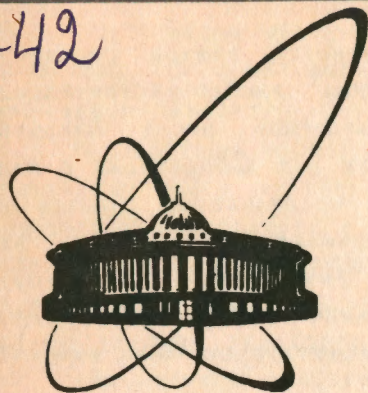


92-42



**ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

P13-92-42

В. Н. Полушкин, А. Р. Буев *

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО
СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ЭКРАНА ПРИ ПОМОЩИ
МАГНИТОМЕТРА НА ОСНОВЕ
РАДИОЧАСТОТНОГО ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО
СКВИДА**

Направлено в журнал "Сверхпроводимость:
физика, химия, техника"

*ОКБ "Кристалл", г. Йошкар-Ола

Сверхпроводящий экран является важной составной частью оборудования при проведении высокочувствительных измерений. В связи с этим немедленно после открытия высокотемпературной сверхпроводимости ряд лабораторий в мире включились в работу по созданию и исследованию экранов из массивной поликристаллической керамики. И сейчас эта прикладная область ВТСП активно развивается. Достигнуты впечатляющие результаты: значительные габаритные размеры вплоть до 320 мм [1], высокий коэффициент подавления внешнего магнитного поля $\geq 10^6$ [2], и т.д.

К настоящему времени опубликовано большое количество работ, посвященных данной тематике, например, [3-5]. К сожалению, они затрагивают, главным образом, только два вопроса: технологию приготовления и измерение коэффициента подавления внешнего магнитного поля. Однако с практической точки зрения было бы полезно знать, например, уровень магнитного шума в экранирующем объеме в зависимости от условий охлаждения, поскольку данный параметр во многом определяет возможность использования экрана в паре с высокотемпературным сквидом для высокочувствительных измерений магнитных и электрических величин.

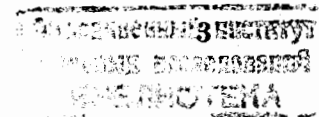
Наряду с этим известно, что поликристаллическая керамика является хорошей моделью гранулированных систем со случайно распределенными слабыми связями. И хотя достигнуты значительные успехи в формировании монокристаллических массивных образцов и тонких пленок, научный интерес к поликристаллам не ослабевает. Отсюда, принимая во внимание то, что в наших экспериментах применялся высокочувствительный высокотемпературный сквид [6], а также то, что полый цилиндр является удобной конфигурацией для определения электрических и магнитных характеристик материала, из которого он сделан, мы посчитали полезным провести специальные экспериментальные исследования процесса перехода сверхпроводника в резистивное состояние и динамики проникновения внешнего магнитного поля на тех уровнях чувствительности, при которых эти явления еще не наблюдались.

Основу материала сверхпроводящего экрана составлял Y-Ba-CuO. Порошок формовали гидростатическим обжатием на оправке с давлением 7-10 кбар. Прессованный порошок спекали при температуре размягчения материала (955°C) в течение 8 часов, и после этого осуществляли медленное охлаждение до комнатной температуры в токе кислорода. Для лучшего насыщения кислородом во время охлаждения образец выдерживали при $T=400^\circ\text{C}$ в течение 10 часов. Для того чтобы сохранить форму экрана во время реакции твердотельного синтеза, спекание осуществляли на специальной оправке. Чтобы повысить плотность критического тока в материале экрана, а следовательно, его критическое поле, в порошок Y-Ba-CuO добавляли порошок сплава Ag-Cu-Sn в количестве 10% к общей массе экрана, при этом серебро в сплаве Ag-Cu-Sn составляло 65%. Серебро повышает длину когерентности материала в межзеренных границах, а Sn способствует формированию пиннинг-центров. Плотность критического тока такой керамики в небольших плоских таблетках составила 1000 A/cm^2 при сечении образца 1 мм^2 . При гидростатическом обжатии экрана в целом не достигается столь же высокая плотность керамики, как это имеет место при прессовании небольших таблеток. Поэтому плотность критического тока в образцах, вырезанных непосредственно из экрана, $J_c \approx 260 \text{ A/cm}^2$ также при сечении образца 1 мм^2 .

Изготовленные и исследованные нами экраны представляли собой трубки с закрытым дном и полые цилиндры. Длина экрана 120 мм, внутренний диаметр 16 мм, толщина стенок 2,5 мм.

Техника эксперимента

Установка для исследования сверхпроводящего экрана схематически показана на рис. 1.



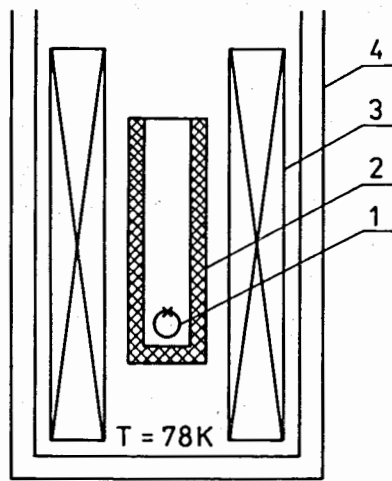


Рис.1. Схематическое изображение установки для исследования сверхпроводящего экрана. 1-однодырочный высокотемпературный сквид, измеряющий вариации магнитного поля внутри экрана; 2-исследуемый сверхпроводящий экран, 3-соленоид, 4-стеклопластиковый криостат.

Экран 2 помещался в центре соленоида длиной 250 мм, чтобы проводить измерения в квазиоднородном магнитном поле. Внутри экрана вставлялся однодырочный высокотемпературный сквид в ампуле. Ампула сконструирована таким образом, чтобы сквид был теплоизолирован от экрана и прекращал работу при повышении температуры по меньшей мере на 3-5 минут позже момента полного перехода экрана в нормальное состояние. Это было необходимо для измерения абсолютного значения магнитного поля, т.к. сквид является элементом с неединственным состоянием устойчивого равновесия и может измерять только приращение магнитного потока. Сам сквид был откалиброван в единицах индукции магнитного поля по методике, подробно изложенной в [7]. Здесь приведем только результат калибровки: один квант магнитного потока $1\phi_0$ соответствует 3×10^{-10} Тл. Чувствительность сквида по магнитному полю составляла $1,5 \times 10^{-13}$ Тл/Гц^{1/2}.

Вся система: сквид, экран, соленоид в стеклопластиковом азотном криостате помещалась в пятислойный пермаллоевый экран, что дало возможность исследовать поведение керамического экрана в диапазоне полей от 10^{-5} Э до 100 Э.

При исследовании сверхпроводящих экранов необходимо отчетливо представлять, для какой цели он предназначен. Согласно [8] можно выделить две области применения:

-экранирование от переменных магнитных (или электромагнитных) полей, когда допустимо внутри экрана наличие значительного квазипостоянного магнитного поля;

-экранирование от постоянных и переменных полей при сохранении квазинулевого постоянного магнитного поля внутри экрана.

Первый случай экранирования за счет локальных мейснеровских фаз в материале из изолированных сверхпроводящих гранул уже подробно рассмотрен в [9]. Поэтому здесь мы остановимся только на втором случае.

1. Коэффициент подавления внешнего магнитного поля.

Коэффициент подавления S оценивался при медленном нарастании внешнего магнитного поля H_e от нуля в тот момент, когда приращение поля внутри экрана ΔH_i составляло $\sim 10^{-5}$ Э. Отсюда получаем, что

$$S = \frac{H_{e0}}{\Delta H_i} = \frac{6,3}{10^{-5}} \approx 6,3 \times 10^5. \quad (1)$$

На рис.2 представлена гистерезисная петля зависимости магнитного поля внутри экрана H_i от внешнего магнитного поля H_e . Из этого рисунка видно, что поле $H_{e0} \approx 6,3$ Э - это не поле, которое проникло через верхнее отверстие экрана, а магнитные вихри, прошедшие через его стенки. Таким образом, реальный коэффициент подавления S должен быть выше, чем дает выражение (1).

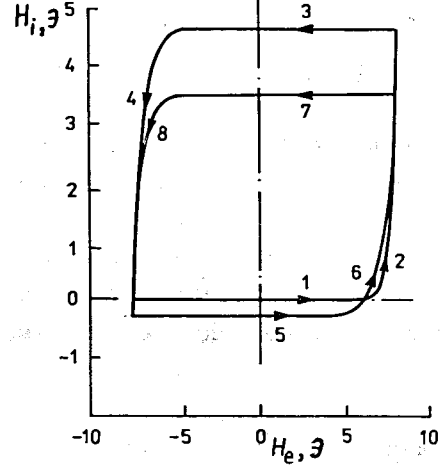


Рис.2. Петли магнитного гистерезиса для исследуемого сверхпроводящего экрана из $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ с добавками Ag-Sn-Cu.

Исследования свинцового экрана той же конфигурации и тех же размеров при температуре жидкого гелия показали, что коэффициент подавления S составляет 3×10^7 .

Поле $H_{e0} \approx 6,3$ Э будем называть полем проникновения для нашей керамики.

Заметим, что время измерения каждой точки на рис.2 составляло 1 мин. При этом видно, что при уменьшении H_e после достижения H_{e0} линия идет перпендикулярно оси H_i . То есть в малых магнитных полях керамика не показывает линии необратимости в пределах чувствительности сквид-магнитометра, что говорит о перспективности ее использования для долговременного экранирования квазистатических магнитных полей.

2. Магнитный шум в экранирующем объеме

Как уже отмечалось, магнитный шум в экранирующем объеме является одной из важнейших характеристик магнитного экрана, предназначенного для работы с высокотемпературными сквидами. Первые эксперименты с экранами из $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ керамики, обладающей относительно малой плотностью критического тока, показали неудовлетворительные результаты: магнитный шум $\sim 10^{-10}$ Тл [10]. Такие экраны не позволяли

полностью реализовать чувствительность, заложенную в сквидах. Однако ситуация радикальным образом изменилась с повышением энергии пиннинга благодаря добавкам Ag-Cu-Sn в $YBaCuO$. Так, на рис. 3 представлены спектры шумов, измеренные магнитометром на основе однодырочного радиочастотного сквида.

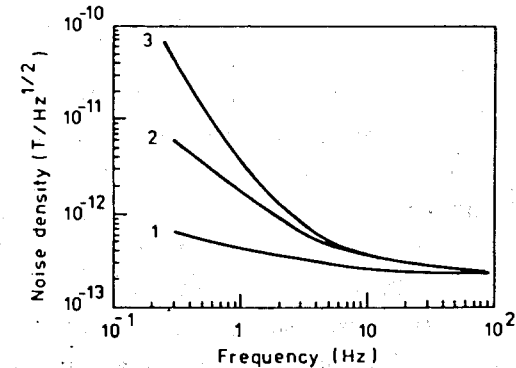


Рис.3. Спектральная плотность магнитного шума, измеренная при помощи ВТСП-сквид-магнитометра внутри сверхпроводящего экрана, охлажденного при различных внешних магнитных полях H_e . Кривые 1,2,3 соответствуют H_e : 5×10^{-5} , 0,05, 0,1 Э соответственно.

Кривая 1 соответствует спектральной плотности шумов, измеренной в отсутствие сверхпроводящего экрана в пятислойном пермалловом экране, а также спектральной плотности шумов, измеренной в сверхпроводящем экране, охлажденном в остаточном поле пермаллового экрана, не превышающем 1 гамма. Видно, что сверхпроводящий экран с повышенной энергией пиннинга, охлажденный в квазинулевом поле, не создает избыточных магнитных шумов на уровне чувствительности, при которой проводились измерения.

Однако если процесс охлаждения экрана осуществлять не в квазинулевом поле, магнитные шумы проявляются и начинают резко возрастать с увеличением поля, при котором осуществляется захолаживание. На рис.3 представлен спектр шумов для экрана, охлажденного в полях 0,05 Э (кривая 2), 0,1 Э (кривая 3). При охлаждении в поле 0,5 Э (приблизительно соответствующем полю Земли) магнитный шум вообще не удается измерить при помощи сквида, т.к. сильные флуктуации поля нарушают его работоспособность.

Таким образом, при работе со сверхпроводящим экраном необходимо учитывать обнаруженную специфику и осуществлять охлаждение в минимально возможном внешнем магнитном поле.

3. Выталкивание магнитного поля

Из экспериментов с низкотемпературными экранами из сверхпроводника I рода известно, что при медленном охлаждении снизу вверх наблюдается эффект выталкивания внутреннего магнитного поля. Подобный эксперимент был осуществлен нами и для высокотемпературного поликристаллического экрана из YBaCuO с добавками Ag-Cu-Sn в диапазоне магнитных полей от 0,01 до 0,1 Э. К сожалению, эффект выталкивания магнитного поля не наблюдался. Поле внутри экрана практически было равно полю, в котором осуществлялось охлаждение. Возможно, это связано с несоблюдением условий охлаждения, при которых можно достичь выталкивания, например, значительная толщина стенок, недостаточно высокая теплопроводность материала. Однако, скорее всего, это связано с нереверсивностью динамики поведения поликристаллической керамики в процессе охлаждения, когда T близко к T_c , в сверхмалых магнитных полях. Формирующиеся в толще керамики связи вихрей при $T \rightarrow T_c$ при существующем давлении внешнего поля успевают перенести количество квантов, достаточное, чтобы уравновесить это внешнее давление.

4. Соотношение между плотностью критического тока и полем проникновения

Поскольку для нашего отношения длины экрана к его радиусу, l/r , значение внешнего магнитного поля H_{e0} , при котором начинают проникать вихри магнитного потока через стенки экрана, лежит ниже того значения H_e , при котором оно проходит через открытые концы цилиндра, то мы имеем возможность оценить соотношение между полем проникновения и плотностью критического тока, привлекая модель Бина и

предполагая, что профиль магнитного поля в сечении керамики представляет собой линейно затухающую функцию. Так, согласно [11], для цилиндра с открытыми торцами, когда сквид расположен в его геометрическом центре (рис. 4),

$$H_{e0} = \frac{4\pi}{c} J_c d, \quad (2)$$

где d — толщина стенок цилиндра.

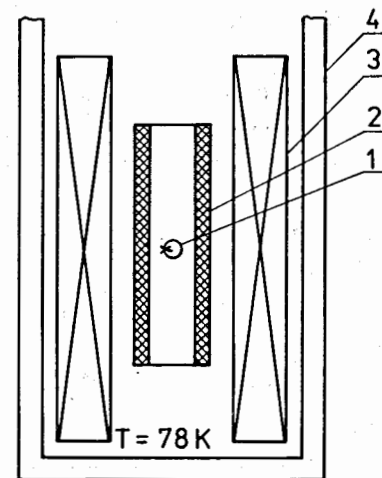


Рис. 4. Схематическое изображение установки для исследования сверхпроводящего полого цилиндра.

В нашем эксперименте поле проникновения составило $H_{e0} \approx 5,5$ Э. Следовательно, плотность критического тока керамики не должна превышать $J_c \approx 56$ А/см². Здесь нужно отметить следующее: выражение (2) работает при условии, что J_c не зависит от внешнего магнитного поля. Как известно, на практике (и это подтверждает наш эксперимент) магнитное поле в несколько единиц эрстед проникает глубоко внутрь поликристаллической керамики по джозефсоновским связям и снижает транспортный ток. Однако, если профиль магнитного поля линейный (для этого предположения есть основания, см., например, [12]), то полученное значение J_c можно трактовать как плотность критического тока при нулевом внешнем магнитном поле, измеряемую четырехточечным методом. В любом случае $J_c \approx 56$ А/см² значительно ниже того значения, которое нам дает четырехточечный или индуктивный методы измерения, когда

чувствительность входных каскадов предусилителей с входными измерительными цепями составляет порядка 1 мкВ. Для образца, приготовленного из кусочка исследуемого цилиндра, плотность критического тока, измеренного четырехточечным методом с чувствительностью 1 мкВ, составила, как уже отмечалось ранее, 260 A/cm^2 .

Чтобы проверить соотношение (2) для того же образца, была измерена вольт-амперная характеристика при помощи высокотемпературного сквид-вольтметра, обладающего чувствительностью в области белого шума $\sim 10^{-10} \text{ В/Гц}^{1/2}$ [13]. Эта вольт-амперная характеристика представлена на рис. 5.

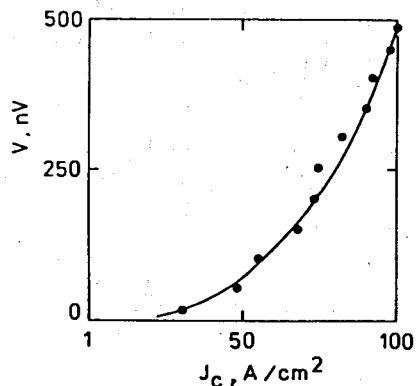


Рис. 5. Вольт-амперная характеристика образца высокотемпературной сверхпроводящей керамики, вырезанного из исследуемого экрана.

Из графика видно, что переход поликристаллической керамики из сверхпроводящего состояния в нормальное не столь ярко выражен, как это имеет место в низкотемпературных сверхпроводниках. Поэтому при использовании аппаратуры с недостаточной чувствительностью за критическое значение принимается ток, многократно превышающий реальный J_c . Если за критерий определения плотности критического тока принять напряжение, в 1,4 раза превышающее уровень шума в керамике (в эксперименте он составил $S_V \approx 20 \text{ нВ/Гц}^{1/2}$), то результаты измерений находятся в довольно хорошем согласии с измерениями J_c из экспериментов с полый сверхпроводящей трубкой. Отметим здесь, что зависимость плотности критического тока от чувствительности измерительной аппаратуры была уже замечена и

ранее рядом исследователей, например [14]. С этой точки зрения, если материал экрана однороден, то определение J_c в поликристаллической керамике по проникновению магнитного поля в сверхпроводящую трубку является методически наиболее правильным.

5. Динамика проникновения магнитного поля.

Долговременное экранирование

Рассмотрим динамику проникновения внешнего магнитного поля внутрь полого цилиндра на уровне чувствительности сквид-магнитометра. Измерения проводились в ZFC-режиме. Первоначально было тщательно подобрано поле проникновения H_{e0} . За H_{e0} принималось такое внешнее магнитное поле, при котором в течение 3000 с внутрь цилиндра проникало поле приблизительно $5 \times 10^{-10} \text{ Тл}$. Чтобы обеспечить достаточно высокую точность измерений, соленоид был изготовлен для этих экспериментов из двух соосных катушек, намотанных на единый каркас. Одна из катушек была предназначена для поддержания поля проникновения, а с помощью другой создавали скачкообразные дополнительные приращения поля ΔH_e . Первая катушка запитывалась от источника постоянного тока, обладающего высокой долговременной стабильностью не хуже 0,01%. На рис. 6 представлены временные зависимости поля внутри цилиндра для 4 значений внешнего магнитного поля ($H_{e0} + \Delta H_e$) (где $H_{e0} \approx 5,5 \text{ Э}$). Линия 4 соответствует $\Delta H_e \approx 0$; 3 - $\Delta H_e \approx 0,005 \text{ Э}$; 2 - $\Delta H_e \approx 0,01 \text{ Э}$; 1 - $\Delta H_e \approx 0,05 \text{ Э}$.

По скорости проникновения внешнего магнитного поля в цилиндр видно, что керамика находилась в сверхслабом резистивном состоянии. Динамика проникновения поля внутрь цилиндра хорошо описывается классическим выражением:

$$H_i(t) = H_o + v \ln(t-t_o) \quad (3)$$

при $t \geq 100 \text{ с}$. Логарифмическая скорость релаксации v не является константой, а представляет собой функцию, приблизительно пропорциональную $\Delta H_e / H_{e0}$ в диапазоне наших измерений.

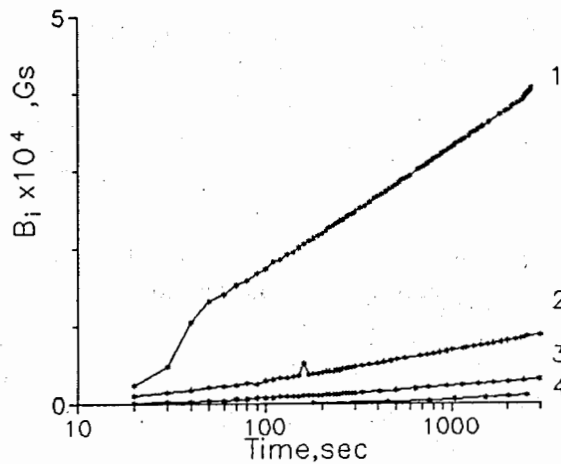


Рис. 6. Временные зависимости магнитного поля внутри полого цилиндра для 4 значений внешнего магнитного поля. Кривая 1 соответствует внешнему полю $H_e = (5,5 \pm 0,05) \text{ Э}$, кривая 2- $H_e = (5,5 \pm 0,01) \text{ Э}$, кривая 3- $H_e = (5,5 \pm 0,005) \text{ Э}$, кривая 4- $H_e \approx 5,5 \text{ Э}$.

Необходимо отметить, что приращение поля внутри цилиндра ΔH_i за время измерения значительно ниже задаваемого скачка внешнего поля ΔH_e . Правда, с наращиванием ΔH_e разница между ΔH_e и ΔH_i быстро уменьшается. Это говорит о том, что в слаборезистивном состоянии в продольном сечении цилиндра по крайней мере вблизи внутреннего отверстия профиль магнитного поля должен содержать квазиэкспоненциальный закон затухания. Кстати, если весь профиль аппроксимировать экспонентой, то мы можем дать некоторые приближенные оценки качества керамики в рамках модели стекла, например, в трактовке Джона Клема [15]. Так, используя кривую 4 на рис. 5, мы получим эффективную джоуэфсоновскую глубину проникновения

$$\lambda_J = \frac{d}{\ln(H_{e0}/H_{i \min})} \approx 4 \times 10^{-3} \text{ см},$$

где за $H_{i \min}$ было взято значение 5×10^{-10} Тл.

Исследование структуры керамики с помощью электронного микроскопа показали, что средний размер зерен

керамики $a_0 \approx 10$ мкм. Тогда согласно [15] для условия $\lambda_J \gg a_0$ первое критическое поле керамики

$$H_{c1J} \approx \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda_J^2 \mu_{\text{eff}}} \ln\left(\frac{2\lambda_J}{a_0}\right)$$

лежит ниже 0,01 Э. Данное значение H_{c1J} находится в довольно хорошем согласии с независимыми оценками, полученными из измерений поверхностного импеданса [16] и магнитной восприимчивости сквид-магнитометра [12].

Любопытным фактом является также то, что при охлаждении экрана до 77 К в поле меньше 0,01 Э в его внутреннем объеме не наблюдались избыточный магнитный шум и скачки магнитного потока.

Заключение

Таким образом, проведенные исследования показали, что высокотемпературные сверхпроводящие экраны, изготовленные по предложенной здесь технологии, могут быть с успехом применены для длительного экранирования от внешних магнитных полей порядка несколько единиц эрстед. Учитывая, что при охлаждении в квазиуловом поле внутри экрана не наблюдается избыточного магнитного шума, такой экран может быть широко использован в технике азотного уровня охлаждения для высокочувствительных измерений.

В заключение мы хотим выразить нашу признательность Ю.Обухову за полезные дискуссии.

Литература

1. Kazimoto Hoshino et al. Large Vessel of high- T_c Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Superconductor for Magnetic Shield. Jap. J. of Appl. Phys., 1990, v.29, №8, p.1435-1438.
2. O.G.Symko et al. High- T_c Superconducting shields. In: Progress in High Temperature Superconductivity, 1989, v.9, p.313-314.
3. T.Okada, K.Takahata et al. Applicability of oxide superconductor for magnetic shielding. IEEE Trans. on Magn., 1989, v.25, p.2270.

4. J.O. Willis, M.E. McHenry et al. Magnetic shielding by superconducting Y-Ba-Cu-O hollow cylinder. IEEE Trans. on Magn., 1989, v.25, p.2502.
5. G.J. Cui, S.G. Wang et al. A superconducting shielding can for high T_c SQUID. IEEE Trans. on Magn., 1989, v.25, p.2273.
6. V.N. Polushkin, B.V. Vasiliev. Investigation of rf-SQUID behaviour at liquid nitrogen temperatures. Modern Physics Letters B, 1989, v.3, №17, p.1327-1335.
7. Б.В. Васильев, В.Н. Полушкин. Магнитометр на основе одноиндуктивного высокотемпературного сквида. Приборы и техника эксперимента, 1990, №3, с.182-184.
8. Blas Cabrera, W.O. Hamilton. Electric and magnetic shielding with superconductors. The Science and Technology of Superconductivity. Ed. by W.D. Gregory et al., vol.2, Plenum press, NY, 1973.
9. A.M. Campbell. Screening by high- T_c superconductors. Supercond. Shi. Technol., 1988, v.1, p.65-67.
10. С.И. Бондаренко. Исследование экранов из высокотемпературных сверхпроводников. Киев, 1989.
11. Тинкхам. Введение в сверхпроводимость. М.: Мир, 1980.
12. Yu. Obukhov. Critical currents in high- T_c superconductors. JINR Preprint, E17-91-438, Dubna, 1991.
13. В.Ф. Бобраков, В.Н. Полушкин. Пиковольтметр на основе высокотемпературного сквида. Препринт ОИЯИ, P13-92-41, Дубна, 1992.
14. Nobuhito Imanaka, Hisao Imai, Gin-ya Adachi. How to compare J_c among different sized samples. Jap. J. of Appl. Phys., 1989, v.28, №12, L2158-L2160.
15. John R. Clem. Granular and superconducting-glass properties of the high- T_c superconductors. Physica C, 1988, v.153-155, p.50-55.
16. Е.В. Сонин, А.К. Тагантсев. Electrodynamics of the Josephson medium in high- T_c superconductors. Physics Letters A, 1989, vol.140, p.127-132.

Рукопись поступила в издательский отдел

30 января 1992 года.