

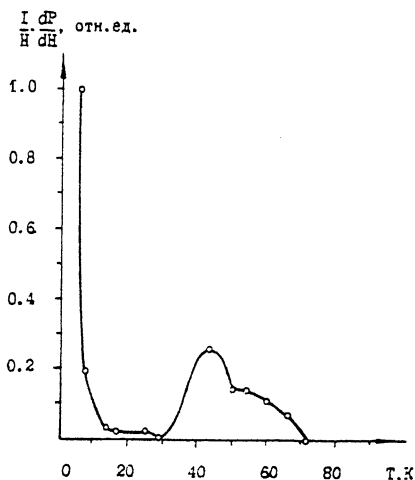
05.4; 11; 12

© 1993

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ВТСП МАТЕРИАЛОВ
МЕТОДОМ МОДУЛИРОВАННОГО МИКРОВОЛНОВОГО
ПОГЛОЩЕНИЯС.И. Голошапов, Н.Ф. Картенко,
С.Г. Конников, О.А. Усов,
Ю.Г. Носов, В.Н. Осипов

Актуальной задачей твердотельной микроэлектроники является разработка методов анализа и контроля структуры и свойств сверхпроводящих материалов. В настоящей работе предлагается способ определения фазового состава ВТСП материалов с помощью эффекта модулированного микроволнового поглощения в слабых магнитных полях (ММП и СМП) [1-3].

Уже в первых работах 4, 5 было отмечено, что эффект ММП наблюдается лишь при $T < T_c$ (T_c - температура перехода в сверхпроводящее состояние), а температурная зависимость величины сигнала изменяется при изменении фазового состава керамических образцов. Изменение величины сигнала вблизи T_c превышает 4 порядка [4], что позволяет использовать эффект ММП для диагностики сверхпроводящих свойств микрообразцов [6] и определения сверхпроводящих включений в несверхпроводящей матрице. Влияние слабого магнитного поля на ММП обычно описывается в рамках модели смешанного состояния, в то время как для описания взаимодействия СВЧ поля с образцом ВТСП предложены разнообразные механизмы поглощения СВЧ мощности, например, в работах [7, 8] были получены теоретические температурные зависимости величины сигнала ММП в джозефсоновской среде и в случае вязкого течения вихрей Абрикосова. В обоих случаях сигнал ММП исчезает при $T = T_c$, имеет резкий максимум вблизи T_c и монотонно спадает при уменьшении температуры. Такая форма сигнала позволяет применить эффект ММП и СМП для определения фазового состава образцов ВТСП. В качестве объекта исследования был выбран кристалл $Y_x Nd_y Ba_2 Cu_{3-z} Al_z O_{6.9}$, где по данным микронзондового анализа $x = 0.65$, $y = 0.30$, $z = 0.2$. Кристалл был выращен методом спонтанной кристаллизации из раствора в расплаве при использовании исходной загрузки с большим избытком Ba и Cu. Режим плавки-синтеза включал расплавление загрузки на воздухе в корундовом тигле при температуре 1030°C , снижение температуры до 990°C за 2 ч и медленное со скоростью 2.2 град/ч охлаждение тигля с расплавом до 845°C . При этой температуре осуществлялась закалка кристалла, что приводило к обеднению кристалла кислородом [9]. Размер кристалла: $0.2 \times 0.4 \times 0.1$ мм.



Температурная зависимость сигнала ММП в кристалле $Y_{0.65}Nd_{0.30}Ba_2Cu_{2.8}Al_{0.2}O_{6.9}$.

Характеристические температуры сверхпроводящих переходов T_C по данным ММП и параметры кристаллической решетки „с“ по данным РФ анализа.

$T_C \cdot K$	71	55	30	10
„с“ (погрешность), Å	11.786(3)	11.808(6)	11.816(5)	11.829(3)

Для исследования СВЧ поглощения использован спектрометр ЭПР типа Varian E-112. Измерения проводились на частоте 9.5 ГГц при мощности возбуждения 50 мВт. Экспериментально регистрировалась первая производная сигнала поглощения dP/dH на частоте модуляции 100 кГц при амплитуде модуляции 20 Э. Температурные измерения производились в диапазоне температур 3–300 К с помощью проточного гелиевого криостата фирмы Oxford Instruments. Точность измерения температуры образца в указанном диапазоне составляет 0.1 К.

В качестве параметра, характеризующего величину сигнала ММП выбран тангенс угла наклона зависимости dP/dH в нулевых полях [10]:

$$\left. \frac{1}{H} \cdot \frac{dP}{dH}(H, T) \right|_{H=0}.$$

На рисунке приведена температурная зависимость величины сигнала ММП, на которой можно выделить 4 области, приписав каждой характеристическую температуру T_C . Сложная форма температурной зависимости может быть связано не только с фазовым составом образца, но и с различными механизмами поглощения СВЧ мощности, поэтому фазовый состав был определен независимо методом рентгено-фазового (РФ) анализа. В таблице приведены значения характеристических температур T_C и постоянных решетки „с“.

По данным РФ анализа в образце присутствуют 4 фазы, которые идентифицированы со сверхпроводящими фазами, обнаруженными методом ММП. Анализ формы сигнала ММП во всем температурном интервале показывает, что температурные зависимости сигнала разных фаз невозможно описать в рамках единой модели, в частности, лишь сигнал для фазы с $T_C = 55$ К, имеющей максимум вблизи T_C , допускает интерпретацию, предложенную в работе [7].

В работе показано, что высокая чувствительность (масса образца менее 0.01 мг) метода ММП позволяет совместно с РФ анализом эффективно использовать его для определения фазового состава ВТСП материалов.

Авторы благодарят А.Н. Ефимова за проведение микронзондового анализа образца и А.С. Колосову за помощь в оформлении статьи.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] С м и р н о в С.Н. Сверхпроводимость. ФХТ. 1989. Т. 2. В. 5. С. 11-24.
- [2] М а с т е р о в В.Ф. Микроскопические квантовые эффекты в ВТСП. В кн.: Высокотемпературная сверхпроводимость, сб. статей. В. 1 / Под ред. А.А. Киселева. Л.: Машиностроение, 1990. 686 с.
- [3] Р о м а н ю х а А.А., Ш в а ч к о Ю.Н., У с т и н о в В.В. // УФН. 1991. Т. 161. В. 10. С. 37-78.
- [4] D u r n y R., H a u t a l a J., D u e h a r m e S., L e e B., S y m k o O.J., T a y l o r P.S., Z h e n g D.J., X u J.A. // Phys. Rev. 1987. В36, N 4. P. 2361-63.
- [5] K i m B.J., B o h a d y J., M o o r j a n i K., A d r i a n F.J. // J. Appl. Phys. 1980. V. 63. N 6. P. 2029-32.
- [6] U s o v O.A., K a r t e n k o N.F., R o z h d e s t v e n s k a y a I.V., S a p o z h n i k o v a L.S., V e i n g e r A.I., G o l o s c h a p o v S.I. // Acta Cryst. 1982.
- [7] M a r c o n R., F a s t a m p a R., G i u r a M., M a t a c o t t a C. // Phys. Rev. 1989. В 39. N 4. P. 2796-99.

- [8] M a r c o n R., F a s t a m p a R., G i u r a M.,
S i l v a E. // Phys. Rev. 1991. B 43. N 4.
P. 2940-50.
- [9] R i c e J.P., G i n s b e r g D.M. // J. Cryst.
Growth. 1991. V. 109. N 1-4. P. 432-35.
- [10] Хейфец А.С., Вейнгер А.И., Заброд-
ский А.Г., Казаков С.В., Тимофеев М.П. //
ФТТ. 1989. Т. 31. В. 1. С. 294-97.

Физико-технический
институт им. А.Ф. Иоффе РАН
С.-Петербург

Поступило в Редакцию
27 января 1993 г.