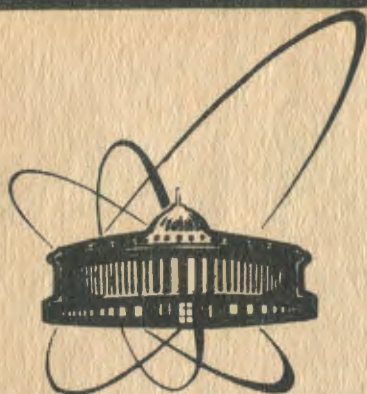


90-190



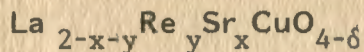
7
сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

Б-43

14-90-190

А.В.Белушкин, Е.А.Горемычкин, С.Ф.Гундорина,
А.Ю.Музыка, В.М.Назаров, И.Натканец,
И.Л.Сашин, А.Фидеркевич

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОГО ВЛИЯНИЯ
МИКРОПРИМЕСЕЙ НА ДИНАМИКУ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ



1990

К настоящему времени опубликован ряд работ, посвященных динамике решетки ВТСП на основе La, в том числе с помощью неупругого рассеяния тепловых нейтронов (НРТН) ^{/1-5/}.

Ранее мы сообщали ^{/6/} результаты измерений обобщенной функции плотности фононных состояний ВТСП керамик состава $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4-\delta}$, в которых нами была обнаружена особенность в спектре НРТН в районе 6 мэВ. Температурная и угловая зависимость интегральной интенсивности этой неупругой линии указывали на магнитный характер соответствующего ей возбуждения. В ряде работ также указывалось на существование избыточной интенсивности в низкочастотной области спектра НРТН в районе 5-8 мэВ ^{/5/}, но выраженной не так ярко, как в наших спектрах. Как мы уже сообщали ^{/6/}, исследуемые образцы $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4-\delta}$ имели низкую T_c , что мы связывали с дефицитом кислорода δ . Приготавливались они из La_2O_3 , SrCO_3 и CuO по стандартной методике, описанной в ^{/6/}, с закалкой на конечной стадии синтеза между массивными медными пластинами. Образцы с $x=0,1$ и $x=0,2$ имели T_c , равную 16 и 24,5 К соответственно, а с $x=0,0$ и $x=0,3$ показывали полупроводниковый ход электросопротивления вплоть до гелиевой температуры.

Поэтому были проведены измерения спектров НРТН новой керамики $\text{La}_{1,85}\text{Sr}_{0,15}\text{CuO}_{4-\delta}$ с высокой температурой сверхпроводящего перехода. Образец был приготовлен из $\text{La}_2(\text{CO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, CuO и SrCO_3 с отжигом в атмосфере кислорода и медленным охлаждением в печи. По измерениям магнитной восприимчивости образец имел $T_c=36$ К.

Эксперименты по рассеянию нейтронов проводились на времяпролетном спектрометре обратной геометрии КДСОГ-М, установленном на реакторе ИБР-2 ^{/7/}.

Спектры НРТН $\text{La}_{1,85}\text{Sr}_{0,15}\text{CuO}_{4-\delta}$ и $\text{La}_{1,8}\text{Sr}_{0,2}\text{CuO}_{4-\delta}$ представлены на рис. 1. Видно, что спектры НРТН обеих керамик хорошо согласуются, за исключением области передач энергий $\epsilon \approx 6$ мэВ, где интенсивность рассеяния второго образца существенно больше, чем у первого.

На наш взгляд, причинами возникновения неупругого пика при $\epsilon \approx 6$ мэВ могут быть следующие обстоятельства:

- 1) антиферромагнитные корреляции, связанные с δ ;
- 2) переходы между уровнями кристаллического электрического поля (КЭП) примесей магнитоактивных редкоземельных элементов (РЗЭ) в матрице $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4-\delta}$.

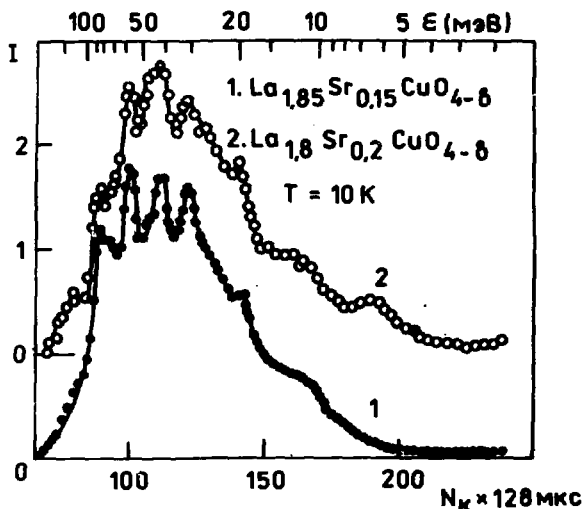


Рис. 1. Спектры НРТН на $\text{La}_{1,85}\text{Sr}_{0,15}\text{CuO}_{4-\delta}$
 $\text{La}_{1,8}\text{Sr}_{0,2}\text{CuO}_{4-\delta}$
 $T=10\text{ K}$. ϵ — переданная энергия в мэВ.

В сущности, проверка второго предположения и составляет цель настоящей работы.

В качестве методик для определения элементного состава микропримесей использовались инструментальный нейтронно-активационный и гамма-активационный анализы.

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

Навески образцов массой 0,2 г облучались в течение 1 мин в канале облучения реактора ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ. Плотность потока тепловых, резонансных и быстрых нейтронов составляла $1,1 \cdot 10^{12}$, $0,23 \cdot 10^{12}$ и $1,4 \cdot 10^{12}$ н/см²·с соответственно /8/.

Измерения γ -спектров наведенной активности проводились на Ge(Li)-детекторе с разрешением 3,0 кэВ по линии 1333 кэВ ^{60}Co и выдержкой после облучения 10-30 дней. В связи с тем, что стандартный образец не использовался, приводятся оценки концентрации элементов по отношению к La по следующей формуле /9/:

$$\frac{m_{\text{Re}}}{m_{\text{La}}} = 100 \% \times$$

$$\times \frac{S_{\text{Re}} \cdot M_{\text{Re}} \cdot \lambda_{\text{Re}} \cdot e^{\lambda_{\text{Re}} t_{\text{в}}} \cdot \epsilon(\gamma)_{\text{La}} \cdot I_{\gamma} \cdot \sigma_{\text{a La}} \cdot (1 - e^{-\lambda_{\text{La}} t_0}) (1 - e^{-\lambda_{\text{La}} t_{\text{н}}})}{S_{\text{La}} \cdot M_{\text{La}} \cdot \lambda_{\text{La}} \cdot \epsilon(\gamma)_{\text{Re}} \cdot e^{\lambda_{\text{La}} t_{\text{в}}} \cdot I_{\gamma} \cdot \sigma_{\text{a Re}} \cdot (1 - e^{-\lambda_{\text{Re}} t_0}) (1 - e^{-\lambda_{\text{Re}} t_{\text{н}}})}$$

где Re — примесь магнитоактивной РЗЭ; La — лантан; S — площадь под пиком; M — атомная масса; λ — период полураспада; I_γ — интенсивность γ -линии; σ_a — сечение активации, $\sigma_a = \sigma_T (1 + 0,22 I_0/\sigma_T)$; σ_T — сечение активации для тепловых нейтронов; t_B , t_O , t_M — времена выдержки, облучения и измерения соответственно; $\epsilon(\gamma)$ — эффективность детектора; I_0 — резонансный интеграл.

В табл. 1 представлены данные по активации обнаруженных нуклидов РЗЭ и оценка их количества.

Таблица 1

Нук- лид	Распротр. ат. %	$T_{1/2}$, сут.	σ_T , б	I_0/σ_T	Концентр. по отнош. к La, % для $La_{2-x}Sr_xCuO_4$	Концентр. по отнош. к La, % для $La_2(CO_3)_3 \cdot 6H_2O$
^{147}Nd	17,2	11,1	1,4	2,03	< 0,4	< $1 \cdot 10^{-3}$
^{141}Ce	88,5	33	0,58	0,76	< $9 \cdot 10^{-2}$	< $2 \cdot 10^{-2}$
^{160}Tb	100	72,1	25	16,1	< $4 \cdot 10^{-4}$	< $3,5 \cdot 10^{-3}$
^{153}Sm	26,7	1,94	210	15,1	< $2 \cdot 10^{-2}$	—

ГАММА-АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

Пробы в виде порошка помещались в полиэтиленовый контейнер шириной 20 мм и высотой 3 мм. Для определения концентрации элементов использовался стандартный эталон гранита СГД-1А, содержащий большой набор аттестованных РЗЭ.

Образцы облучались совместно с эталоном тормозным излучением микротрона МТ-25 ЛЯР ОИЯИ в течение 4 часов. Максимальная энергия γ -квантов была выбрана 18 МэВ, что исключало реакцию (γ , n) на углероде, который входит в состав контейнеров и $La_2(CO_3)_3 \cdot 6H_2O$. Экстинкция пучка вдоль пакета образцов измерялась с помощью медных мониторов, помещенных между образцами. Для измерения γ -спектров активированных образцов с выдержкой от 2 до 30 дней использовались Si(Li) -детектор с разрешением 0,6 кэВ для линии 122 кэВ ^{57}Co , многоканальный анализатор LP 4900 фирмы NOKIA и анализатор ТИТАН.

Таблица 2

Нуклид	$T_{1/2}$, сут.	E_{γ} , кэВ	Концентрация $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ ppm	Концентрация $La_2(CO_3)_3 \cdot 6H_2O$ ppm
^{139}Ce	137,2	165,8	516 ± 40	123 ± 9
^{153}Sm	1,94	103,2	81 ± 6	$4,2 \pm 0,36$
^{147}Nd	11,1	91,1	1910 ± 505	$5,1 \pm 1,74$

Пределы обнаружения и определение количества микропримесей рассчитывались по формулам Кэрри ^{10/} для полупроводникового дегектора.

Данные по активации обнаруженных нуклидов и их концентрации представлены в табл. 2.

Как видно из табл. 1 и 2, в образцах $La_{2-x}Sr_xCuO_{4-\delta}$ основной примесью является Nd. Поэтому для НРТН был использован образец $La_{1,6}Nd_{0,2}Sr_{0,2}CuO_{4-\delta}$ с содержанием Nd примерно в 30 раз больше, чем в исследуемых образцах семейства $La_{2-x}Sr_xCuO_{4-\delta}$. Образец был структурно-однофазный, $T_c \approx 20$ К.

Дважды дифференциальное сечение магнитного рассеяния нейтронов пропорционально числу ионов магнитоактивных РЗЭ, поэтому интегральная интенсивность пика при $\epsilon \approx 6$ мэВ должна была бы возрасти во столько же раз, если природа этого возбуждения определяется переходами между уровнями КЭП иона Nd^{3+} .

На рис. 2 приведены спектры НРТН $La_{1,8}Sr_{0,2}CuO_{4-\delta}$ и $La_{1,6}Nd_{0,2}Sr_{0,2}CuO_{4-\delta}$, измеренные при гелиевой температуре. Хорошо видно, что пики, соответствующие переходам между уровнями КЭП иона Nd^{3+} лежат в области передач энергий $\epsilon > 20$ мэВ, а интенсивность рассеяния в районе $\epsilon \approx 6$ мэВ для $La_{1,6}Nd_{0,2}Sr_{0,2}CuO_{4-\delta}$ существенно меньше, чем для образца $La_{1,8}Sr_{0,2}CuO_{4-\delta}$.

Таким образом, можно заключить, что природа возбуждения при $\epsilon \approx 6$ мэВ не связана с переходами между уровнями КЭП микропримесей магнитных РЗЭ в керамиках $La_{2-x}Sr_xCuO_{4-\delta}$. Это также подтверждает концентрированная зависимость интегральной интенсивности пика $\epsilon \approx 6$ мэВ для этих соединений.

В ближайшее время мы планируем проверить влияние δ на поведение функции плотности состояний в $La_{2-x}Sr_xCuO_{4-\delta}$.

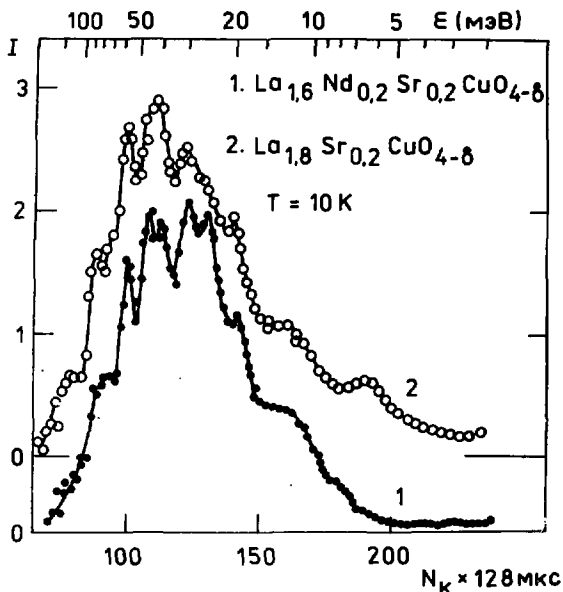


Рис. 2. Спектры НРТН на $\text{La}_{1,6}\text{Nd}_{0,2}\text{Sr}_{0,2}\text{CuO}_{4-\delta}$ и $\text{La}_{1,8}\text{Sr}_{0,2}\text{CuO}_{4-\delta}$ при $T=10\text{ K}$. ϵ — переданная энергия в мэВ.

В заключение авторы выражают благодарность В.П.Чинаевой и М.В.Фронтасевой за помощь в проведении НАА, Ю.М.Останевичу за обсуждение результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ramirez A.P. et al. — Phys. Rev. B., 1987, 36.
2. Balakrishnan G. et al. — Nature, 1987, 287, p.15.
3. Renker B. et al. — Z. fur Phys. B, 1987, 67, p.15.
4. Goshitskij B.N. et al. — Phys. Met. Met., 1987, 64, p.188.
5. Rosseinsky M.J. et al. — Phys. Rev. B., 1988, 37, p.2331.
6. Belushkin A.V. et al. — Physica B., 1989, 156, p.906.
7. Назаров В.М. и др. — В сб.: Краткие сообщения ОИЯИ №6-85, 1985, с.37.
8. Балуха Г. и др. — Сообщение ОИЯИ P13-84-242, Дубна, 1984.
9. Carder W. et al. — Talanta, 1978, v.25, p.21.
10. Currie L.A. et al. — Anal. Chem., 1968, v.40.

Рукопись поступила в издательский отдел
15 марта 1990 года.