

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI SALERNO



Dipartimento di Fisica "E. R. Caianiello"

Scuola Dottorale in Scienze Matematiche, Fisiche, Naturali

Corso di Dottorato in Fisica

XIV Ciclo

**A study on iron-chalcogenides superconductors:
from samples preparation to physical properties**

Chiarasole Fiamozzi Zignani

Coordinator: Prof. Canio Noce

Tutor: Prof. Sandro Pace

Co-tutor: Dr. Gaia Grimaldi

Gennaio 2017

Abstract

Nella comunità scientifica c'è grande interesse per quanto riguarda l'esplorazione di nuovi materiali superconduttori adatti per applicazioni ad alto campo, con l'obiettivo di venire incontro alle incalzanti necessità dell'industria. In questo contesto, i materiali superconduttori a base di ferro, scoperti recentemente, rappresentano un'opzione promettente, soprattutto grazie alla loro temperatura critica, intermedia rispetto a quelle dei superconduttori a bassa e ad alta T_c , e anche grazie ai loro campi magnetici superiori estremamente alti.

L'obiettivo di questo lavoro è stata la preparazione e lo studio delle proprietà fisiche di campioni superconduttori di a base di ferro-calcogenuri, in particolare di FeSe e FeSeTe policristallino. La famiglia dei ferro-calcogenuri è stata scelta soprattutto a causa delle sue interessanti proprietà superconduttive, e anche a causa della sua semplice struttura cristallina e alla mancanza di elementi tossici nella sua composizione.

Ho portato avanti diverse strade per la produzione dei campioni, aprendo così un campo di ricerca completamente nuovo all'ENEA di Frascati. Ho conseguito parte delle competenze necessarie per questo lavoro lavorando anche presso altri laboratori che vantano grande esperienza nella preparazione di materiali superconduttori a base di ferro, in particolare presso i laboratori del National Institute of Material Science (NIMS) di Tsukuba in Giappone, dove ho lavorato presso il Nano Frontier Material Group, guidato dal Prof. Dr. Takano. Ho avuto anche l'opportunità di lavorare un breve periodo presso i laboratori del CNR SPIN di Genova e presso i dipartimenti di Fisica e Chimica dell'Università di Genova, dove ho potuto confrontarmi con ricercatori esperti nella produzione di campioni superconduttori a base di ferro. La maggior parte delle competenze le ho comunque acquisite per esperienza diretta. Anche se alcune delle strade intraprese per la preparazione dei campioni non hanno portato ai risultati sperati, alcune di queste tecniche hanno dato risultati interessanti, altre meritano senz'altro un'ulteriore ottimizzazione.

Per quanto riguarda i campioni in FeSe, sono stati implementati due processi per la preparazione: la deposizione elettrochimica su substrato di ferro e la sintesi allo stato solido. Il primo processo ha portato come risultato film sottili di FeSe contenenti la fase tetragonale superconduttiva β , ma l'ottimizzazione delle proprietà superconduttive di questi campioni sarebbe un procedimento molto lungo e complesso. La sintesi allo stato solido ha portato alla preparazione di campioni superconduttivi con una buona T_c di onset ma contenenti molte impurezze, che hanno compromesso la ripidità della transizione e le proprietà di trasporto di corrente. Questa tecnica di preparazione richiede un'ottimizzazione futura, che potrà essere ottenuta mantenendo più pulite tutte le fasi del processo.

Per la preparazione del FeSeTe sono state utilizzate tre tecniche, la sintesi allo stato solido, la sintesi meccano-chimica e la sintesi per fusione. Le prime due strade, come visto per i campioni in FeSe, hanno bisogno di essere ulteriormente ottimizzate.

La terza strada ha portato alla preparazione di diversi campioni policristallini di qualità molto buona tramite un processo di fusione, con trattamenti termici a temperature di circa 970°C seguiti da raffreddamenti a circa 400°C. È stato verificato che, come conseguenza del processo di fusione, le impurità e le fasi spurie tra i grani sono quasi totalmente rimosse, è promosso l'orientamento preferenziale dei campioni e la corrente critica risulta

migliorata. Quindi questa tecnica per la preparazione dei campioni è quella raccomandata in vista delle applicazioni, anche se ulteriori sforzi saranno necessari per sviluppare un materiale pronto per l'uso ad esempio come target per la deposizione di film o eventualmente per la preparazione di veri e propri fili.

In questo lavoro di tesi sono state mostrate le principali caratterizzazioni eseguite su tutti i tipi di campioni prodotti. La riproducibilità delle proprietà superconduttive dei campioni preparati con le stesse procedure è stata verificata e solo i campioni rappresentativi per ogni gruppo sono stati mostrati, per chiarezza e per non compromettere la leggibilità della tesi.

In particolare i campioni migliori sono stati oggetto di una caratterizzazione estesa, portata avanti in vari laboratori di superconduttività, all'ENEA di Frascati, al Master Lab del CNR SPIN di Salerno e al dipartimento di Fisica dell'Università di Salerno. Oltre alle caratterizzazioni strutturali, magnetiche, di trasporto e calorimetriche, sono state portate avanti diverse analisi riguardanti i meccanismi di pinning che agiscono e competono all'interno dei campioni prodotti, nell'ambito di diversi modelli tratti dalla letteratura scientifica relativa all'argomento. Come previsto, le proprietà di pinning dipendono fortemente dalle procedure di preparazione che inducono e influenzano la struttura dei difetti all'interno dei campioni. Queste analisi sono state supportate anche da misure di rilassamento magnetico, che hanno corroborato l'interpretazione del peak effect, quando presente, e il comportamento dell'energia di attivazione di barriera in funzione della densità di corrente.

In conclusione, nonostante l'inevitabile natura policristallina dei campioni di FeSeTe preparati, quelli ottenuti per fusione presentano proprietà superconduttive che ricordano da vicino quelle dei campioni cristallini, con temperature di onset di circa 15 K e transizioni piuttosto strette. I campioni migliori hanno infatti cicli di isteresi ben aperti fino a 12 T (a circa 9 K) e fino a 18 K (a circa 7 K) con una densità di corrente critica che dipende debolmente dal campo magnetico nell'intervallo degli alti campi.