

ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Д-802

14-95-312

На правах рукописи

УДК 53.082.79

537.622

538.945

ДУГИНОВ

Виктор Николаевич

ПРИМЕНЕНИЕ ПОЛОЖИТЕЛЬНЫХ МЮОНОВ  
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ  
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ  
НА ОСНОВЕ ВИСМУТА И ОКИСИ ВИСМУТА

Специальность: 01.04.01 — техника физического  
эксперимента, физика приборов,  
автоматизация физических исследований

Автореферат диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Дубна 1995

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем Объединенного института ядерных исследований

Научные руководители:

доктор физико-математических наук  
ведущий научный сотрудник  
кандидат физико-математических наук  
старший научный сотрудник

Жуков В.А.

Пономарев А.Н.

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук  
профессор  
доктор физико-математических наук  
доцент

Кириллов-Угрюмов В.Г.

Морозов А.И.

Ведущая организация: Московский физико-технический институт,  
г.Долгопрудный

Защита состоится " " 1995 г. в \_\_\_\_\_ часов на заседании  
диссертационного совета Д - 047.01.03 Лаборатории ядерных проблем  
Объединенного института ядерных исследований, г.Дубна Московской  
области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ.

Автореферат разослан " " 1995 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

Ю.А. Батусов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

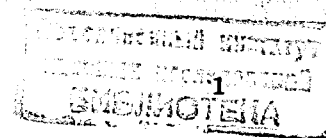
Техника  $\mu SR$  (muon spin rotation, relaxation or resonance) - ядерно-физический метод измерения локальных микроскопических магнитных полей, основанный на возможности определения направления магнитных моментов мюонов, имплантируемых в изучаемые объекты.

Особое внимание со стороны специалистов в области физики твердого тела привлекли возможности этого метода в изучении высокотемпературной сверхпроводимости - нового явления, открытого в 1987 году. Благодаря способности измерять распределение магнитных полей в образце,  $\mu SR$  позволяет исследовать поведение магнитных вихрей в смешанном состоянии сверхпроводников. Это дает возможность определять такой важный для теории сверхпроводимости параметр, как глубина проникновения магнитного поля. Температурная зависимость глубины проникновения служит хорошим критерием отбора различных моделей сверхпроводимости. Кроме этого,  $\mu SR$  метод оказался наиболее подходящим для изучения глубины проникновения магнитного поля в гранулированные сверхпроводники, какими в большинстве случаев являются высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП).

Исследование высокотемпературной сверхпроводимости вызвало необходимость изучения соединений, родственных ВТСП. Одним из таких веществ является окись висмута  $\alpha - Bi_2O_3$ , обладающая рядом свойств, необычных для вещества, считавшегося диамагнетиком.

Цель работы

- а) Создание аппаратуры для  $\mu SR$  экспериментов на пучках фазотрона Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.
- б) Измерение глубин проникновения магнитного поля в высокотемпературные сверхпроводники на основе висмута.
- в) Изучение влияния допирования на сверхпроводящие свойства образцов семейства ВТСП  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{1-x}Y_zCu_2O_{8+\delta}$ , изготовленных по единой технологии.
- г) Изучение локальных магнитных полей в соединении  $\alpha - Bi_2O_3$ , являющимся базовым при синтезе ВТСП и обладающим рядом необычных магнитных свойств.
- д) Разработка методики стробоскопических  $\mu SR$  экспериментов для фазотрона ОИЯИ.
- е) Создание измерительного стенда для методических работ на экспериментальном комплексе "МЮСПИН" и контроля образцов макроскопическими методами.



### Научная новизна

- 1) Впервые проведено систематическое исследование глубины проникновения магнитного поля на серии образцов висмутовых ВТСП, допированных  $Y$  и  $Pb$  с целью изучения влияния допирования на сверхпроводящие свойства.
- 2) Впервые проведено  $\mu SR$  исследование соединения  $\alpha - Bi_2O_3$ . Показано существование локального поля порядка 100 Гс в соединении, которое ранее считалось диамагнитным. Измерены величина и частота флуктуаций локального магнитного поля. Предложен механизм возникновения локального магнитного поля.
- 3) Разработана новая методика стробоскопических  $\mu SR$  экспериментов для синхротронов.

### Практическая ценность

- 1) Разработана аппаратура для проведения  $\mu SR$  экспериментов в диапазоне температур от 4,2 до 300 К и магнитных полей до 0,6 Т с рекордно низким уровнем фона.
- 2) Изучено влияние допирования различного типа на сверхпроводящие и магнитные свойства ВТСП на основе висмута. Полученные результаты важны для развития представлений о механизме сверхпроводимости и для понимания технологических аспектов изготовления этого типа ВТСП.
- 3) Создан программно-управляемый стенд для методических работ на экспериментальном комплексе "МЮСПИН". Стенд используется для испытания узлов криогенных установок, калибровки датчиков температуры для технических применений, контроля образцов макроскопическими методами.

### Апробация работы и публикации

Результаты, изложенные в настоящей диссертации, представлялись на Международных конференциях по применению  $\mu SR$  метода (Оксфорд, Великобритания, 1990; Мауи, США, 1993), III Международной конференции по материалам и механизмам сверхпроводимости (Канава, Япония, 1992), Международном симпозиуме по исследованию ВТСП ядерно-физическими методами (Дубна, 1991), 30 Совещании по физике и технике низких температур (Дубна, 1994) и докладывались на семинарах ЛЯП ОИЯИ, общенститутском семинаре ОИЯИ по проблеме ВТСП, семинарах PSI (Виллиген, Швейцария) и ФИ ЧСАН (Прага, Чехословакия).

По результатам диссертации опубликовано 15 печатных работ.

### Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из ВВЕДЕНИЯ, четырех глав и ЗАКЛЮЧЕНИЯ. Объем диссертации 129 страниц, включая 43 рисунка, 6 таблиц и список литературы из 97 названий.

### СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность темы диссертационной работы, формулируются ее основные цели и задачи.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ изложены принципы измерения характеристик внутренних магнитных полей в веществе методом  $\mu SR$ -спектроскопии.

Мюоны, имплантированные в вещество, термализуются за время порядка  $10^{-10}$  секунды, частично сохраняя при этом свою поляризацию. Вследствие несохранения четности в слабых взаимодействиях, пространственное распределение позитронов от распада мюона будет неизотропно. Асимметрия углового распределения позитронов позволяет измерять временную эволюцию поляризации ансамбля мюонов  $P(t)$ , имплантированных в образец.

Если мюон находится в магнитном поле  $B$ , поперечном относительно начальной поляризации ( $TF$ -эксперимент), то спин мюона будет прецессировать с частотой  $\omega_\mu = \gamma_\mu \cdot B$ , где  $\gamma_\mu$  - гиромагнитное отношение для мюона. Это приводит к тому, что вероятность зарегистрировать позитрон от распада мюона становится осциллирующей функцией от времени. Получаемая в этом случае гистограмма времен жизни мюонов описывается выражением

$$N(t) = N_0 \exp(-t/\tau_\mu) (1 + a \cdot P(t) \cdot \cos(\omega_\mu \cdot t + \varphi)) + \Phi \quad (1)$$

где  $\tau_\mu$  - время жизни мюона,  $a$  - наблюдаемая асимметрия  $\mu \rightarrow e$  распада,  $P(t)$  - функция релаксации спина мюона,  $\omega_\mu$  - частота ларморовской прецессии спина,  $\varphi$  - начальная фаза этой прецессии, определяемая, в основном, геометрией установки,  $\Phi$  - фон от случайных событий.

Магнитное поле может быть направлено параллельно направлению начальной поляризации спина мюонов ( $LF$ -процедура). При достаточно большом внешнем магнитном поле ( $H_{ext} \gg H_{int}$ ) появляется возможность изучать динамические характеристики внутренних магнитных полей в веществе.

Большим достоинством  $\mu SR$  метода является то, что эксперименты могут проводиться и в нулевом внешнем магнитном поле ( $ZF$ -процедура), что позволяет исследовать внутренние магнитные поля в веществе без возмущающего воздействия внешнего поля.

$\mu SR$  спектроскопия временных интервалов накладывает ограничения на интенсивность пучка мюонов, имплантируемых в образец - для временного анализа отбираются лишь те события  $\mu \rightarrow e$  распада, когда в анализируемый промежуток времени ( $\approx 10$  мкс) регистрируется остановка только одного мюона и вылет принадлежащего ему позитрона распада ( $1\mu - 1e$ ). Это требование ограничивает интенсивность количества остановок мюонов величиной  $I_\mu \approx 5 \cdot 10^4 \mu\text{сек}$ . При проведении  $\mu SR$  экспериментов, требующих высокой точности измерения частоты прецессии спина мюона, а следовательно большой статистики, лучшие результаты может дать стробоскопический способ



измерений, в котором отсутствует ограничение на интенсивность пучка мюонов, связанное с требованием "только  $1\mu$  и  $1e$ " в фиксированном интервале измерения времен жизни отдельных мюонов. Стробоскопический метод измерения основан на синфазном сложении сигналов позитронов  $\mu \rightarrow e$  распада от отдельных импульсов временной структуры мюонного пучка.

Поляризация мюонного ансамбля определяется стробоскопической техникой: позитроны от распада мюонов регистрируются позитронным телескопом, во временных воротах, синхронизированных с временной структурой пучка. В настоящее время стробоскопический  $\mu SR$  метод реализован на мезонной фабрике PSI (Швейцария) (Klempert E. et al., // Phys. Rev. D, 1982, V.25, P.652)

ВТОРАЯ ГЛАВА посвящена описанию экспериментального комплекса "МЮСПИН"[2,5], предназначенного для исследования свойств конденсированных сред с помощью пучков поляризованных мюонов, и методических разработок автора, связанных с автоматизацией проводимых измерений.

Схема спектрометра с магнитом, создающим поле, поперечное к начальной поляризации мюонов, показана на рисунке 1. Регистрация событий  $\mu \rightarrow e$  рас-

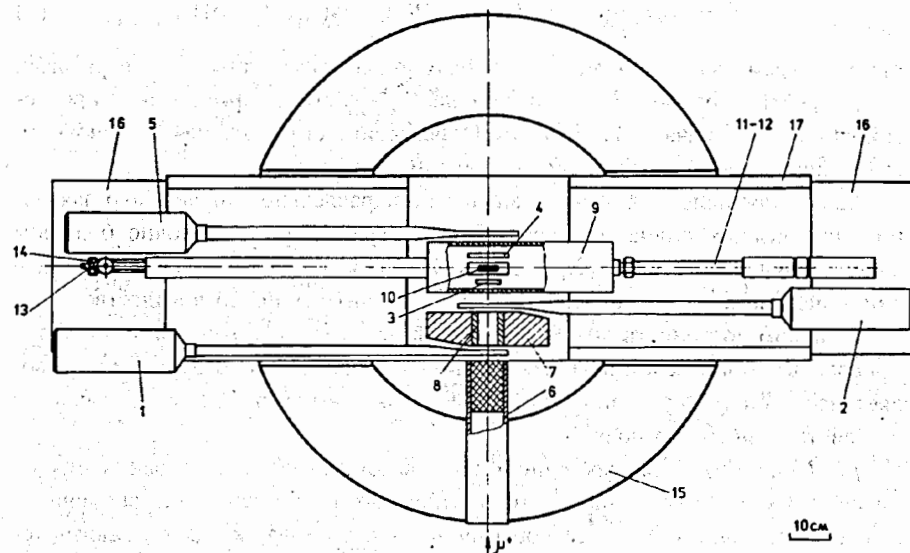


Рис. 1. Схема  $\mu SR$  спектрометра.

пада осуществляется с помощью сцинтилляционных счетчиков 1 - 5. Мюоны через отверстие 6 в панцире магнита проходят через замедлитель, где теряют часть своей энергии. Остановка мюонов в образце фиксируется по срабатыванию счетчиков  $1 \cdot 2 \cdot 3 \cdot 4$ . Между счетчиками 1 и 2 установлен свинцовый

коллиматор 7, диаметр отверстия которого может меняться в зависимости от размера образца с помощью вставных колец 8. Между счетчиками 2 и 5 устанавливается криостат 9 с образцом 10. Сцинтилляторы счетчиков 3 и 4 находятся внутри холодной зоны криостата, и свет от них выводится на ФЭУ по световодам 11 и 12, расположенным друг над другом. С помощью соединений 13 и 14 криостат пристыковывается к дюарам с жидким гелием (азотом) и к системе сбора гелия. Все элементы спектрометра находятся внутри панциря магнита 15 на платформах 16, перемещающихся по направляющим 17.

В счетчиках установки использовались сцинтиллятор производства ЛЯП ОИЯИ на основе полистирола (Виноградова Н.В. и др., // ОИЯИ 13-88-176, Дубна 1988) и фотоэлектронные умножители ХР-2020, ХР-2982 фирмы Philips. В кожухах ФЭУ кроме делителей, собранных по стандартной схеме, были размещены формователи. Пороги регистрации импульсов задавались от специально разработанного диссертантом для этой цели 8-ми канального 6-ти разрядного цифро-аналогового преобразователя в стандарте КАМАК. Сигналы с формователей поступали на систему отбора событий, структурная схема которой приведена на рисунке 2.

Основу системы отбора событий составляют 5 блоков временной селекции БВС1 - БВС5. Эти блоки служат для отбора событий в режимах 2-, 3-, 4-кратных совпадений с использованием одного или двух каналов запрета. Блок БВС1 фиксирует все частицы, проходящие через счетчики 1 - 2. В этом потоке присутствуют, как все мюоны (останавливающиеся в образце и проходящие все счетчики (т.н. "пролетные")), так и пионы и позитроны. Блок БВС2 выделяет "пролетные" частицы по критерию  $(2 + 3) \cdot (4 + 5)$ .

Сигналы с этих блоков, собранные по "ИЛИ" запускают одновибратор продлевающего типа ОВП, который вырабатывает сигнал "Охрана до" - В ("Busy"), предотвращающий запись в спектры событие  $\mu \rightarrow e$  распада, если ему предшествовала регистрация мюона, распад которого не был зафиксирован, или "пролетной" частицы. Этот блок был разработан диссертантом и изготовлен в механическом и электрическом конструктиве КАМАК.

Временной селектор БВС3 выделяет мюоны, остановившиеся в мишени с учетом сигнала "Охрана до" по схеме  $1 \cdot 2 \cdot 3\bar{B}$ . Сигналы с этого блока поступают на одновибратор ОВС (одновибратор стартовых событий), который вырабатывает ворота G("Gate") длительностью 10 мкс. Эти ворота запускают время-цифровой преобразователь (ВЦП) типа КА304 (Гребенюк В.М., Зиннов В.Г., Селиков А.В. // ОИЯИ, 13-82-713, Дубна, 1982). Еще один ВЦП используется совместно с аналоговым преобразователем временных интервалов (АПИ), позволяющим работать с меньшей шириной канала (Климов А.И., Мелешко Е.А. // ПТЭ, 1976, N3, с.100). Блок БВС4( $4 \cdot 5$ ) регистрирует позитроны, вылетающие из мишени по направлению "вперед"  $e_f$ , а БВС5( $2 \cdot 3 \cdot \bar{1}$ ) - позитроны, вылетающие назад  $e_b$ . Сигналы с этих блоков смешиваются и

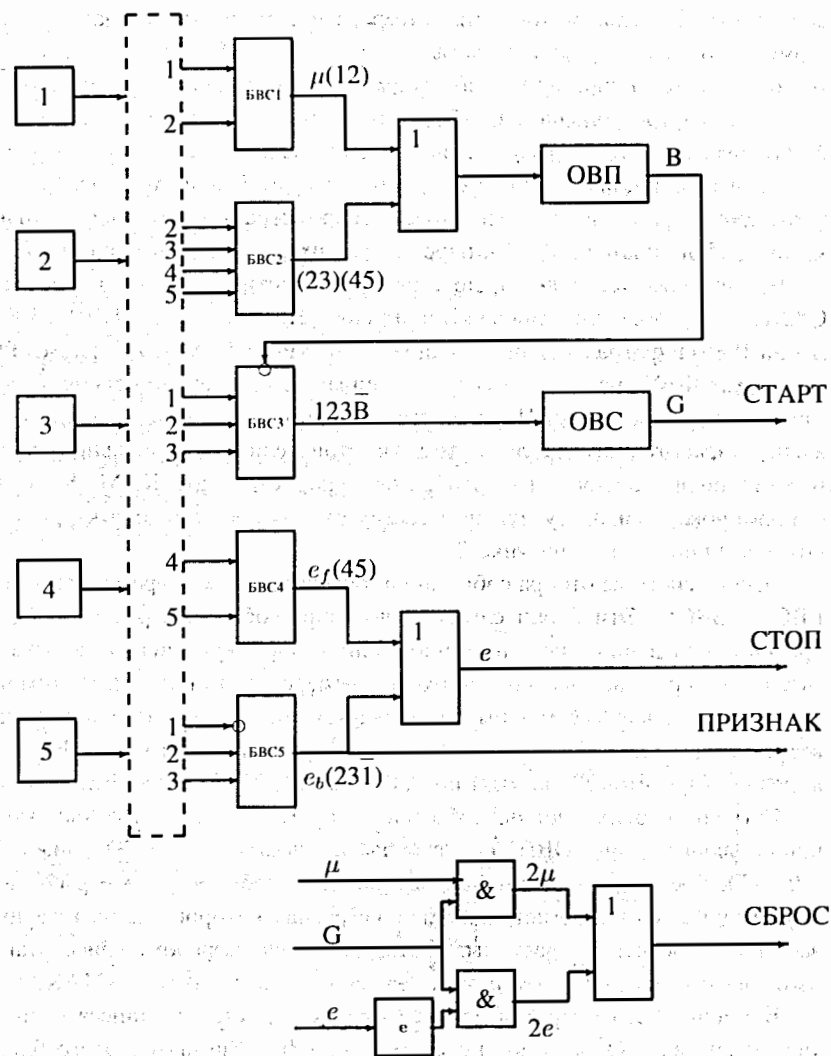


Рис. 2. Структурная схема отбора событий  $\mu SR$  спектрометра.

подаются на вход "Стоп" ВЦП. Кроме этого сигнал  $e_b$  поступает на вход "Признак" ВЦП, так что спектры от позитронов распада "вперед" записываются в каналы с 0 по 2047, а спектры от позитронов "назад" - в каналы 2048 - 4095. Если во временной интервал стартовых ворот  $G$  приходит более одного мюона или регистрируется более одного позитрона, то формируется сигнал

"Сброс", прекращающий работу ВЦП. Синхронизация работы блоков временной селекции осуществляется с помощью 14 линий задержек, не показанных на рисунке.

Набранные спектры передавались на ЭВМ  $\mu VAX-3400$ , которая использовалась в качестве файл-сервера. Обработка спектров производилась на ЭВМ различного типа, подключенных к институтской сети Ethernet. Обработка экспериментальных спектров производилась методом минимизации стандартного  $\chi^2$ -функционала временных гистограмм  $N(t)$  с различными функциями поляризации спина мюона  $P(t)$ .

Применение многоканального ЦАП установки порогов и многофункциональных блоков временной селекции позволило сократить до минимума время измерения характеристик детекторов и настройки спектрометра. Управление системой регистрации событий осуществлялось с помощью ПЭВМ IBM PC/AT 386.

Требуемые температуры образцов в диапазоне от 4,2 до 300 К выдерживались с точностью не хуже 0,1 К в течение времени набора статистики в одной температурной точке. Это обеспечивалось применением автоматизированной системы управления температурой на основе ПЭВМ типа IBM/PC и электронных блоков, разработанных в ЛЯП ОИЯИ и изготавливаемых ОП ОИЯИ.

Для контроля температуры азотного экрана криостата с помощью диодных датчиков диссертантом был разработан прибор, измеряющий температуру от 70 до 300 К и скорость ее изменения  $dT/dt$  в диапазоне от -5 до +5 К/мин. Измерительный прибор выполнен в конструктиве "Вишня" со встроенными блоками питания.

Вторым, после температуры, важным параметром при проведении  $\mu SR$  экспериментов является внешнее магнитное поле. Магнитное поле на изучаемых образцах создавалось одним из двух панцирных электромагнитов с водяным охлаждением. Неоднородность поля в объеме, используемом для размещения образцов (диаметром 60 мм и толщиной 10 мм), составляла  $10^{-4}$ . Для измерения магнитных полей использовался метод ядерного магнитного резонанса в проточной жидкости. Структурная схема магнитометра представлена на рисунке 3.

Вода, проходя через поляризирующий магнит П, поступает в область измеряемого магнитного поля М, где находится катушка нутации L, намотанная на пластиковую трубку с протекающей водой. Катушка соединена с синтезатором частоты типа Ч6-31, управляемый релейным регистром КВ 006.

Поляризация воды определяется измерительным генератором Г, помещенным в поле анализирующего магнита А и работающим на частоте, соответствующей условию ЯМР-резонанса для протонов воды. Сигнал с генератора Г измеряется цифровым вольтметром В7-34 с интерфейсом КР 005.

Процедура измерения сводится к нахождению частоты, соответствующей

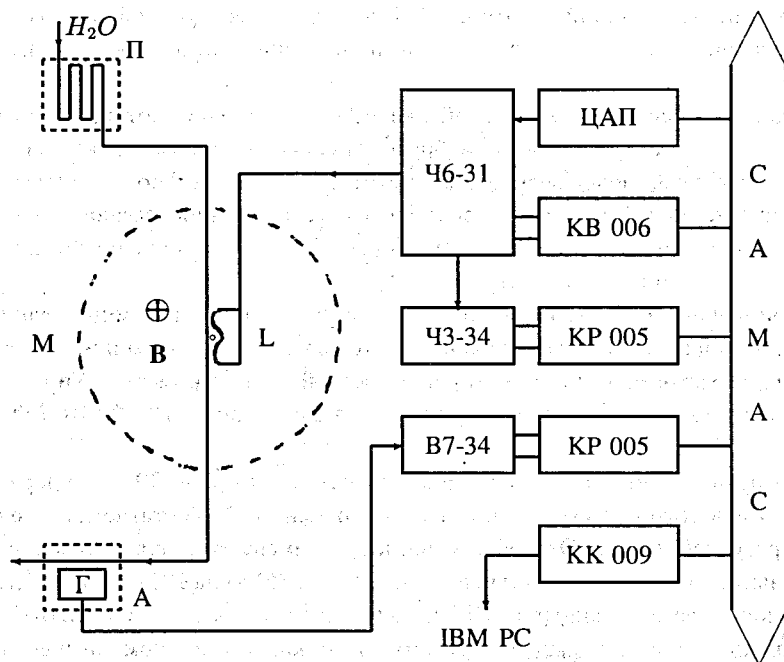


Рис. 3. ЯМР магнитометр на проточной воде.

минимуму сигнала анализирующего генератора. Точность измерения магнитного поля не хуже  $10^{-4}$  при  $B > 10$  Гс, с уменьшением величины поля точность падает, но и в полях до 1 Гс она остается лучше, чем  $10^{-2}$ .

В Таблице 1 приведены основные параметры спектрометра "МЮСПИН".

Ранее говорилось о стробоскопическом способе измерения локального магнитного поля на мюоне, использующем импульсную структуру мюонного пучка. Пучки фазотрона ОИЯИ также имеют импульсную структуру. Однако частота следования импульсов  $F$  меняется примерно на 30 кГц вблизи 14,6 МГц за время цикла вывода  $T=3,2$  мс. Если интервал  $T$  разбить на  $M$  подынтервалов  $t_i (i=1..M)$ , как показано на рисунке 4 для  $M=32$ , то средней частоте следования импульсов на каждом подынтервале  $F_i$  будет соответствовать своя резонансная частота прецессии спина мюона  $\omega_i = 2\pi F_i$ , которой можно сопоставить значение среднего поля на мюоне  $B_i = \omega_i / \gamma_\mu$ . Проводя для каждого подынтервала  $i$  процедуру стробоскопических измерений, можно получить за один цикл измерений набор счетов  $S_j(B_i)$ , где  $j=1..N$  - номер ворот внутри промежутков между соседними банчами. Описанный способ удобен тем, что отпадает необходимость многократной точной установки внешнего поля для

Таблица 1. Основные характеристики спектрометра.

Диапазон температур	4,2 - 300 К
Точность поддержания температуры	не хуже 0,1 К
Диапазон магнитных полей	0 - 0,6 Т
Неоднородность магнитных полей	$10^{-4}$
Количество позитронных телескопов	2
Разрешающее время спектрометра	1 нс
Мертвое время спектрометра	15 нс
Ширина канала спектрометра	5,5 нс (1,1 нс АПИ)
Длина гистограммы	10 мкс
Отношение сигнал/фон	$10^4$

снятия всей резонансной кривой.

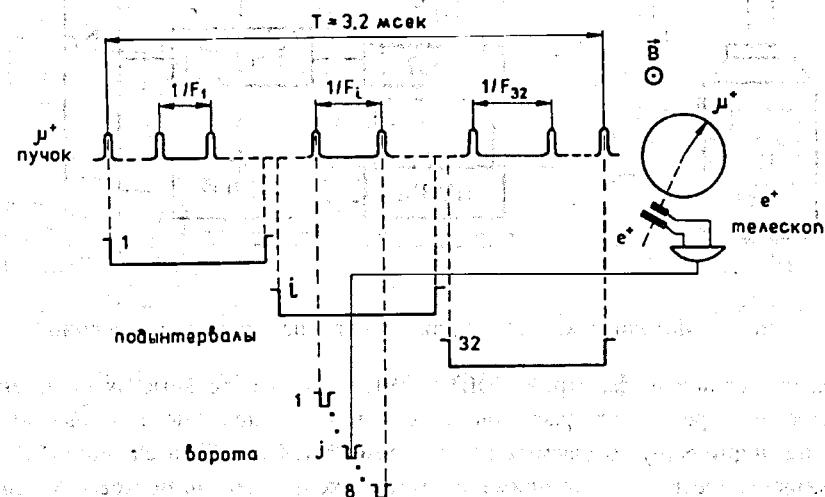


Рис. 4. Схема стробоскопических измерений на фазотроне.

Было проведено численное моделирование[9] для случая изменения частоты следования импульсов мюонного пучка фазотрона ОИЯИ от 14,608 МГц до 14,578 МГц за время 3,2 мс при полуширине на полувысоте микробанча равной 5 нс. Магнитное поле на мюоне предполагалось равным 1077,7 Гс, что соответствует частоте вращения спина мюона равной средней частоте повторения микробанчей во время цикла вывода. Аналогичные расчеты были проведены и для гармоник более высокого порядка.

Полученные результаты показали осуществимость стробоскопического ме-

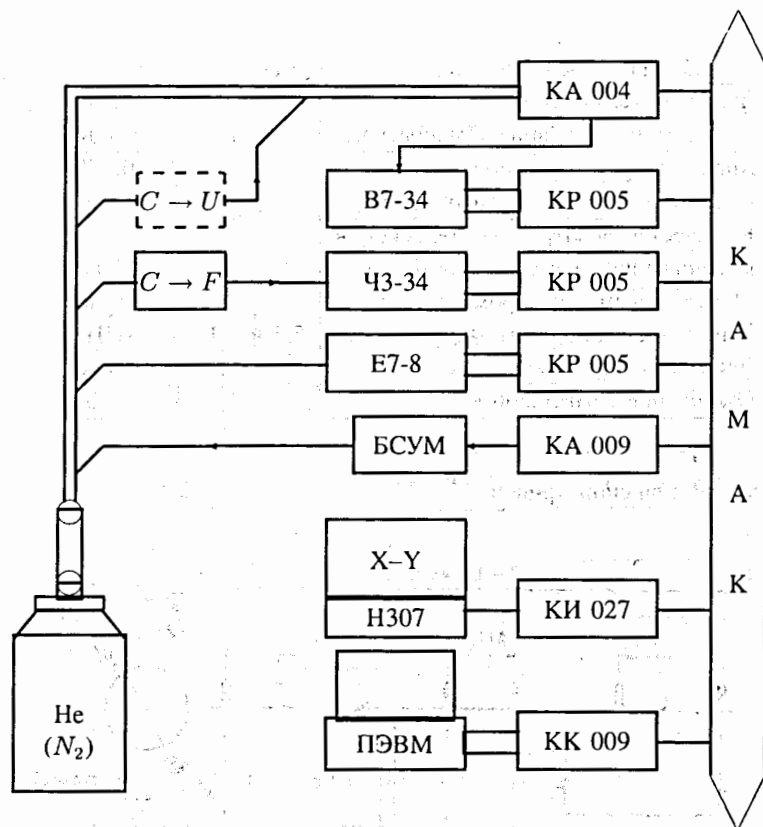


Рис. 5. Методический стенд для низкотемпературных измерений.

тогда измерений на фазотроне ЛЯП ОИЯИ. Предварительные эксперименты подтвердили результаты расчетов. Реализация предложенного метода позволит расширить круг решаемых комплексом "МЮСПИН" задач, кроме этого, стробоскопический метод применим и для экспериментов по время-угловым корреляциям на пучках фазотрона ЛЯП ОИЯИ.

При проведении низкотемпературных методических работ для экспериментального комплекса "МЮСПИН" используется стенд [10], базовая конфигурация которого показана на рисунке 5. Стенд использовался для испытания узлов криогенного оборудования комплекса "МЮСПИН" и калибровки датчиков температуры для технических применений. На стенде осуществлялось и измерение температур перехода образцов, предназначенных для исследования, в сверхпроводящее состояние как резистивным, так и индуктивным методом. Основой измерительной части стенда служит ПЭВМ, сопряженная с крей-

том КАМАК. Измеряемые напряжения через коммутатор КА004 подаются на цифровой вольтметр (ЦВ), задаваемой программой измерения. Стенд оснащен также устройствами для проведения измерений с емкостными ( $C \rightarrow F$ ,  $C \rightarrow U$ ) и индуктивными датчиками. Результаты измерений записываются в файлы данных. Программы управления стендом написаны на языке TURBO PASCAL V.5.5. Для измерения сопротивления датчиков температуры на малых измерительных токах, а следовательно и с малой мощностью, выделяемой в терморезисторе, был разработан и изготовлен прибор [1], структурная схема которого показана на рис.6. Прибор имеет 4 измерительных канала, к каждому из которых можно подключить либо один из двух термодатчиков, либо калибровочные сопротивления. В измерительной схеме используется два

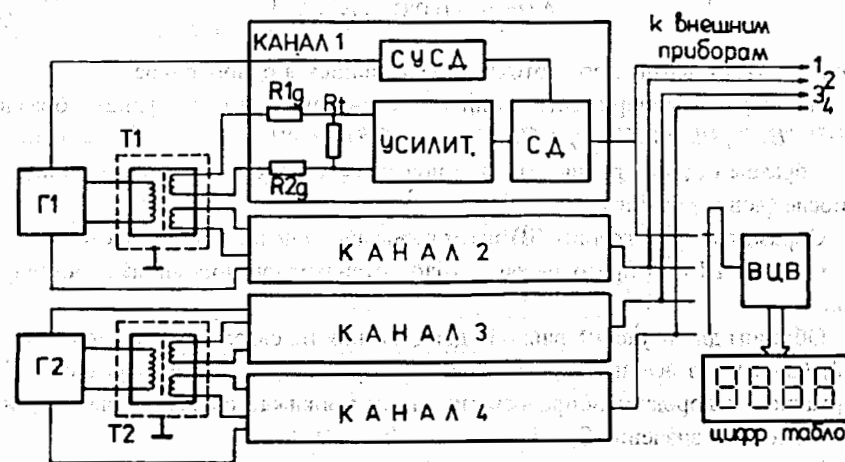


Рис. 6. Структурная схема прибора для измерения сопротивлений датчиков температуры.

генератора синусоидальных колебаний Г1 и Г2 со стабилизацией амплитуды за счет нелинейности отрицательной обратной связи. Нагрузкой генераторов служат трансформаторы Т1 и Т2. Измеряемые сопротивления  $R_t$  запитываются током, задаваемым сопротивлениями  $R_g$ , для которых выполняется условие  $R_g \gg R_t$ . Падение напряжения на терморезисторе при этом пропорционально величине его сопротивления и составляет величину  $6 \div 60$  мкВ. Это напряжение усиливается и, после выпрямления синхронным детектором СД, измеряется встроенным цифровым вольтметром ВЦВ с точностью 1% или внешним вольтметром с точностью 0,5%.

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ изложены процедура и результаты систематического исследования глубин проникновения магнитного поля в высокотемпературные сверхпроводники на основе Bi.

Способность  $\mu SR$  метода измерять распределение внутренних магнитных полей в веществе позволяет использовать его при изучении поведения сверхпроводников в магнитном поле. Глубина проникновения магнитного поля  $\lambda$  является одним из основных параметров, характеризующих сверхпроводник, а ее температурная зависимость может дать информацию о механизме спаривания носителей заряда в сверхпроводящем состоянии. Измеряемая временная зависимость поляризации спина мюона  $P(t)$  связана с распределением внутреннего магнитного поля в сверхпроводнике. Е. Брандтом было показано (Brandt E.H., Phys. Rev. B, 1988, V.37, P.2349), что второй момент распределения магнитного поля в сверхпроводнике  $\langle \Delta B^2 \rangle$  связан с глубиной проникновения  $\lambda$  соотношением

$$\langle \Delta B^2 \rangle = 0.0371 \cdot \phi_0^2 \cdot \lambda^{-4}, \quad (2)$$

где  $\phi_0$  – квант магнитного потока, содержащийся в одном вихре.

Наши  $\mu SR$ -эксперименты были проведены на четырех группах образцов ВТСП  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{1-z}Y_zCu_2O_{8+\delta}$  [3,4,6-8].

Образцы первой группы (I) были получены методом двойной кальцинации с последующим отжигом.

Образцы второй группы (II) изготавливались кислотным методом.

Образец III был приготовлен методом стандартной порошковой металлургии.

Образцы для изучения влияния допирования на сверхпроводящие свойства (IV) были изготовлены фирмой Hoechst (Германия) методом плавления. Содержание кислорода подбиралось так, чтобы для каждого соединения получить максимальное значение  $T_c$ .

Эксперименты по измерению глубины проникновения магнитного поля проводились при охлаждении во внешнем магнитном поле (FC-процедура). Величина магнитного поля выбиралась таким образом, чтобы расстояние между вихрями  $l$  было меньше глубины проникновения  $\lambda$ . В этом случае скорость деполяризации спина перестает зависеть от величины магнитного поля. Как показали эксперименты, это условие соблюдается при  $B > 400$  Гс [3].

Образцы групп I и II были многофазными, но способность  $\mu SR$  метода изучать распределение магнитных полей, относящихся к разным фазам, позволяет измерять величину глубины проникновения  $\lambda$  и в этом случае [4]. Временные спектры позитронов распада описывались формулой

$$N(t) = N_0 \exp(-t/\tau_\mu) \left( \sum_{i=1}^n a_i \exp(-\sigma_i^2 t^2) \cos(\omega_i t + t_{oi}) \right) + N_b \quad (3)$$

При обработке спектра по этой формуле получается следующая информация: – относительные объемы фаз  $a_i$  ( $\sum a_i$  равна начальной асимметрии  $a_0$ );

– средняя величина магнитного поля в области образца, занимаемой  $i$ -той фазой  $B_i = \omega_i / \gamma_\mu$ ;

– величина дисперсии магнитного поля  $\langle \Delta B^2 \rangle$  в фазе  $i$ . Она находится из скорости деполяризации  $\sigma_i$  в пределе гауссовского распределения магнитного поля  $2\sigma^2 = \gamma_\mu \langle \Delta B^2 \rangle$ .

Величины глубины проникновения магнитного поля, полученные из экспериментально измеренных значений  $\sigma$  для различных образцов, приведены в Таблице 2. Здесь  $\lambda_{eff}$  обозначает эффективную глубину проникновения магнитного поля для поликристаллических сверхпроводников, а  $\lambda_{ab}$  – глубину проникновения в плоскости  $ab$  монокристалла ВТСП, вычисленную способом, описанным в работе (Fesenko V.I., Gorbunov V.N., Smilga V.P. //Physica C, 1991, V.176, N.4-6, P.551). Статистическая точность измерения глубины проникновения составляла 100 Å.

Таблица 2. Глубины проникновения магнитного поля в различные образцы, измеренные  $\mu SR$ -методом.

Образец	$T_c$ , К	$\lambda_{eff}(0)$ , Å	$\lambda_{ab}(0)$ , Å
I	78.4	2470	1880
	108.8	3150	2400
II	70.7	2830	2150
III	106.1	2500	1900
IV	x,z=0	92	2430
	z=0.1	89	2600
	x=0.15	91	2500

Представляет интерес не только низкотемпературное значение глубины проникновения  $\lambda$ , но и ее температурная зависимость. Температурные зависимости  $\lambda(T)$  в образцах I и II находятся в хорошем согласии с двухжидкостной моделью  $\lambda(T) = \lambda(0) / \sqrt{1 - (T/T_c)^4}$  [3,4]. Иное поведение зависимости  $\lambda(T)$  обнаружено в образцах с оптимальным допированием (группа IV), в которых содержание кислорода подбиралось так, чтобы для каждого соединения получить максимальное значение  $T_c$ . Для этих образцов температурная зависимость  $\lambda(T)$  лучше описывается в рамках обыкновенной теории БКШ в пределе слабой электрон-фононной связи [6].

Сверхпроводящие и магнитные свойства ВТСП на основе висмута зависят от концентрации носителей заряда, которую можно изменять допированием. Наши исследования [11,12,15] были проведены с образцами группы IV соединения  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{1-z}Y_zCu_2O_{8+\delta}$ , изготовленными фирмой Hoechst AG (Германия).



На рисунке 7 изображена зависимость второго момента распределения частот мюонной прецессии  $\langle \Delta\omega^2 \rangle \propto 1/\lambda_{ab}^4$  от концентрации носителей заряда (дырок) на один атом меди  $p = \delta + (x - z)/2$ .

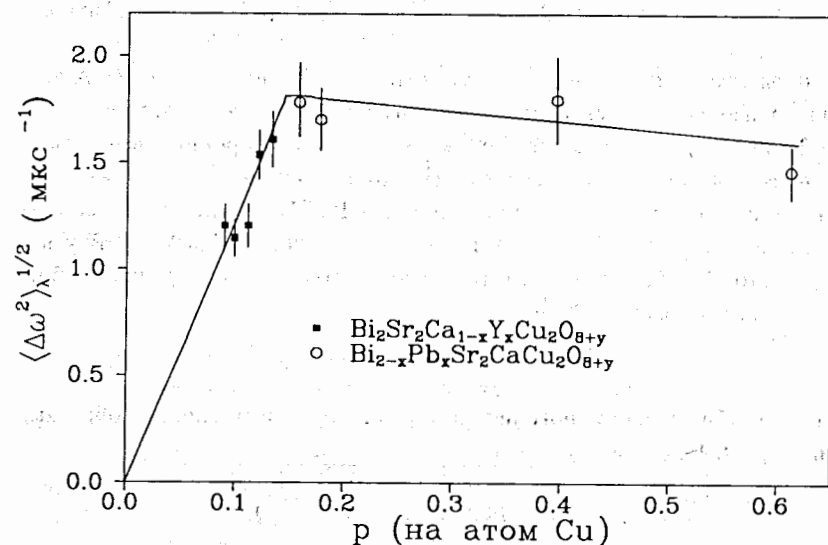


Рис. 7. Зависимость второго момента распределения частот мюонной прецессии  $\langle \Delta\omega^2 \rangle \propto 1/\lambda_{ab}^4$  от концентрации носителей заряда (дырок) на один атом меди  $p$

Из рисунка видно, что величина  $\langle \Delta\omega^2 \rangle$  растет линейно с  $p$  для образцов, допированных Y, что подтверждает предположение об увеличении концентрации носителей заряда  $n_s$ , участвующих в образовании сверхпроводящего состояния. При допировании свинцом величина  $\langle \Delta\omega^2 \rangle$  уменьшается, хотя, как показали результаты нейтронных исследований этих же образцов, концентрация дырок при этом растет. Это приводит к выводу, что дополнительные носители заряда, вносимые при допировании свинцом, локализованы и не дают вклада в  $n_s$ .

ЧЕТВЕРТАЯ ГЛАВА посвящена измерению локальных магнитных полей в  $\alpha - \text{Bi}_2\text{O}_3$  [13,14].

Соединение  $\alpha - \text{Bi}_2\text{O}_3$  обладает рядом свойств, необычных для веществ, атомы которых на электронных оболочках содержат в качестве валентных только  $s$ - и  $p$ -электроны. Впервые наличие локальных магнитных полей в  $\alpha - \text{Bi}_2\text{O}_3$  было обнаружено по расщеплению спектральных линий методом ядерного квадрупольного резонанса (ЯКР) на ядрах  $^{209}\text{Bi}$  (Семин Г.К., Нарыгин А.В. и Богуславский А.А. // Известия АН СССР, сер. физ., 1985, Т. 49, с.1412). Магнитная восприимчивость в интервале температур 80 – 160 К не зависела от

ла от температуры, имела отрицательный знак, но ее абсолютное значение отличалось от суммарной диамагнитной восприимчивости ионов, входящих в состав соединения, на парамагнитный вклад величиной  $\chi_p \approx 3 \cdot 10^{-5} \text{ см}^3/\text{моль}$  (Волкозуб А.В. и др. // ФТТ, 1991, Т. 33, с. 2506).

Для изучения этого явления нами были проведены  $TF - \mu SR$  измерения при различных температурах. Величина поля - 400 Гс была выбрана из соображений удобства наблюдения за временным ходом поляризации. При обработке экспериментальных  $\mu SR$  гистограмм временная зависимость наблюдаемой поляризации мюонов описывалась функцией  $P_{TF}(t) = a_{TF} \exp(-\lambda_{TF}t) \cos(\omega t + \varphi)$ . В этом выражении  $a_{TF}$  - экспериментальный коэффициент асимметрии, в основном определяемый относительной долей мюонов, магнитные моменты которых прецессируют со средней ларморовской частотой  $\omega$  соответствующей внешнему полю  $B$  ( $\omega = \gamma_\mu B$ , где  $\gamma_\mu$  - гиромагнитное отношение для мюона);  $\varphi$  - экспериментально определяемая начальная фаза прецессии;  $\lambda_{TF}$  - скорость релаксации спина мюона. Величина  $\lambda_{TF}$  характеризует ширину распределения магнитных полей на всем ансамбле мюонов, имплантированных в образец и частоту изменения этих полей за счет диффузии мюонов или флуктуации локальных магнитных полей. Полученные  $TF - \mu SR$  спектры хорошо соответствовали этому описанию во всем температурном интервале от 4,2 до 300 К. На рисунке 8 приведена температурная зависимость величины  $a_{TF}$ , отвечающей доле мюонов, прецессирующих на частоте внешнего поля. Из данных, полученных в поперечном поле можно сделать следующие выводы. Часть мюонов, термализующихся в образце попадает в диамагнитное окружение. Процесс деполаризации при этом происходит за счет взаимодействия спина мюона с дипольными полями от магнитных моментов ядер Bi. Вероятность попадания в диамагнитное окружение зависит от температуры и имеет минимум при  $\approx 130$  К. Другая часть мюонов подвергается воздействию больших (по сравнению с ядерными дипольными) полей. Таким мюонам в спектре отвечает ненаблюдаемо быстрая релаксация поляризации при малых временах.

Для оценки величины полей, создаваемых электронами на мюонах, и частоты флуктуаций этих полей при температуре  $T=135$  К близкой к температуре, где амплитуда быстрорелаксирующей части поляризации мюонов достигает максимума, были проведены измерения в магнитных полях, прикладываемых к образцу вдоль поляризации мюонного пучка. Экспериментальные гистограммы, полученные методом  $LF$  описывались выражением с двумя экспонентами ("быстрой" и "медленной" деполаризацией)  $P_{LF}(t) = a_f \exp(-\lambda_f t) + a_s \exp(-\lambda_s t)$ . Если электронная спиновая плотность на мюоне не зависит от величины внешнего магнитного поля  $H_{ext}$ , обычно наблюдается зависимость скорости релаксации спина мюона от  $H_{ext}$  в виде функции Лоренца  $\lambda_f = a/(b + H_{ext})$ . Экспериментальная зависимость  $\lambda_f(H_{ext})$ , по-

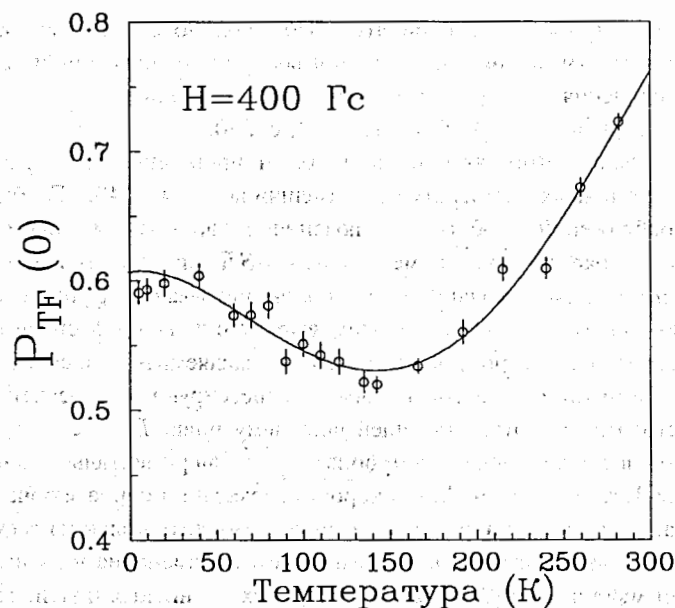


Рис. 8. Температурная зависимость величины  $P(0)$ , отвечающей доле мюонов, прецессирующих на частоте внешнего поля.

лученная в наших измерениях, показана на рисунке 9. Видно, что локальные магнитные поля на мюоне зависят от внешнего магнитного поля. При внешних полях больше 1 кГс зависимость  $\lambda_f(H_{ext})$  становится гладкой и напоминает хвост распределения Лоренца.

Численные оценки характеристик внутренних магнитных полей на мюонах были получены из формулы

$$\lambda = \frac{2(\delta\gamma_\mu)^2\tau}{1 + (\gamma H_{ext})^2\tau^2}, \quad (4)$$

Здесь  $\tau$  — корреляционное время, характерное для флуктуационного процесса; а  $\delta^2$  — статический ван-Флекковский второй момент для системы мюон-электроны. Значения  $\delta$  и  $\tau$ , вычисленные по формуле (4) получились равными  $325 \pm 1$  Гс и  $(6 \pm 0.6) \cdot 10^{-9}$  с.

Величина поля, а также наличие независимого от температуры парамагнитного вклада в магнитную восприимчивость  $\alpha - Bi_2O_3$  позволяют предположить, что причиной возникновения локальных магнитных полей служит частично ковалентный характер связей Bi-O.

В ЗАКЛЮЧЕНИИ приводятся основные результаты работы.

1) Разработана аппаратура для проведения  $\mu SR$  экспериментов в диапазоне

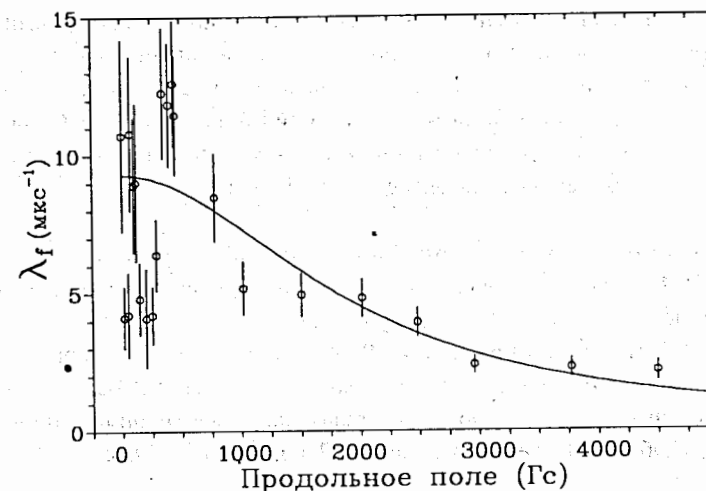


Рис. 9. Зависимость скорости деполяризации спина мюона от величины продольного внешнего поля.

температур от 4,2 до 300 К и в магнитных полях до 0,6 Т. Достигнут рекордно низкий уровень фона при измерении  $\mu SR$  спектров порядка долей процента.

2) Предложен новый способ стробоскопических измерений, примененный для фазотрона ОИЯИ, проведенное численное моделирование и пробные измерения продемонстрировали его осуществимость.

3) Создан стенд для методического обеспечения работ на экспериментальном комплексе "МЮСПИН". Стенд используется для испытания узлов криогенных установок, калибровки датчиков температуры, контроля образцов, предназначенных для  $\mu SR$  исследований, макроскопическими методами.

4) Впервые проведено систематическое исследование глубины проникновения магнитного поля в серии образцов ВТСП на основе Bi. Температурная зависимость глубины проникновения магнитного поля в многофазные сверхпроводники хорошо описывается двух-жидкостной моделью сверхпроводимости. В однофазных образцах  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{1-z}Y_zCu_2O_{8+\delta}$ , легированных Pb и Y, температурная зависимость  $\lambda(T)$  лучше описывается в рамках теории БКШ в пределе слабой электрон-фононной связи.

5) Впервые изучено  $\mu SR$  методом влияние легирования на сверхпроводящие и магнитные свойства соединений  $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_{1-z}Y_zCu_2O_{8+\delta}$ . Обнаружено, что дополнительные носители заряда, вносимые при легировании свинцом, локализованы и не дают вклада в увеличение концентрации носителей заряда  $n_s$ , участвующих в образовании сверхпроводящего состояния.

6) Впервые проведено  $\mu SR$  исследование соединения  $\alpha - Bi_2O_3$ . Опреде-

лены характеристики локального магнитного поля на имплантированных мюонах. Предложен механизм возникновения этих магнитных полей: величина магнитного поля порядка 100 Гс, а также наличие независимого от температуры парамагнитного вклада в магнитную восприимчивость  $\alpha$ - $\text{Bi}_2\text{O}_3$  позволяют предположить, что причиной возникновения локальных магнитных полей служит частично ковалентный характер связей  $\text{Bi}-\text{O}$ .

Основные результаты диссертации опубликованы в работах

1. В.Н.Дугинов, В.Е.Попов, Прибор для измерения сверхнизких температур, Сообщение ОИЯИ 13-85-534, Дубна, 1985.
2. И.А.Гаганов, В.Г.Гребинник, В.Н.Дугинов и др., Экспериментальный комплекс для  $\mu\text{SR}$ -исследований на фазотроне ЛЯП ОИЯИ, Труды международного симпозиума по проблемам взаимодействия мюонов и пионов с веществом, (Дубна, 30 июня - 4 июля 1987 г.), Д14-87-799, с.437-441, Дубна, 1987.
3. V.G.Grebinnik, V.N.Duginov et al., Transversal Field  $\mu\text{SR}$  Measurements of the Magnetic Properties of the High- $T_c$  Ceramic  $\text{Bi}-\text{Sr}-\text{Ca}-\text{Cu}-\text{O}$ , Hyperfine Interac., 1990, Vol. 61, P. 1081.
4. V.G. Grebinnik, V.N.Duginov et al., The  $\mu\text{SR}$  investigation of multi-phase Bi-based superconductors, Hyperfine Interac., 1990, Vol. 63, P. 117.
5. V.H.Dodokhov, V.N.Duginov et al., The  $\mu\text{SR}$  Investigations on The Phasotron at Dubna: The Present and The Future, Hyperfine Interac., 1990, Vol. 65, P. 1167.
6. M.Weber, ..., V.N.Duginov et al., London Penetration Depth in Bi-based High- $T_c$  Compounds, Supercond. Sci. Technol., 1991, Vol. 4, P. 403.
7. M.Weber, ..., V.N.Duginov et al., Electronic Carrier Density in Doped Bi-Based High- $T_c$  Superconductors, Physica C, 1991, Vol. 185-189, P.749.
8. M.Weber, ..., V.N.Duginov et al., The  $\mu\text{SR}$  Study of the London Penetration Depth in High- $T_c$  Compounds  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ , Physica C, 1991, Vol. 185-189, P. 1093.
9. В.Н. Дугинов, В.Г.Зинов и А.Н.Пономарев, Стробоскопический метод  $\mu\text{SR}$  измерений на фазотроне ОИЯИ, Сообщение ОИЯИ P13-91-508, Дубна, 1991.
10. В.Н. Дугинов, В.Г.Гребинник и В.Г.Ольшевский, Методический стенд для низкотемпературных измерений на базе ПЭВМ, Сообщение ОИЯИ P8-92-34, Дубна, 1992.
11. H.Maletta, ..., V.N.Duginov et al., Charge transfer and carrier density in Bi-2212 high- $T_c$  superconductors, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1992, Vol. 104, P. 495.
12. M.Weber, ..., V.N.Duginov et al., Magnetic flux distribution and the magnetic penetration depth in superconducting polycrystalline

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Y}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  and  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ , Phys. Rev. B, 1993, Vol. 48, P. 1093.

13. В.Г. Гребинник, В.Н.Дугинов и др., Исследование локальных магнитных полей в оксиде  $\alpha$ - $\text{Bi}_2\text{O}_3$   $\mu\text{SR}$  методом, ЯФ, 1993, №2, С. 71.
14. Duginov V.N. et al., Study of local magnetic fields in the oxide  $\alpha$ - $\text{Bi}_2\text{O}_3$  by NQR and  $\mu\text{SR}$  techniques, Hyperfine Interac., 1994, Vol. 85, P. 197.
15. Дугинов В.Н., Исследование глубин проникновения магнитного поля в ВТСП на основе висмута  $\mu\text{SR}$  методом, 30 Совещание по физике и технике низких температур (Дубна, 6-8 сентября, 1994), Тезисы докладов Т. 1, С. 109, Дубна, 1994.

Рукопись поступила в издательский отдел  
12 июля 1995 года.