МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ (ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ) ФАКУЛЬТЕТ ОБЩЕЙ И ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЁРДОГО ТЕЛА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

В. Е. Дём

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО ИМПЕДАНСА СВЕРХПРОВОДЯЩИХ КРИСТАЛЛОВ В МАГНИТНОМ ПОЛЕ С ПОМОЩЬЮ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ (дипломная работа)

научный руководитель: доктор физ.-мат. наук М. Р. Трунин

Черноголовка, 2012

Содержание

Резонансные методы измерений поверхностного импеданса	3
Рутиловый резонатор	6
Сапфировый резонатор	11
Измерение импеданса сверхпроводников	23
Результаты работы	29

Введение

Основным способом изучения высокочастотных свойств сверхпроводников является измерение компонент их поверхностного импеданса Z = R + iX. Действительная часть импеданса, поверхностное сопротивление R, связана с потерями энергии электромагнитной волны при отражении от сверхпроводника и механизмом рассеяния нормальных носителей. Мнимая часть, реактанс X, характеризует отклик сверхпроводящих носителей. Измерив величины R и X в абсолютных единицах (Омах), можно вычислить комплексную проводимость сверхпроводника.

Наиболее точными методами измерения импеданса являются резонансные методы. С их помощью производятся, например, измерения температурных зависимостей Z(T). Наилучшие результаты достигаются при помещении образцов в сверхпроводящие объёмные резонаторы [1], однако при использовании таких резонаторов невозможно исследовать магнитополевые свойства образца. Вместе с тем измерения зависимостей поверхностного импеданса от магнитного поля позволяют изучать, например, динамику вихревой решётки, а также температурную зависимость критических полей [2]. Обычно для этих целей используются медные объёмные резонаторы. Для повышения точности измерений импеданса во внешнем магнитном поле применяются диэлектрические резонаторы на низких модах [3]. В данной работе рассмотрено применение низких мод рутилового резонатора, а также высоких мод сапфирового резонатора, так называемых мод «шепчущей галереи» [4].

Резонансные методы температурных измерений поверхностного импеданса

Суть резонансных методов заключается в следующем. При фиксированной температуре измеряются частота и добротность одной из мод электромагнитного резонатора. После этого в резонатор помещается сверхпроводящий кристалл небольшого размера (типичный размер 1x1x0.1 мм³), что приводит к сдвигу частоты и изменению добротности резонатора. Теория возмущений даёт следующую связь измеряемых величин с компонентами поверхностного импеданса образца [1]:

$$R(T) = \Gamma(\frac{1}{Q(T)} - \frac{1}{Q_0(T)}), \qquad (1)$$

$$X(T) = \frac{2\Gamma}{f_0} (f_0(T) - f(T)) + X_0.$$
⁽²⁾

Здесь f_0 , Q_0 – частота и добротность резонатора без образца; f, Q – частота и добротность резонатора с образцом, X_0 – аддитивная константа, T – температура образца. Значение гамма-фактора Γ определяется геометрией образца и конфигурацией электромагнитного поля (модой) резонатора. Гамма-фактор характеризует чувствительность резонансной системы: чем меньше Γ , тем выше чувствительность.

Когда температура образца ниже температуры сверхпроводящего перехода T_c , вклад самого образца в общие потери резонансной системы очень мал. Погрешность δR измерения действительной части импеданса в этом случае равна

$$\delta R = \alpha \frac{\Gamma}{Q_0},\tag{3}$$

где $\alpha = \frac{\Delta Q_0}{Q_0} = \frac{\Delta \delta f}{\delta f}$ – относительная погрешность измерения добротности или ширины

 δf резонансной кривой. Отсюда следует, что существуют три пути повышения точности измерения импеданса: а) увеличение добротности используемого резонатора, б) совершенствование метода прецизионных измерений добротности и в) уменьшение величины гамма-фактора образца. В таблице 1 приведены характеристики различных резонаторов, использующихся для измерения импеданса сверхпроводящих образцов. В объёмных цилиндрических резонаторах для измерений обычно используются ТЕ моды, в таблице указана частота нижней из этих мод. Добротность резонатора сильно зависит от чистоты и качества обработки проводящих поверхностей и диэлектрических частей; в таблицу включены значения, измеренные в эксперименте.

Для измерения частоты и добротности обычно используют метод поточечного снятия резонансной кривой с последующей аппроксимацией по формуле Лорентца с просачиванием [5]. Иногда, для повышения точности, наряду с амплитудой сигнала измеряется его фаза [3]. На практике оказывается, что погрешность измерения частоты и ширины резонансной кривой прямо пропорциональны ширине кривой δf . Поэтому для различных резонаторов величина α приблизительно одинакова. В наших экспериментах $\alpha = 0.004$, это значение и использовано при составлении таблицы 1.

Наименьшей абсолютной погрешности измерения импеданса позволяет достичь рутиловый резонатор. Поскольку действительная часть импеданса сверхпроводников растет пропорционально квадрату частоты электромагнитных колебаний,

характеристикой относительной погрешности измерения является отношение $\frac{\Delta R}{f^2}$, которое приведено в последнем столбце таблицы.

Таблица 1

Характеристики различных резонаторов, использующихся для измерения импеданса сверхпроводящих кристаллов.

Тип	Частота	Добротность	Гамма-	Погрешность	ΔR
резонатора	используемой	используемой	фактор	измерения	f^2 '
	моды <i> f,</i> ГГц	моды, 10 ⁶	образца,	импеданса	мкОм/ГГц ²
			кОм	ΔR , мкОм	
Объёмный	9.4	20	60	10	0.1
ниобиевый	28	2	5	10	0.02
[1,6]					
Объёмный	30	0.03	5	700	0.8
медный					
[9]					
Сапфировый	10.5	0.25	1.6	25	0.2
(Al ₂ O ₃),					
низкие моды					
[7]					
Рутиловый	3	1.2	0.5	2	0.2
(TiO ₂),					
низкие моды					
[3]					
Сапфировый	37	6	400	250	0.2
(Al ₂ O ₃),					
моды					
«шепчущей					
галереи»					
[4]					

Далее детально рассмотрен метод измерения импеданса с применением рутилового и сапфирового резонаторов.

Рутиловый резонатор

Диэлектрические резонаторы, применяемые для измерения поверхностного импеданса на низких модах, представляют собой кольца (диски с центральными отверстиями) из диэлектрика с высокой диэлектрической проницаемостью, заключенные в соосный медный цилиндрический экран (рис. 1). Повышение точности измерений по сравнению с объёмным медным резонатором достигается за счет концентрации электромагнитного поля в центре кольца, куда и помещается образец. В результате, вопервых, уменьшается гамма-фактор образца, и, во-вторых, уменьшаются потери в проводящем экране, что ведет к росту добротности. Оба этих эффекта, согласно формуле (3), ведут к уменьшению погрешности измерений.



Рис. 1 Рутиловый резонатор с образцом на сапфировом стержне.

Эффект концентрации поля сильнее, чем тем выше диэлектрическая проницаемость кольца. Однако потери в диэлектрике также дают вклад в добротность поэтому необходимо применять материалы резонатора. с малым тангенсом диэлектрических потерь. Наиболее подходящими для этих целей являются сапфир (оксид алюминия Al₂O₃, $\varepsilon \approx 10$) и рутил (оксид титана TiO₂, $\varepsilon \approx 110$). Тангенс потерь этих материалов зависит от их чистоты и технологии изготовления. При использовании современных методов выращивания кристаллов он может достигать величины 10⁻⁸. При столь малом тангенсе решающий вклад в добротность вносят потери в проводящем экране (см. приложение). Поэтому наилучшим выбором является вещество с большей диэлектрической проницаемостью.

Свойства рутила

Рутил является анизотропным одноосным кристаллом. Температурные зависимости компонент тензора диэлектрической проницаемости И тангенса диэлектрических потерь, взятые из работы [8], показаны на рис. 2. Диэлектрическое кольцо изготавливается из монокристалла таким образом, чтобы выделенная ось рутила была параллельна геометрической оси кольца, расхождение не превышает 1°. В используемых модах электрическое поле не имеет компоненты, направленной вдоль оси, поэтому частота и конфигурация электромагнитного поля целиком определяются компонентой тензора ε_{\perp} . Важной положительной чертой температурной зависимости ε_{\perp} является её малый наклон в области гелиевых температур, благодаря чему частота рутилового резонатора слабо реагирует на температурные флуктуации.



Рис. 2. Температурные зависимости компонент тензора диэлектрической проницаемости и тангенса диэлектрических потерь рутила.

Электромагнитное поле

При измерении поверхностного импеданса сверхпроводящий образец обычно помещают в максимум высокочастотного магнитного поля. В объёмных цилиндрических резонаторах используют нижнюю по частоте $TE_{1,1,0}$ моду. Её электромагнитное поле хорошо известно, оно находится с помощью метода разделения переменных и не зависит от угловой координаты. Электрическое поле имеет только одну ненулевую компоненту

 E_{ϕ} . Линии электрического поля представляют собой концентрические окружности, лежащие в плоскостях *z* = *const*. Линии магнитного поля показаны на рис. За. В центре резонатора амплитуда магнитного поля имеет максимум, а электрическое поле равно нулю. Можно заметить, что на рисунке силовые линии сгущаются на поверхности экрана, а не в центре, как можно было ожидать. Объяснение состоит в том, что картина линий двумерна и построена в плоскости $\varphi = const$. В трёхмерном же пространстве силовые линии расходятся вдоль радиуса и в центре концентрация линий оказывается максимальной.

Метод разделения переменных не позволяет найти решение задачи о колебаниях диэлектрического резонатора, изображенного на рис. 1, поэтому точное аналитическое решение не известно. Оно может быть найдено в частных случаях, когда высота экрана равна высоте кольца, либо для диэлектрического цилиндра в экране равного диаметра. Однако в этих случаях применение диэлектрика не даёт значительного увеличения добротности. Приближенный аналитический метод частичных областей в простейшем варианте [10], хорошо описывающий моды «шепчущей галереи» сапфирового резонатора, в случае рутилового резонатора даёт значительную погрешность при расчёте частоты, а для вычисления добротности абсолютно не пригоден. Поэтому рассмотренная задача была решена с применением численных методов – метода разностных схем, для которого была



а



Рис. 3 Силовые линии высокочастотного магнитного поля моды TE_{1,1,0} объёмного (*a*) и рутилового (*б*) резонаторов.



Рис. 4 Распределение плотности магнитной энергии поля моды TE_{1,1,0} объёмного (*a*) и рутилового (*б*) резонаторов.

написана вычислительная программа, и метода конечных элементов, для которого применялась среда Comsol.

Электромагнитное поле моды $TE_{1,1,0}$ рутилового резонатора (Рис. 3 б) аналогично полю объёмного резонатора и отличается только значительной концентрацией в центральной области. Данный факт наглядно иллюстрирует рисунок 4, на котором цветом отображено распределение плотности магнитной энергии в объёмном и рутиловом резонаторах. Поскольку электромагнитное поле вблизи экрана мало, малые деформации стенок резонатора (например, при изменении давления в гелиевой сети) приводят к гораздо меньшему изменению частоты, по сравнению с объёмным резонатором. Это является одним из факторов, объясняющих высокую стабильность по частоте, обнаруженную в эксперименте.

Размеры диэлектрического кольца и экрана

Для измерений в сильных магнитных полях используемый резонатор должен иметь достаточно малые размеры для помещения в шахту сверхпроводящего соленоида. Диаметр шахты магнита на 17 Т, который имеется в лаборатории, составляет 37 мм, а максимальный допустимый диаметр вставки – 36 мм. Экран резонатора изготавливается из меди, являющейся сравнительно мягким материалом, принятая толщина стенки – 2 мм. Таким образом, максимально возможный внутренний диаметр медного экрана составляет приблизительно 32 мм. Характеристики резонатора в зависимости от размера диэлектрического кольца были рассчитаны численно и представлены в таблице 2. При расчёте использовались следующие данные: диэлектрическая проницаемость рутила $\varepsilon_{\perp} = 108.7$, тангенс диэлектрических потерь tan $\delta = 10^{-7}$; поверхностный импеданс меди $R_{Cu} = 0.01$ Ом, внутренний диаметр рутилового кольца $D_{hollow} = 3$ мм. Несмотря на то, что электромагнитное поле вблизи экрана чрезвычайно мало, большая часть (около 90%) потерь энергии резонатора происходит именно в медных стенках, поэтому главным фактором, определяющим добротность, является чистота и качество обработки медной поверхности и использованное значение R_{Cu} исключительно оценочное.

Таблица 2

Характеристики рутиловых резонаторов различного размера, рассчитанные численными методами.

Диаметр и			
высота	Частота,	Добротность,	Гамма-
резонатора,	ГГц	10^{6}	фактор, Ом
ММ			
11	2.4	0.46	820
10	2.6	0.57	700
9	2.9	0.77	590
8	3.3	1.0	500
7	3.8	1.4	410

Всего для экспериментов было изготовлено (фирма «Элан», Санкт-Петербург) шесть рутиловых колец со следующими размерами (высота/внешний диаметр/внутренний

диаметр в мм): 10x10x3, 8x8x3, 6x6x3 и 5x5x3 (три штуки). Только на основе одного из них, имеющего размер 8x8x3 мм³, удалось получить высокодобротный резонатор, о котором далее пойдет речь. Добротность остальных резонаторов в том же экране не превысила величины 10^5 , причина этого не установлена (На кольце 10x10x3 эксперименты в низких температурах не проводились). Производитель сообщил, что кольца изготавливались из одного кристалла, поэтому версия о разных тангенсах потерь маловероятна. Одной из возможных причин является неудачный размер и крепление петель связи. Для получения резонансной кривой с высоким отношением сигнал/шум их приходилось вводить внутрь экрана на 10 мм.

Сапфировый резонатор

Метод малых возмущений для образца во внешнем магнитном поле

Метод малых возмущений широко используется для измерения температурных зависимостей поверхностного импеданса малых образцов [1]. Если же образец помещён во внешнее постоянное магнитное поле, то возникают трудности в интерпретации экспериментальных результатов, понять которые можно рассматривая вывод формул (1), (2).

Малый проводящий образец помещается в резонатор в область минимального электрического поля, поэтому возмущённое высокочастотное поле вдали от образца (на расстоянии, в несколько раз превышающем его размер) очень слабо отличается от невозмущённого. Вблизи образца линии высокочастотного магнитного поля деформируются таким образом, чтобы нормальная к проводящей поверхности компонента стала равной нулю. Для средней мощности потерь в образце можно записать выражение

$$P = \frac{1}{2} \int_{S} R(T, \vec{B}) H_{\tau}^{2} dS$$

Интегрирование ведётся по поверхности образца *S*. В случае отсутствия внешнего постоянного магнитного поля *B* множитель R(T,0) можно вынести из-под интеграла, поскольку температура в любой точке поверхности образца одинакова. Ситуация меняется в случае приложенного поля, поскольку в общем случае импеданс может зависеть не только от величины, но и от угла между направлением магнитного поля и нормалью к поверхности. Если образец состоит из нормального металла, не обладающего магнитными свойствами, то модуль вектора \vec{B} не зависит от точки поверхности и меняется только его

ориентация относительно нормали к ней. Если же образец сверхпроводящий, то и модуль

 \vec{B} перестает быть постоянной величиной. К примеру, если сверхпроводящий шар из проводника I рода помещен в вертикальное однородное магнитное поле B_0 и находится в мейснеровском состоянии, то на «полюсах» шара поле равно нулю, а на «экваторе» его величина составляет $\frac{3}{2}B_0$.

Рассмотренную проблему можно обойти, если применять образцы в форме длинного цилиндра, располагая их вдоль направления внешнего поля. В этом случае вдали от концов цилиндра поле однородно, параллельно боковой поверхности и в любой её точке имеет одинаковую величину. Тогда, пренебрегая вкладом от концов, можно вынести постоянный множитель R(T,B) из-под интеграла и получить обычные формулы (1), (2). Однако такой подход осложняется двумя обстоятельствами. Во-первых, наиболее интересные для изучения сверхпроводники имеют сильно анизотропную проводимость $\sigma_{ab} >> \sigma_{c}$, а их кристаллы имеют форму тонких пластинок, большие грани которых перпендикулярны кристаллической оси с. Поэтому при описанном расположении образца возбуждаются высокочастотные токи вдоль направлений с существенно различающейся проводимостью. Для извлечения импеданса Z_{ab} и Z_c приходится ломать кристалл; точность измерений при этом значительно падает. Вторая сложность возникает при использовании мод шепчущей галереи сапфирового резонатора. Поскольку его высокочастотное поле быстро затухает при удалении от сапфирового диска, то при расположении цилиндрического образца вдоль радиуса основной вклад в изменение частоты и добротности внесет конец цилиндра, ближайший к диску. Если расположить вытянутый образец перпендикулярно радиусу, то неизбежно возникает смешивание вкладов осей с и *ab.* Учитывая неоднородность высокочастотного поля мод «шепчущей галереи», выделение этих вкладов представляется неразрешимой задачей.

Таким образом, при непосредственном применении формул (1), (2) для образца в магнитном поле

$$R(T,B) = \Gamma(\frac{1}{Q(T,B)} - \frac{1}{Q_0(T,B)}), \qquad (1')$$

$$X(T,B) = \frac{2\Gamma}{f_0} (f_0(T,B) - f(T,B)) + X_0.$$
^(2')

получаются некоторые эффективные значения импеданса, зависящие не только от свойств материала, но и от формы образца.

Структура поля и положение образца

Применяемый сапфировый резонатор имеет форму диска высотой 2.97 мм и диаметром 15.04 мм. Измерения проводились на моде $HE_{14,1,1}$, имеющей частоту 37.32 ГГц и добротность 6·10⁶ в отсутствие образца. Её электромагнитное поле подробно рассмотрено в [12]. Образец располагается на расстоянии 0.9 мм от боковой поверхности диска, рис. 5.



Рис. 5. Линии поля моды НЕ_{14,1,1} и расположение образца.

Вставка на основе сапфирового резонатора

Для проведения измерений в соленоиде на 17 Т была изготовлена оригинальная измерительная установка на основе сапфирового резонатора, схема которой изображена на рисунке 6. Как отмечалось выше, максимально допустимый диаметр нижней части вставки составляет 36 мм. Данное ограничение представляет главные трудности при проектировании, о которых будет сказано ниже. Основой вставки служит тонкостенная стальная труба диаметром 36 мм. Нижняя часть вставки состоит из трёх спаянных между собой деталей А, Б, В. Изначально деталь А предполагалось изготовить из стали для лучшей теплоизоляции между резонатором и нагревателем, однако из-за трудности нарезки резьбы она была сделана латунной. На нижнем конце вставки расположено разборное вакуумное индиевое уплотнение 20, которое служит для доступа к резонаторному блоку при смене образца 4. К детали А винтами крепится текстолитовая шайба 21, в центр которой вклеен сапфировый стержень 5 с размещенными на нем термометром 6 и нагревателем 7.

Сапфировый резонатор закреплен в детали Б на медной ножке с помощью клея БФ. В предварительной тестовой вставке способ крепления был иным: резонатор зажимался с двух сторон медными винтами, расположенными на оси сапфирового диска. Однако при таком способе после охлаждения и последующего отогрева вставки резонатор оказывался неплотно закреплённым, что, по-видимому, связано с большим различием коэффициентов линейного расширения меди и сапфира. Вероятно, оптимальным вариантом является использование прижимающей пружины вместо винта, однако вследствие трудного доступа к месту крепления резонатора был выбран простейший способ.

При снятии резонансной кривой сапфировый диск нагревается и его резонансная частота сдвигается вследствие изменения диэлектрической проницаемости, что приводит к дополнительной погрешности измерения частоты и добротности. Сдвиг частоты уменьшается при понижении мощности питающего генератора и улучшении охлаждения сапфирового диска. Поэтому деталь Б, в которой крепится резонатор, выполнена из меди. Ножка резонатора соединена с деталью Б винтом. Идеальным вариантом в этом соединении была бы пайка серебряным припоем, однако место крепления труднодоступно, что также является следствием ограничения размера вставки.

Деталь В, выполненная из стали, служит опорой для винта 10, регулирующего положение волноводов 8. Для эффективного возбуждения НЕ мод волноводы оканчиваются коническими сужениями. Сужения заполнены сапфиром для понижения предельной частоты, которая в результате оказывается равной 29 ГГц. Способ крепления волноводов значительно влияет на частотную стабильность резонатора. В тестовой вставке волноводы крепились к корпусу в верхней части; при изменении уровня гелия и перераспределении температуры вдоль корпуса длины латунных волноводов и стального корпуса изменялись на различную величину, что приводило к неконтролируемому изменению положения связей и, как следствие, к сдвигу частоты и добротности со временем. Поэтому в окончательном варианте регулировка положения волноводов осуществляется в нижней части, находящейся при температуре жидкого гелия. Волноводы припаяны к латунной шайбе 22, в центре которой имеется резьба для подъёмного винта. В верхней части вставки подъёмный винт имеет развязку 18, благодаря которой нижний конец винта при любом уровне гелия опирается на деталь В под тяжестью волноводов. Таким образом, положение волноводов определяется той частью винта, которая находится между латунной шайбой 22 и деталью В. Она имеет длину около 100 мм и её температура слабо меняется при понижении уровня гелия, что положительно сказывается на стабильности частоты.



Рис. 6. Схема вставки на основе сапфирового резонатора.

1 - корпус, стальная труба Ø36 мм, 2 - корпус, стальная труба Ø80 мм, 3 - сапфировый резонатор, 4 - образец, 5 - сапфировый стержень, 6 - термометр, 7 - нагреватель, 8 – волноводы, 9 – возбудители, 10 – винт регулировки положения волноводов, 11 – коаксиальные кабеля, 12 – вакуумные уплотнения коаксиальных кабелей, 13 – высокочастотный разъём SMA, 14 – отверстие для откачки, 15 – вакуумный разъём для проводов, 16 – рукоятка регулировки связей, 17 – вакуумное уплотнение винта регулировки волноводов, 18 – развязка винта регулировки волноводов, 19 – вакуумное резиновое уплотнение, 20 – вакуумное индиевое уплотнение, 21 – текстолитовая теплоизолирующая шайба, 22 – латунная шайба, 23 – соединительные провода.

При регулировке положения волноводов в нижней части вставки возникает проблема вывода микроволнового тракта из вакуумного объёма, поскольку атмосферное давление создаёт значительную дополнительную нагрузку на подъёмный винт. Поэтому для вывода были использованы отрезки гибких коаксиальных кабелей длиной около 200 мм. Вакуумные коаксиальные переходы уплотнялись посредством силикатного клея. При таком решении возникают незначительные дополнительные потери в тракте в местах переходов волновод – коаксиальный кабель.

В верхней части вставки расположено разборное вакуумное резиновое уплотнение 19, которое обеспечивает доступ к микроволновому тракту. В верхнем фланце расположены также рукоятка регулировки связей 16, отверстие для откачки 14 и вакуумный семиконтактный разъём 15 для соединительных проводов 23, идущих к термометру и нагревателю.

Описание экспериментальной установки

На рис. 7 показана схема автоматизированной системы для измерения зависимостей добротности и резонансной частоты сапфирового резонатора от температуры и магнитного поля. Снятие резонансной кривой производится следующим образом. Температура сапфирового стержня непрерывно (несколько раз в секунду) измеряется, для этого служит угольный резистор ТВО, подключённый к омметру по четырехточечной схеме. Программа анализирует отклонение измеренной температуры от требуемой и подаёт на нагреватель соответствующее напряжение, вычисленное по пропорционально-интегральному алгоритму. При достижении требуемой температуры начинается поточечное снятие резонансной кривой (при этом алгоритм поддержания заданной температуры продолжает работать). Обычно снимается около 200 точек, для каждой из которых повторяется следующая последовательность операций:

1) Через GPIB адаптер Agilent 82357A программа задает частоту и мощность излучаемого высокостабильным генератором Agilent PSG-L E8244A сигнала. Этот генератор обладает разрешением по частоте до 0.01 Гц и абсолютной стабильностью не хуже 1 кГц в день. СВЧ-сигнал поступает по микроволновому тракту к резонатору.

2) Прошедшая через резонатор СВЧ-волна попадает по микроволновому тракту в детектор. По истечении промежутка времени, достаточного для установления вынужденных колебаний, мощность прошедшего сигнала измеряется детектором, и сигнал с него подается через GPIB адаптер в компьютер в оцифрованном виде.

После снятия всех точек стартует алгоритм нахождения частоты и добротности посредством аппроксимации измеренной кривой по формуле Лорентца с просачиванием.



Рис. 7. Схема экспериментальной установки.

Экспериментальные результаты

Частота и ширина резонансной кривой в отсутствие образца Стабильность резонансной системы

В первой главе было рассмотрено одно из слагаемых в суммарной ошибке измерения импеданса, связанное с погрешностью определения добротности. Ещё один источник возможных ошибок – сдвиг частоты и добротности резонатора со временем, который может быть вызван температурными колебаниями окружающей среды, изменением давления над жидким гелием, механическими вибрациями и другими

причинами. Постоянство частоты может быть легко достигнуто введением в резонатор подвижных механических частей, изменение положения которых компенсирует измеренный сдвиг, однако такой способ совершенно не пригоден в данном случае, поскольку именно сдвиг частоты содержит информацию об импедансе. Разработаны решения [10], позволяющие ослабить зависимость частоты резонатора от температуры в заданной температурной точке (например, для температуры жидкого гелия). Для этого на торцы сапфирового диска накладываются тонкие рутиловые пластины строго определённой толщины. Поскольку температурные зависимости $\varepsilon(T)$ сапфира и рутила имеют производные разного знака, зависимость частоты такой резонансной системы будет иметь экстремум в некоторой точке, зависящей от толщины рутиловых пластин. В этой точке температурные колебания приводят к наименьшему сдвигу частоты. Однако применение таких пластин приводит к возрастанию неоднородности высокочастотного поля.

На рис. 8 приведён измеренный временной ход частоты, ширины резонансной кривой и выходной мощности пустого сапфирового резонатора на частоте 37.32 ГГц. Черным цветом отображены отдельные измерения, красным цветом – усредненная по 20 соседним точкам кривая. Как видно из графиков, погрешность измерения частоты и ширины кривой составляет приблизительно 4 Гц. Долговременный сдвиг в течение часа (характерного времени одного измерения) не превышает 5 Гц. Однако эти зависимости были получены в ночное время, в промежуток между включениями компрессора в гелиевой сети. В дневное время сдвиг частоты может достигать 200 Гц в течение часа.



Рис. 8. Зависимость частоты, ширины и амплитуды резонансной кривой пустого резонатора от времени при постоянной температуре.

Зависимость частоты и добротности резонатора без образца от температуры и магнитного поля

При исследовании зависимости микроволнового отклика сверхпроводников от двух параметров, температуры и магнитного поля, имеется два варианта проведения измерений: при постоянном магнитном поле и при постоянной температуре. Соответственно, для применения формул (1) и (2) необходимо изучить зависимость свойств пустого резонатора от температуры при постоянном поле и от магнитного поля при постоянной температуре.



Рис. 9. Температурная зависимость частоты (■) и ширины резонансной кривой (♦) для резонатора без образца.

На рис. 9 показан температурный ход частоты и ширины резонансной кривой сапфирового резонатора. В пределах точности измерений, добротность резонансной системы не зависит от температуры сапфирового стержня, что подтверждает факт его нахождения в минимуме электрического поля. Температурный ход частоты в области ниже 30 К не превышает характерного временного сдвига за время одного измерения (порядка 50 Гц). Температурный ход пустого резонатора не зависит от положения связей и величины приложенного магнитного поля, что позволяет вычитать его из измерений с образцом, проведенных при любом значении поля.







б



Рис. 10. Зависимость частоты и ширины резонансной кривой от магнитного поля.

На рис. 10 приведены зависимости частоты и ширины резонансной кривой пустого резонатора от внешнего магнитного поля, на которых наблюдаются пики поглощения в сапфире. На рис. 9 *в*, *г* тонкая структура особенностей на 0.8 Т и 4.4 Т показана в увеличенном масштабе. Кривые *a*, *б*, *г* сняты при скорости развертки магнитного поля 0.05 Т/мин (1 А/мин), а кривая *в* снята на скорости 0.14 А/мин, при этом среднее время измерения одной точки составляло 2.8 с. Ширина и амплитуда некоторых пиков зависит от скорости и направления развертки магнитного поля: при увеличении скорости развертки они становятся шире и их амплитуда уменьшается. При уменьшении поля ширина этих пиков меньше, а амплитуда больше, чем при увеличении.

Измерение магнитного поля производилось посредством измерения силы тока в обмотке магнита. В отсутствие тока сверхпроводящие магниты создают небольшой остаточный магнитный поток, поэтому вычисленное по величине силы тока магнитное поле сдвинуто относительно истинного на неизвестную величину порядка 0.04 Тл, которая может меняться от измерения к измерению. Тонкая структура пиков в пустом ходе резонатора создает трудности при вычислении вклада, даваемого образцом, поскольку вычитаемая функция сдвинута на неизвестную константу. Поэтому в местах резонансных особенностей пустого хода погрешность определения отклика образца значительно возрастает. При высокой скорости развертки магнитного поля тонкая структура сглаживается, однако при этом велика ошибка определения частоты и добротности, поскольку за время снятия резонансной кривой частота резонатора смещается на десятки, или даже сотни Герц.

В случае измерений при постоянном поле вблизи резонансной особенности в пустом ходе небольшие флуктуации магнитного поля приводят к значительному сдвигу частоты, что приводит к ухудшению стабильности резонатора.

Таким образом, в то время как температурный ход пустого резонатора пренебрежимо мал, резонансные особенности в ходе по магнитному полю создают ряд неудобств, приводящих к возрастанию ошибок измерения импеданса образца.

Измерение импеданса сверхпроводников

Проверка экспериментального метода

С целью проверки экспериментального метода были выполнены измерения температурных зависимостей поверхностного импеданса образцов из ниобия, сверхпроводящего сплава V₃Si и пниктида Ba_{1-x}K_xFe₂As₂ (рис. 11). При сравнении с имеющимися данными, полученными с помощью сверхпроводящих объёмных резонаторов



Рис. 10. Температурные зависимости импеданса, измеренные на частоте 37 ГГц. $a - Ba_{1-x}K_xFe_2As_2, \delta - V_3Si, e, c - Nb.$

можно сделать следующие выводы:

1) Для каждого из трёх образцов при вычитании температурного хода пустого резонатора по формулам (1) и (2) получаются гигантские значения остаточных потерь R(T) в сверхпроводящем состоянии. На рисунке 11 *в* вычисленные по формулам (1) и (2)

кривые показаны без смещения по вертикали. На всех остальных рисунках, приведенных в работе, кривые поглощения, измеренные с помощью сапфирового резонатора, сдвинуты вниз так, чтобы при экстраполяции к нулю получалось теоретическое значение R(0)=0.

Возможное объяснение этого факта состоит в том, что дополнительные потери связаны с сильным возмущением электромагнитного поля моды «шепчущей галереи», в результате которого увеличивается количество излучаемой энергии. Другими словами, даже присутствие идеально проводящего образца снижает добротность моды за счёт увеличения потерь на излучение. Высказанное предположение нуждается в проверке, которая, в принципе, может быть выполнена численными расчётами методом конечных элементов на трёхмерной сетке в среде Comsol.

2) Для образцов Nb и V₃Si имеет место расхождение температурных зависимостей R(T) и X(T) в области нормального состояния, рис. 11 *б*, *в*. Подобного рода несоответствие может быть вызвано температурным расширением образца, однако разность компонент растёт пропорционально квадрату температуры, что не согласуется с данными по линейному расширению V₃Si. Аналогичное расхождение было замечено при измерениях кристаллов V₃Si в сверхпроводящем резонаторе на 28 ГГц.

3) Зависимость R(T) ниобия в области низких температур носит линейный характер (рис. 11 *г*), вместо ожидаемого экспоненциального выхода на постоянную величину.

Наряду с отмеченными расхождениями имеются и результаты, воспроизводящие измерения в объёмных резонаторах:

4) В нормальном состоянии для образца из пниктида выполняется условие R(T)=X(T), а сверхпроводящем состоянии действительная часть импеданса R(T) подчиняется степенному закону (рис. 11 *a*).

5) Для всех образцов вблизи температуры сверхпроводящего перехода имеется небольшой характерный пик в зависимости *X*(*T*).

6) В сверхпроводящем состоянии V₃Si на кривой *X(T)* имеется небольшой «горб» (рис. 11 б), являющийся свидетельством двухзонной природы этого сверхпроводника.



Рис. 12. Ориентация образца во внешнем магнитном поле и распределение высокочастотного поверхностного тока.

Измерения импеданса в магнитном поле были произведены на образцах ниобия и V₃Si. Образцы имели вид тонких пластинок, ориентированных перпендикулярно внешнему магнитному полю. При этом переменное магнитное поле вблизи образца параллельно внешнему полю, а линии высокочастотного (37 ГГц) поверхностного тока лежат преимущественно в плоскости пластины (рис. 12). На рисунках 13-15 приведены результаты измерений. Вид кривых, снятых при постоянном поле аналогичен зависимостям, приведённым в работах [13,14]. Температура сверхпроводящего перехода уменьшается с ростом поля, что позволяет построить зависимость $H_{c2}(T)$, на рисунке 16 она приведена для V₃Si.

На кривых, снятых при постоянной температуре, отсутствуют перегибы при соответствующих значениях нижнего критического поля, поскольку в случае тонкой перпендикулярной полю пластины вихри проникают в образец уже при очень малой величине магнитного поля. Зависимости R(B) для V₃Si имеют чётко выраженный излом при соответствующих значениях верхнего критического поля (рис. 15), что позволяет находить H_{c2} без дополнительных построений. На кривых и для Nb, и для V₃Si имеется резонансная особенность при значении поля 2 Tл, происхождение которой не установлено.



Рис. 13 Температурные зависимости импеданса ниобия при различных значениях магнитного поля.



Рис. 14. Магнитополевые зависимости импеданса ниобия при различных температурах.



Рис. 15. Температурные и магнитополевые зависимости действительной части импеданса V₃Si.



Рис. 16. Зависимость верхнего критического поля V₃Si от температуры, полученная на основе измерений импеданса в магнитном поле.

Результаты работы

- Проведен анализ применимости различных типов резонаторов для измерений компонент поверхностного импеданса сверхпроводников в магнитном поле
- Рассчитана структура электромагнитных колебаний (моды) диэлектрических резонаторов
- Изготовлена опытная вставка на основе рутилового резонатора (низкочастотные моды)
- Изготовлена вставка на основе сапфирового резонатора (моды «шепчущей галереи») для измерений импеданса в сверхпроводящем соленоиде до 17 Тл
- Измерен поверхностный импеданс Nb и V₃Si в магнитном поле соленоида

Автор выражает благодарность научному руководителю М. Р. Трунину за ценные наставления, А. Ф. Шевчуну за помощь в освоении экспериментальных методов, Г. В.

Мерзлякову за неоценимый вклад в проектирование сапфировой вставки, С. В. Рыжкову и инженерно-техническому персоналу лаборатории электронной кинетики за техническую помощь.

Литература

- 1. Трунин М. Р. Поверхностный импеданс монокристаллов ВТСП в микроволновом диапазоне. Успехи физических наук. Т. 168, № 9 С. 933 952. (1998)
- Golosovsky M., Tsindlekht M., and Davidov D. High-frequency vortex dynamics in YBa₂Cu₃O₇. Superconductor Science and Technology. V. 9, N. 1. P. 1, 16. (1996)
- 3. Huttema W.A., Morgan B. et al. Apparatus for high resolution microwave spectroscopy in strong magnetic fields. Rev. Sci. Instrum. V. 77, I. 2, 023901. (2006)
- 4. Дём В. Е., Шевчун А. Ф., Трунин М. Р. Моды «шепчущей галереи» для измерений поверхностного импеданса сверхпроводящих кристаллов. Труды МФТИ. Т. 3., № 3, С. 42 44, (2011)
- 5. Шевчун А. Ф. Эволюция температурных зависимостей поверхностного импеданса кристаллов ВТСП при изменении уровня допирования. Дисс. к.ф.-м.н. Черноголовка, (2006)
- 6. Шевчун А. Ф., Трунин М. Р. Метод измерения поверхностного импеданса сверхпроводников в температурном интервале 0.4-120 К. ПТЭ **5**, 82 (2006)
- 7. C. E. Gough, R. J. Ormeno et al. The Low Temperature Microwave Properties of GdBa₂Cu₃O₇ and Sr₂RuO₄, J. Supercond., 14, 1 (2001).
- 8. M. Tobar, J. Krupka, E.Ivanov, and R. Woode. Anisotropic complex permittivity measurements of mono-crystalline rutile between 10 and 300 K. J. Appl. Rutile, (1997)
- Y. Tsuchiya, K. Iwaya, K. Kinoshita et al. Electronic state of vortices in YBa₂Cu₃O_y investigated by complex surface impedance measurements. Phys. Rev. B 63, 184517 (2001).
- Егоров В. Н., Мальцева И. Н., Электронная техника. Сер. Электроника СВЧ, вып. 2 (362), (1984).
- 11. Под ред. Ильченко М. Е., Диэлектрические резонаторы, М.: Радио и Связь, (1989).
- Дём В. Е. Измерение поверхностного импеданса сверхпроводящих кристаллов в диэлектрическом резонаторе. Дипломная работа на соискание степени бакалавра, Черноголовка, (2010).
- 13. Y. Matsuda, A. Shibata et al. Free flux flow resistivity in a strongly overdoped high-*Tc* cuprate: the purely viscous motion of the vortices in a semiclassical *d*-wave superconductor. Phys. Rev. B 66, 014527 (2002)
- 14. D. Janjušević, M. S. Grbić, M. Požek et al. Microwave response of thin niobium films under perpendicular static magnetic fields. Phys. Rev. B 74, 104501 (2006)