

УДК 537.312.62+537.312.8+538.224

© 1991

ЗАВИСИМОСТЬ ЭКРАНИРОВАНИЯ СВЕРХПРОВОДНИКА $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ОТ СКОРОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ МАГНИТНОГО ПОЛЯ

С. А. Иванов, В. И. Кулаков, Р. К. Николаев, Б. К. Пономарев,
Н. С. Сидоров, О. М. Толкачев

Измерены кривые намагничивания массивных и порошковых образцов сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ при 78 К в импульсном поле до 110 кЭ при различных скоростях изменения поля со временем $dH/dt = (25 \div 3.3) \cdot 10^4$ кЭ/с. Установлено, что высоты максимумов на кривых намагничивания и соответствующие им значения магнитного поля зависят от dH/dt . Эта зависимость велика для массивных плотных образцов ($\rho = 5.7$ г/см³) и очень слаба для порошковых и массивных рыхлых образцов ($\rho \leq 4.0$ г/см³). У плотных массивных образцов ($\rho = 5.7$ г/см³) указанная зависимость усиливается с ростом размеров образцов. Наблюдаемый эффект объясняется тем, что характерные времена проникновения магнитного потока в образец по порядку величины сравнимы с временами нарастания магнитного поля. По измеренным значениям намагниченности оценена величина плотности экранирующего тока. Она превосходит 10^3 А/см².

В работе [1] исследованы магнитные свойства ВТСП керамических образцов $Bi-Sr-Ca-Cu-O$, $Tl-Ba-Ca-Cu-O$ и $Y-Ba-Cu-O$ при 77 К в полях до 4 кЭ при скоростях изменения поля от 0.1 до 10 Э/с. Исследовалась также релаксация намагниченности указанных образцов в постоянном поле до 500 Э при временах наблюдения до 10^3 с. Скорость увеличения поля до заданного постоянного значения, в котором исследовалась релаксация намагниченности, составляла 20 Э/с.

Вид кривых намагничивания массивных образцов на основе висмута сильно зависел от скорости ввода поля dH/dt . Намагниченность и ее гистерезис заметно увеличивались с увеличением скорости ввода поля. Намагниченность, измеренная в постоянном поле, включенном со скоростью 20 Э/с, быстро убывала со временем. Аналогично вели себя образцы на основе таллия.

Кривые намагничивания образцов на основе иттрия значительно слабее зависели от скорости ввода поля в указанном интервале скоростей от 0.1 до 10 Э/с. В постоянном поле, включенном со скоростью 20 Э/с, относительный спад намагниченности иттриевых образцов за время 10^3 с был в пять раз меньше, чем в образцах на основе висмута и таллия.

Релаксация намагниченности ВТСП на основе висмута в постоянном поле исследовалась как на массивном, так и на порошковом образцах. При скорости включения постоянного поля 20 Э/с и последующем наблюдении в течение 10^3 с относительный спад намагниченности порошкового образца был в пять раз (≈ 5 %) меньше, чем в массивном образце (≈ 25 %). Наблюдаемые различия в релаксации массивных и порошковых образцов авторы объясняют просачиванием потока по границам зерен в массивных образцах.

В работе [2] исследовалось магнитное последствие в тонких пленках $Tl-Ba-Ca-Cu-O$. При 77 К в постоянном поле 100 Э относительный спад намагниченности в течение 10^3 с составлял 30 %. Авторы работы [2] не указывают скорость включения поля.

В обеих работах релаксация намагниченности связывается с активационным механизмом.

Влияние скорости изменения поля на вид кривой намагничивания ВТСП керамики $Y-Ba-Cu-O$ в полях до 180 кЭ было отмечено в работе [3]. Увеличение скорости изменения поля от 65 до 650 Э/с вызывало увеличение диамагнитной намагниченности образца в сверхпроводящем состоянии на величину порядка 0.2 Гс при исходном значении $\delta-6$ Гс.

В данной работе исследовалось влияние скорости изменения поля на вид кривых намагничивания керамических ВТСП образцов $Y_1Ba_2Cu_3O_{6.95}$ при 78 К при высоких скоростях в интервале $dH/dt=(25\div 3.3)\cdot 10^4$ кЭ/с.

1. Образцы и методика измерений

Измерены кривые намагничивания высокотемпературного сверхпроводника $Y_{1.00\pm 0.05}Ba_{2.07\pm 0.05}Cu_{3.00\pm 0.05}O_{6.95\pm 0.03}$ при $T=78$ К в импульсном магнитном поле напряженностью от 10 Э до 110 кЭ.

Образцы были приготовлены по стандартной методике. В качестве исходных компонентов использованы оксиды иттрия, меди и пероксид бария. Они смешивались в необходимой пропорции для получения соединения $Y_1Ba_2Cu_3O_x$. Смесь перетиралась и обжигалась в токе кислорода при 950 °С в течение 25 ч. После охлаждения спек измельчался, перетирался в агатовой ступке, прессовался и повторно термообработывался при 950 °С в токе кислорода в течение 50—60 ч.

Изготовленная таким образом керамика после охлаждения измельчалась до получения частиц размером порядка 100 мкм. Порошок использовался для исследования.

Для измерения магнитных свойств порошок загружался в тонкостенные эбонитовые контейнеры цилиндрической формы диаметром 5 и высотой 5 мм (образец 1.1), а также диаметром 10 и высотой 10 мм (образец 1.2).

Кроме порошкообразных образцов, были исследованы также массивные образцы. Для их приготовления порошок, изготовленный по описанной выше методике, измельчался на шаровой мельнице в течение 10 ч и прессовался в цилиндрической пресс-форме при давлении порядка 1 Т/см². Спрессованные цилиндрические заготовки спекались при 950 °С в течение 100 ч, затем охлаждались со скоростью 60 град/ч. При 450 °С делалась выдержка в течение 25 ч для насыщения образцов кислородом. Таким способом были изготовлены массивные образцы цилиндрической формы диаметром 5 и высотой 5 мм (образец 2.1) и диаметром 10 и высотой 10 мм (образец 2.2). Плотность этих образцов составляла 5.7 ± 0.1 г/см³.

Был изготовлен также образец 3.1. Процедура его изготовления отличалась от описанной выше тем, что порошок после измельчения на шаровой мельнице спекался без предварительного прессования. Этот образец имел форму цилиндра диаметром 5 и высотой 5 мм. Его плотность составляла 4.0 ± 0.1 г/см³.

Температура перехода в сверхпроводящее состояние, определенная по измерениям намагниченности, составляла $T_c=92$ К; ширина перехода, определенная по измерениям магнитной восприимчивости, составляла 2 К (от 90 до 92 К).

Измерения намагниченности выполнены индукционным методом [4] в импульсном магнитном поле на установке, аналогичной описанной в [5]. Магнитное поле изменялось со временем по закону

$$H(t) = H_0 \exp(-\delta t) \sin(\omega t). \quad (1)$$

Величина H_0 могла варьироваться от 10 Э до 110 кЭ. Длительность импульса поля составляла $\tau = \pi/\omega \cong 0.013$ с, коэффициент затухания $\delta \cong 32.5$ с⁻¹, $\omega \cong 248$ с⁻¹.

Методика позволяла измерять петли гистерезиса с постепенным уменьшением максимального значения поля. Возможность получения нескольких полупериодов магнитного поля с постепенно уменьшающейся ампли-

тудой позволяла контролируемым образом размагничивать образец перед снятием кривой намагничивания. Перед измерениями в образце отсутствовал замороженный магнитный поток, т. е. имели место условия, соответствующие охлаждению образца в нулевом магнитном поле.

Погрешность измерения абсолютных значений поля и намагниченности составляла 8 %. Относительная погрешность (разброс экспериментальных точек на кривых намагничивания) была существенно ниже — около 3 %.

Значения времени t и скорости изменения поля определялись из соотношения (1) по известным значениям H_0 , δ , ω и H . При построении кривых намагничивания учитывалось размагничивающее поле образца. Магнитное поле было направлено вдоль оси цилиндрического образца.

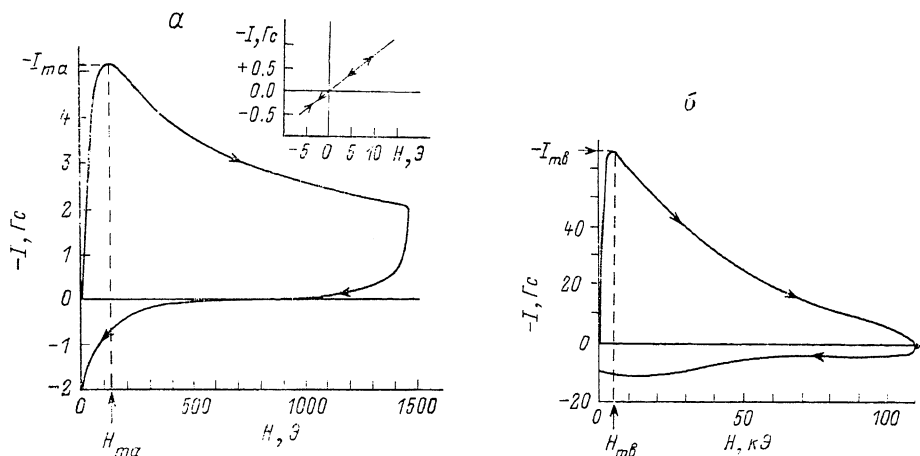


Рис. 1. Кривая намагничивания образца 2.2, измеренная в первом полупериоде импульсного поля с амплитудой импульса 1.45 (а) и 110 кЭ (б). $T=78$ К.

На вставке — то же самое в поле затухающей синусоиды I при амплитуде первого полупериода 13 Э.

2. Результаты

На рис. 1, а изображена кривая намагничивания образца 2.2, измеренная в первом полупериоде импульсного поля с амплитудой импульса 1.45 кЭ при температуре 78 К. Начальная скорость нарастания поля при этом составляла $(dH/dt)_0=440$ кЭ/с. Стрелками указано направление изменения поля. При увеличении поля в сравнительно слабых полях ($H \ll \ll 50$ Э) намагниченность I зависит от поля приблизительно линейно. Наклон dI/dH при $H=0$ дает значение доли объема образца, экранированной от проникновения магнитного поля. Для данного образца из измерений в поле до 13 Э при 78 К получено $(dI/dH)_0=-0.076$ (вставка на рис. 1, а). Отношение этой величины к восприимчивости идеального диамагнетика, равной $(-1/4\pi)$, составляет 0.95. Это означает, что в слабых полях, там, где намагниченность зависит от поля линейно, 95 % объема образца экранировано от проникновения магнитного потока.

В полях ≥ 50 Э зависимость намагниченности от поля перестает быть линейной. Это объясняется началом проникновения магнитного потока в образец. В поле $H_{ma} \approx 130$ Э диамагнитный момент достигает максимума ($I_{ma} \approx -5.1$ Гс), после чего наблюдается спад. На рис. 1, б изображена кривая намагничивания того же образца, измеренная в импульсном поле с амплитудой импульса 110 кЭ. При этом начальная скорость роста поля во времени составляет $(dH/dt)_0 \approx 3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с, т. е. почти на два порядка выше, чем на рис. 1, а. Так же как и на рис. 1, а, в слабых полях намагниченность при увеличении поля зависит от него практически линейно. С ростом поля возникают отклонения от линейности. Однако в отличие от рис. 1, а на рис. 1, б рост диамагнитного момента не прекращается в поле

$H_{ma} \cong 130$ Э, а продолжается до $H_{mb} \cong 5 \pm 1$ кЭ, при этом намагниченность достигает значения $I_{mb} = -66$ Гс, что в тринадцать раз превосходит максимальное абсолютное значение намагниченности на рис. 1. а. Только после этого начинается спад абсолютного значения намагниченности с ростом поля.

Нами измерено большое количество кривых намагничивания образца 2.2 при значениях начальной скорости увеличения поля $(dH/dt)_0$ от 25 до $3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с. Амплитуда импульса поля, в котором измерялась кривая намагничивания, всегда была значительно больше, чем поле максимума на кривой намагничивания. Поэтому скорость изменения поля при прохождении максимума на кривой намагничивания практически не отличалась от $(dH/dt)_0$. Из этих измерений найдена зависимость максимума на кривой намагничивания I_m от скорости увеличения поля $(dH/dt)_0$ (рис. 2, верхняя

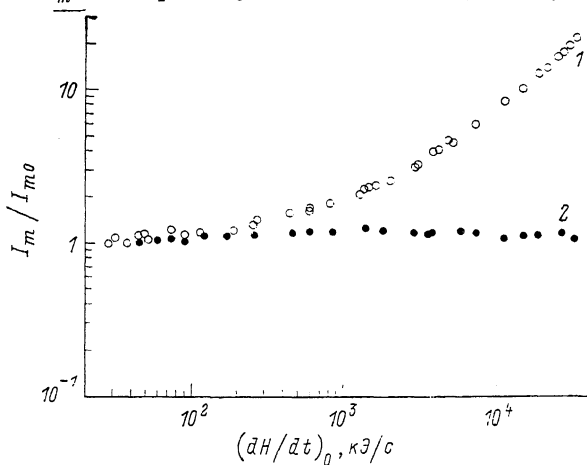


Рис. 2. Нормированные зависимости максимумов на кривых намагничивания массивного образца 2.2 (1) и порошковых образцов (2) от скорости изменения магнитного поля.

кривая). По оси абсцисс в логарифмическом масштабе отложено значение $(dH/dt)_0$. По оси ординат отложено в логарифмическом масштабе отношение I_m/I_{m0} . Здесь I_m — значение намагниченности в максимуме кривой $I(H)$, снятой при данном значении $(dH/dt)_0$; I_{m0} — значение намагниченности в максимуме кривой намагничивания, измеренной при $(dH/dt)_0 = 25$ кЭ/с. Видно, что в начале исследованного интервала скоростей высота максимума на кривой намагничивания слабо зависит от скорости роста поля. При увеличении $(dH/dt)_0$ максимум на кривой намагничивания начинает возрастать, и вплоть до максимальных значений скорости $(dH/dt)_0 \cong 3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с, достигнутых в данной работе, этот рост усиливается без признаков тенденции к насыщению.

На рис. 2 изображена также аналогичная зависимость, полученная на порошковом образце 1.1. В этом случае высота максимума на кривой намагничивания зависит от $(dH/dt)_0$ значительно слабее. В логарифмических координатах эта зависимость не видна. Такие же результаты получены на порошковом образце 1.2, а также на массивном образце 3.1, имеющем низкое значение плотности.

Для образца 2.1 кривая зависимости I_m/I_{m0} от $(dH/dt)_0$ качественно выглядит так же, как и для образца 2.2 на рис. 2, но рост в данном случае не столь велик. При $(dH/dt)_0 = 3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с имеем $I_m/I_{m0} \cong 2.5$.

Таким образом, нами установлено, что максимумы абсолютной величины на кривых намагничивания ВТСП керамики $Y_1Ba_2Cu_3O_{6.95}$ и значения поля, при которых они наблюдаются, зависят от скорости нарастания поля на образцах цилиндрической формы, намагничиваемых вдоль оси цилиндра. Этот эффект усиливается с ростом размеров образца.

Изложенные выше результаты говорят о том, что положение максимума и начало спада диамагнитного момента на кривых намагничивания исследованных образцов определяются не только значением поля, но и временем, в течение которого поле действует на образец. Рассмотрим, чем отличаются условия измерения кривых, изображенных на рис. 1, а, б. Время нарастания поля до значения $H_{ma}=130$ Э, выше которого начинается спад диамагнитного момента на кривой рис. 1, а, составляет

$$t_a = 3.0 \cdot 10^{-4} \text{ с.} \quad (2)$$

На кривой рис. 1, б значение поля $H_{ma}=130$ Э достигнуто за $4.0 \cdot 10^{-6}$ с, т. е. в 75 раз быстрее. Спад диамагнитного момента на кривой рис. 1, б при этих условиях не начинается. Диамагнитный момент продолжает расти вплоть до значения поля $H_{mb}=5.0 \pm 1.0$ кЭ, и только после этого начинается спад.

Используя известное соотношение, связывающее индукцию B , поле H и объемную плотность намагниченности I

$$B = H + 4\pi I, \quad (3)$$

несложно показать, что до начала спада диамагнитного момента индукция в образце растет медленнее, чем внешнее поле

$$(\partial B / \partial H)_{H < H_m} < 1. \quad (4)$$

Начало спада означает, что индукция в образце растет быстрее поля

$$(\partial B / \partial H)_{H > H_m} > 1. \quad (5)$$

Таким образом, максимум и последующий спад на кривой зависимости диамагнитного момента от поля означают резкое усиление процесса проникновения магнитного потока в образец. В таком случае запаздывание спада может быть связано с конечным временем проникновения магнитного потока в образец.

Порядок величины времени запаздывания Δt можно оценить по результатам наших измерений следующим образом.

Из рис. 2 видно, что значение скорости $(dH/dt)_0 \cong 440$ кЭ/с, при котором получен максимум на кривой рис. 1, а, лежит в интервале сравнительно слабой зависимости формы кривой намагничивания от скорости изменения поля. Поэтому будем считать, что процесс намагничивания, изображаемый кривой рис. 1, а, близок к статическому, а значение поля максимума $H_{ma}=130$ Э не искажено эффектами запаздывания. Кривая рис. 1, б явно деформирована эффектом запаздывания: напряженность поля настолько быстро пробегает квазистатическое значение поля максимума H_{ma} , что магнитный поток не успевает проникнуть в образец в заметном количестве. За время Δt , которое необходимо для того, чтобы произошло резкое усиление процесса проникновения магнитного потока в образец, внешнее поле, изменяясь со скоростью $(dH/dt)_{0b}=3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с, успевает достигнуть значения $H_{mb}=5.0 \pm 1.0$ кЭ. Отсюда получаем (для образца 2.2, диаметр 10 мм)

$$\Delta t = (H_{mb} - H_{ma}) / (dH/dt)_{0b} = (1.5 \pm 0.3) \cdot 10^{-4} \text{ с.} \quad (6)$$

Для образца 2.1 (диаметр 5 мм) величина Δt в несколько раз меньше.

В порошковых образцах (размер частиц порядка 100 мкм) $\Delta t \cong \cong 10^{-(6 \pm 1)}$ с. Приведенные оценки для Δt носят существенно качественный характер. Сравнение результатов (6) и (2) показывает, что наше предположение о квазистатичности процесса намагничивания на рис. 1, а можно использовать только в качестве очень грубого приближения, так как время нарастания поля t_a и время запаздывания спада Δt суть величины одного порядка.

Однако эти оценки позволяют установить корреляцию между временем запаздывания и размером образца: чем больше образец, тем больше время запаздывания. Этот факт подтверждает предположение о связи запаздывания спада с конечным временем проникновения потока в образец: чем больше размеры образца, тем больше времени требуется вихрям, чтобы, двигаясь с конечной скоростью, создать в образце определенное значение магнитной индукции.

По величине диамагнитного момента образца, измеренной нами экспериментально, можно при некоторых допущениях вычислить значение тока, текущего в образце и создающего этот диамагнитный момент. Как уже сказано выше, экранирование образца 2.2 в слабых полях составляет 95 %. Это означает, что сверхпроводящий ток в этих условиях течет в тонком поверхностном слое образца. Если пренебречь токами, текущими по торцевым поверхностям образца, то связь между величиной тока i и диамагнитной намагниченностью образца I дается приближенной формулой

$$i = 10Ih. \quad (7)$$

Здесь i — ток в амперах, I — намагниченность в гауссах, h — высота образца в сантиметрах. По этой формуле мы оценили значения токов в образце 2.2 в максимумах кривых намагничивания (рис. 1, a , b). Они составляют соответственно 51 и 660 А. Отсюда можно получить оценку снизу для значений плотности сверхпроводящего тока.

Предполагая, что круговой ток распределен равномерно по осевому сечению образца, получаем значения плотности тока для максимумов на кривых намагничивания рис. 1, a , b 102 и 1320 А/см² соответственно. Ясно, что истинные значения плотностей тока существенно выше. Их можно оценить точнее, но для более точной оценки требуются более точные измерения полевых зависимостей намагниченности, которые будут представлены нами позднее.

Описанная здесь методика измерения намагниченности высокотемпературных сверхпроводников в сущности представляет собой методику бесконтактного определения силы сверхпроводящего тока.

Изложенные результаты свидетельствуют о том, что эффект экранирования в высокотемпературных сверхпроводниках очень сильно зависит от скорости включения магнитного поля. Благодаря конечной скорости процесса проникновения потока в образец можно при достаточно больших скоростях увеличения магнитного поля осуществить очень высокие значения экранирующего тока, сопровождающиеся огромными значениями диамагнитного момента.

В частности, в описанном случае увеличение скорости ввода поля до $3.3 \cdot 10^4$ кЭ/с позволило получить сверхпроводящий ток, превосходящий в 13 раз значения, наблюдающиеся в режиме, близком к статическому.

Авторы считают своим долгом выразить признательность за очень полезные обсуждения В. М. Винокуру, А. Б. Кошелеву, В. В. Рязанову, В. К. Федотову и И. Ф. Щеголеву.

Список литературы

- [1] Kumakura H., Togano K., Yanagisawa E., Takahashi K., Nakao M., Maeda H. // Jap. J. Appl. Phys. 1989. V. 28. N 1. P. L24—L26.
- [2] Hata S., Ichicawa Y., Adachi H., Wasa K. // Jap. J. Appl. Phys. 1989. V. 28. N 3. P. L422—L423.
- [3] Shapira Y., Huang C. Y., McNiff E. J., Peters P. N., Schwartz B. B., Wu M. K. // J. M. M. M. 1989. V. 78. P. 19—30.
- [4] Jakobs I., Lawrence P. // Rev. Scient. Instrum. 1958. V. 28. P. 713—714.
- [5] Пономарев Б. К., Александрович С. В. // ЖЭТФ. 1974. Т. 67. № 5 (41). С. 1965—1973.