

ОБЪЕДИНЕНИЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

17-97-399

На правах рукописи
УДК 538.945

0-266

**ОБУХОВ
Юрий Викторович**

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННО-НЕОДНОРОДНЫХ
СВЕРХПРОВОДЯЩИХ СИСТЕМ
ПРИ ПОМОЩИ СКВИД-МАГНИТОМЕТРА**

Специальность: 01.04.07 — физика твердого тела

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Дубна 1997

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

АКТУАЛЬНОСТЬ РАБОТЫ по проблеме высокотемпературной сверхпроводимости (ВТСП) обусловлена возможностью широкого применения этих соединений в науке и технике, благодаря их новым исключительным свойствам. Высокая температура сверхпроводящего перехода T_c (выше температуры кипения жидкого азота) и высокий критический ток позволят создать новые элементы для вычислительной техники, дешевую криогенную аппаратуру, высокочувствительные магнитометры на основе СКВИДов, компактные двигатели, генераторы и трансформаторы, сверхмощные магниты и многое другое. С открытием новых эффектов и новых ВТСП соединений безусловно будут возникать новые области применения этих материалов. ВТСП представляют огромный интерес для теоретической и экспериментальной физики. Разработка различных теоретических моделей, работы по нефононным механизмам сверхпроводимости, исследование симметрии параметра порядка дали мощный толчок развитию физики сверхпроводников.

Одним из основных свойств образцов таких соединений является их существенная пространственная неоднородность. Это касается как керамических материалов, в которых гранулированность является естественным следствием твердотельной реакции синтеза, так и монокристаллических, где различного рода дефекты могут приводить к подавлению сверхпроводящих свойств. При исследовании ВТСП материалов такая пространственная неоднородность сверхпроводящих свойств вносит дополнительные трудности. Кроме того, подобные объекты являются интересными и с фундаментальной точки зрения и дали толчок развитию новых направлений в физике сверхпроводников, таких как джозефсоновские среды и джозефсоновские сверхрешетки.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. Франка
Объединенного института ядерных исследований

Научный руководитель: доктор физико-математических наук
Балагуров А.М.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук
Лушиков В.И.

доктор физико-математических наук
Снигирев О.В.

Ведущая организация: Институт радиоэлектроники РАН,
г.Москва

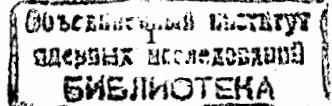
Защита состоится "24" февраля 1998 г. в 10-00 часов на заседании
Диссертационного совета Д 047.01.05 при Лаборатории нейтронной
физики и Лаборатории ядерных реакций Объединенного института
ядерных исследований, г. Дубна Московской области.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ОИЯИ.

Автореферат разослан "4" января 1998 г.

Ученый секретарь
Диссертационного совета

Попеко А.Г.



ЦЕЛЬЮ РАБОТЫ являлось исследование свойств пространственно-неоднородных сверхпроводящих систем: керамического $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ и монокристаллических $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$; создание СКВИД-магнитометра; создание и отработка измерительных методик и интерпретация данных для этого прибора.

НАУЧНАЯ НОВИЗНА.

- Разработана улучшенная методика измерения критических токов керамических ВТСП образцов.
- Впервые предложено и обосновано при помощи численного моделирования объяснение наблюдаемого в ВТСП парамагнитного эффекта Мейсснера без предположения о джозефсоновских контактах π -типа.
- Исследованы монокристаллы $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ не демонстрирующие макроскопического фазового разделения (по нейтронографическим данным). В результате показано, что монокристаллы все-таки разделяются на соответствующие фазы, но характерный размер гранул составляет ~ 100 ангстрем. При данных размерах основные структурные методы (нейтронной и рентгеновской дифракции) не дают возможности обнаружить эти фазы. Малый размер монофазных областей говорит о пониженной мобильности кислорода в эти монокристаллах, связанный, по-видимому, со спецификой их роста.
- Обнаружена зависимость диамагнитного отклика сверхпроводящих монокристаллов $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ (как с макроскопическим разделением на бедную и, богатую по кислороду фазы, так и без макроскопического разделения) от скорости захолаживания в диапазоне температур 300 - 10 К. Показано что характерная скорость образования сверхпроводящей фазы (т.е. скорость диффузии кислорода) в системах без фазового разделения существенно меньше чем в аналогичных системах, описанных в публикациях.

НАУЧНАЯ И ПРАКТИЧЕСКАЯ ЦЕННОСТЬ.

Полученные в диссертации результаты помогают лучше понять процессы, происходящие при диффузии кислорода в системах $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$. Предложенные методики определения критических токов в ВТСП керамиках позволяют четко разделить диамагнитный отклик гранул и транспортных межгранульных токов и сделать анализ свойств джозефсоновских критических токов. Численное моделирование процессов FC (Field Cooling) для неодносвязанных сверхпроводников расширяет методические возможности СКВИД-магнитометров. Некоторые конструктивные особенности созданного СКВИД-магнитометра повышают надежность его работы, а методика анализа сигнала магнитометра позволяет исследовать неоднородно намагниченные образцы и повышает разрешение прибора.

АПРОБАЦИЯ РАБОТЫ.

Основные результаты работы докладывались на конференциях NATO ARW 'Physics and Material Sciences in High Temperature Superconductivity, IV' (Strbske Pleso, Slovak Republic, 1996); Weak Superconductivity Symposium WSS'94 (Smolenice Castle, Slovak Republic, 1994); Materials and Mechanisms of Superconductivity, High Temperature Superconductors III, (Kanazawa, Japan, 1991); на XXX совещании по физике низких температур (Дубна, 1994), на международной школе -- Spring College in Condensed Matter on "SUPERCONDUCTIVITY", (Trieste, Italy, 1992), семинарах ИАЭ им. Курчатова; Лаборатории теоретической физики и Лаборатории нейтронной физики Объединенного института ядерных исследований.

СТРУКТУРА ДИССЕРТАЦИИ.

Диссертация состоит из введения, шести глав, содержащих обзор работ и основные результаты, заключения, списка литературы и приложения. Работа изложена на 134 страницах машинописного текста, включая 50 рисунков и 103 библиографические ссылки.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ.

В введении кратко сформулированы проблемы, обосновывается актуальность темы исследования, сформулированы основные результаты, выносимые автором на защиту.

В первой главе проводится обзор основных свойств ВТСП. Обзор проводится по трем основным направлениям.

Во-первых - магнитные свойства керамических ВТСП. Приведены основные экспериментальные данные по исследованию диамагнитного отклика, эффекта Мейсснера и плотности критических токов для керамических ВТСП. Приведены примеры анализа экспериментальных данных при помощи модели Бина. Рассматривается подход описания этих систем как систем сверхпроводящих гранул с джозефсоновскими контактами.

Во-вторых, рассматривается проблема симметрии параметра порядка в ВТСП. Приведены основные экспериментальные результаты по исследованию анизотропии амплитуды и фазы параметра порядка. В настоящий момент это новая область в изучении ВТСП и четкой интерпретации экспериментальных данных просто не существует, однако, исследования анизотропии фазы параметра порядка четко показывают, что в ВТСП материалах существуют механизмы для создания на джозефсоновских контактах ненулевой разности фаз (а значит и тока) в отсутствии каких-либо внешних воздействий. Такое поведение совершенно не характерно для обычных сверхпроводников и дает толчок к развитию новых механизмов сверхпроводимости.

В-третьих, рассмотрены системы $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$. Эти соединения при концентрациях допирования $\delta = 0.01 - 0.06$ демонстрируют при температурах ниже 200 - 400 К пространственное разделение на две практически идентичных по параметру решетки фазы. Одна $\delta = 0.01$ - антиферромагнетик и изолятор, вторая $\delta = 0.06$ - металлы, который при температурах ниже 38 К становится сверхпроводником. Таким образом, в этих системах, даже в монокристаллах, из-за перераспределения кислорода проявляется гранульность. Кроме того, процессы перераспределения кислорода при температурах фазового разделения T_{ps} достаточно медленные. В обзоре приведены имеющиеся экспериментальные данные по изучению кинетики этого процесса. В связи с длительностью процесса перераспределения кислорода в матрице La_2CuO_4 , а следовательно, возможностью управлять этим процессом, эти соединения обещают стать уникальными материалами для изучения механизма сверхпроводимости в ВТСП.

Во второй главе описана конструкция и техническая реализация прибора, на котором проводилась основная часть измерений - СКВИД-магнитометра. Приведены некоторые технические решения прибора, проведены измерения и анализ шумов. Прибор имеет следующие рабочие характеристики:

Рабочий интервал температур	4.5 - 300 К
Диапазон магнитных полей	0.01 - 100 Э
Чувствительность по магнитному моменту	$2.4 \cdot 10^{-10} \text{ Ам}^2/\Phi_0$
Разрешение по магнитному моменту:	
намагничающее поле 1 Э	10^{-12} Ам^2
намагничающее поле 100 Э	10^{-11} Ам^2
Максимальный диаметр образца	4 мм

В третьей главе проведен анализ сигнала, получаемого при измерениях на магнитометре. В общем случае сигнал магнитометра является сверткой сигнала от точечного источника магнитного момента с распределением момента по объему образца. При помощи решения обратной задачи уравнения свертки предложена процедура восстановления распределения момента по образцу. Задача проанализирована для конкретных сигналов и шумов, получаемых при измерениях на магнитометре. Предложены фильтрующие функции для устранения избыточных высокочастотных шумов. В рамках решения данной задачи проанализировано предельное разрешение прибора для реального распределения шумов.

В четвертой главе приведена работа по исследованию критических токов в ВТСП керамиках, а именно $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Предложена процедура измерения, позволяющая четко разделить области полей и температур, в которых изменение сигнала момента в основном связано с разными типами сверхпроводящих токов - межгранулярными транспортными и внутригранулярными (см. рисунок 1). При такой

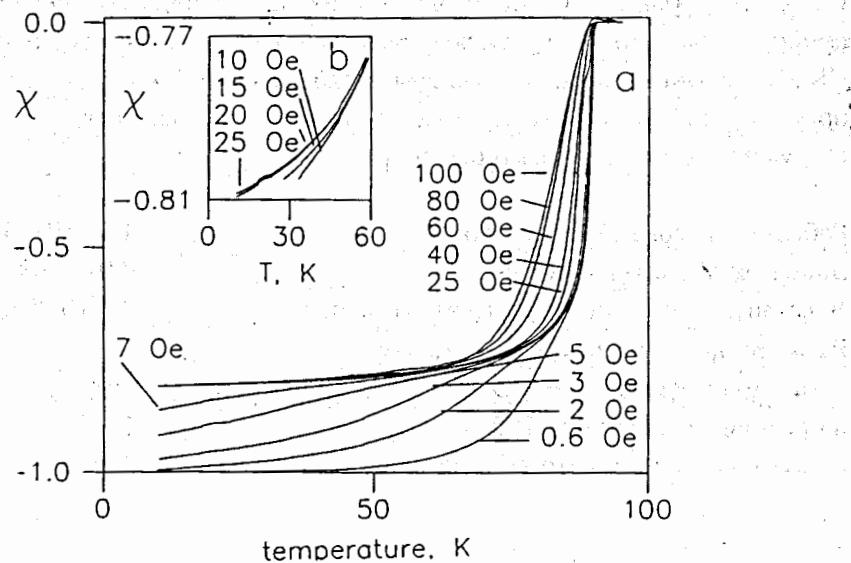


Рисунок 1. Температурная зависимость ZFC (Zero Field Cooling) восприимчивости керамического образца $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ при различных магнитных полях.

интерпретации для области, где основную роль играют межгранулярные токи, на основе модели критического состояния предложена процедура вычисления критических токов. В результате получаем температурные и полевые зависимости межгранулярных критических токов. Вид температурной зависимости критического тока позволяет сделать вывод о типе межгранулярных джозефсоновских контактов. Из кривых намагниченности получена температурная зависимость поверхности магнитного барьера для керамического сверхпроводника, который можно рассматривать как первое критическое поле для джозефсоновой среды H_J .

В пятой главе рассматривается наблюдавшийся некоторыми авторами парамагнитный эффект Мейсснера [1], который послужил отправной точкой изучения симметрии параметра порядка в ВТСП (см. рисунок 2). Этот эффект рассматривается как тест на наличие d-симметрии куплеровской пары в ВТСП. При помощи численного моделирования процесса FC для неодно связанных сверхпроводников различной формы показано, что подобный эффект может возникать на обычных сверхпроводниках, без какого-либо предположения об экзотической симметрии параметра порядка. Парамагнитный сигнал возникает в случае захвата сверхпроводником основной части магнитного потока, проинзывающего его в нормальном состоянии, и последующей его компрессии в одно или несколько "потоковых пятен". Проанализирована амплитуда парамагнитного сигнала для образцов различной формы, более тщательно рассмотрен случай захвата потока в сверхпроводящих пленках.

Некоторые особенности данных приведенных на рисунке 2, такие как уменьшение $d\chi/dH$ при уменьшении поля, позволяют утверждать, что авторы наблюдали именно такой захват потока. Так как в случае наведения спонтанных токов в образце без какого-либо поля (джозефсонский π-контакт), момент должен становиться константой при уменьшении поля, а значит получалась бы расходящаяся зависимость $d\chi/dH \propto 1/H^2$.

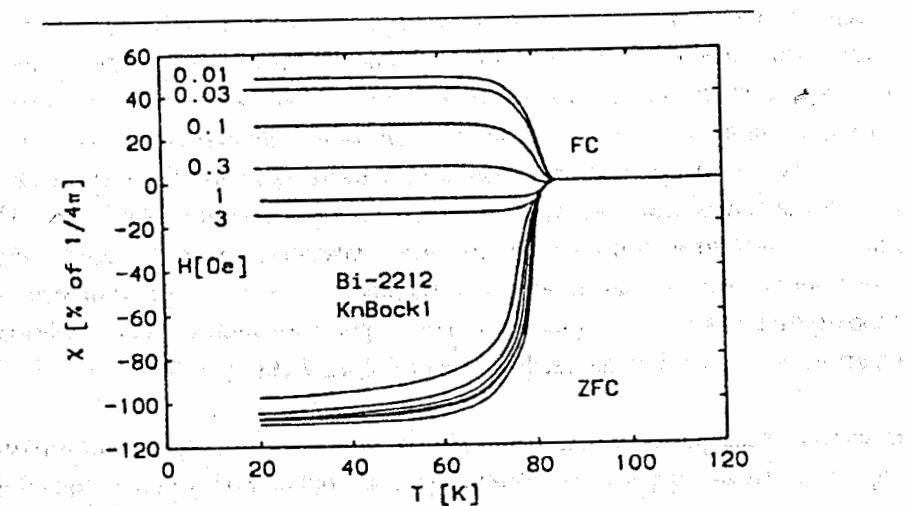


Рисунок 2. ZFC и FC сигналы керамики Bi2212, демонстрирующие парамагнитный эффект Мейсснера [1]

В шестой главе приведены данные по исследованию монокристаллов $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$. Уникальность исследуемых образцов состояла в том, что они не демонстрировали какого-либо фазового разделения при нейтронографических и рентгенографических исследованиях [2,3], несмотря на то, что находились в центре щели растворения $\delta \approx 0.03$ [4]. Исследования диамагнитного отклика этих образцов показали, что фазовое разделение может иметь место, однако размер монофазных областей составляет ~ 100 ангстрем, что делает невозможным регистрацию отдельных фаз при помощи методов нейтронной или рентгеновской дифракции.

Далее был изучен процесс образования сверхпроводящей фазы. Образец медленно охлаждался от 300 К до 10 К в течение времени τ , затем проводились измерения ZFC (Zero Field Cooling) в различных полях. Измерения были проведены для образцов с макроскопическим фазовым разделением (L2) и без разделения (M4A). Результаты приведены на рисунках 3 и 4. Оказалось, что процессы образования сверхпроводящей фазы для этих систем аналогичны, однако образцы без фазового разделения демонстрируют существенно меньший

диамагнитный отклик. Это лишний раз подтверждает то, что процесс фазового разделения имеет место в той и другой системе, однако в M4A процесс диффузии кислорода существенно подавлен, по-видимому, из-за специфики технологии приготовления.

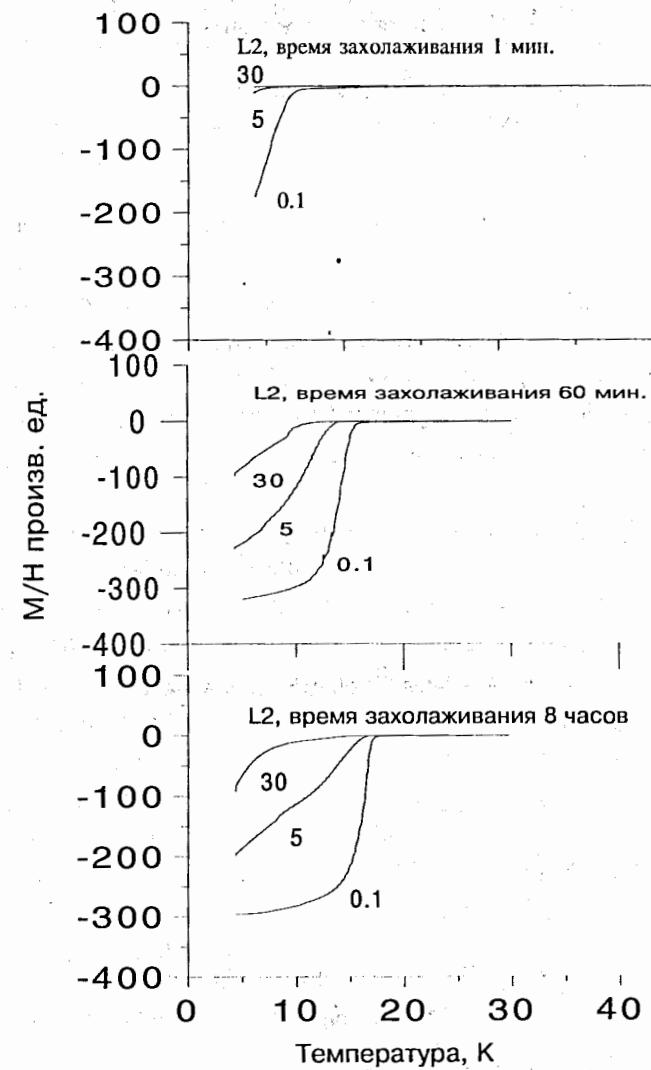


Рисунок 3. Зависимости ZFC для образца L2 (с макроскопическим фазовым разделением), в полях 0.1 Э, 5 Э и 30 Э, охлажденного ниже температуры фазового разделения T_{ps} в течение различного времени.

Диссертация заканчивается заключением, где сформулированы основные результаты.

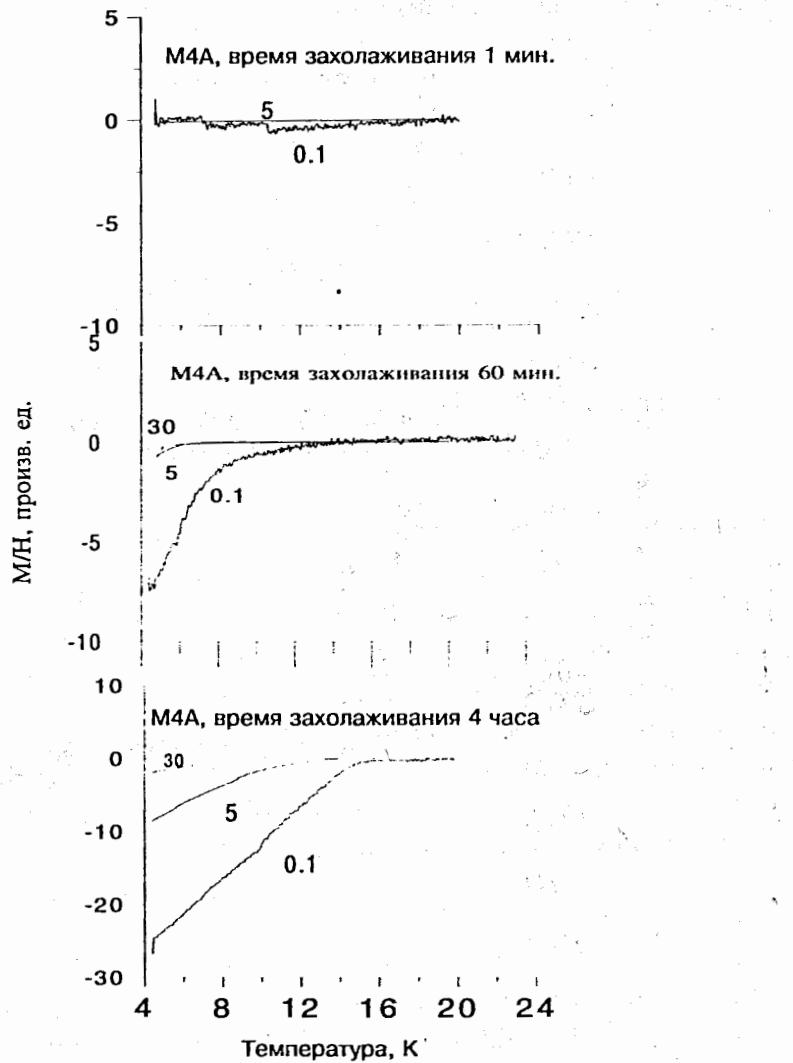


Рисунок 4. Зависимости ZFC для образца М4А (макроскопически не разделяющийся) в полях 0.1 Гц, 5 Гц и 30 Гц, охлажденного ниже температуры фазового разделения T_{ps} в течении различного времени.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ:

1. Разработана улучшенная методика измерения критических токов керамических ВТСП образцов. Проведены исследования образцов $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ керамики. На основе полученных зависимостей критического тока от температуры сделано предположение о типе джозефсоновских контактов между гранулами (в данном образце - S-N-S и S-I-N-I-S типа).
2. Впервые предложено объяснение наблюдаемого в ВТСП парамагнитного эффекта Мейсснера без предположения о Джозефсоновских контактах π-типа. Данный эффект численно промоделирован для различных конфигураций сверхпроводников, в частности, для сверхпроводящих пленок. Показано, что пленки после процедуры FC могут иметь не только парамагнитный сигнал, но и демонстрировать увеличение парамагнитного сигнала со временем.
3. Исследована сверхпроводимость в монокристаллах $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$. Уникальность монокристаллов заключалась в том, что они не имели характерного для этих соединений разделения на металлическую и антиферромагнитную подсистемы (по нейтронографическим данным). В результате было показано, что монокристаллы все-таки разделяются на соответствующие фазы, но характерный размер однофазных областей составляет не более 100 ангстрем. При данных размерах основные структурные методы (нейтронной и рентгеновской дифракции) не дают возможности обнаружить эти фазы. Малый размер однофазных областей свидетельствует о пониженной мобилиности кислорода в этих монокристаллах, связанной, по-видимому, со спецификой их роста.
4. Обнаружена зависимость диамагнитного отклика сверхпроводящих монокристаллов $\text{La}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ от скорости охлаждения в диапазоне температур 300 - 10 K, а именно, при увеличении времени охлаждения от одной минуты до нескольких часов диамагнитный отклик существенно возрастает. Такое поведение подтверждает предположение о диффузном характере перераспределения кислорода

в матрице La_2CuO_4 с характерными временами порядка десятков минут.

5. Предложена модифицированная конструкция и создан портативный СКВИД-магнитометр, работающий в диапазоне температур 4-300 К и магнитных полей 0.01 - 100 Э, имеющий разрешение 10^{-12} Ам^2 .

6. Разработана методика обработки сигнала СКВИД-магнитометра, основанная на решении уравнения свертки. Методика помогает повысить разрешение магнитометра на порядок и исследовать неоднородно намагниченные объекты.

ПУБЛИКАЦИИ

Основные результаты диссертации изложены в следующих работах:

1. Ю.В.Обухов, Б.И.Савельев, Сверхпроводящий квантовый измеритель малых магнитных моментов, Препринт ИАЭ им. Курчатова ИАЭ-5393/10 (1991)
2. Обухов Ю.В., Савельев Б.И., Ханин В.В., Портативный квантовый магнитометр, работающий в широком диапазоне температур, ПТЭ, N5, 166-169 (1991)
3. Е.И.Литвиненко, Ю.В.Обухов, Программа восстановления магнитного момента образца при измерениях на СКВИД-магнитометре, Препринт ОИЯИ Р10-94-44.
4. E.I.Litvinenko, Yu.V.Obukhov, A.N.Chernikov, SQUID-susceptometer for measurement of small magnetic moments, Proceedings of the Seventh International Symposium on Weak Superconductivity, June 6-10, Smolenec Castle, Slovak Republic 1994, p. 402-407.
5. Yu.V.Obukhov, Critical Currents in YBaCuO Ceramics, J. Superconductivity, 5, No 2, 101-105 (1991)

6. Yu.V.Obukhov, "Paramagnetic" Meissner Effect in Superconductors, JINR Reports, E17-94-256,
7. Ю.В.Обухов, "Парамагнитный" эффект Мейсснера в сверхпроводниках, доклады XXX совещания по физике низких температур, 6-8 сентября 1994, ч.1, с.202-203.
8. Yu. Obukhov, V.Yu.Pomjakushin, A.A.Zakharov, A.A.Nikonov, Superconductivity in the $\text{La}_2\text{CuO}_{4.03}$ single crystal system, Proceedings of Conference Physics and Material Science of HTS IV, p.179-185. (1996)
9. B.V.Vasiliev, Yu.V.Obukhov, Critical currents of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ceramics, Physica C, 185-189, 2247-2248 (1991)

ЛИТЕРАТУРА

1. Braunish et al., Phys. Rev. Lett., 68, 1908 (1992)
2. А.М.Балагуров, А.А.Захаров, В.Ю.Помякушин, В.Г.Симкин, Письма в ЖЭТФ, 64 (4), 254 (1996)
3. A.A.Zakharov et al., Physica C, 223, 157 (1994), Physica C, 235-240, 341 (1994)
4. D.C.Johnston et al., Physica C, 235-240, 257 (1994)

Рукопись поступила в издательский отдел
26 декабря 1997 года.