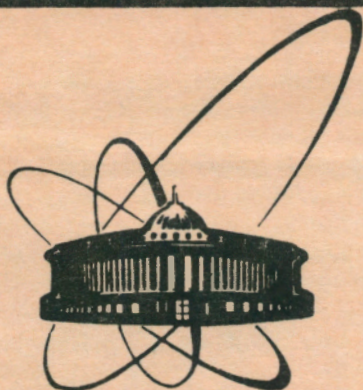


92-353



**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

P13-92-353

В.Н.Замрий, В.И.Луциков

**РАЗВИТИЕ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ
МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ**

1992

При изучении новых высокотемпературных сверхпроводников /ВТСП/ часто требуется оперативное исследование различных экспериментальных композиций при малых количествах материала ВТСП. При очень малой доле ВТСП в исследуемом образце затруднена идентификация переходов в сверхпроводящее состояние, например, по измерениям электрического сопротивления. Необходимо достаточно чувствительная методика бесконтактных измерений характеризующей такие материалы функции магнитной восприимчивости /МВ/. Методика основывается на использовании чувствительных миниатюрных датчиков, например индуктивного моста^{1/}, где диамагнитное изменение восприимчивости при температурах перехода характеризует установление сверхпроводимости. Достижимая чувствительность и температурный диапазон функций МВ в значительной мере ограничены температурным дрейфом и шумами. Более высокая чувствительность к изменению параметров индуктивности катушки, окружающей образец, достижима на радиочастотах^{2/}, с уменьшением влияния шумов и погрешностей при регистрации относительных изменений параметров генерируемой частоты. Помимо развития методики на основе версий магнитометра с вибрирующим образцом^{3/}, чувствительность которого может быть больше при сильном магнитном поле (до ~ 1 Тл и более), представляет интерес возможность измерять характеристики образцов при весьма слабом магнитном поле звуковой частоты, например, менее 10^{-3} ^{4/}, по чувствительности сравнимые с полученными на радиочастотах. Необходимые характеристики и реальные возможности создания методики измерений с целью проведения исследований образцов ВТСП^{5/} обусловили применение измерительного преобразователя с катушкой датчика, включенной в резонансный контур высокочастотного генератора^{6/}.

Созданная методика, предназначенная для программируемого накопления данных об изменениях частоты и амплитуды генерируемых сигналов (режимы "частотомера" и "куметра"), обработки и фиксации получаемых функций МВ с целью последующего анализа, переведена на систему модулей КАМАК, связанных с персональной ЭВМ. В составе измерительной системы (рис.1) показаны: ДМ - датчик МВ (катушка на тефлоновом каркасе диаметром 9 мм, 18 витков проводом 1 мм для частот ~ 10 МГц) с вставным образцом и термопарой в контейнере с охлаждающим азотом, ИПР - измерительный преобразователь МВ резонансного типа, ЧМ - частотомер (типа ЧЗ-35А с индикацией 9 знаков), ИЧ - интерфейс для передачи данных частотомера, КР - модуль вход-

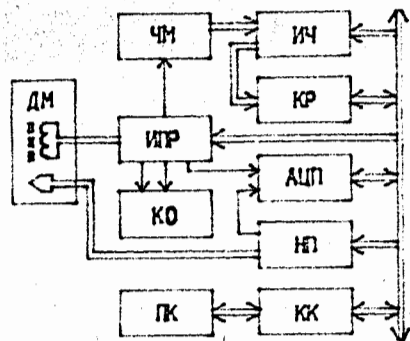


Рис. 1. Система измерений магнитной восприимчивости.

ных регистров (типа КР005), АЦП - модуль измерительного аналого-цифрового преобразователя (АЦП12, разрядность 12 бит, программно коммутируемые входы и режимы), КО - контрольный осциллограф, НП - нормирующий помехозащищенный преобразователь сигнала термодатчика (ГНП с усилением 500-2000, на основе прецизионного микромодуля TR8915

с дрейфом 1 мкВ), КК - контроллер связи крейта КАМАК (типа КК009) и ПК - персональный компьютер "Правец-16" (IBM PC XT) с соответствующим интерфейсом связи и периферией. В ходе выполнения программно организованного цикла измерений (после смены образца, погружения в контейнер с азотом и последующего подъема датчика) осуществляется выборка и оцифровка величины текущей температуры и амплитуды (со скоростью - до $\sim 10-100 \text{ с}^{-1}$ или более), а также частоты. При установлении заданных значений температуры накапливаются результаты обработки серий многократной ($\sim 10 \div 100$) выборки величины измеряемых параметров МВ. Результаты программируемого накопления с усреднением и фильтрацией данных цикла измерений могут быть представлены, выведены из ПК в виде совмещенных графиков функций МВ. Характерные примеры показаны на рис. 2, соответственно для режимов "частотомера" и "куметра". В ряде случаев, при больших изменениях МВ в диапазоне температур ВТСП, наблюдаются заметные нелинейности и ограничение динамического диапазона ИПР, а при превышении температур перехода - спад амплитуды до уровня шумов и даже срыв высокочастотной генерации. Выбор и изменения границ линейных поддиапазонов амплитуд сопровождаются сдвигами частоты ИПР, и перенастройка их в ходе цикла затрудняет обеспечение повторяемости измерений величины параметров МВ. Такими свойствами ИПР определяются возможности измерений относительного изменения параметров и получения искоемых функций при температурах перехода ВТСП.

Модуль ИПР, разработанный впоследствии с целью обеспечения линейного преобразования в диапазоне азотных температур, построен с использованием микросхем широкополосного ($\sim 20 \text{ МГц}$ и более) операционного усилителя типа AD509 (К154УД3, УД4) с характеристиками усиления, шумов, подавления помех и нестабильности питания, совместимыми с предельной точностью 0,1%.

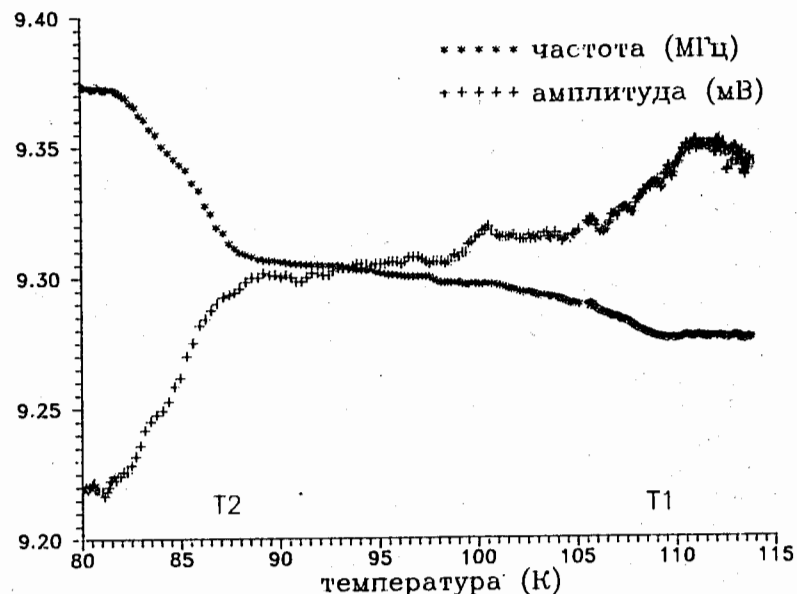


Рис. 2. Температурная зависимость магнитной восприимчивости порошка $\text{BiSr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$; T1 и T2 - температуры перехода в сверхпроводящее состояние

Схема преобразователя (рис. 3) содержит: генератор (DA1) с подключенной (через разъем и кабель $\sim 100 \text{ см}$) катушкой датчика ДМ, усилитель-ограничитель (DA2) и формирователь (VT2, VT3) выходных импульсов для частотомера (ЧИ), а также амплитудный детектор и буферный каскад (DA3) выходного сигнала для АЦП (АИ). Линейный режим генератора устанавливается регулировкой коэффициента передачи (КА) и амплитуды генерации (ГА), контролируя сигналы (ЧК, АК). Предусмотрено первоначальное увеличение коэффициента передачи и запуск генератора при малой амплитуде сигнала. Это возможно при включении реле Р таймером (VT1) на короткое время после подачи питания, а также тумблером SA. С учетом динамического диапазона выбраны параметры цепи катушки (на 9 мм каркасе $50 \div 75$ витков проводом 0,35 мм) и дополнительной индуктивности L ($0 \div 50 \text{ мкГн}$). Из-за остаточной чувствительности высокочастотного поля ($\sim 1-2 \text{ МГц}$) к внешним воздействиям, а также перемещениям датчика в ходе выполнения циклов может потребоваться коррекция режима (с учетом возможной повторяемости и точности измерений величин).

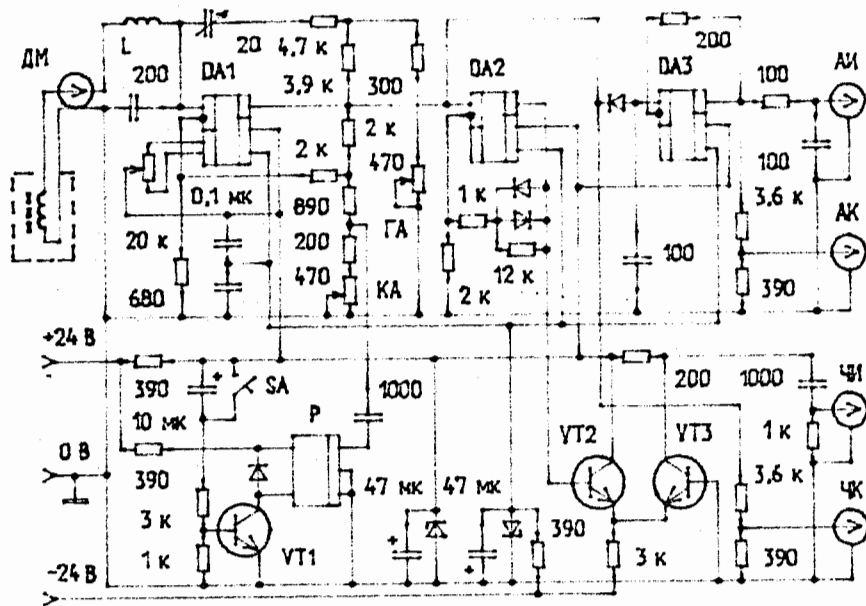


Рис. 3. Измерительный преобразователь ИПР.

Определенные метрологические и конструктивные проблемы, связанные с устойчивостью к внешним воздействиям, точностью и повторяемостью измерений величин, при дальнейшем развитии методики решались в более полной мере на этапе разработки измерительного преобразователя (ИПМ) дифференциального типа с заданной частотой 10 кГц и умеренной амплитудой питания индуктивного моста. В его основе сбалансированная пара встречно включенных катушек и окружающая их третья катушка, соответственно по 75 витков на 5 мм трубке и второй слой 150 витков проводом 0,1 мм. При медленном движении образца, например, 2 мм трубки с 5 мм слоем (~5 мг) порошка ВТСП, внутри пары катушек происходит низкочастотная модуляция амплитуды индуцированного сигнала звуковой частоты. Для адекватного метрологического обеспечения построена схема на основе инструментального усилителя (применена микросхема типа AD521, нормированное усиление до 1000 при полосе ~40-100 кГц, нелинейность 0,1%, шумы 1 мкВ, подавление помех 100 дБ). В состав модуля ИПМ введен канал датчика температуры с нормирующим преобразователем (по схеме инструментального усилителя на прецизионных микросхемах K140УД17 с дрейфом 0,1 мкВ/°С, а также K140УД6).

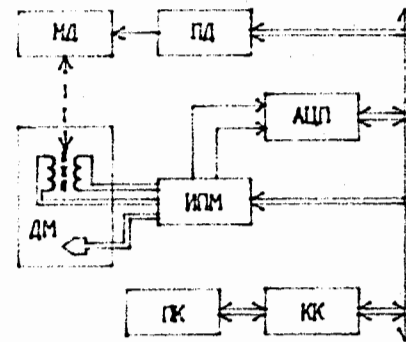


Рис. 4. Модифицированная схема измерений.

При этом несколько модифицируется схема измерений (рис. 4), содержащая: ДМ - датчики МВ (с движущимся образцом) и температуры в охлаждаемом контейнере, ИПМ - модуль преобразователей МВ и температуры, АЦП - модуль типа АЦП12, КК и ПК - контроллер связи и компьютер, МД и ПД - схемы для механического привода и включения движения образца, а также другого оборудования, например, для регулирования температуры образца.

Схема функционально автономного модуля ИПМ (рис. 5) позволяет использовать его в кювете КАМАК со стандартным питанием ±24 В, 0,1 А. Для создания требуемого магнитного поля датчика ДМ током ~ 40 мА (при напряжении на катушке ~ 400 мВ) применены генератор (DA1) с установкой линейного режима, повторитель (VT1) с регулировкой амплитуды магнитного поля (КМ) и согласующий трансформатор (ТР), имеющий коэффициент передачи ~0,1, а также незаземленный симметричный выход. Разностный сигнал с выхода ДМ, также симметричного и незаземленного, следует на дифференциальный вход первого каскада (DA2) с усилением 1000 (100) и установкой "0", на второй каскад (DA3) с регулируемым усилением (КА) в пределах 10-100, через разделительный конденсатор на линейный детектор амплитуд (DA4, DA5) и затем на выходные каскады (DA6, DA7, DA8). Последние образуют схему интегрирования и инвертирования с подстройкой нулевого уровня выходного напряжения (АМ), а при подключении выхода цепи обратной связи - низкочастотную схему с характеристикой биквадратного фильтра. Его полоса (~1-10 Гц при R = 0,1-1 МОм) согласуется с устанавливаемой низкочастотной модуляцией сигнала при включении движения образца. Датчик температуры (ДТ), термopара с незаземленными шинами, подключается к дифференциальным входам каскадов инструментального усилителя (DA10, DA11, DA12) с общим усилением 2000 (1000) и установкой нулевого уровня выходного сигнала (ТМ). Для такого датчика ДТ, как германиевый диод или терморезистор, предусматривается подключение к его шине (входу DA10) схемы генератора тока (VT2) с источником управляющего напряжения (DA9), а к входу DA11 - компенсирующей регулировки (ТН) напряжения с источника DA9, при коэффициенте передачи ~ 1 для входных каскадов. Симметричные линии связи выполнены микрофонными кабелями типа КММ с зазем-

кого привода и включения движения образца, а также другого оборудования, например, для регулирования температуры образца.

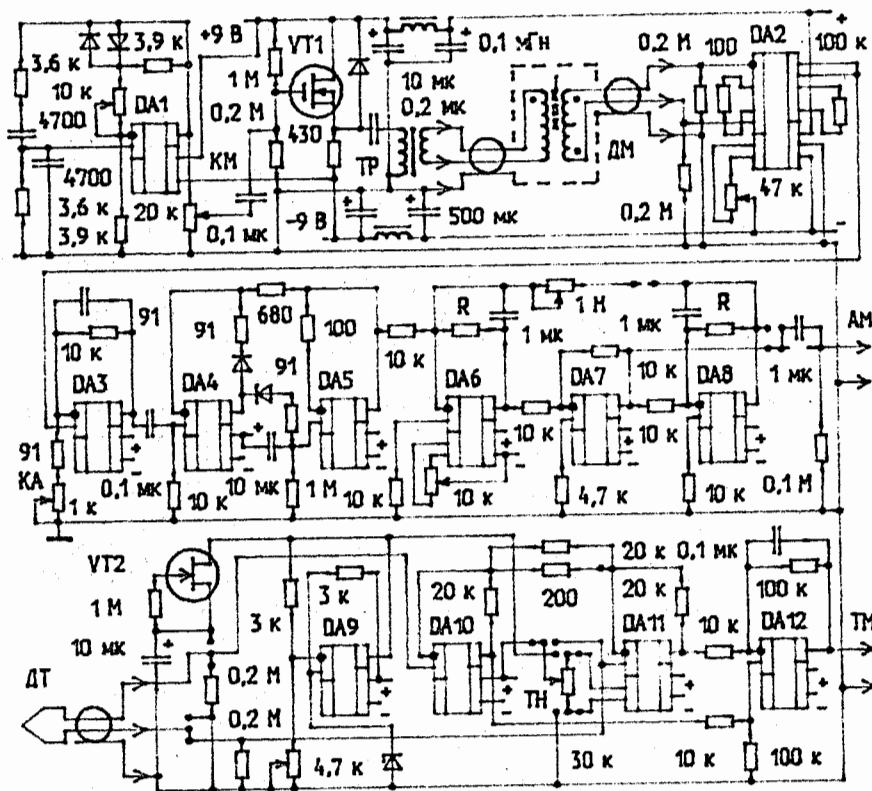


Рис. 5. Модуль преобразователей ИПМ.

лением в одной точке экранов и контейнера датчиков. Влияние помех на шинах питания модулей исключается стабилизаторами (типа MA723) напряжения ± 9 В. При тщательном симметрировании дифференциальной схемы датчика на звуковой частоте преобразование и фильтрация на низкой частоте детектируемых сигналов практически устраняют влияние источников помех и дрейфа элементов схемы. В результате получается чувствительность и точность шкалы преобразователя на уровне низкочастотного шума примененного инструментального усилителя. Метрологические характеристики расширенного таким образом диапазона совместимы с основной погрешностью измерений 0,1% или менее, при использовании модуля АЦП12¹⁷¹, с корректируемой шкалой 0 ± 4095 мВ.

Применение подобной методики дифференциальных измерений позволяет при весьма малых образцах с надежной достоверностью

определять переходы ВТСП, например, для 0,05 мг порошка $YBa_2Cu_3O_x$ в 5 мг смеси с КС1 переход при 90 К, и при предельной его доле менее 0,01%¹⁴¹.

Возможности использования модуля ИПМ в составе системы (рис. 4) расширяются при организации измерений как амплитуды, так и фазы сигналов датчика МВ. Для подключаемого измерителя разности фаз необходимые сигналы звуковой частоты (с амплитудой ~ 3 В) могут быть получены с выходов повторителя VT1 и усилителя DA3 модуля ИПМ.

Возможные применения методики измерений магнитной восприимчивости, особенности развития которой рассмотрены выше, помимо определения экспериментальных композиций ВТСП могут включать изучение переходов сверхпроводимости в малых кристаллах и тонких пленках, при соответствующей адаптации высокочувствительного измерительного преобразователя МВ.

Работа выполнена в рамках проекта № 421 Государственной программы "Высокотемпературная сверхпроводимость".

ЛИТЕРАТУРА

1. Norton M.L. - J.Phys., 1986, E19, p.268.
2. Dalrymple B.J., Prober D.E. - Rev.Sci.Instrum., 1984, 55, p.958.
3. Foner S., McNiff E.J. - Rev.Sci.Instrum., 1968, 39, p.171.
4. Baker R.C. - Rev.Sci.Instrum., 1989, 60, p.2953.
5. Васильев Б.В., Луциков В.И. - ОИЯИ, P14-87-463, Дубна, 1987.
6. Бобраков В.Ф., Васильев Б.В. - ОИЯИ, P13-80-566, Дубна, 1980.
7. Гуляев В.А., Замрий В.Н. - ОИЯИ, 13-87-734, Дубна, 1987.

Рукопись поступила в издательский отдел
18 августа 1992 года.

Замрий В.Н., Луциков В.И.

P13-92-353

Развитие методики измерений магнитной восприимчивости высокотемпературных сверхпроводников

Рассматривается развитие методики измерений магнитной восприимчивости на основе резонансных и дифференциальных преобразователей при слабых магнитных полях радио- или звуковых частот. Описываются измерительные преобразователи ИПР - с индуктивным датчиком в контуре генератора, ИГМ - со сбалансированным мостом и модуляцией детектируемого сигнала, а также с датчиком температуры. С использованием системы модулей КАМАК и персонального компьютера обеспечивается накопление значений амплитуды, а также частоты или фазы сигнала, обработка и представление функций восприимчивости при температурах перехода образца в сверхпроводящее состояние. Методика измерений позволяет исследовать малые образцы при весьма малой доле сверхпроводника.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1992

Перевод авторов

Zamrij V.N., Luschnikov V.I.

P13-92-353

Development of Magnetic Susceptibility Measuring Methods to Study High-Temperature Superconductors

Development of magnetic susceptibility measuring methods using resonance and differential converters in radio or audio frequency weak magnetic fields is considered. In the paper there are described the converter IPR having the sensing coil in an oscillation circuit, the converter IPM with the balanced inductance bridge and modulation of detected signals, as well as the converter with temperature transducer circuits. The CAMAC modules system with a personal computer provides an acquisition of signal amplitudes, frequencies or phases and image processing of susceptibility functions at sample transition to a superconducting state. This method allows one to use the small samples with a low superconducting material content.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1992