

# Микроволновое поглощение в монокристалле $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ в области сверхпроводящего перехода

© М.К. Алиев, Г.Р. Алимов, Т.М. Муминов, Б.А. Олимов, Х.И. Туркменов,  
И. Холбаев, Л.И. Леонюк\*, Р.Ф. Руми\*\*

Научно-исследовательский институт прикладной физики Ташкентского государственного университета,  
700095 Ташкент, Узбекистан

\*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
117234 Москва, Россия

\*\*Институт материаловедения НПО "Физика-Солнце",  
700084 Ташкент, Узбекистан

E-mail: muminov@iaph.silk.glas.apc.org

(Поступила в Редакцию 27 января 1998 г.)

На модифицированном ЭПР-спектрометре исследовались монокристаллы  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$  вблизи  $T_c \approx 92$  К и в области полей  $0 < H \leq 9$  кОе. При регистрации микроволновых откликов в монокристаллах наряду с традиционным методом магнитной модуляции был впервые применен метод температурной модуляции. В температурной зависимости соответствующих сигналов  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  ( $R$  — микроволновое поглощение) наблюдались пики сверхпроводящих переходов, сдвинутые друг относительно друга по температуре и отличающиеся по форме. Была прослежена эволюция указанных пиков в зависимости от поля, а также от угла  $\theta$  между  $\mathbf{H}$  и осью  $c$  монокристалла. Показано, что отличие температурных зависимостей производных  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  обусловлено уширением сверхпроводящего перехода, свойственного ВТСП.

Известно, что сверхпроводящий переход в высокотемпературных сверхпроводниках (ВТСП) в отличие от низкотемпературных сверхпроводников испытывает сильное уширение при приращении внешнего магнитного поля. Это свойство ВТСП является основным препятствием для определения зависимости верхнего критического поля  $H_{c2}(T)$  традиционными методами [1]. Например, измеряемые резистивным методом линии равного сопротивления  $H_\delta(T)$  из-за указанного уширения оказываются сильно зависящими от уровня сопротивления  $\delta = \rho/\rho_n$  ( $\rho_n$  — удельное сопротивление в нормальном состоянии) и по этой причине не могут быть отождествлены с линией верхнего критического поля  $H_\delta(T)$ . Следует отметить, что механизм уширения перехода в ВТСП до сих пор не выяснен окончательно и является предметом неослабевающего внимания исследователей [2–8].

Как было показано в работах [8–13], в температурной зависимости микроволнового отклика в ВТСП, регистрируемого на ЭПР-спектрометре с применением магнитной модуляции, наблюдается пик в области сверхпроводящего перехода. Измеряемый при этом сигнал имеет смысл производной от поглощения по полю —  $\partial R/\partial H$ . В связи с этим в [10,12] было отмечено, что если в области сверхпроводящего перехода в ВТСП производные  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  имеют одинаковую температурную зависимость, как это имеет место в низкотемпературных сверхпроводниках, то их отношение может быть использовано для определения величины  $dH_{c2}(T)/dT$ , характеризующей наклон линии верхнего критического поля в фазовой плоскости  $(H, T)$ .

В настоящей работе впервые представлены данные по температурной зависимости как производной  $\partial R/\partial H$ , так и производной  $\partial R/\partial T$ , полученные для монокристалла  $Y-Ba-Cu-O$ . Результаты исследований указывают

на несостоятельность предположения об одинаковом характере температурной зависимости  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  в области сверхпроводящего перехода в случае ВТСП. Показывается, что причиной этому является уширение сверхпроводящего перехода в магнитном поле.

## 1. Методика эксперимента

В эксперименте использовался модифицированный ЭПР-спектрометр типа SE/X-2543 "RADIOPAN" ( $\nu \approx 9$  GHz,  $P_{\max} = 130$  mW) с резонатором типа TE<sub>102</sub>, имеющим добротность  $Q = 5000$ . Измерения проводились в постоянном магнитном поле в диапазоне  $0 < H \leq 9$  кОе. В случае слабых магнитных полей использовались катушки Гельмгольца ( $H_{\max} = 80$  Ое), которые вместе с резонатором помещались в магнитный экран, подавляющий поле Земли более чем в 100 раз.

Созданная нами система терморегулирования, основанная на нагреве образца лучом света, позволяет модулировать его температуру с частотой 80 Hz и имеет в области  $T \sim 90$  К следующие характеристики [14]: среднеквадратичная нестабильность температуры в образце в течение 5 min не более 0.06 К; градиент температуры в образце  $\sim 0.01$  K/min; время релаксации системы — 1–10 с; амплитуда модуляции температуры образца —  $10^{-2}$ – $10^{-1}$  К.

Исследовались монокристаллы состава  $Y_{0.99}Ba_{2.00}Cu_{2.89}O_{7-x}$ , выращенные из расплава  $3Y_2O_3 + 25BaCO_3 + 72CuO$ . Исходная шихта нагревалась до 1100°C в тигле  $ZrO_2:Y$  со скоростью 2–5°C/h и затем охлаждалась с той же скоростью до комнатной температуры. Состав кристаллов определен по данным микрорентгено-спектрального анализа.

Величины параметров элементарной ячейки, полученных по данным рентгенофазового анализа, составляют:  $a = 3.85 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.89 \text{ \AA}$  и  $c = 11.74 \text{ \AA}$ . Монокристаллы имели вид тонких пластинок толщиной  $d \sim 0.03 \text{ mm}$  (вдоль оси  $c$ ) и размерами до  $1 \text{ mm}$  в  $(a, b)$ -плоскости. В образцах наблюдалась хорошо развитая двойниковая структура, при этом границы двойникового представления собой систему параллельных линий (с периодом  $\sim 2 \mu\text{m}$ ), расположенных под углом  $45^\circ$  к естественным граням кристалла.

В эксперименте использовалась обычная для ЭПР-спектрометров геометрия полей  $\mathbf{H} \perp \mathbf{H}_1$  ( $\mathbf{H}$  — постоянное поле,  $\mathbf{H}_1$  — СВЧ-поле), как это показано на вставке к рис. 2. Измерения проводились при ориентациях монокристалла  $c \perp \mathbf{H}_1$ . Угол  $\theta$  между  $c$  и  $\mathbf{H}$  мог меняться вращением монокристалла вокруг направления  $\mathbf{H}_1$  и устанавливаться с точностью  $\pm 1.0^\circ$ .

Сигнал микроволнового поглощения регистрировался методом синхронного детектирования: на частоте  $100 \text{ kHz}$  — при модуляции магнитного поля (максимальная амплитуда модуляции  $h_{\text{max}} = 10 \text{ Oe}$ ) и на частоте  $80 \text{ Hz}$  — при модуляции температуры образца. Следует отметить, что прямое измерение амплитуды температурной модуляции само по себе является сложной технической задачей. Поэтому здесь ограничимся указанием лишь на то, что она, согласно оценкам [14], имеет определенное значение из интервала  $10^{-2} - 10^{-1} \text{ K}$  и может изменяться в области сверхпроводящего перехода не более чем на  $10\%$ . Поскольку это значение амплитуды является намного меньшим, чем ширина перехода, то соответствующий сигнал можно интерпретировать как производную  $\partial R / \partial T$ . Все измерения проводились при неизменном значении СВЧ-мощности, равном  $-17 \text{ dB}$ .

## 2. Экспериментальные результаты и обсуждение

Для исследования были отобраны образцы, в которых измеряемые сигналы имели наиболее простую структуру, выражаемую одиночными пиками в температурной зависимости  $\partial R / \partial H$  и  $\partial R / \partial T$ . Во всех образцах отсутствовали так называемые низкополевые сигналы [15,16]. Это являлось гарантией того, что температурная зависимость измеряемых сигналов обусловлена только сверхпроводящим переходом. Важно также отметить отсутствие в исследованных образцах каких-либо эффектов необратимости наблюдаемых сигналов.

В общей сложности были исследованы пять образцов из одной серии, внешне отличающиеся только размерами в  $(a, b)$ -плоскости. Полученные экспериментальные результаты можно было свести к следующим общим для всех образцов закономерностям, которые демонстрируются на рис. 1–3 для одного из образцов. Наиболее важной из них является качественное отличие температурных зависимостей производных  $\partial R / \partial H$  и  $\partial R / \partial T$ .

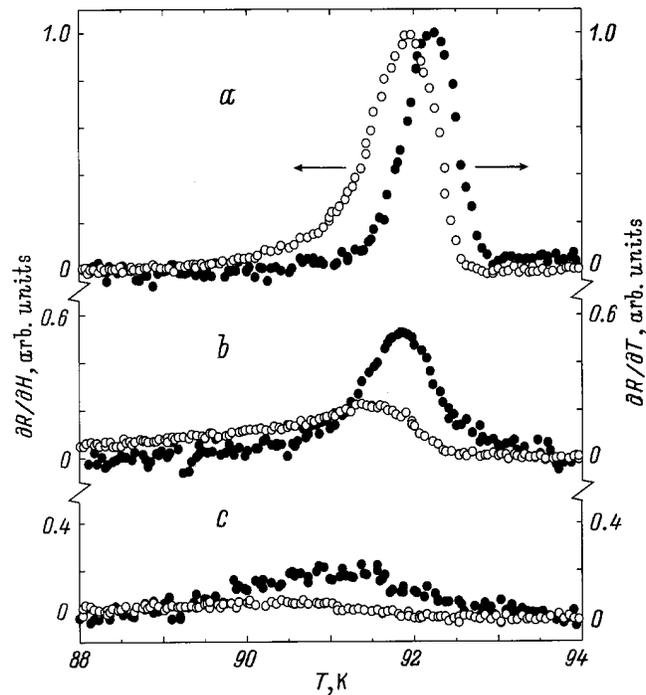
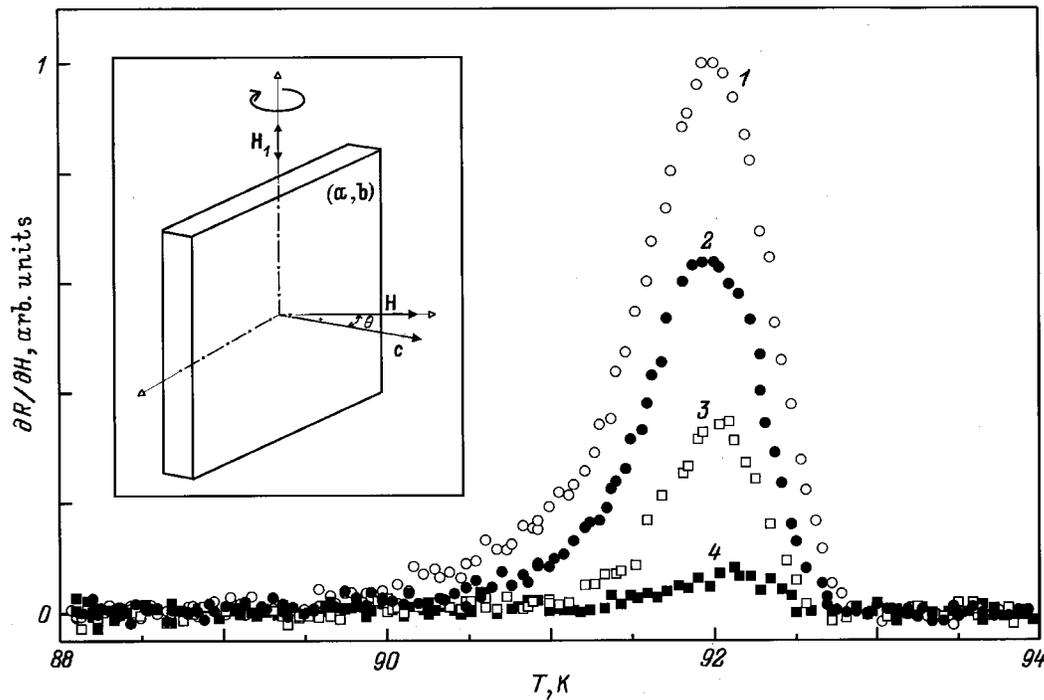


Рис. 1. Температурные зависимости производных  $\partial R / \partial H$  и  $\partial R / \partial T$  при  $\theta = 0$  и различных значениях  $H$ .  $H = 20 \text{ Oe}$  (a),  $2 \text{ kOe}$  (b) и  $9 \text{ kOe}$  (c).

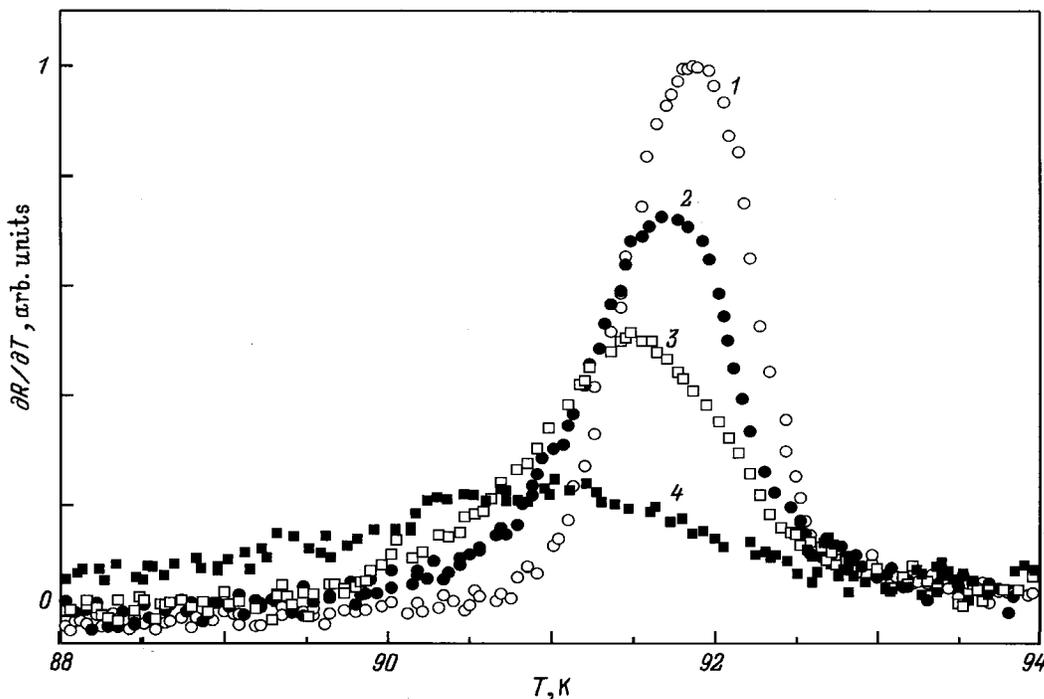
Как видно из рис. 1, это проявляется в том, что максимумы  $\partial R / \partial H$ - и  $\partial R / \partial T$ -пиков сдвинуты относительно друг друга по температуре, и в том, что  $\partial R / \partial H$ -пик по сравнению с  $\partial R / \partial T$ -пиком является более широким и имеет более асимметричную форму с явно выраженным низкотемпературным хвостом. Из рис. 1 также виден разный характер поведения пиков с ростом внешнего поля:  $\partial R / \partial H$ -пик по сравнению с  $\partial R / \partial T$ -пиком более быстро спадает по амплитуде и более быстро сдвигается в сторону низких температур.

В отношении асимптотического поведения пиков при  $H \rightarrow 0$  нами было установлено следующее. Ниже  $H = 20 \text{ Oe}$  амплитуда  $\partial R / \partial H$ -пика при уменьшении поля оставалась постоянной (в пределах точности эксперимента), в то же время пик становился более симметричным, приближаясь по форме к  $\partial R / \partial T$ -пику, но не изменяя при этом своего положения. Сам же  $\partial R / \partial T$ -пик не испытывал каких-либо изменений вплоть до наименьшего в нашем эксперименте значения поля ( $10^{-3} - 10^{-2} \text{ Oe}$ ).

Здесь следует отметить специфическую трудность, которая возникает при измерении производной  $\partial R / \partial H$  в нулевых полях. При регистрации соответствующего сигнала  $\Delta R$  мы использовали амплитуды модуляции поля с максимальными значениями, при которых еще выполнялась пропорциональность  $\Delta R \sim (\partial R / \partial H)h$  ( $h$  — амплитуда модуляции внешнего магнитного поля). Как показали специальные тесты, последнее требование сводилось только к известному ограничению  $h < H$ .



**Рис. 2.** Эволюция температурной зависимости производной  $\partial R/\partial H$  при  $H = 20$  Oe с изменением угла  $\theta$ : 1 —  $0^\circ$ , 2 —  $50^\circ$ , 3 —  $70^\circ$ , 4 —  $90^\circ$ . На вставке показана геометрия эксперимента.



**Рис. 3.** Эволюция температурной зависимости производной  $\partial R/\partial T$  при  $H = 9$  kOe с изменением угла  $\theta$ : 1 —  $90^\circ$ , 2 —  $80^\circ$ , 3 —  $70^\circ$ , 4 —  $0^\circ$ .

Необходимость уменьшения амплитуды модуляции при  $H \rightarrow 0$  не позволила нам провести удовлетворительные измерения температурной зависимости  $\partial R/\partial H$  для областей полей  $H < 2.5$  Oe (при  $H = 1$  Oe сигнал

$\Delta R$  уже был на уровне шумов). Поэтому сделанное нами выше утверждение о постоянстве амплитуды и положения  $\partial R/\partial H$ -пика при  $H \rightarrow 0$  следует принимать с данной оговоркой.

По-разному вели себя  $\partial R/\partial H$ - и  $\partial R/\partial T$ -пики и при изменении угла  $\theta$  между направлением поля  $\mathbf{H}$  и осью  $c$  монокристалла.

В слабых полях,  $H \leq 20$  Ое,  $\partial R/\partial T$ -пик с ростом угла  $\theta$  от 0 до 90° практически оставался постоянным, тогда как  $\partial R/\partial H$ -пик испытывал существенные изменения (рис. 2): амплитуда  $\partial R/\partial H$ -пики монотонно уменьшалась, падала примерно в 10 раз при  $\theta = 90^\circ$ , при этом наблюдался небольшой сдвиг максимума пика в сторону высоких температур.

В достаточно сильных полях наблюдалась обратная картина: с ростом угла  $\theta$  сильные изменения претерпевала уже амплитуда  $\partial R/\partial T$ -пики, как это показано на рис. 3, в то время как амплитуда  $\partial R/\partial H$ -пики лишь незначительно уменьшалась. Общим в поведении обоих пиков при изменении угла  $\theta$  от 0 до 90° являлось то, что их ширины уменьшались, а максимумы сдвигались в сторону высоких температур, примерно на 1 К при  $H = 9$  кОе.

Заметим, то рассмотренные выше различия в анизотропии пиков в сильных и слабых полях обусловлены тем, что спад амплитуд пиков, а также их сдвиг в сторону низких температур, вызываемые ростом поля от нулевых значений, замедляются по мере увеличения угла  $\theta$ . Так, например, по достижении полем значения  $H = 9$  кОе амплитуды пиков при  $\theta = 90^\circ$  уменьшались менее чем на 20%, а их сдвиг не превышал 0.2 К.

Обсуждение представленных экспериментальных результатов начнем со следующего замечания. Для поглощения  $R(H, T)$  как функции двух переменных в общем случае справедливо следующее соотношение между его частными производными:

$$\partial R/\partial T = -(dH_r(T)/dT)(\partial R/\partial H), \quad (1)$$

где  $H_r(T)$  — функция, определяемая из уравнения

$$R(H_r(T), T) = r = \text{const}$$

и описывающая в фазовой плоскости  $(H, T)$  линию равного поглощения, проходящую через рассматриваемую точку плоскости. Линия равного поглощения, лежащая в области сверхпроводящего перехода, обычно интерпретируется как кривая зависимости верхнего критического поля  $H_{c2}(T)$ . Такая интерпретация возможна только при условии слабой зависимости наклона  $dH_r/dT$  от уровня поглощения  $r$  в температурном интервале перехода при каждом фиксированном значении  $H$  (в противном случае линии  $H_r(T)$ , соответствующие разным  $r$ , выглядели бы расходящимися в фазовой плоскости и возникала бы неопределенность при выборе  $H_r(T)$  в качестве  $H_{c2}(T)$ ). Указанное условие хорошо выполняется для низкотемпературных сверхпроводников и при этом, как следует из (1), температурные зависимости  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  должны иметь одинаковый вид. Отметим, что это возможно лишь в том случае, если кривая зависимости  $R$  от  $T$  при изменении поля  $H$  сдвигается как целое.

Как видно из рис. 1, пики сверхпроводящего перехода, наблюдаемые в температурной зависимости производных  $\partial R/\partial H$  и  $\partial R/\partial T$  в случае исследованного нами монокристалла, заметно различаются по форме и, что существенно, сдвинуты друг относительно друга по температуре. Согласно (1), это означает, что величина наклона  $dH_r/dT$  является весьма неоднородной в температурном интервале перехода и, следовательно, она должна сильно зависеть от уровня поглощения. Таким образом, относительный сдвиг пиков по температуре, видимый на каждом из графиков рис. 1, сам по себе уже свидетельствует об уширении сверхпроводящего перехода с ростом магнитного поля. Следует подчеркнуть, что сравнительный анализ  $\partial R/\partial H$ - и  $\partial R/\partial T$ -пиков дает возможность обнаружить уширение перехода даже в области слабых магнитных полей, где для прямого наблюдения этого эффекта потребовалась бы более высокая точность измерения температуры. Это позволяет надеяться, что полученные результаты могут быть использованы для проверки существующих теоретических моделей, объясняющих уширение переходов в ВТСП.

Авторы считают приятным долгом выразить признательность Б.Ю. Соколову за полезные обсуждения и И.Р. Микулину за помощь в изготовлении температурной системы.

## Список литературы

- [1] Е.З. Мейлихов, В.Г. Шапиро. СФХТ **4**, 8, 1437 (1991).
- [2] Y. Yeshurun, A.P. Malozemoff. Phys. Rev. Lett. **60**, 21, 2202 (1988).
- [3] M. Tinkham. Phys. Rev. Lett. **61**, 14, 1658 (1988).
- [4] T.T.M. Palstra, B. Batlogg, R.B. van Dover, L.F. Schneemeyer, J.V. Waszczak. Phys. Rev. **B41**, 10, 6621 (1990).
- [5] K.H. Lee, D. Stroud. Phys. Rev. **B46**, 9, 5699 (1992).
- [6] H.A. Blackstead. Phys. Rev. **B47**, 17, 11 411 (1993).
- [7] H.A. Blackstead, G.A. Kapustin. Physica **C219**, 109 (1994).
- [8] H.A. Blackstead, D.B. Pulling, M. Paranthaman, J. Brynstad. Phys. Rev. **B51**, 6, 3783 (1995).
- [9] K. Moorjani, J. Bohandy, F.J. Adrian, B.F. Kim, R.O. Shull, C.K. Chiang, L.J. Swartzendruber, L.H. Bennett. Phys. Rev. **B36**, 4036 (1987).
- [10] B.F. Kim, J. Bohandy, K. Moorjani, F.J. Adrian. J. Appl. Phys. **63**, 2029 (1988).
- [11] М.К. Алиев, Я. Ваврышук, С.П. Волосяный, Т.М. Муминов, И. Холбаев. ФТТ **31**, 9, 254 (1989).
- [12] D. Shaltiel, H. Bill, A. Grayevsky, A. Junod, D. Lovy, W. Sadowski, E. Walker. Phys. Rev. **B43**, 16, 13 594 (1991).
- [13] С.Г. Львов, Ю.И. Таланов, Р.И. Хасанов, В.А. Шустов. СФХТ **6**, 6, 1175 (1993).
- [14] М.К. Алиев, Г.Р. Алимов, Т.М. Муминов, Б.А. Олимов, Б.Ю. Соколов, Р.Р. Усманов, И. Холбаев. ПТЭ, **5**, 152 (1996).
- [15] А.А. Романюха, Ю.Н. Швачко, В.В. Устинов. УФН **161**, 10, 37 (1991).
- [16] М.К. Алиев, Г.Р. Алимов, Т.М. Муминов, Б.А. Олимов, И. Холбаев. ФТТ **38**, 12, 3535 (1996).