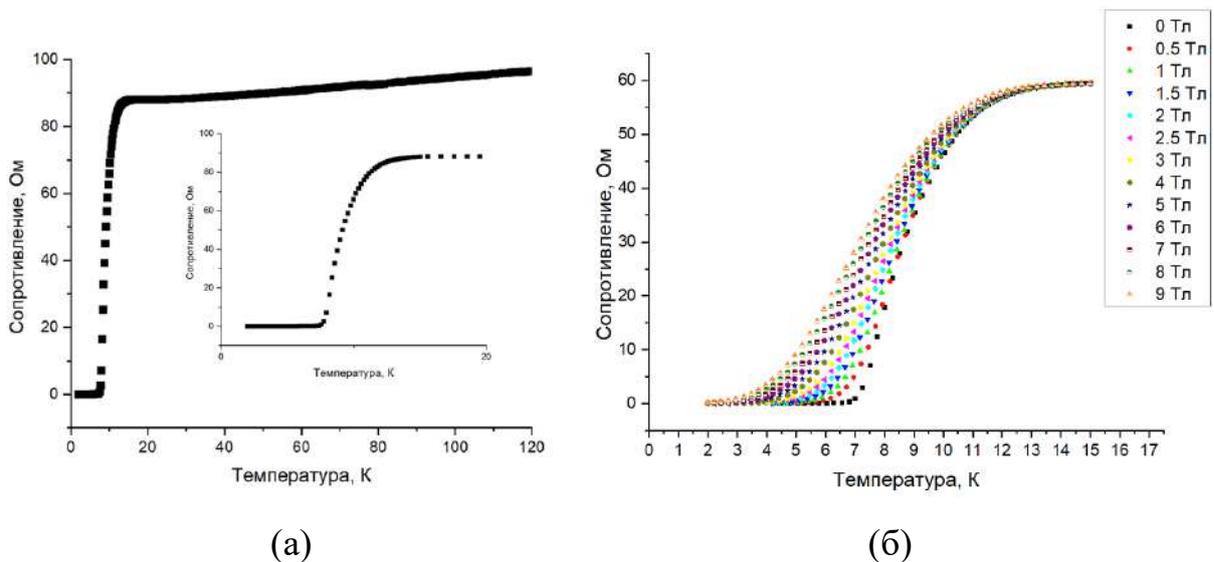


Рисунок 23. Температурная зависимость сопротивления полученной пленки FST (120 нм) на стекле К-208,  $T_c = 9,5$  К в нулевом поле - (а).

Зависимость сопротивления  $R$  от температуры  $T$  при различных магнитных полях для образца,  $H//c$  – (б) [26].

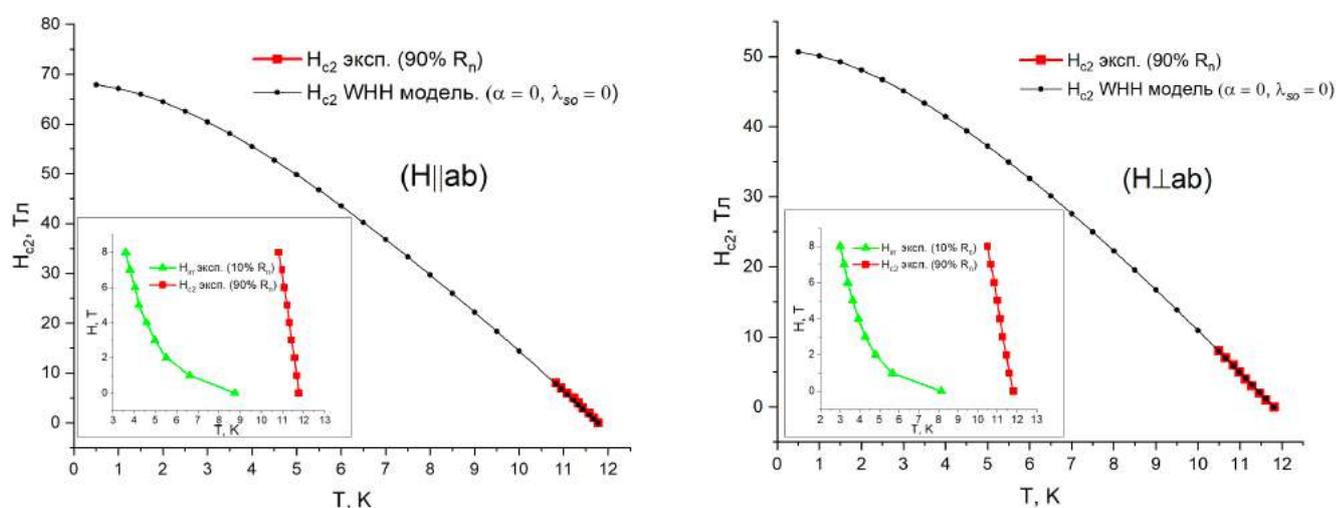
### 3.2.2 Критическое поле, линия необратимости

Из зависимостей  $R(T)$  сопротивления пленки на переходе с использованием общепринятой методики [38, 39] были получены оценки второго критического поля  $H_{c2}(T)$  и положения линии необратимости  $H_{irr}(T)$  как полей, в которых сопротивление зависит от температуры по критериям  $R(H_{irr}, T) = 0,1 R_n$  и  $R(H_{c2}, T) = 0,9 R_n$ , где  $R_n$  — сопротивление при температуре  $T_{onset}$ . Результаты, полученные по данной методике, представлены на рисунках 24(а) и 24(б) экспериментальными точками.

Поскольку зависимости  $R(T)$  позволяют получить зависимости  $H_{c2}(T)$  на принятом уровне  $0,9 R_n$  только при  $T > 10,5$  К, на рисунках 24(а) и 24(б) для нахождения зависимости  $H_{c2}(T)$  при температурах менее 10 К приведены результаты расчётов с использованием дигамма-функции, выполненных в приближении отсутствия спин-парамагнитного эффекта и спин-орбитального взаимодействия ( $\alpha = 0, \lambda_{so} = 0$ ) [41]. В этом случае сверхпроводимость исчезает за счёт орбитального эффекта, когда сила Лоренца, действующая на спаренные электроны с противоположно направленными импульсами, превышает силу их

взаимного притяжения. По формуле с использованием усечённой формулы Вертхамера–Хельфанда–Хоенберга (формула 5, стр. 31) была произведена оценка максимального значения орбитального верхнего критического поля  $H_{c2}^{orb}(0)$  из наклона температурной зависимости  $H_{c2}(T)$  при  $T = T_c$  [41].

На рисунках 24(а) и 24(б) квадратами представлены экспериментальные, а кругами – теоретические зависимости верхнего критического поля образца от температуры, а также треугольниками (на вставках) показаны линии необратимости  $H_{irr}$  для двух ориентаций магнитного поля. Найденные из расчётов с использованием дигамма-функции значения  $H_{c2||ab}(0) \approx 68$  Тл и  $H_{c2\perp ab}(0) \approx 51$  Тл [28] дают значение анизотропии сверхпроводящих свойств  $\gamma$  в полученных плёнках на уровне 1,3 как и в ряде более ранних работ для плёнок FST на монокристаллических подложках [55] и монокристаллов FeSe [67].



(а)

(б)

Рисунок 24. Зависимости второго критического поля  $H_{c2}$  (квадраты — экспериментальные точки  $H_{c2}(T)$ , кружки — аппроксимация по формуле (5) (стр. 32)) и линии необратимости  $H_{irr}$  (на вставках; треугольники — экспериментальные точки  $H_{irr}$  по критерию  $0,1 R_n$ ) от температуры для образца при поле, параллельном плоскости  $ab$  – (а), и перпендикулярном ей – (б) [28].

### 3.2.3 Длины когерентности

Полученные оценки значений  $H_{c2}^{\parallel ab}(0)$  и  $H_{c2}^{\perp ab}(0)$  позволили определить значения длин когерентности из известных выражений теории Гинзбурга–Ландау для анизотропных сверхпроводников:

$$\xi_{ab}(0) = \sqrt{\frac{\Phi_0}{2\pi H_{c2}^{\perp ab}(0)}}, \quad (6)$$

$$\xi_c(0) = \frac{\Phi_0}{2\pi \xi_{ab}(0) H_{c2}^{\parallel ab}(0)}, \quad (7)$$

где  $\Phi_0$  — квант магнитного потока ( $\Phi_0 \approx 2,07 \times 10^{-15}$  Вб),  $\xi_{ab}(0)$  и  $\xi_c(0)$  — длины когерентности в плоскости и вдоль оси  $c$  соответственно. Из этих соотношений получаем  $\xi_{ab}(0) \approx 2,5$  нм и  $\xi_c(0) \approx 1,9$  нм [28]. Эти значения несколько ниже известных для монокристаллов FST [67], но близки к значениям порядка 2 нм, характерным для FST-плёнок на кристаллических подложках [56].

### 3.2.4 Глубины проникновения магнитного поля

Тонкие плёнки FST обладают большими значениями лондоновской глубины проникновения магнитного поля  $\lambda_{ab}^{H_{\parallel c}}$  при температуре 4,2 К ( $\approx T_c/3$ ), близкими к 880 нм, которые характеризуют размер вихря Абрикосова [68]. Такие большие значения  $\lambda$ , вероятно, связаны с тем, что в тонких плёнках обычно реализуется случай грязного предела. Эти значения существенно больше, чем для монокристаллов FST и FS, составляющих примерно 500 нм и 400 нм соответственно [69].

Значение  $\lambda_c^{H_{\perp c}}(0)$  было найдено из известного соотношения  $\xi_c/\xi_{ab} = \lambda_{ab}/\lambda_c$  и составляет примерно 1150 нм [28]. Поскольку  $\lambda_{ab}$  больше толщины плёнки  $d$ , равной 120 нм, характерным магнитным размером в плоскости плёнки является  $\lambda_{\perp} = \lambda_{ab}^2/d$  со значением порядка 6,5 мкм.

### 3.2.5 Анализ энергии активации и механизмов пиннинга вихрей

Хорошо известно, что при малых измерительных токах, срыв вихревой структуры с центров пиннинга осуществляется за счет энергии тепловых флуктуаций, а удельное сопротивление  $\rho$  описывается по закону Аррениуса [64]:

$$\rho(T) = \rho_0 \exp\left(-\frac{U(T)}{k_B T}\right) \quad (8)$$

где  $\rho_0$  — параметр с размерностью удельного сопротивления,  $U(T)$  — энергия активации, зависящая от температуры,  $k_B$  — постоянная Больцмана,  $T$  — температура. В общем случае энергия активации  $U$  есть функция температуры, поля и тока и может быть записана в виде [35]:

$$U = U_0 \cdot u(T)u(H)u(j) \quad (9)$$

Здесь  $U_0$  — невозмущённый потенциал пиннинга при абсолютном нуле температуры, а величины  $u(T)$ ,  $u(H)$  и  $u(j)$  описывают соответствующие зависимости. Поскольку удельное сопротивление измеряется при низкой плотности тока, сила Лоренца мала и энергия активации  $U$  зависит, в основном, от температуры и магнитного поля и может быть представлена в виде:

$$U = U_0 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^m H^{-\alpha} \quad (10)$$

либо в виде:

$$U = U_0 \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^m \ln H \quad (11)$$

где  $m$  и  $\alpha$  — подгоночные параметры, получаемые из сравнения с экспериментальными зависимостями.

В простейшем случае вблизи  $T_c$  по модели TAFF (Thermally Assisted Flux Flow) считается возможным, что энергия активации зависит только от приложенного поля  $H$ . Таким образом, из закона Аррениуса следует: величина  $U$  в этом случае определяется наклоном линейной зависимости  $\ln \rho$  от  $1/T$  (рис 25). Полученные зависимости  $U(H)$  для разных значений напряжённости внешнего магнитного поля для образца, а также рассчитанные исходя из зависимости  $U \sim H^{-\alpha}$  коэффициенты  $\alpha$  в двух ориентациях представлены на рис 26а соответственно. Для сравнения на рисунке 26(б) показаны данные для микромостика в магнитном поле, перпендикулярном плоскости  $ab$  плёнки. Согласно литературным данным [71], планарным дефектам образца соответствует закон  $U \sim H^{-1/2}$ , тогда как точечным —  $U \sim H^{-1}$  [72].

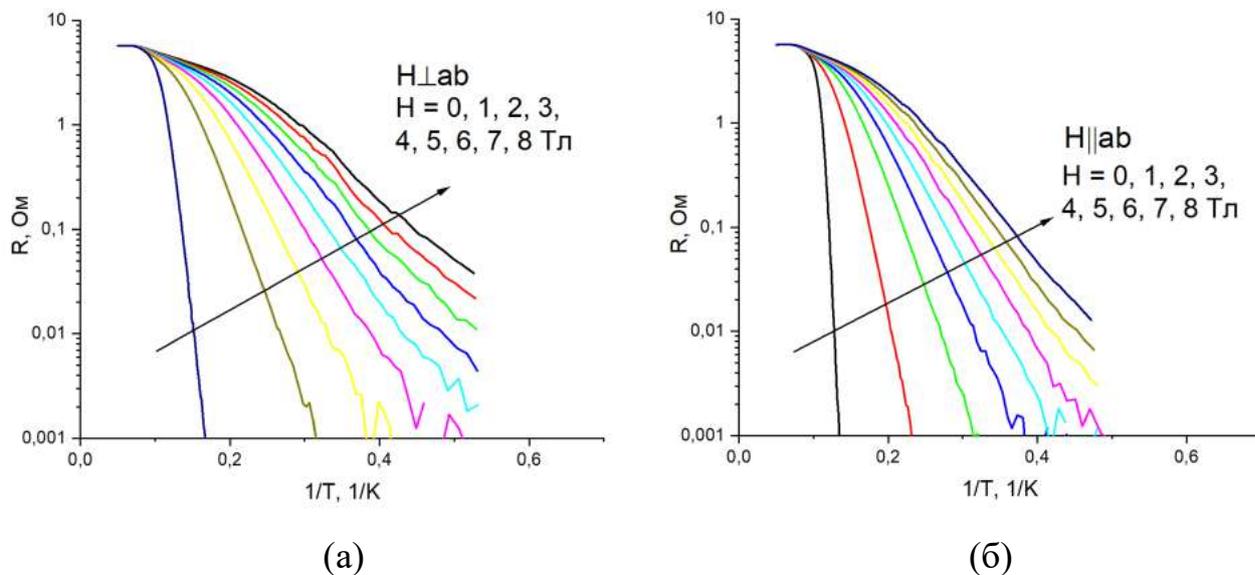


Рисунок 25. Зависимости  $\ln(R)$  от обратной температуры  $1/T$  для двух ориентаций магнитного поля: перпендикулярно плоскости  $ab$  образца – (а) и параллельно ей – (б) [26].

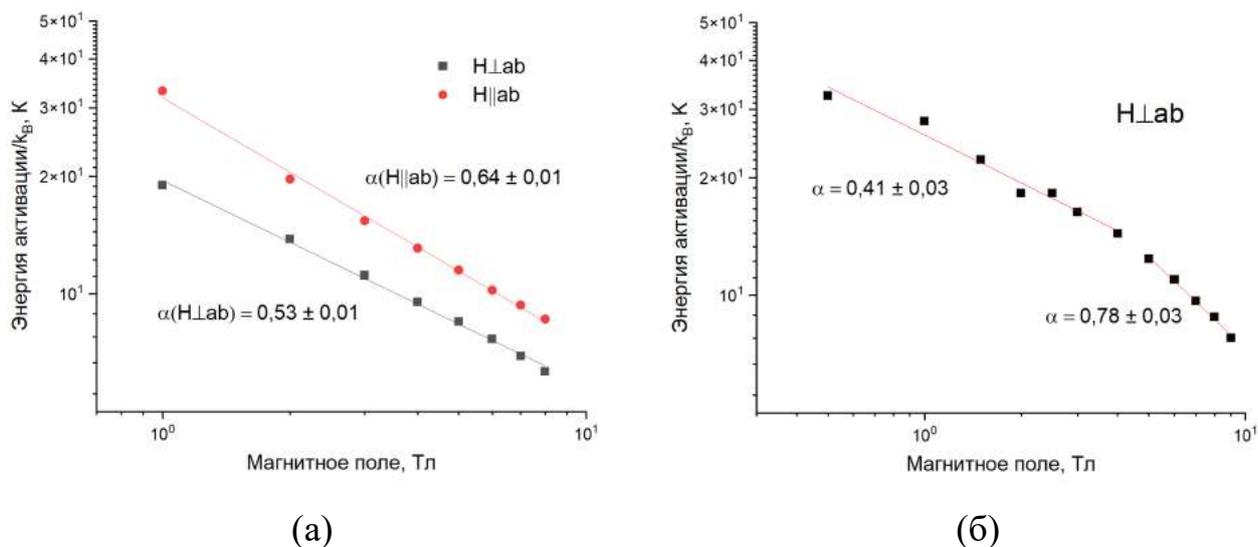


Рисунок 26. Зависимость энергии активации вихрей Абрикосова при двух ориентациях магнитного поля для нелитографированного образца – (а) и для микрострика – (б) [28].

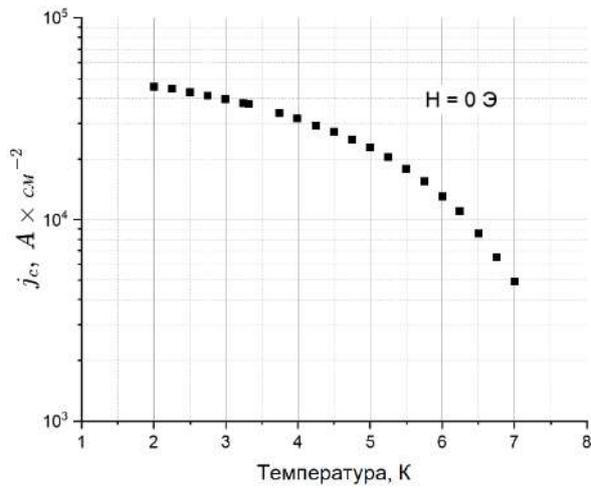
Анализ экспериментальных зависимостей энергии активации движения вихрей Абрикосова  $U(H)$  от магнитного поля, представленных на рис. 26(а) и 26(б), показал, что во всём диапазоне полей энергия активации уменьшается по степенному закону (10)  $U(H) \sim H^{-\alpha}$ , что соответствует модели термоактивированного движения вихрей (TAFF). При этом для

нелитографированного образца (рис. 26(а)) коэффициент наклона  $\alpha$  составляет порядка 0,5 – 0,6, что в используемой модели характерно для планарных (коррелированных) дефектов, например, границ зёрен. Для микромостика (рис. 26(б)) наблюдается существенное увеличение значения  $\alpha$  (до 0,78) в высоких магнитных полях, а также отчётливый перелом кривой в области  $H \sim 7$  Тл [26, 28]. Такой характер поведения указывает на переход от режима, с доминирующим планарным пиннингом умеренной силы, к более сильному коррелированному пиннингу на протяжённых дефектах и структурных неоднородностях, что приводит к более крутому убыванию  $U(H)$  с ростом  $H$ . Подобный переход и значения  $\alpha$  хорошо согласуются с литературными данными, полученными для высокотемпературных сверхпроводников, в частности YBCO.

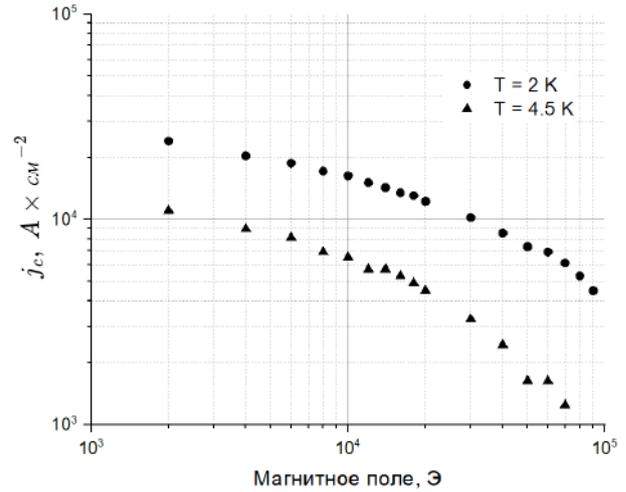
### 3.2.6 Зависимости $j_c(T, H)$

Для измерения зависимостей плотности критического тока от температуры и магнитного поля  $j_c(T, H)$  на образцах с микромостиками на установке PPMS измерялись вольт-амперные характеристики данной структуры при частоте задаваемого тока 30 Гц, и при минимально регистрируемом в используемой версии PPMS напряжении 25 мкВ определялась величина критического тока при заданных значениях магнитного поля и температуры. Крутизна нарастания появляющегося напряжения на вольт-амперной характеристике в нулевом поле при критическом значении тока составляла примерно 750 мкВ/мА. Поэтому применение критерия превышения напряжения на 1 мкВ над измеряемым нулём практически не влияло на данное значение критического тока, даже если использовать более чувствительное АЦП с приборным нулём на уровне микровольта.

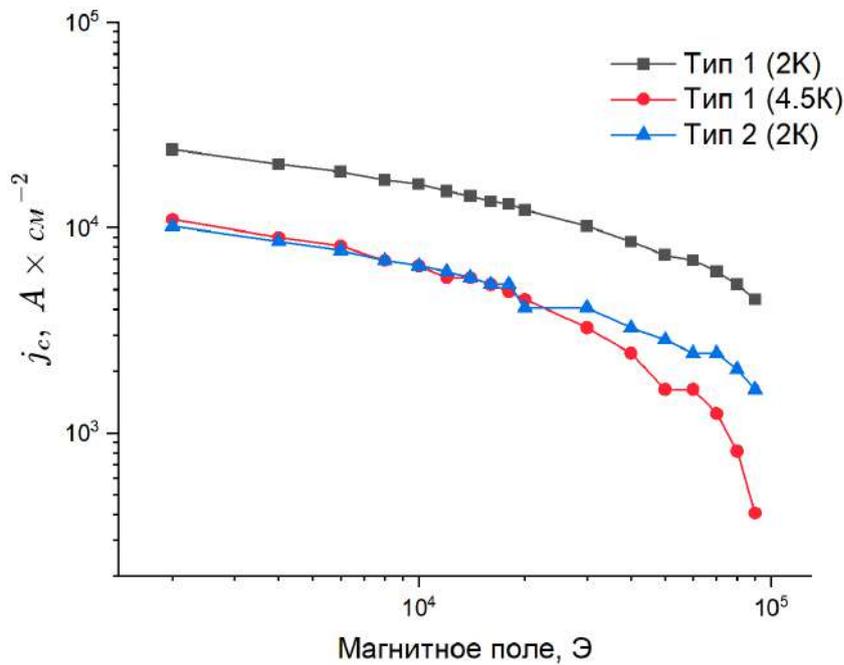
Далее, исходя из площади сечения мостика, была выполнена оценка плотности критического тока в приближении однородного распределения тока по сечению образца. Результаты измерений, приведённые на рисунке 27, показывают значения плотности критического тока порядка  $2.5 \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> в собственном поле и около  $8 \times 10^3$  А/см<sup>2</sup> в магнитном поле до 4 Тесла при температуре 2 К [26, 28].



(a)



(б)



(в)

Рисунок 27. Зависимость плотности критического тока от температуры в нулевом поле (а). Зависимость плотности критического тока от магнитного поля при температурах 2 К и 4,5 К (б) [26]. Сравнительный график зависимостей плотности критического тока от магнитного поля для различных микрополосков (в) [28].

В рамках теории Гинзбурга–Ландау в окрестности критической температуры амплитуда параметра порядка убывает как  $|\psi|^2 \sim (1 - T/T_c)$ . Отсюда

следуют стандартные зависимости для характерных параметров сверхпроводника: термодинамическое критическое поле  $H_c(T) \sim (1 - T/T_c)$ , а лондоновская глубина проникновения  $\lambda(T) \sim (1 - T/T_c)^{-1/2}$ . В этом приближении предельная плотность тока распаривания, при которой сверхпроводимость разрушается вследствие разрушения куперовских пар самим сверхтоком, оценивается как  $j_d(T) \sim H_c(T)/\lambda(T)$  и, следовательно, должна вести себя как  $j_d(T) \sim (1 - T/T_c)^{3/2}$ . Такая зависимость является «внутренним» пределом однородного сверхпроводника (ток распаривания) и не связана с движением вихрей или микроструктурными неоднородностями [73].

Экспериментально измеряемая плотность критического тока в тонких плёнках, как правило, существенно меньше этой величины  $j_d$  и определяется термоактивированным движением вихрей (TAFV), а также возможным вкладом слабых связей на границах зёрен в поликристаллических плёнках. Для анализа температурной зависимости критического тока  $J_c$  часто используют степенной закон

$$J_c(T) = J_c(0) \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^\alpha, \quad (12)$$

аналогичный примененному для ВТСП плёнок в работе [74], где показатель  $\alpha$  отражает доминирующий механизм ограничения критического тока вблизи  $T_c$ . На рис. 28 показана температурная зависимость критического тока  $J_c(T)$  микромостика плёнки  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  в собственном поле ( $H = 0$ ). В исследуемой плёнке  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфной подложке зависимость  $J_c(T)$  в нулевом поле (а также  $J_c(T)$  для микромостика) в области  $T \rightarrow T_c$  близка к линейной по  $(1 - T/T_c)$ , что соответствует значению  $\alpha \approx 1$ . Такой характер отличается от предсказания ГЛ ( $\alpha = 3/2$ ) и указывает на иную природу наблюдаемого критического тока: величина  $J_c$  определяется не разрушением куперовских пар сверхтоком, а влиянием вихревой динамики и микроструктуры плёнки. В частности, значение  $\alpha$ , близкое к единице, согласно интерпретации, характерно для случаев, когда критический ток ограничивается протеканием тока через сеть межзёрновых слабых связей (джозефсоновских контактов), что согласуется с

поликристалличностью и наличием развитой системы дефектов в плёнках  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ , выращенных на аморфных подложках.

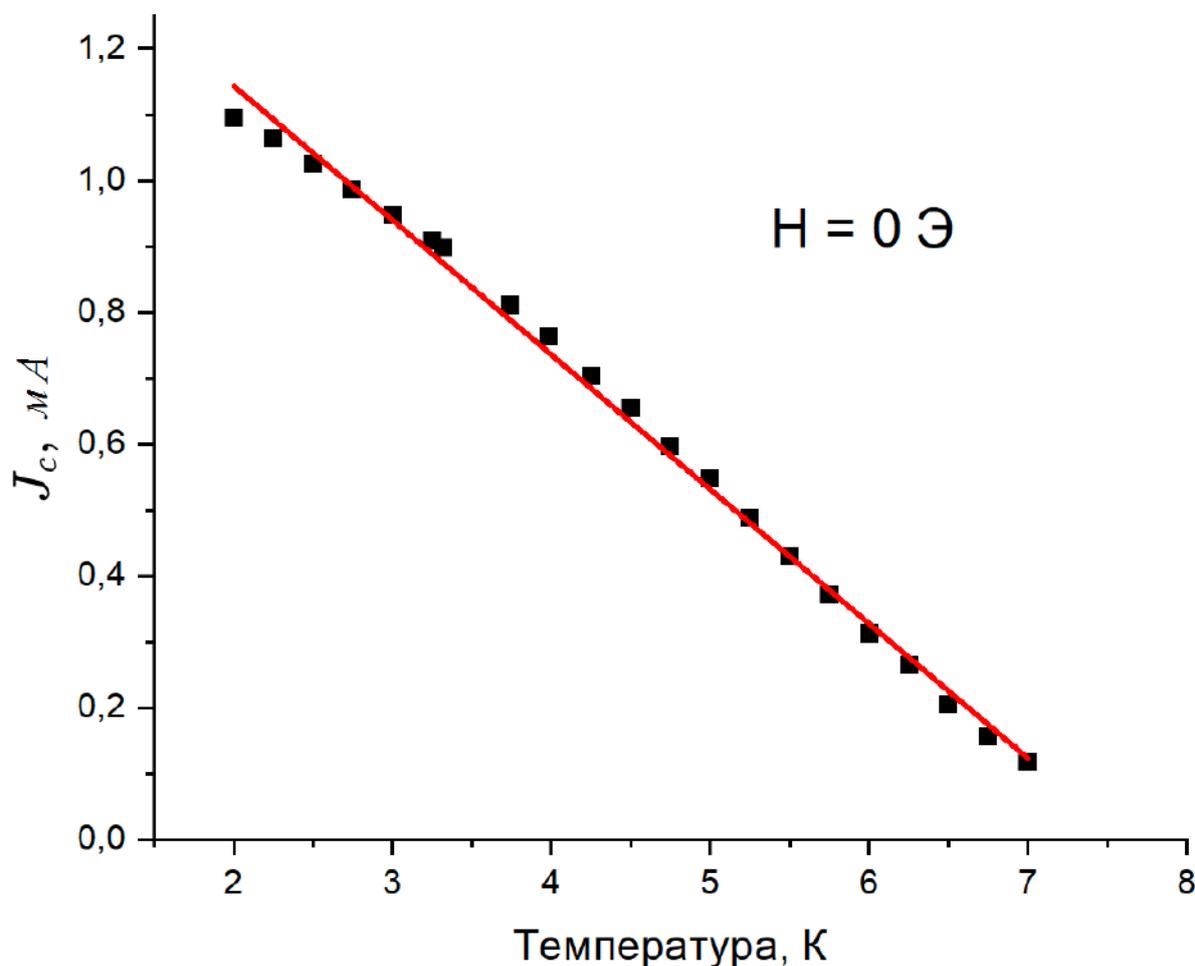


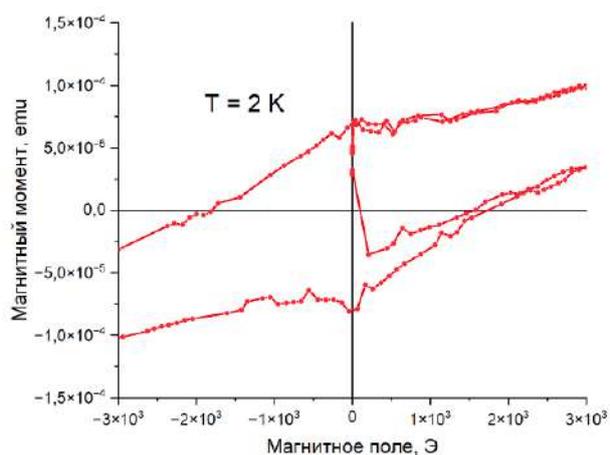
Рисунок 28. Температурная зависимость критического тока  $J_c(T)$  микроустройства плёнки  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  в собственном поле ( $H = 0$ ): чёрные квадраты — экспериментальные данные, красная линия — линейная аппроксимация.

Хотя эти данные получены прямым четырёхточечным контактным методом, они могут зависеть от локального качества плёнки в узком мостике, имеющем обычно ширину 10–20 мкм, и не отражать средние значения  $j_c$  по образцу. Кроме того, при оценке  $j_c$  из величины непосредственно измеряемого критического тока используется допущение об однородном распределении тока по толщине и ширине образца. Поэтому принято дополнять эти измерения бесконтактными магнитными измерениями, дающими значения  $j_c$  из величины

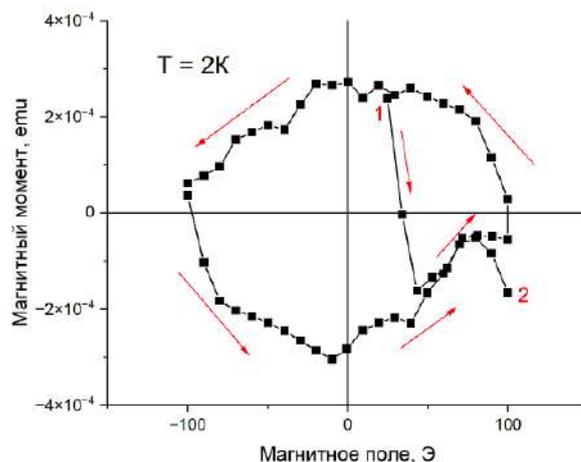
намагниченности образца, вызванной экранирующими токами в сверхпроводнике, с использованием модели Бина.

В данной работе плотность критического тока дополнительно измерялась бесконтактным методом на образцах, не подвергавшихся литографии, — по размаху гистерезиса кривой намагничивания на установке PPMS-9 (Quantum Design) с использованием штатного вибрационного магнитометра (VSM) при развёртке поля со скоростью 100 Э/с в поле до 100 кЭ, а также с использованием установки MPMS (СКВИД-магнитометра) для регистрации зависимости магнитного момента в магнитном поле до 100 Эрстед.

Результаты измерений для образцов плёнки FST толщиной 120 нм и размерами в плане  $3 \times 3$  мм<sup>2</sup> (VSM) и  $4 \times 4$  мм<sup>2</sup> (СКВИД) представлены на рисунках 8(а) и 8(б) соответственно. На рисунке 29(а) показана гистерезисная петля намагниченности плёнки, полученная на вибромагнитометре после вычитания парамагнитного вклада подложки, составляющего порядка  $10^{-5}$  еми. Из рисунка видно, что размах петли гистерезиса при 2 К составляет величину порядка  $1,5 \times 10^{-4}$  еми, что при объёме плёнки, близком к  $1,2 \times 10^{-6}$  см<sup>3</sup>, соответствует намагниченности  $\sim 1,25 \times 10^2$  еми/см<sup>3</sup> и, соответственно, плотности критического тока  $\sim 1,25 \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> [75]. На рисунке 29(б) приведена измеренная на СКВИД-магнитометре зависимость магнитного момента от приложенного поля для другого образца плёнки на подложке. Из рисунка следует, что размах петли гистерезиса при 2 К составляет величину порядка  $6 \times 10^{-4}$  еми, и соответствующая величина  $j_c$  близка к  $2,3 \times 10^4$  А/см. Полученные результаты бесконтактных измерений хорошо согласуются с величинами плотности критического тока, определёнными из контактных измерений [28].



(a)



(б)

Рисунок 29. Зависимости магнитного момента образцов плёнок FST от магнитного поля, измеренные на вибромагнитометре – (а), и на СКВИДе – (б) при температуре 2 К [28].

### 3.2.7 Плотность силы пиннинга

Как было отмечено ранее, плотность силы пиннинга в сверхпроводниках характеризует, насколько прочно дефекты в материале (центры пиннинга) могут удерживать линии магнитного потока, препятствуя их перемещению и вызываемому этим рассеянию энергии. Это важнейший параметр, определяющий способность сверхпроводника проводить ток без сопротивления в присутствии магнитного поля. Для нахождения зависимостей плотности силы пиннинга  $F = j_c(H) \times H$  [76] использовались найденные зависимости плотности критического тока от магнитного поля, приведённые на рис. 27. Характеристики пиннинг-центров, следуя [37], определяются из параметров  $p$  и  $q$  графика

$$f_p(h) = \frac{F}{F_{p,max}} = h^p(1 - h)^q, \quad (13)$$

На рисунке 30 представлена нормированная плотность силы пиннинга в зависимости от нормированного на поле необратимости  $H_{irr}$  приложенного магнитного поля  $h = H/H_{irr}$  при различных температурах. Значения  $H_{irr}$  в данном случае определялись из асимптотического линейного приближения к нулю  $\sqrt{j_c(H)}$  [77]. Анализ представленных на рисунке 30 зависимостей нормированной плотности силы пиннинга показывает, что максимум функции  $f_p(h)$  для всех

исследованных случаев приходится на область  $h_{\max} \approx 0,31-0,34$ . Согласно классификации Dew-Hughes [37], такие значения характерны для коррелированного (линейного) пиннинга на протяжённых дефектах, таких как границы доменов, столбчатые или планарные неоднородности. Оценённые параметры аппроксимации ( $p \approx 0,6 - 0,7$ ,  $q \approx 1,1 - 1,5$ ) хорошо согласуются с результатами, полученными ранее для различных тонкоплёночных и объёмных Fe(Se,Te) и других железосодержащих сверхпроводников [78, 79]. Например, в работе [77] для FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> получены схожие значения  $h_{\max}$  и параметры модели, указывающие на доминирование линейного пиннинга. Полученные значения отличаются от классических значений для точечных дефектов ( $h_{\max} \approx 0,2$ ), что подтверждает преобладание в исследуемых плёнках пиннинга на коррелированных дефектах, формирующихся, вероятно, на границах зёрен или при структурных неоднородностях, возникающих в процессе роста плёнки [28].

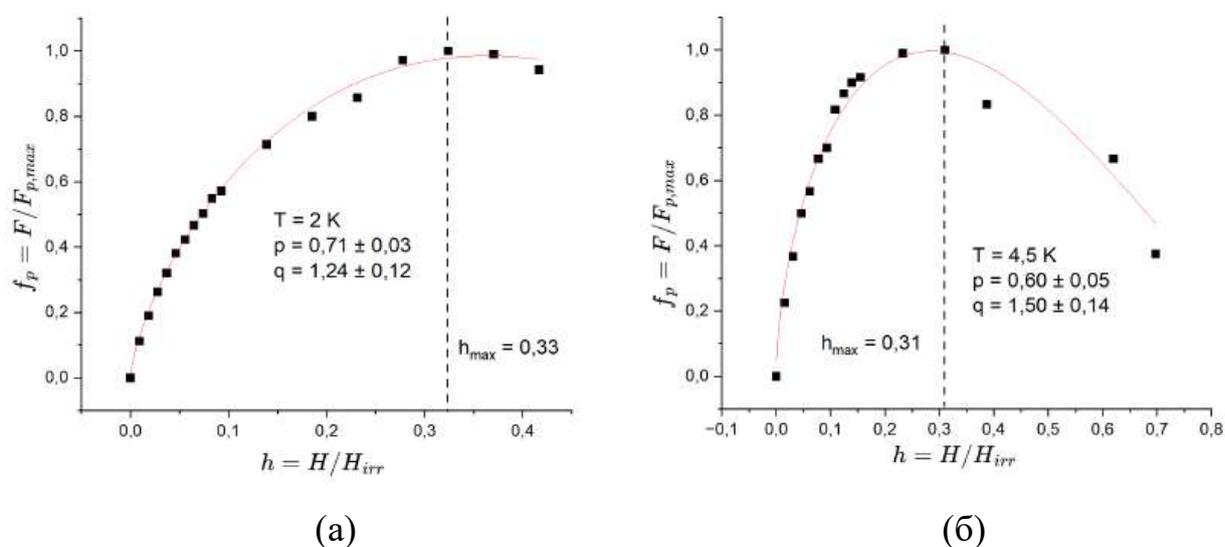


Рисунок 30. Зависимость нормированной плотности силы пиннинга  $f_p(h)$  от нормированного на поле необратимости магнитного поля  $h = H/H_{irr}$  при температуре 2 К – (а) и 4,5 К – (б).

### 3.3. Два типа получаемых пленок, БКТ-переход

Среди образцов с толщиной пленки 120 нм, приготовленных для измерения вольт-амперных характеристик оказались два типа – с гистерезисом ВАХ - тип А и без него - тип Б. На рисунке 31(а) приведена ВАХ микромостика образца типа

А, измеренная при различных температурах в нулевом поле, критическая температура по середине перехода  $T_C$  составляет 9.5 К. На рисунке 31(б) представлен график рассеиваемой мощности в точках срыва с низкоомной ветви ВАХ на высокоомную при различных температурах. На рисунке 31(в) показан начальный участок ВАХ образца А вблизи критического тока в нулевом поле при различных температурах, описываемый зависимостью  $V \sim I^n$ , где показатель степени  $n = 3$  соответствует температуре БКТ-перехода [43]. На рисунке 31(г) приведены значения показателя степени  $n$  от температуры, указывающего на БКТ переход при температуре  $T_{\text{БКТ}} = 7.5$  К [27].

Температурная зависимость мощности срыва  $P^*(T)$ , представленная на рисунке 31(б) определена как произведение критического тока микромостика на напряжение в критической точке вольт–амперной характеристики:

$$P^*(T) = J_c(T) \cdot U_c(T). \quad (14)$$

Величина  $P^*(T)$  характеризует мощность джоулева нагрева в момент перехода мостика из сверхпроводящего в нормальное состояние и может рассматриваться как параметр термической устойчивости сверхпроводящего состояния по отношению к самонагреву. Из рисунка видно, что в исследуемом температурном диапазоне  $T \approx 2 - 5.5$  К мощность срыва монотонно возрастает: от  $P^* \approx (4 - 5) \times 10^{-3}$  мВт при 2 К до  $P^* \approx (2.5 - 3.0) \times 10^{-2}$  мВт при 5.5 К. Аппроксимация экспериментальных точек (красная линия) показывает выраженную нелинейность, близкую к квадратичному росту  $P^*(T)$  с температурой.

Несмотря на уменьшение критического тока  $J_c(T)$  при повышении температуры, критическое напряжение  $U_c(T)$  в точке срыва возрастает таким образом, что произведение  $J_c U_c$  увеличивается. Это означает, что при более высоких температурах для развития тепловой неустойчивости и формирования нормальной области в микромостике требуется большая выделяемая мощность. Такое поведение можно связать с ростом теплоёмкости и теплопроводности плёнки и подложки при повышении температуры, а также с изменением вихревой динамики при приближении к  $T_c$ . Таким образом, наблюдаемая

зависимость  $R^*(T)$  отражает роль тепловых процессов в механизме срыва сверхпроводящего состояния при протекании больших токов и позволяет в дальнейшем количественно оценить запас термической устойчивости микромостика плёнки  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на стекле К-208.

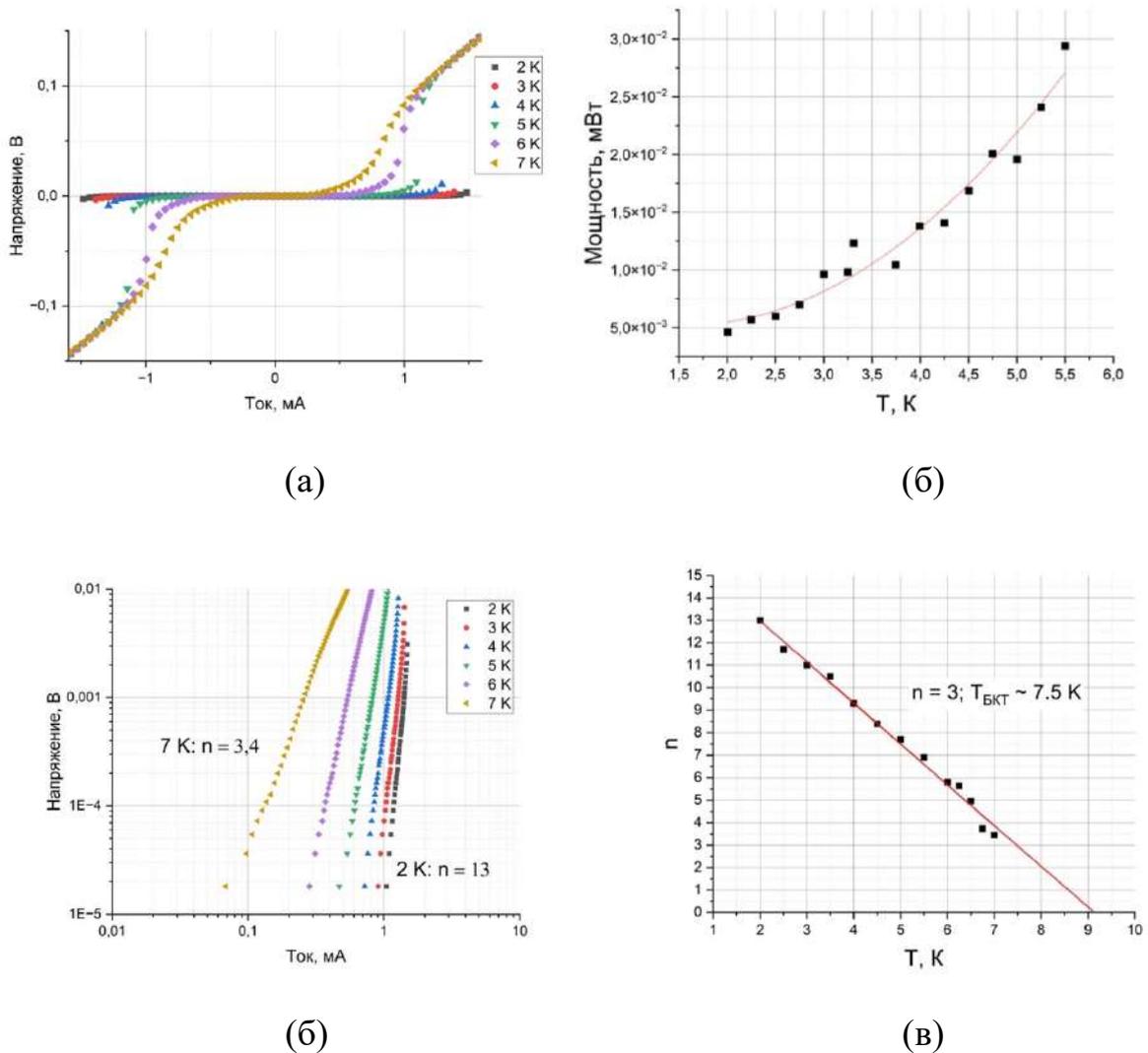
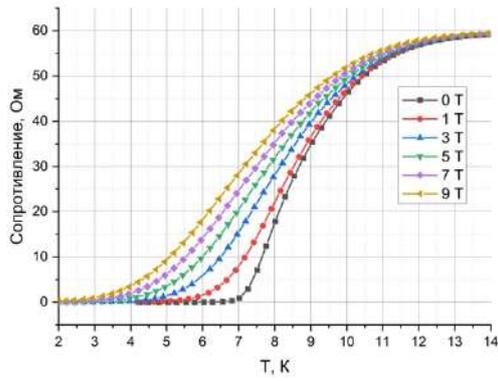
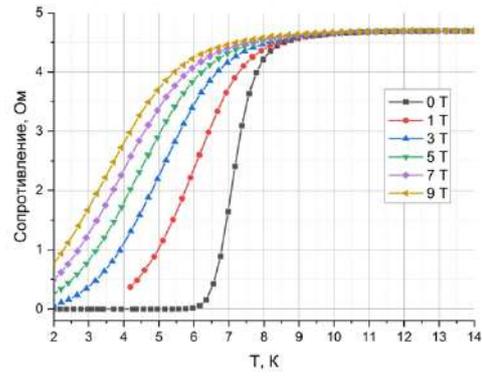


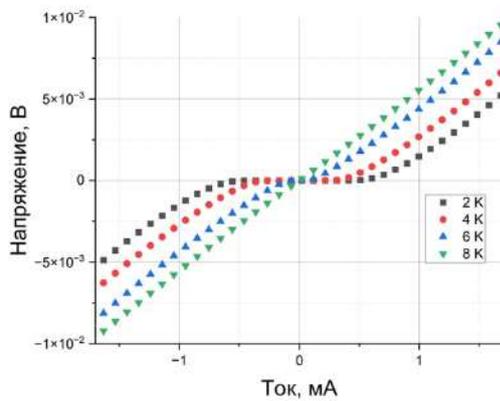
Рисунок 31. Вольтамперные характеристики микромостика образца пленки типа А в нулевом магнитном поле. Общий вид вольт-амперной характеристики – (а), рассеиваемая мощность в точках срыва с низкоомной ветви ВАХ на высокоомную при различных температурах – (б), участок ВАХ вблизи критического тока в нулевом поле – (в) и зависимость показателя степени  $n$  в зависимости  $V \sim I^n$  от температуры – (г) [27].



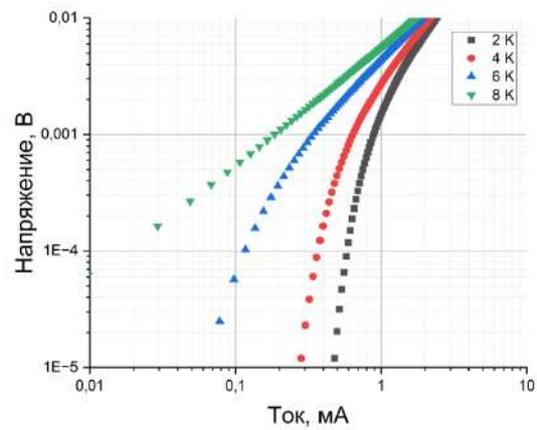
(а)



(б)



(в)



(г)

Рисунок 32. Электродинамические характеристики микромостиков образцов пленок типа А и Б. Зависимость сопротивления образцов типа А – (а) и типа (Б) – (б) от температуры при различных значениях магнитного поля. Общий вид вольт-амперной характеристики образца типа (Б) – (в) и начальный участок ВАХ вблизи критического тока образца типа (Б) в нулевом поле при различных температурах – (г) [27].

На рисунках 32(а) и 32(б) для сравнения приведены зависимости сопротивления  $R(T,H)$  образцов А и Б. Образец типа Б имеет температуру перехода в сверхпроводящее состояние  $T_C \approx 7.5$  К в нулевом поле, что несколько ниже, чем 9.5 К у образцов типа А. На рисунке 32(б) можно видеть более сильное влияние магнитного поля на температуру полного перехода образца (Б) в сверхпроводящее состояние по сравнению с приведенными данными для образца

(А). На рисунке 32(в) показан общий вид вольт-амперной характеристики образца типа Б, не проявляющего гистерезиса, но показывающего БКТ переход при температуре 5.5 К по величине показателя степени  $n = 3$  в зависимости  $V \sim I^n$ . Сравнение основных свойств образцов типа (А) и (Б) приведены в табл. 3 [27].

Таблица 3. Характеристики полученных образцов [27].

Тип образца	А	Б
Плотность критического тока, $A/cm^2$	$5 \times 10^3$ (при 7 К)	$5 \times 10^3$ (при 5.5 К)
	$5 \times 10^4$ (при 2 К)	$2 \times 10^4$ (при 2 К)
Энергия активации вихрей $U/k_B$ , К	50	80
Оценка верхнего критического поля $H_{c2}(0)$ , Тл	50	8
Температура БКТ перехода $T_{БКТ}$ , К	7.5	5.5

### 3.4. Стехиометрический анализ пленок

Результаты элементного анализа методом РФЭС и относительные концентрации элементов для пленки с исходной толщиной 40 нм до распыления и после четырех этапов распыления приведены на рис. 33(а). На рис. 33(б) приведены результаты анализа для верхних слоев плёнки толщиной 120 нм до распыления и после двух этапов распыления.

Стехиометрический анализ плёнок  $FeSe_xTe_{1-x}$  проведен по спектральным фотоэлектронным линиям Fe2p, Te3d, Se3p, O1s. На рисунках 33(в) и 33(г) показаны рентгеновские фотоэлектронные спектры линий Fe 2p, и Se 3p для плёнки с исходной толщиной 40 нм после 3-го этапа распыления и результаты разложения спектральных линий на составляющие пики, пунктиром показан фон [27].

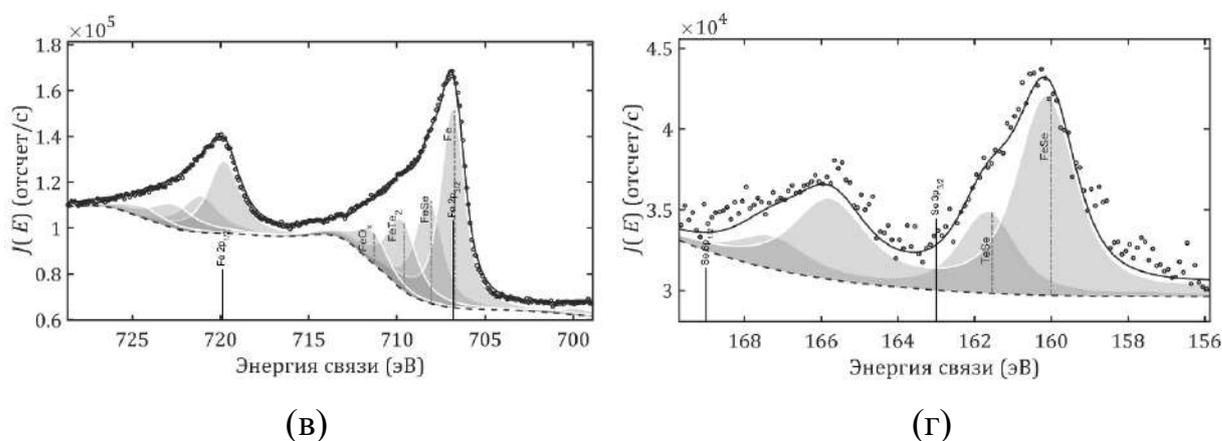
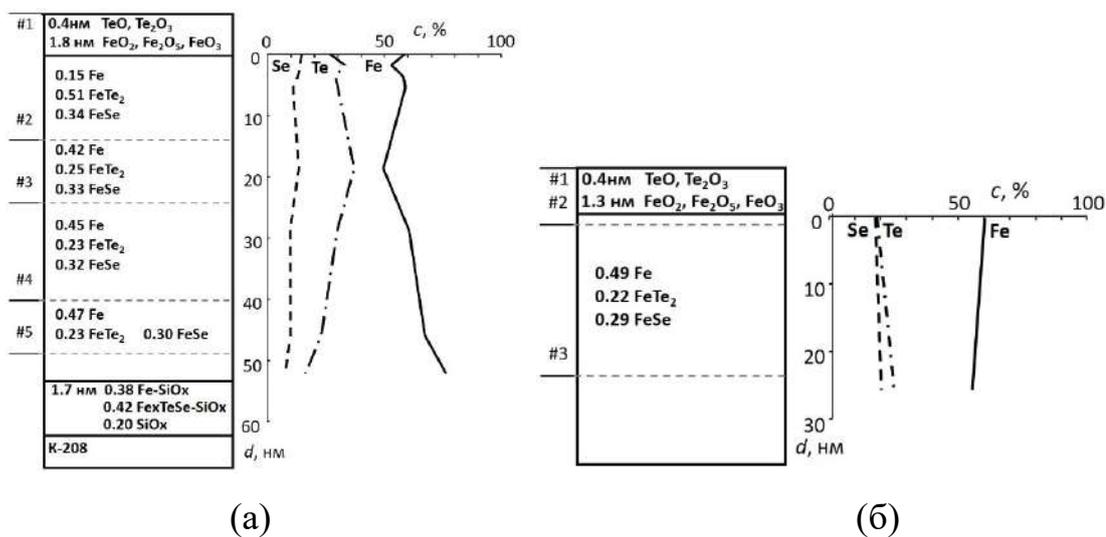


Рисунок 33. Исследование стехиометрического состава пленок по толщине методом РФЭС. Распределение состава в плёнке толщиной 40 нм - (а) и в плёнке толщиной 120 нм - (б). Рентгеновский фотоэлектронный спектр для плёнки с исходной толщиной 40 нм после 3 этапа распыления: линия Fe 2p – (в), спектр линии Se 3p – (г). Закрашенными площадями показаны фазовые пики, пунктиром фон [27].

Данные РФЭС, приведенные на рисунках 33(в) и 33(г) показывают наличие во всех пленках в спектральной линии Fe2p пиков с энергией связи 706.7 эВ, 708.0 эВ, 709.5 эВ, 711.2 эВ; в линии Te 3d: обнаружены пики 572.4 эВ, 573.7 эВ; Se 3p: 160 эВ, 161.5 эВ. Кроме того, до распыления, в верхних слоях пленки были пики в линии Fe2p: 712.4 эВ, 713.5 эВ; Te 3d: 576.3 эВ. Энергия связи, определяемая исходя из положений максимумов фазовых пиков в этих спектральных линиях, позволяет идентифицировать степени окислений

элементов и, соответственно, соединения этих элементов. В линии Fe $2p_{3/2}$ : Fe $^0$  (706.7 эВ), Fe $^{+2}$ (708.0 эВ), две фазы Fe $^{+4}$  (709.5 эВ и 711.2 эВ), Fe $^{+5}$  (712.4 эВ), Fe $^{+6}$  (713.5 эВ); в линии Te  $3d_{5/2}$ : Te $^{-2}$ (572.4 эВ), Te $^{+2}$ (573.7 эВ), Te $^{+4}$ (576.3 эВ); Se  $3p_{3/2}$ : две фазы Se $^{-2}$ (160.0 эВ, 161.5 эВ). По этим данным определяются: несвязанное железо Fe и соединения FeTe $_2$ , TeSe, FeSe, TeO $_2$ , FeO $_2$ , Fe $_2$ O $_5$ , FeO $_3$ . Оксидов селена не обнаружено. Оксиды железа и теллура образованы за счет окисления верхнего слоя плёнок на воздухе. Толщины оксидного слоя не зависят от исходной толщины пленки FeSe $_x$ Te $_{1-x}$  и составляют порядка 2 нм.

## Глава 4. Обсуждение полученных результатов

В результате работы были найдены режимы напыления тонких плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфную подложку из стекла К-208, содержащего в своём составе окись церия  $\text{CeO}_2$ , обеспечивающие значения критической температуры перехода,  $T_c$ , до 9,5 К. Однако, такие значения  $T_c$  оказались ниже температуры сверхпроводящего перехода нашей мишени  $T_c(M) \approx 14$  К, но противоположно общеизвестной картине свойств тонких плёнок семейства  $\text{FeSe}$  и  $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$  на кристаллических подложках. В этих плёнках напряжения, возникающие после напыления, приводят к увеличению критической температуры по сравнению с её значениями в кристаллах. Ярким примером является ситуация с плёнками  $\text{FeSeTe}$  на подложках  $\text{CaF}_2$ , в которых размер кристаллической ячейки в плоскости  $ab$  составляет 3.75 Å, температура перехода — 19 К, тогда как размер ячейки кристалла  $\text{FeSeTe}$  в этой плоскости равен 3.8 Å, а температура перехода  $T_c(\text{onset})$  близка к 14.5 К. Недавно появилась информация [80], подтверждающая наши измерения, что  $T_c(\text{onset})$  для поликристаллической мишени  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  близка к 15 К. Соответствующая температура перехода полученных из этой мишени плёнок на подложке  $\text{CaF}_2$  составляет  $\sim 16$  К. Отметим, что в нашем случае размеры ячейки в кристаллической структуре областей когерентного рассеяния (ОКР) плёнки составляют:  $a = 3.760$  Å,  $c = 6.045$  Å. Ячейка сжата в плоскости  $ab$  и растянута по оси  $c$ . Тем не менее, критическая температура перехода плёнки меньше, чем у мишени и кристаллов данного материала, что предполагает проведение дальнейших исследований.

Сопоставление полученных в настоящей работе результатов со свойствами пленок  $\text{FeSeTe}$  на кристаллических подложках, включая  $\text{CaF}_2$ , является корректным и необходимым этапом обсуждения, поскольку позволяет сравнить характеристики пленок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфной подложке К-208 с известными для пленок  $\text{FeSeTe}$  на монокристаллических подложках и на металлических лентах по  $T_c$ , параметрам кристаллической решетки,  $H_{c2}$ ,  $H_{irr}$ ,  $j_c$  и характеристикам вихревой динамики.

При этом такое сопоставление не предполагает прямого переноса механизмов, установленных для эпитаксиальных пленок на монокристаллических подложках, поскольку в случае аморфной подложки отсутствует дальний кристаллический порядок и, следовательно, вместо эпитаксиального согласования определяющими становятся совокупное влияние термоупругих напряжений, кинетики роста, микроструктурной неоднородности и распределения состава по толщине пленки. В этом смысле данные для пленок на кристаллических подложках используются в настоящей работе как физически содержательный ориентир для интерпретации собственных результатов, а не как основание для прямого отождествления механизмов формирования сверхпроводящего состояния [44], [51], [55], [80].

С учетом изложенного, ключевой результат настоящей работы состоит не только в самом факте формирования сверхпроводящего состояния в пленках  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфной подложке К-208 при  $T_c$  около 9.5 К [26], [28], но и в выявлении специфического сочетания структурных и электрофизических признаков, характерного именно для системы «пленка - аморфная подложка». К таким признакам относятся деформация параметров кристаллической решетки, хорошая адгезия пленки к стеклу К-208, формирование зернистой микроструктуры, пониженная по сравнению с мишенью  $T_c$ , а также особенности вихревой динамики и квази-двумерного поведения, обсуждаемые ниже. Поэтому дальнейшее обсуждение результатов целесообразно строить как согласованный анализ морфологических, структурных, транспортных и спектроскопических данных, позволяющий установить не один доминирующий фактор, а баланс механизмов, определяющих свойства пленок  $\text{FeSeTe}$  на аморфной диэлектрической подложке.

Результаты исследований морфологии полученных плёнок с составом, близким к стехиометрическому соотношению  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ , показали их однородность, хорошую адгезию к поверхности подложки и зернистую структуру с характерным размером зёрен в основном от 30 до 100 нм при редких включениях более крупных гранул порядка 200 нм. Среднеквадратичная

шероховатость поверхности составляет 4 – 6 нм в поле  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup> и 7–10 нм в поле  $10 \times 10$  мкм<sup>2</sup>, что указывает на сочетание достаточно гладкой поверхности с развитой микроструктурой. С физической точки зрения такое сочетание представляет интерес, поскольку зернистость и наличие протяжённых структурных неоднородностей могут создавать эффективные центры закрепления вихрей, тогда как умеренная шероховатость снижает вероятность деградации сплошности токопроводящего слоя. Дополнительными положительными факторами являются низкая анизотропия электродинамических параметров  $\gamma$  и высокие значения верхнего критического поля  $H_{c2}$  при температурах, близких к нулю, что в совокупности позволяет рассматривать полученные плёнки как перспективный объект для анализа токопереноса и вихревой динамики в магнитном поле.

Измеренные величины плотности критического тока от температуры и магнитного поля (Рис. 27) оказались на уровне  $3 - 5 \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> в собственном поле и на уровне  $3 - 5 \times 10^3$  А/см<sup>2</sup> в поле до 4 Тесла при 2 К. Полученные значения  $j_c$  следует рассматривать как достигнутые для конкретного сочетания состава, толщины плёнки и сформировавшейся на аморфной подложке структуры дефектов для пиннингования вихрей. Их дальнейшее повышение в принципе может быть связано как с приближением температуры перехода плёнки  $T_c$  к значению  $T_c$  мишени ( $T_c(M) = 14$  К), так и с целенаправленной модификацией дефектной структуры для усиления пиннинга.

Сопоставление значений плотности критического тока,  $j_c$ , полученных прямыми четырёхточечными измерениями на микромостиках, с оценками  $j_c$  из бесконтактных магнитных измерений на макроскопических образцах показывает, что оба подхода дают близкие по порядку величины  $j_c$  и согласуются в пределах ожидаемых систематических погрешностей. Контактный метод чувствителен к локальным неоднородностям плёнки и возможной неравномерности распределения тока по толщине и ширине микромостика, тогда как магнитометрический метод, основанный на модели Бина, даёт величину  $j_c$ , усреднённую по объёму. Наблюдаемое согласие между этими независимыми

оценками свидетельствует о том, что вклад локальных дефектов и геометрических факторов в данном случае не приводит к принципиальному расхождению результатов и, следовательно, позволяет использовать значения  $j_c$ , полученные обоими методами, как согласованную экспериментальную основу для последующего анализа механизмов пиннинга и вихревой динамики.

Совокупность рассмотренных выше результатов - морфологических данных, значений плотности критического тока и согласия между контактными и магнитометрическими оценками  $j_c$  - позволяет перейти к более содержательному обсуждению механизмов, ограничивающих токоперенос в исследуемых пленках FeSeTe на аморфной подложке K-208. Для пленочных систем FeSeTe, включая пленки на кристаллических подложках и на гибких шаблонах (coated conductors), сравнение только по величине  $j_c$  в фиксированных условиях, как правило, недостаточно для вывода о природе пиннинга, поскольку близкие значения  $j_c$  могут реализовываться при различной дефектной структуре, различной плотности центров закрепления и различной полевой эволюции вихревого состояния [20], [21], [55], [77]. В этом смысле полученные в настоящей работе значения  $j_c$  и  $H_{irr}$  следует рассматривать не изолированно, а как часть единой картины, включающей микроструктуру пленки, особенности токопереноса и параметры вихревой динамики.

Наблюдаемая зернистая структура, развитая поверхность при умеренной шероховатости и наличие протяженных структурных неоднородностей создают предпосылки для формирования эффективного пиннинга в широком диапазоне магнитных полей, что в целом согласуется с подходами, используемыми при анализе Fe(Se,Te)-пленок в литературе [55], [77], [80]. Однако для пленок на аморфной подложке особенно важно отделять вклад собственно дефектной структуры пленки от возможного влияния геометрии образца и методики измерения. Поэтому показанное выше согласие независимых оценок  $j_c$ , полученных контактными и магнитометрическими методами, является существенным аргументом в пользу того, что дальнейшая интерпретация

полевых зависимостей отражает физические свойства материала, а не артефакты измерения.

Следующий этап анализа связан с рассмотрением энергии активации вихрей и ее полевой зависимости  $U(H)$ , поскольку именно этот параметр позволяет перейти от констатации наличия пиннинга к обсуждению его эффективности и вероятной природы. Сопоставление величин  $U(H)$  для исследуемых пленок с литературными данными для других железохалькогенидных систем, в том числе для монослойных пленок FeSe и монокристаллов FeSeTe [81], [82], а также последующее сопоставление с анализом нормированной плотности силы пиннинга, дает возможность более обоснованно интерпретировать тип доминирующих дефектов и характер их влияния на транспортные свойства.

Что касается энергии активации вихрей  $U$ , то, как видно из рис. 26, она мала по сравнению с энергией активации в пленках оксидных сверхпроводников, но сравнима с этой величиной для монослойной пленки FeSe на подложке SrTiO<sub>3</sub> [81] и для монокристаллов FeSeTe [82]. Сравнимость значений  $U$  с данными для FeSe/FeSeTe-систем [81], [82] при заметно меньших значениях по сравнению с оксидными ВТСП важна с точки зрения физической интерпретации полученных результатов. Это означает, что в исследуемых пленках на аморфной подложке реализуется типичный для железосодержащих сверхпроводников режим термоактивированного движения вихрей, в котором барьеры пиннинга являются умеренными по абсолютной величине, но достаточными для формирования воспроизводимой полевой зависимости  $U(H)$ . В таком случае определяющим становится не столько абсолютный масштаб  $U$ , сколько характер его изменения с магнитным полем, поскольку именно показатель степени  $\alpha$  в зависимости  $U(H)$  позволяет судить о преобладающем типе дефектов, ответственных за пиннинг. Поэтому для обсуждения механизмов удержания вихрей в полученных пленках ключевым является совместный анализ величины  $U$ , показателя степени  $\alpha$  и данных о микроструктуре пленки, а не изолированное сравнение только абсолютных значений энергии активации.

Из полевой зависимости энергии активации вихрей  $U(H)$  видно, что в исследуемых пленках FeSeTe на аморфной подложке в рамках модели термоактивированного движения вихрей (TAFF) зависимость  $U(H)$  в исследованном диапазоне магнитных полей описывается степенным законом вида  $U(H) \sim H^\alpha$ . Для нелитографированного образца (рис. 26а) коэффициент наклона  $\alpha$  составляет порядка 0.5 - 0.6. В соответствии с используемой в работе интерпретацией и литературными критериями [71], [72], такие значения  $\alpha$  в первом приближении соответствуют планарному характеру доминирующих центров пиннинга (в противопоставлении точечным центрам, для которых ожидается более сильная полевая зависимость  $U(H)$ ). При этом данный вывод следует рассматривать как модельную интерпретацию TAFF-данных, отражающую характер полевого ослабления барьеров пиннинга, а не как прямую микроструктурную идентификацию конкретного типа дефектов. Для микропестика (рис. 26б) также наблюдается степенной характер зависимости  $U(H)$ , однако в области высоких магнитных полей фиксируется увеличение эффективного коэффициента наклона  $\alpha$  до  $\sim 0.78$  и отчетливый перегиб кривой вблизи  $H \sim 7$  Тл [26], [28]. По смыслу TAFF-анализа это указывает на изменение характера полевой зависимости энергии активации и, соответственно, на смену эффективного режима термоактивированного движения вихрей при переходе к более высоким полям. Такая особенность может быть связана с изменением относительного вклада различных центров пиннинга и/или с изменением роли наиболее эффективных структурных неоднородностей в литографированной геометрии образца. Вместе с тем по одной только зависимости  $U(H)$  в данном случае корректно говорить именно о перестройке режима полевой эволюции активационных барьеров, тогда как более конкретная интерпретация механизма пиннинга требует сопоставления с независимыми критериями.

Следует подчеркнуть, что в настоящей работе термины «планарный характер пиннинга» (в TAFF-интерпретации), «протяженные дефекты» и «коррелированный пиннинг» используются на разных уровнях описания и потому не должны смешиваться без оговорок. TAFF-анализ по зависимости  $U(H)$

и показателю  $\alpha$  позволяет, опираясь на модельные критерии [71], [72], сделать вывод о характере полевого ослабления энергии активации и качественно различать случаи, более близкие к планарному и к точечному пиннингу. Однако TAFF-анализ сам по себе не дает однозначной микроструктурной идентификации дефектов. Поэтому дальнейшее обсуждение механизма пиннинга в данной работе опирается на независимый анализ нормированной плотности силы пиннинга  $f_p(h)$  в сочетании с морфологическими и структурными данными.

В дополнение к TAFF-анализу, характер доминирующего механизма пиннинга был проанализирован по нормированной плотности силы пиннинга  $f_p(h)$ . В рамках подхода Dew-Hughes [37] положение максимума зависимости  $f_p(h)$  и параметры аппроксимации являются независимыми критериями, позволяющими уточнить тип центров закрепления вихрей. Для исследуемых пленок получены значения  $h_{\max}$  в области 0.31-0.34, а также параметры  $p \sim 0.6$ -0.7 и  $q \sim 1.1$ -1.5. Такая совокупность параметров соответствует доминирующему вкладу коррелированного пиннинга на протяженных дефектах и отличается от случая преобладания точечных центров, для которого характерны меньшие значения  $h_{\max}$  [37]. Важно, что этот вывод получается не из TAFF-анализа напрямую, а независимо — по форме зависимости  $f_p(h)$  — и тем самым служит уточняющим и усиливающим аргументом по отношению к TAFF-интерпретации. Полученные параметры  $f_p(h)$  согласуются с литературными данными для Fe(Se,Te)-систем, где близкие значения  $h_{\max}$  и параметров аппроксимации связываются с существенной ролью линейного (коррелированного) пиннинга на границах зерен, дислокациях и других протяженных структурных неоднородностях [77]-[79]. Для исследуемых пленок на аморфной подложке такой результат представляет особый интерес, поскольку их дефектная структура формируется без эпитаксиального шаблона и потенциально может включать несколько конкурирующих типов центров закрепления. В этом случае качественное согласие между TAFF-интерпретацией (на уровне характера полевой зависимости  $U(H)$ ), анализом  $f_p(h)$  (на уровне классификации механизма

пиннинга) и данными микроструктурного анализа существенно повышает достоверность обсуждаемой интерпретации и позволяет рассматривать выявленный механизм пиннинга как устойчивую характеристику исследуемой системы.

Величина поля необратимости  $H_{irr}(4\text{ K})$ , приведенная на рис. 24, показывает, что при гелиевых температурах исследуемые пленки сохраняют способность к бездиссипативному токопереносу в магнитных полях до  $\sim 10$  Тл. В контексте выполненного анализа это значение следует рассматривать не только как прикладной параметр, характеризующий потенциальную область рабочих полей, но и как интегральный показатель эффективности сформировавшегося в пленке пиннинга. Действительно, поле  $H_{irr}$  отражает границу между областью, где вихревое состояние остается в значительной степени закрепленным, и областью, где термоактивированное движение вихрей начинает заметно влиять на транспортные свойства. Поэтому полученное значение  $H_{irr}(4\text{ K})$  находится в логическом согласии с результатами TAFF-анализа и анализа  $f_p(h)$ : TAFF задает характер полевой эволюции энергии активации, анализ  $f_p(h)$  позволяет уточнить тип доминирующего механизма пиннинга, а микроструктурные данные дают физически правдоподобное основание для такой интерпретации. Совокупно это указывает на работоспособный режим закрепления вихрей в заметном диапазоне магнитных полей и создает физически обоснованную основу для последующего рассмотрения нелинейных вольт-амперных характеристик и анализа режимов диссипации в исследуемых пленках.

Следует подчеркнуть, что полученное значение  $H_{irr}$  в данном случае является не просто дополнительной характеристикой, а важным интегральным показателем эффективности вихревого закрепления в плёнке. В отличие от верхнего критического поля  $H_{c2}$ , которое задаёт предел существования сверхпроводящего состояния как такового, поле необратимости  $H_{irr}$  определяет границу области, в которой движение вихрей ещё остаётся достаточно подавленным для практического токопереноса. Поэтому достигнутые значения  $H_{irr}(4\text{ K})$  согласуются с ранее сделанным выводом о существенной роли

коррелированного пиннинга на протяжённых дефектах и подтверждают, что сформировавшаяся на аморфной подложке микроструктура обеспечивает работоспособный режим закрепления вихрей в заметном диапазоне магнитных полей.

С методической точки зрения это также важно для последующего анализа вольт-амперных характеристик, поскольку особенности ВАХ, включая наличие или отсутствие гистерезиса, отражают не только эффективность пиннинга, но и характер перехода между различными диссипативными режимами. В этом смысле рассмотрение ВАХ дополняет результаты анализа температурно-полевых зависимостей сопротивления и позволяет уточнить, каким образом микроструктура плёнки и свойства вихревой системы проявляются в нелинейном транспортном отклике.

Как было отмечено выше, при анализе вольт-амперных характеристик полученных пленок на аморфной диэлектрической подложке были выявлены два типа образцов, отличающихся наличием и отсутствием гистерезиса на ВАХ. Наличие двух типов поведения в пленках, полученных в рамках одной технологической схемы, указывает на чувствительность нелинейного транспортного отклика к особенностям микроструктуры, геометрии токового канала и условиям теплоотвода.

Интерес к наличию или отсутствию гистерезиса на ВАХ обусловлен тем, что в настоящее время в литературе рассматриваются по меньшей мере две причины появления гистерезиса на ВАХ квази-двумерных пленок FST: перегрев электронной подсистемы возбуждений и внутренние флуктуационные процессы в сверхпроводнике [83]. Поэтому наблюдение гистерезиса само по себе не позволяет однозначно установить его природу в исследуемых образцах. В этой связи данные по рассеиваемой мощности, приведенные на рисунке 31(б), являются важным дополнительным количественным параметром, позволяющим обсуждать условия срыва с низкоомной ветви ВАХ и сопоставлять возможный вклад тепловых и флуктуационных механизмов [83].

В обоих видах пленок обнаружен переход Березинского-Костерлица-Таулеса (БКТ), характерный для квази-двумерного поведения пленок. Как известно [44], температура БКТ перехода ниже  $T_c$ , определяемой в приближении среднего поля для 3D образцов, и в нашем случае БКТ переход представляется наиболее вероятной причиной понижения критической температуры пленки относительно мишени. Вопрос о размерности сверхпроводимости в сверхпроводниках на основе железа до сих пор остается предметом дискуссий [43, 44]. В случае, когда межплоскостная связь в структуре слоистого сверхпроводника становится очень слабой, сверхпроводник ведет себя, по сути, как набор независимых двумерных (2D) сверхпроводящих плоскостей. В другом случае, когда перпендикулярная корреляционная длина сверхпроводника [44] больше расстояния между его  $ab$ -плоскостями образец является 3D-размерным. Причиной проявления 2D размерности пленки может быть и то обстоятельство, что в достаточно толстой пленке ток будет, в основном, течь в верхнем ее слое, вне слоя толщиной 30-40 нм вблизи интерфейса с монокристаллической подложкой [44] и физическая толщина пленки оказывается много меньше геометрической, так что двумерная сверхпроводимость и соответствующий БКТ переход, в основном, отражают природу этого верхнего слоя.

Здесь необходимо подчеркнуть, что квази-двумерность в рассматриваемых пленках понимается не как строго геометрическая двумерность образца, а как эффективная двумерность сверхпроводящего отклика. Исследуемая пленка сохраняет трехмерную геометрию по полной толщине, однако при транспортных измерениях определяющую роль может играть лишь часть ее толщины, в которой сосредоточен основной сверхпроводящий ток. В такой ситуации вихревая динамика и нелинейные вольт-амперные характеристики могут проявлять признаки, характерные для двумерных сверхпроводящих систем, включая БКТ-переход, несмотря на то, что геометрическая толщина пленки превышает характерные микроскопические длины сверхпроводника. Таким образом, в данном случае речь идет о квази-двумерности электродинамического поведения при сохранении трехмерной геометрии образца.

Из сопоставления данных, приведённых в табл. 3, следует, что различие между образцами типов А и Б носит не только качественный (наличие/отсутствие гистерезиса на ВАХ), но и количественный характер по нескольким ключевым сверхпроводящим параметрам. В частности, при температуре 2 К плотность критического тока образца типа А примерно в 2,5 раза выше, чем у образца типа Б. Кроме того, для образца типа А получена существенно более высокая оценка верхнего критического поля  $H_{c2}(0)$  по сравнению с образцом типа Б. Это согласуется с наблюдаемым на рис. 32(б) более сильным влиянием внешнего магнитного поля на температуру завершения сверхпроводящего перехода у образца типа Б: меньшие значения  $H_{c2}(0)$  и  $j_c$  естественным образом соответствуют более быстрому подавлению сверхпроводящего состояния магнитным полем. Таким образом, сравнение образцов А и Б показывает, что различия в характере ВАХ сопровождаются систематическими различиями в транспортных и полевых характеристиках, что указывает на различное эффективное качество сверхпроводящего состояния в этих двух типах плёнок.

Данные полнопрофильного рентгеноструктурного анализа (рис. 21) показывают, что кристаллохимические параметры плёнок заметно зависят от их толщины. Для образца толщиной 120 нм получены параметры элементарной ячейки  $a = 3.80 \text{ \AA}$  и  $c = 6.05 \text{ \AA}$ , тогда как для образца толщиной 40 нм —  $a = 3.75 \text{ \AA}$  и  $c = 5.98 \text{ \AA}$ . Наличие такой разницы принципиально важно для интерпретации результатов, поскольку указывает, что в начальной стадии роста на аморфной подложке формируется слой с параметрами решётки, отличающимися от параметров в более толстых плёнках. Иными словами, по мере увеличения толщины происходит эволюция структуры плёнки в направлении состояния, характерного для более сформированного FeSeTe-слоя, тогда как тонкие плёнки в большей степени отражают особенности интерфейсной области и начальных этапов самоорганизации при росте на аморфной поверхности.

Сопоставление полученных параметров ячейки с литературными данными для соединений системы FeSe-Te и с параметрами использованной мишени показывает, что для толщины порядка 120 нм состав плёнки приближается к

стехиометрии  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ , соответствующей мишени. Этот результат хорошо согласуется с общим выводом диссертации о том, что при увеличении толщины (после формирования начального переходного слоя) плёнка демонстрирует признаки самотекстурирования и структурной стабилизации, что, в свою очередь, создаёт предпосылки для улучшения сверхпроводящих характеристик по сравнению с более тонкими образцами.

Дополнительную информацию о микроструктуре дают оценки размеров областей когерентного рассеяния (ОКР), полученные по методу Вильямсона-Холла [84]. В первом приближении величину ОКР можно рассматривать как характеристику среднего размера кристаллитов (или структурно когерентных областей), формирующих плёнку. Для исследованных напылённых плёнок получено значение ОКР  $34 \pm 3$  нм, что в пределах погрешности совпадает с величиной ОКР мишени, определённой по той же методике. Такое совпадение важно не само по себе, а как признак того, что при осаждении на стекло К-208 не происходит деградации структурной когерентности до уровня, несовместимого с сохранением сверхпроводящих свойств.

Таким образом, совокупность рентгеноструктурных данных (наличие текстуры, эволюция параметров решётки с толщиной и характерные значения ОКР) подтверждает, что подложка К-208 обеспечивает благоприятные условия для роста плёнок  $\text{FeSeTe}$  без буферных слоёв. При этом структурные различия между тонкими и более толстыми плёнками указывают на существенную роль интерфейсного слоя в формировании итоговых электрофизических характеристик, что далее согласуется с результатами глубинного анализа состава методом РФЭС.

Из данных рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, представленных на рисунке 33(а), следует, что для пленки толщиной 40 нм состав в приповерхностной области заметно отклоняется от стехиометрического соотношения  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  и характеризуется обеднением по селену. В то же время данные рисунка 33(б) показывают, что в пленке толщиной около 120 нм состав верхних слоев существенно ближе к составу мишени. Таким образом, РФЭС-

результаты подтверждают, что по мере увеличения толщины пленки происходит формирование верхней области с составом, более близким к стехиометрическому, тогда как вблизи интерфейса с аморфной подложкой сохраняется слой с измененным фазово-стехиометрическим состоянием. Детальный анализ РФЭС-спектров с идентификацией химических состояний Fe, Te и Se, включая вклад поверхностного окисления, приведен в главе 3.

Принципиально важно, что глубинный РФЭС-анализ указывает на наличие приинтерфейсной области характерной толщиной порядка 30-40 нм с измененной стехиометрией. Этот результат хорошо согласуется с обсуждением электрофизических данных и позволяет интерпретировать пленку не как однородный по толщине сверхпроводящий объект, а как систему с неоднородным распределением сверхпроводящих свойств по нормали к подложке. В такой постановке нижняя часть пленки вносит ослабленный вклад в перенос сверхтока, тогда как основной токоперенос реализуется в верхнем, более близком к стехиометрии слое.

Именно в этом смысле следует понимать вывод о квази-двумерном характере сверхпроводящего состояния в исследуемых пленках. Геометрически пленка остается трехмерным объектом, однако электрически активная сверхпроводящая область оказывается существенно тоньше полной физической толщины образца. Это создает условия, при которых вольт-амперные характеристики и особенности перехода в сверхпроводящее состояние начинают проявлять признаки, характерные для квази-двумерных систем, включая наблюдаемый переход Березинского-Костерлица-Таулеса.

Следует подчеркнуть, что РФЭС-данные в данном случае не просто дополняют структурный анализ, а являются ключевым аргументом в пользу физической модели пространственно неоднородного токораспределения по толщине пленки. Тем самым они связывают между собой результаты стехиометрического анализа, особенности ВАХ и интерпретацию БКТ-перехода в единую согласованную картину.

Полученный вывод также согласуется с подходом, ранее использованным для пленок на монокристаллических подложках [44], где обсуждалась возможность протекания тока преимущественно в верхней части пленки. В рассматриваемой работе аналогичная идея получает дополнительное экспериментальное обоснование именно за счет глубинно-разрешенного РФЭС-анализа для пленок на аморфной подложке.

Таким образом, совокупность полученных в работе результатов показывает, что сверхпроводящие и транспортные свойства пленок FeSeTe на аморфной подложке К-208 определяются совместным влиянием микроструктуры, глубинной неоднородности состава и особенностей вихревой динамики. Анализ температурно-полевых зависимостей сопротивления в рамках модели TAFF, оценка полей  $H_{IT}$  и  $H_{C2}$ , исследование плотности критического тока, а также анализ нелинейных вольт-амперных характеристик и БКТ-перехода формируют внутренне согласованную физическую картину. В этой картине ключевую роль играет неоднородность свойств по толщине пленки, подтверждаемая данными глубинного РФЭС-анализа: наличие приинтерфейсного слоя с измененной стехиометрией приводит к тому, что основной сверхпроводящий ток протекает преимущественно в верхней части пленки. В результате при сохранении трехмерной геометрии образца реализуется квази-двумерный режим сверхпроводящего отклика, что согласуется с наблюдаемым переходом Березинского-Костерлица-Таулеса и особенностями диссипативного поведения на ВАХ. Тем самым результаты главы 4 не только объясняют выявленные различия между типами исследованных образцов, но и подтверждают физическую состоятельность предложенной модели сверхпроводимости в пленках FeSeTe на аморфной диэлектрической подложке.

В то же время полученные результаты задают направления для дальнейшего уточнения механизмов, определяющих нелинейный транспортный отклик исследуемых пленок. В частности, для окончательного разделения вкладов перегрева и внутренних флуктуационных процессов в формирование гистерезиса ВАХ целесообразны дополнительные эксперименты с

варьированием геометрии токового канала, условий теплоотвода и толщины пленки. Однако уже на данном этапе показано, что пленки FeSeTe на аморфной подложке K-208 могут сочетать воспроизводимое формирование сверхпроводящего состояния с выраженными высокополевыми характеристиками и физически интерпретируемой квази-двумерной динамикой, что делает данную систему перспективной как для фундаментальных исследований, так и для дальнейшей разработки низкочастотных архитектур железосодержащих сверхпроводящих проводников.

### Основные результаты

В результате данной работы были получены следующие результаты:

1. Разработана и апробирована комплексная методика формирования тонких сверхпроводящих пленок FeSeTe на аморфных диэлектрических подложках с устойчивой сверхпроводящей фазой с  $T_c$  до 9,5 К при безбуферном осаждении.
2. - Обнаружено, что в отличие от ситуации с FeSeTe пленками на монокристаллических подложках, демонстрирующих более высокие  $T_c$ , чем у распыляемой мишени с  $T_c \approx 14$  К, полученные значения  $T_c$  для пленок на аморфной подложке ниже, чем у мишени
3. Показано, что сверхпроводящее состояние в плёнках  $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$  на аморфной подложке K-208 носит квазидвумерный характер и определяется, в основном, приповерхностным слоем. Квазидвумерный характер поведения подтверждается наличием перехода Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ), приводящим к понижению температуры перехода пленок ( $T_c$ ) в сверхпроводящее состояние и поведением зависимостей  $R(T, H)$  от температуры и магнитного поля.
4. Показано, что при толщинах больше 40 нм, в пленках FeSeTe на аморфных подложках существует механизм самотекстурирования за счет изменения элементного фазового состава при росте пленки. Найдены параметры тетрагональной ячейки для пленок с толщинами близкими к 120 нм:  $a =$

3,760 Å,  $c = 6,045$  Å. Решетка сжата в плоскости  $ab$  и растянута вдоль оси  $c$  относительно монокристаллов FeSeTe.

5. Найдены физические характеристики пленок FST при низких температурах - значения плотности критического тока:  $(3 \div 5) \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> в собственном поле, поля необратимости  $H_{irr}(4\text{ К})$  до 10 Тл, длин когерентности  $\xi_{ab}(0) \approx 2,5$  нм и  $\xi_c(0) \approx 1,9$  нм, лондоновских глубин проникновения магнитного поля  $\lambda_{ab}$  и  $\lambda_c$ , что вместе с полученными оценками высоких значений верхнего критического поля  $H_{C2}(0)$  вблизи нулевой температуры показывает перспективность пленок FST на аморфных гибких диэлектрических подложках для высокополевых применений.
6. Выполнен совокупный анализ глубинно-зависимого рентгеновского фотоэлектронного спектроскопического исследования, данных о длинах когерентности, лондоновских глубин проникновения и наблюдаемого БКТ-перехода показавший, что при условии, что толщина пленки  $d \gg \xi_c$  и  $d \ll \lambda_{\perp} = \frac{\lambda_c^2}{d}$  ток преимущественно течёт в верхней части плёнки. Это приводит к возникновению квазидвумерного режима сверхпроводимости при трёхмерности плёнки по показателю - отношению длины когерентности,  $\xi_c$ , к межплоскостному расстоянию,  $c$ .
7. Установлено, что динамика вихрей Абрикосова в исследуемых плёнках описывается моделью термоактивированного движения вихрей (TAFF) во всём исследованном диапазоне магнитных полей, причём энергия активации  $U(H)$  уменьшается по степенному закону  $U(H) \sim H^{-\alpha}$  с показателем  $\alpha \approx 0,5 - 0,6$  для нелитографированного образца и возрастанием  $\alpha$  до  $\approx 0,78$  для микромостика в высоких полях. Показано, что энергия активации вихрей в пленках FeSeTe на аморфных подложках сравнима с данными для FeSeTe на кристаллических подложках и обусловлена протяженными планарными дефектами

## Заключение

Экспериментально подтверждена возможность прямого импульсно-лазерного осаждения (PLD) плёнок  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  на аморфное боросиликатное стекло без буферных слоёв. Получены устойчивые сверхпроводящие плёнки с критической температурой  $T_c \approx 9,5$  К, сопоставимой с лучшими результатами для аморфных подложек.

Выявлено проявление квази-двумерных эффектов и перехода Березинского–Костерлица–Таулеса (БКТ) при  $T \sim 7$  К. Показано, что они связаны с изменённой стехиометрией в области толщин  $< 40$  нм и приводят к понижению  $T_c$  по сравнению с мишенью.

Проведён комплексный TAFF-анализ вихревой динамики и энергии активации вихрей. Установлено, что основными центрами пиннинга в плёнках являются планарные дефекты, обеспечивающие значения активационной энергии и критических параметров, сопоставимые с монокристаллическими образцами.

Оценены ключевые сверхпроводящие параметры плёнок  $\text{FeSeTe}$  на аморфных подложках:  $H_{c2}(0) \approx 68$  Тл ( $\parallel ab$ ) и 51 Тл ( $\perp ab$ ), анизотропия  $\gamma \approx 1,3$ , длины когерентности  $\xi_{ab} \approx 2,5$  нм и  $\xi_c \approx 1,9$  нм, плотность критического тока  $j_c$  до  $(5-6) \times 10^4$  А/см<sup>2</sup> при 2 К. Полученные значения сравнимы с результатами для плёнок FST на монокристаллических подложках.

Продемонстрирована практическая применимость прямого осаждения  $\text{FeSeTe}$ -плёнок на аморфные диэлектрики для создания сверхпроводящих элементов без буферных слоёв, что упрощает технологию, снижает себестоимость и открывает перспективу формирования длинномерных ВТСП-проводов третьего поколения.

В целом полученные результаты демонстрируют, что аморфные диэлектрические подложки могут служить работоспособной основой для формирования железосодержащих сверхпроводящих плёнок  $\text{FeSeTe}$  без применения сложной многослойной буферной архитектуры. Совокупность структурных и электрофизических данных подтверждает воспроизводимость

получения сверхпроводящего состояния, выявляет роль приповерхностного слоя с изменённой стехиометрией в формировании квази-двумерного режима и БКТ-перехода, а также показывает, что вихревая динамика и механизмы пиннинга согласуются с доминированием планарных дефектов. Таким образом, продемонстрированная технологическая схема прямого PLD-осаждения на стекло К-208 является перспективной для дальнейшего развития подходов к созданию сверхпроводящих элементов и прототипов длинномерных ВТСП-проводов третьего поколения на гибких аморфных диэлектрических подложках.

Работа выполнена в рамках государственного задания МГУ имени М.В. Ломоносова (госбюджетная НИР АААА-А20-120121890064-2) Физического факультета МГУ с использованием оборудования ЦКП МГУ им. М.В. Ломоносова «Учебно-методический центр литографии и микроскопии». Структурный анализ выполнен в рамках государственного задания Минобрнауки для ИФМ УрО РАН с использованием оборудования ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН. Синтез материала мишени выполнен в рамках темы FMUF-2022-0002 НИР ИЭМ РАН и за счет средств Программы стратегического академического лидерства Уральского федерального университета (Приоритет-2030). Микромостики на исследуемой пленке сформированы на оборудовании, входящем в состав УНУ КУТГИ ИНМЭ РАН.

...

*Я выражаю огромную признательность и искреннюю благодарность своему научному руководителю, Снигиреву Олегу Васильевичу, за всестороннюю поддержку, чуткое руководство, неизменную помощь и ценные советы на всех этапах выполнения данной работы и всего обучения; Порохову Николаю Владимировичу — за неоценимую помощь, глубокое вовлечение в экспериментальную часть работы и переданный опыт по данной тематике; Овченкову Евгению Анатольевичу, Блиновой Юлии Викторовне, Лубенченко Александру Владимировичу и Варлашкину Андрею Валерьевичу — за помощь в проведении измерений и обсуждении полученных результатов; Маресову Александру Геннадьевичу — за поддержку, участие и внимание к моей работе на всех этапах её выполнения, а также за помощь и советы в течение всего времени обучения на кафедре; Сигаеву Владимиру Николаевичу — за предоставленные образцы стекла К-208. Также выражаю глубокую признательность всем коллегам с кафедры физики полупроводников и криоэлектроники за постоянную поддержку, доброжелательную атмосферу и помощь, которую я получал не только во время выполнения данной работы, но и на протяжении всего времени обучения на кафедре.*

## Используемые сокращения и условные обозначения:

ВТСП — высокотемпературные сверхпроводники.

$T_c$  — критическая температура сверхпроводящего перехода.

IBS — iron-based superconductors, железосодержащие сверхпроводники.

$H_{c2}$  — верхнее критическое магнитное поле.

$j_c$  — плотность критического тока.

REBCO — редкоземельные барий-медные оксидные сверхпроводники (семейство  $REBa_2Cu_3O_{7-x}$ ).

CC — coated conductors, проводники с покрытием.

IBAD — ion beam assisted deposition, ионно-лучевое ассистированное осаждение.

MgO — оксид магния (буферный слой).

LZO —  $La_2Zr_2O_7$  (лантан-цирконатный буферный слой).

RABiTS — rolling assisted biaxially textured substrates, двуосно текстурированные подложки после прокатки и рекристаллизации.

FeSeTe ( $Fe_{1+\delta}Se_{1-x}Te_x$ ), FST — железосодержащая сверхпроводящая плёнка FeSeTe.

КТР — коэффициент термического расширения.

PLD — pulsed laser deposition, импульсно-лазерное осаждение.

РСА (XRD) — рентгеноструктурный анализ (рентгеновская дифракция).

СЭМ (SEM) — сканирующая электронная микроскопия.

АСМ (AFM) — атомно-силовая микроскопия.

ЭДС (EDS/EDX) — энергодисперсионная спектроскопия.

РФЭС (XPS) — рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия.

PPMS — Physical Property Measurement System (измерительный комплекс физических свойств).

MPMS — Magnetic Property Measurement System (магнитометрический комплекс).

VSM — vibrating sample magnetometer, вибрационный магнитометр.

SQUID (СКВИД) — сверхпроводящий квантовый интерференционный детектор (магнитометрия SQUID).

TAFF — thermally activated flux flow, термоактивируемое движение вихрей.

ВКТ (БКТ) — переход Березинского–Костерлица–Таулеса.

$H_{irr}(T)$  — линия/поле необратимости.

$U(H)$  — энергия активации вихрей в магнитном поле.

$f_p(h)$  — нормированная сила пиннинга как функция нормированного поля.

$j_c(H)$  — полевая зависимость плотности критического тока.

$H_{||ab}$  — поле параллельно плоскости  $ab$ .

$H_{\perp ab}$  — поле перпендикулярно плоскости  $ab$ .

$\xi_{ab}$  — длина когерентности в плоскости  $ab$ .

$\xi_c$  — длина когерентности вдоль оси  $c$ .

$\gamma$  — анизотропия сверхпроводящих параметров

$\lambda_{ab}$  — лондоновская глубина проникновения в плоскости  $ab$ .

$\lambda_c$  — лондоновская глубина проникновения вдоль оси  $c$ .

$\Phi_0$  — квант магнитного потока.

$R_n$  — сопротивление сверхпроводника в нормальном состоянии.

## Цитируемая литература

1. Kamihara Y., Watanabe T., Hirano M., Hosono H. Iron-based layered superconductor  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  ( $x = 0.05\text{--}0.12$ ) with  $T_c = 26$  K // *Journal of the American Chemical Society*. 2008. Vol. 130, No. 11. P. 3296–3297.
2. Stewart G. R. Superconductivity in iron compounds // *Reviews of Modern Physics*. 2011. Vol. 83, No. 4. P. 1589–1652.
3. Takahashi H., Igawa K., Arii K., Kamihara Y., Hirano M., Hosono H. Superconductivity at 43 K in an iron-based layered compound  $\text{LaO}_{1-x}\text{F}_x\text{FeAs}$  // *Nature*. 2008. Vol. 453, No. 7193. P. 376–378.
4. Wei Y., Sun L., Ren Z., Lu W., Dong X., Zhang H.-J., Dai X., Fang Z., Li Z., Che G., Yang J., Shen X., Zhou F., Zhao Z. Pressure effect on superconductivity of iron-based arsenic-oxide  $\text{ReFeAsO}_{0.85}$  ( $\text{Re} = \text{Sm}$  and  $\text{Nd}$ ) // *EPL (Europhysics Letters)*. 2008. Vol. 83, No. 5. P. 57002.
5. Chen X.H., Wu T., Wu G., Liu R.H., Chen H., Fang D.F. Superconductivity at 43 K in  $\text{SmFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  // *Nature*. 2008. Vol. 453, No. 7196. P. 761–762.
6. Rotter M., Tegel M., Johrendt D. Superconductivity at 38 K in the iron arsenide  $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$  // *Phys. Rev. Lett.* 2008. Vol. 101. P. 107006.
7. Fang M. H., Pham H. M., Qian B., Liu T. J., Vohstedt E. K., Liu Y., Spinu L., Mao Z. Q. Superconductivity close to magnetic instability in  $\text{Fe}(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)_{0.82}$  // *Phys. Rev.* 2008 B 78, P. 224503.
8. McQueen T. M., Huang Q., Ksenofontov V., Felser C., Xu Q., Zandbergen H., Hor Y. S., Allred J., Williams A. J., Qu D., Checkelsky J., Ong N. P., Cava R. J. Extreme sensitivity of superconductivity to stoichiometry in  $\text{Fe}_{1+\delta}\text{Se}$  // *Phys. Rev. B*. 2009. Vol. 79, No. 1. P. 014522.
9. Pomjakushina E., Conder K., Pomjakushin V., Bendele M., Khasanov R. Synthesis, crystal structure, and chemical stability of the superconductor  $\text{FeSe}_{1-x}$  // *Phys. Rev. B*. 2009. Vol. 80, No. 2. P. 024517.
10. Mizuguchi Y., Tomioka F., Tsuda S., Yamaguchi T., Takano Y. Substitution Effects on FeSe Superconductor // *J. Phys. Soc. Japan*. 2009. Vol. 78. P. 074712.

11. Medvedev S., McQueen T.M., Troyan I.A., Palasyuk T., Eremets M.I., Cava R.J., Naghavi S., Casper F., Ksenofontov V., Wortmann G., Felser C. Electronic and magnetic phase diagram of  $\beta$ -Fe1.01Se with superconductivity at 36.7 K under pressure // *Nature Materials*. 2009. Vol. 8. P. 630–633.
12. Guo J., Jin S., Wang G., Wang S., Zhu K., Zhou T., He M., Chen X. Superconductivity in the iron selenide  $K_x\text{Fe}_2\text{Se}_2$  (x from 0 to 1.0) // *Phys. Rev. B*. 2010. Vol. 82. P. 180520.
13. Si W., Han S. J., Shi X., Ehrlich S. N., Jaroszynski J., Goyal A., Li Q. High current superconductivity in FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>-coated conductors at 30 tesla // *Nat. Commun.* 2013. Vol. 4. P. 1347.
14. Piperno L., Vannozzi A., Augieri A., Masi A., Mancini A., Rufoloni A., Celentano G., Braccini V., Cialone M., Iebole M., Manca N., Martinelli A., Meinero M., Putti M., Meledin A. High-performance Fe(Se,Te) films on chemical CeO<sub>2</sub>-based buffer layers // *Sci. Rep.* 2023. Vol. 13. P. 569.
15. Садаков А. В. Транспортные и магнитные свойства слоистых сверхпроводников: оксипниктидов, халькогенидов и оксикарбонатов : дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / А. В. Садаков ; Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН. — М., 2014.
16. Huang J., Chen L., Jian J., Khatkhatay F., Jacob C., Wang H. A simplified superconducting coated conductor design with Fe-based superconductors on glass and flexible metallic substrates // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 647. P. 380–385.
17. Fan F., Zhang X., Cai C., Ma Y. Angular dependence of the critical current density in FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin films on metal substrates // *Supercond. Sci. Technol.* 2021. Vol. 34, No. 12. P. 125015.
18. Piperno L., Vannozzi A., Rizzo F., Masi A., Rufoloni A., Celentano G., Braccini V., Cialone M., Iebole M., Martinelli A., Savio L., Putti M., Meledin A., Sotgiu G. Low-cost architecture for iron-based coated conductors // *iScience*. 2024. Vol. 27, No. 10. P. 111032.

19. Sato H., Hiramatsu H., Kamiya T., Hosono H. Enhanced critical-current in P-doped BaFeAs thin films on metal substrates arising from poorly aligned grain boundaries. *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. P. 36828.

20. Sylva G., Augieri A., Mancini A., Rufoloni A., Vannozzi A., Celentano G., Bellingeri E., Ferdeghini C., Putti M., Braccini V. Fe(Se,Te) coated conductors deposited on simple rolling-assisted biaxially textured substrate templates // *Supercond. Sci. Technol.* 2019. Vol. 32, No. 8. P. 084006.

21. Thomas A. A., Shipulin I. A., Holleis S., Eisterer M., Nielsch K., Hühne R. Comparative study of Fe(Se,Te) thin films on flexible coated conductor templates and single-crystal substrates // *Supercond. Sci. Technol.* 2021. Vol. 34, No. 11. P. 115013.

22. Sylva G., Malagoli A., Bellingeri E., Putti M., Ferdeghini C., Vannozzi A., Celentano G., Hopkins S. C., Lunt A., Ballarino A., Braccini V. Analysis of Fe(Se,Te) Films Deposited On Unbuffered Invar 36 // *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 2019. Vol. 29, No. 5. P. 1–5.

23. Ding H., Zhao H., Huang P., Yu L., Xu J., Fang Z., Chen Z., Wang D., Zhang X., Chen W., Ma Y. Development of the first Tesla class iron-based superconducting coil for high field application // *Supercond. Sci. Technol.* 2023. Vol. 36, No. 11. P. 11LT01.

24. Han M., Dong C., Yao C., Zhang Z., Zhang Q., Gong Y., Huang H., Gong D., Wang D., Zhang X., Liu F., Sun Y., Zhu Z., Li J., Luo J., Awaji S., Wang X., Xie J., Hosono H., Ma Y. Asymmetric stress engineering of dense dislocations in brittle superconductors for strong vortex pinning // *Adv. Mater.* 2025. Vol. 37, No. 44. P. e13265.

25. Электростекло. Технические характеристики стекла К-208. [https://www.elektrosteklo.ru/K8\\_rus.htm](https://www.elektrosteklo.ru/K8_rus.htm)

26\*. Петров А.В., Снигирев О.В., Овченков Е.А., Блинова Ю.В., Порохов Н.В., Шевченко А.Р., Чареев Д.А., Маресов А.Г. Плёнки FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на стекле с примесью CeO<sub>2</sub> // *Вестник МГУ. Сер. 3: Физика, астрономия*. 2025. Т. 80, № 2. Ст. 2520502.

27\*. Петров А. В., Снигирев О. В., Овченков Е. А., Маресов А. Г., Блинова Ю. В., Девятериков Д. И., Порохов Н. В., Чареев Д. А., Лубенченко А. В. Структура пленок FeSeTe на аморфной подложке // Известия РАН. Серия физическая. 2025. Т. 89. № 11. С. 1734–1741.

28\*. Петров А. В., Снигирев О. В., Маресов А. Г., Блинова Ю. В., Порохов Н. В., Чареев Д. А., Варлашкин А. В., Цветков А. Ю. Характеристики плёнок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на аморфной подложке // Вестник Московского университета. Серия 3: Физика. Астрономия. – 2025. – Т. 80. № 6. Ст. 2560504.

29. Sprau P. O., Kostin A., Kreisel A., Böhmer A. E., Taufour V., Canfield P. C., Mukherjee S., Hirschfeld P. J., Andersen B. M., Davis J. C. Séamus. Discovery of orbital-selective Cooper pairing in FeSe // Science. 2017. Vol. 357, No. 6346. P. 75–80.

30. Hu R., Lei H., Abeykoon M., Bozin E. S., Billinge S. J. L., Warren J. B., Siegrist T., Petrovic C. Synthesis, crystal structure, and magnetism of  $\beta$ -Fe<sub>1.00(2)</sub>Se<sub>1.00(3)</sub> single crystals // Phys. Rev. B. 2011. Vol. 83. P. 224502.

31. Bellingeri E., Buzio R., Gerbi A., Marrè D., Cimberle M. R., Tropeano M., Putti M., Palenzona A., Ferdeghini C. FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin films grown on SrTiO<sub>3</sub> substrates by pulsed laser deposition // Superconductor Science and Technology. 2009. Vol. 22. P. 105007.

32. Svitlyk V., Raba M., Dmitriev V., Rodière P., Toulemonde P., Chernyshov D., Mezouar M. Complex biphasic nature of the superconducting dome of the FeSe phase diagram // Phys. Rev. B. 2017. Vol. 96. P. 014520.

33. Шмидт Б.Б. Введение в физику сверхпроводников. Изд. 2-е, испр. и доп. М.: МЦНМО, 2000.

34. Acharya S., Pashov D., Jamet F., van Schilfhaarde M. Electronic Origin of Tc in Bulk and Monolayer FeSe // Symmetry. 2021. Vol. 13, No. 2. P. 169.

35. Zou X.W., Wang Z.H., Chen J.L., Zhang H. Effective activation energy U(T,H) in Na-doped MTG-YBCO crystals // Phys. C. 2001. Vol. 356. No. 1–2. P. 31–38.

36. Ciszewski D.A. Performance of HTS Tapes from an Industrial R&D Deposition Line: Master's thesis. Eindhoven: Eindhoven University of Technology, 2023. 81 p.
37. Dew-Hughes D. Flux pinning mechanisms in type II superconductors // *Philosophical Magazine*. 1974. Vol. 30, No. 2. P. 293–305.
38. Gurevich A. To use or not to use cool superconductors? // *Nature Mater.* 2011. Vol. 10. No. 4. P. 255–259.
39. Parra Vargas C.A., Pimentel J.L.Jr., Pureur P., Landinez Tellez D.A., Roa-Rojas J. Magnetization fluctuation analysis and superconducting parameters of  $\text{La}_{0.5}\text{Re}_{0.5}\text{BaCaCu}_3\text{O}_{7-x}$  (Re is Y, Sm, Gd, Dy, Ho, Yb) superconductor // *Phys. B*. 2012. Vol. 26. P. 2257–2260.
40. Skourski Y., Fuchs G., Kerschl P., Kozlov N., Eckert D., Nenkov K., Muller K.H. Magnetization and magneto-resistance measurements of bulk  $\text{YBa}_2\text{C}_3\text{O}_{7-\delta}$  in pulsed magnetic fields up to 50 T // *Phys. B*. 2004. Vol. 346-347. P. 325-328.
41. Werthamer N. R., Helfand E., Hohenberg P. C. Temperature and Purity Dependence of the Superconducting Critical Field,  $H_{c2}$ . III. Electron Spin and Spin-Orbit Effects // *Phys. Rev.* 1966. Vol. 147. P. 295–302.
42. Yue Sun, Sunseng Pyon, Tsuyoshi Tamegai, Ryo Kobayashi, Tatsuya Watashige, Shigeru Kasahara, Yuji Matsuda, Takasada Shibauchi. Critical current density, vortex dynamics, and phase diagram of single-crystal FeSe // *Phys. Rev. B*. 2015. Vol. 92. P. 144509.
43. Schneider R., Zaitsev A. G., Fuchs D., von Löhneysen H. Excess conductivity and Berezinskii–Kosterlitz–Thouless transition in superconducting FeSe thin films // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2014. Vol. 26. P. 455701.
44. Zhu L., Mei C., Wei L., Sun Z., Wu S., Huang H., Zhang S., Liu C., Feng Y., Tian H., Yang H., Li J., Wang Y., Zhang G., Lu Y., Zhao Y. Quasi-two-dimensional superconductivity in  $\text{FeSe}_{0.3}\text{Te}_{0.7}$  thin films and electric-field modulation of superconducting transition // *Scientific Reports*. 2015. Vol. 5. P. 14133.
- 45 Halperin, B.I., Nelson, D.R. Resistive transition in superconducting films. *J Low Temp Phys*. 1979. 36, 599–616.

46. Вейко В. П., Скворцов А. М., Ту Х. К., Петров А. А. Лазерная абляция монокристаллического кремния под действием импульсно-частотного излучения волоконного лазера // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. 2015. Т. 15. № 3. С. 426–434.

47. Singh R.K. Pulsed laser deposition and characterization of high-Tc  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  superconducting thin films // Department of Materials Science and Engineering, University of Florida, Gainesville, FL, 1998.

48. Hanisch J., Iida K., Huhne R., Tarantini C. Fe-based superconducting thin films—preparation and tuning of superconducting properties // Supercond. Sci. Technol. 2019. Vol. 32, No. 9. P. 093001.

49. Feng Z., Yuan J., He G., Hu W., Lin Z., Li D., Jin K. Tunable critical temperature for superconductivity in FeSe thin films by pulsed laser deposition // Sci. Rep. 2018. Vol. 8, No. 1. Article 22291.

50. Ichinose A., Nabeshima F., Tsukada I., Hanawa M., Komiya S., Akiike T., Maeda A. Microscopic analysis of the chemical reaction between Fe(Te, Se) thin films and underlying  $\text{CaF}_2$  // Supercond. Sci. Technol. 2013. Vol. 26, No. 7. P. 075002.

51. Tsukada I., Hanawa M., Akiike T., Nabeshima F., Imai Y., Ichinose A., Maeda A. Epitaxial growth of  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  thin films on  $\text{CaF}_2$  substrates with high critical current density // Appl. Phys. Express. 2011. Vol. 4, No. 5. P. 053101.

52. Imai Y., Hanawa M., Tsukada I., Hanawa K., Komiya S., Ichinose A., Maeda A. Systematic comparison of superconductivity in  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  thin films grown on oxide substrates // Applied Physics Express. 2010. Vol. 3. P. 043102.

53. Chen L., Tsai C.-F., Lee J. H., Zhang X., Wang H. Highly textured superconducting  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  thin films on glass substrates // Japanese Journal of Applied Physics. 2013. Vol. 52. P. 020201.

54. Chen L., Tsai C.-F., Chen A., Su Q., Wang H. Growth and pinning properties of superconducting nanostructured  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  thin films on amorphous substrates // IEEE Trans. Appl. Supercond. 2013. Vol. 23, No. 3. P. 7500904.

55. Bellingeri E., Kawale S., Cagliaris F., Braccini V., Lamura G., Pellegrino L., Sala A., Putti M., Ferdeghini C., Jost A. High field vortex phase diagram of Fe(Se,Te) thin films // *Supercond. Sci. Technol.* 2014. Vol. 27, No. 4. Article 044007.

56. Seo S., Noh H., Li N., Jiang J., Tarantini C., Shi R., Jung S.-G., Oh M. J., Liu M., Lee J., Gu G., Jo Y. J., Park T., Hellstrom E. E., Gao P., Lee S. Artificially engineered nanostrain in FeSe<sub>x</sub>Te<sub>1-x</sub> superconductor thin films for supercurrent enhancement // *NPG Asia Materials.* 2020. Vol. 12. P. 7.

57. Wang Q.-Y., Li Z., Zhang W.-H., Zhang Z.-C., Zhang J.-S., Li W., Ding H., Ou Y.-B., Deng P., Chang K. Interface-Induced High-Temperature Superconductivity in Single Unit-Cell FeSe Films on SrTiO<sub>3</sub> // *Chinese Physics Letters.* 2012. Vol. 29. No. 3. P. 037402.

58. Sarnelli E., Adamo M., Nappi C., Braccini V., Kawale S., Bellingeri E., Ferdeghini C. Properties of high-angle Fe(Se,Te) bicrystal grain boundary junctions // *Applied Physics Letters.* 2014. Vol. 104, No. 16. Art. 162601.

59. Порохов Н. В., Калабухов А. С., Чухаркин М. Л., Маресов А. Г., Хрыкин Д. А., Кленов Н. В., Снигирев О. В. Физические основы технологии создания высокотемпературных сверхпроводящих проводов третьего поколения на кварцевых подложках // *Вестник Московского университета. Серия 3. Физика. Астрономия.* 2015. № 2. С. 56–62.

60. Блинова Ю.В., Снигирев О.В., Порохов Н.В., Евлашин С.А. Особенности фазового состава и морфологии тонких плёнок FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> на аморфных подложках // *Физ. металлов и металловедение.* 2017. Т. 118. № 10. С. 1038.

61. Fedorchenko A. V., Grechnev G. E., Desnenko V. A., Panfilov A. S., Gnatchenko S. L., Tsurkan V. V., Deisenhofer J., Krug von Nidda H.-A., Loidl A., Chareev D. A., Volkova O. S., Vasiliev A. N. Magnetic and superconducting properties of FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub> ( $x \approx 0, 0.5, \text{ and } 1.0$ ) // *Fizika Nizkikh Temperatur.* 2011. Vol. 37, No. 1. P. 100–107.

62. Tegel M., Lohnert C., Johrendt D. The crystal structure of FeSe<sub>0.44</sub>Te<sub>0.56</sub> // *Solid State Commun.* 2010. Vol. 150, No. 9–10. P. 383–385.

63. de Souza M., Haghighirad A.-A., Tutsch U., Assmus W., Lang M. Synthesis, structural and physical properties of  $\delta'$ -FeSe<sub>1-x</sub> // *The European Physical Journal B*. 2010. Vol. 77. P. 101–107.
64. Ahmad D., Choi W.J., Seo Y.I., Seo S., Lee S., Kwon Y.S. Thermally activated flux flow in superconducting epitaxial FeSe<sub>0.6</sub>Te<sub>0.4</sub> thin film // *Results in Physics*. 2017. Vol. 7. P. 16–20.
65. Bellingeri E., Pallecchi I., Buzio R., Gerbi A., Marré D., Cimberle M. R., Tropeano M., Putti M., Palenzona A., Ferdeghini C. T<sub>c</sub> = 21 K in epitaxial FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> thin films with biaxial compressive strain // *Applied Physics Letters*. 2010. Vol. 96. P. 102512.
66. N. Zhang, J. O. Wang, T. Lei, C. Liu, S. H. Zhang, H. J. Qian, R. Wu, H. Zhou, H. Q. Wang, J. C. Zheng, H. Z. Guo, L. Yan, K. Ibrahim; Impact of thickness on microscopic and macroscopic properties of Fe-Te-Se superconductor thin films. *AIP Advances* 1 April 2015; 5 (4): 047149.
67. Farrar L.S., Bristow M., Haghighirad A.A., McCollam A., Bending S.J., Coldea A.I. Suppression of superconductivity and enhanced critical field anisotropy in thin flakes of FeSe // *npj Quantum Materials*. 2020. Vol. 5. P. 29.
68. Lin H. T., Wu S. L., Wang J. W., Chen T. J., Wang M. J., Chen J. C., Wu M. K., Chi C. C. Determination of the London penetration depth of FeSe<sub>0.3</sub>Te<sub>0.7</sub> thin films by scanning SQUID microscope // *Superconductor Science and Technology*. 2015. Vol. 28. No. 8. P. 085006.
69. Kim H., Martin C., Gordon R. T., Tanatar M. A., Hu J., Qian B., Mao Z. Q., Hu R., Petrovic C., Salovich N., Giannetta R., Prozorov R. London penetration depth and superfluid density of single-crystalline Fe<sub>1+y</sub>(Te<sub>1-x</sub>Se<sub>x</sub>) and Fe<sub>1+y</sub>(Te<sub>1-x</sub>S<sub>x</sub>) // *Phys. Rev. B*. 2010. Vol. 81. No. 18. P. 180503.
70. Nappi C., Camerlingo C., Enrico E., Bellingeri E., Braccini V., Ferdeghini C., Sarnelli E. Current Induced Resistive State in Fe(Se,Te) Superconducting Nanostrips // *Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. Art. 4115.
71. Kurnaz S., Cakir B., Aydiner A. The effect of using different Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layers on the activation energy and irreversibility line of MPMG YBCO bulk at 1050°C growth

temperature // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. 2018. Vol. 31. No. 10. P. 3167–3174.

72. Yang T., Wang Z.H., Zhang H. et al. Effective activation energy and phase diagram in the erdoping MTG-YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> crystal // Phys. C. 2003. Vol. 384. P. 130–139.

73. Ginzburg V. L., Landau L. D. On the Theory of Superconductivity // Zh. Eksp. Teor. Fiz. 1950. Vol. 20. P. 1064–1082.

74. Чухаркин М.Л., Порохов Н.В., Калабухов А.С., Снигирев О.В., Русанов С.Ю., Кашин В.В., Цветков В.Б., Винклер Д. «Высокотемпературные сверхпроводящие пленки на фасетированных монокристаллических нитях» // Журнал радиоэлектроники (электронный журнал), № 2, с. 1-13 (2013).

75. Onar K., Özçelik B., Güler N. K., Okazaki H., Takeya H., Takano Y., Yakinci M. E. Enhanced physical properties of single crystal Fe<sub>0.99</sub>Te<sub>0.63</sub>Se<sub>0.37</sub> prepared by self-flux synthesis method // Journal of Alloys and Compounds. 2016. Vol. 683. P. 164–170.

76. Zhou X., Li W., Hou Q., Wei W., Liu W., Wang K., Xing X., Liu L., Ge J.-Y., Qi Y., Liu H., Ren L., Tamegai T., Sun Y., Shi Z. Critical current density and AC magnetic susceptibility of high-quality FeTe<sub>0.5</sub>Se<sub>0.5</sub> superconducting tapes // Superconductivity. 2024. Vol. 12. P. 100127.

77. Scuderi M., Pallecchi I., Leo A., Nigro A., Grimaldi G., Ferdeghini C., Spinella C., Guidolin M., Trotta A., Braccini V. Nanoscale analysis of superconducting Fe(Se,Te) epitaxial thin films and relationship with pinning properties // Scientific Reports. 2021. Vol. 11. P. 20100.

78. Sun Y., Pyon S., Tamegai T., Kobayashi R., Watashige T., Kasahara S., Matsuda Y., Shibauchi T., Kitamura H. Enhancement of critical current density and mechanism of vortex pinning in H<sup>+</sup>-irradiated FeSe single crystal // Applied Physics Express. 2015. Vol. 8. No. 11. P. 113102.

79. Mao R., Wu Z., Wang Z., Pan Z., Xu M., Wang Z. Effect of Te-doping on the superconducting characteristics of FeSe single crystal // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 809. P. 151851.

80. Iebole M., Braccini V., Bernini C., Malagoli A., Manca N., Martinelli A., Cialone M., Putti M., Singh S.J., Latronico G., Mele P. Fe(Se,Te) thin films deposited through pulsed laser ablation from spark plasma sintered targets // *Materials*. 2024. Vol. 17, No. 11. P. 2594.
81. Zhao W., Chang C.-Z., Xi X., Mak K. F., Moodera J. S. Vortex phase transitions in monolayer FeSe film on SrTiO<sub>3</sub> // *2D Materials*. 2016. Vol. 3, No. 2. P. 024006.
82. Kumar R., Varma G.D. Study of structural and magnetotransport properties of Fe(Te, Se) single crystals // *Phys. Status Solidi B*. 2020. Vol. 257. P. 1900552.
83. Qiao L., Li D., Postolova S. V., Mironov A. Yu., Vinokur V., Rosenstein B. Dynamical instability of the electric transport in superconductors // *Scientific Reports*. 2018. Vol. 8. P. 14104.
84. Williamson G.K., Hall W.H. X-ray line broadening from fcc aluminium and wolfram // *Acta Metallurgica*. 1953. Vol. 1, No. 1. P. 22–31.