

УДК 621.382

ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ЭЛЕМЕНТ МАГНИТОМЕТРА НА ОСНОВЕ ВИСМУТОВОЙ ВТСП КЕРАМИКИ С ДЖОЗЕФСОНОВСКОЙ СРЕДОЙ

Э.А. МУГНЕЦЯН

Международный научно-образовательный центр НАН Армении, Ереван

(Поступила в редакцию 5 октября 2007 г.)

Разработана технология получения керамических Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O ВТСП образцов с воспроизводимыми свойствами джозефсоновской среды. Рассмотрена возможность создания магнитометра с чувствительным элементом из ВТСП керамики, используя чувствительный бесконтактный метод измерений на основе автогенератора на туннельном диоде. Определена крутизна кривой частотно-полевой характеристики, которая, наряду с величиной критического поля проникновения гипервихрей, является одним из основных параметров, определяющих возможность применения ВТСП образцов в магнитометрии.

1. Введение

Для измерения магнитного поля в разных диапазонах используются магнитометры с различными принципами работы. В основе работы одного из таких магнитометров лежит появление электросопротивления при проникновении магнитного поля в межгранульное пространство образца из ВТСП композита с джозефсоновской средой. Появление электросопротивления вызвано разрушением магнитным полем фазовой когерентности между кристаллитами, что переводит джозефсоновские контакты в резистивное состояние. Чувствительность таких магнитометров с ВТСП образцом состава $Y_{3/4}Lu_{1/4}Ba_2Cu_3O_7$ к магнитному полю равна $d\rho/dH = \sim 20$ мΩ см/Э и при полях $0 < H < 14$ Э позволяет достичь точности ~ 1 мВ/Э (см. работу [1] и ссылки в ней), что гораздо выше чувствительности сенсоров на основе полупроводников и холловских датчиков. Однако, несмотря на явные преимущества использования ВТСП образцов с джозефсоновской средой в качестве чувствительных элементов в магнитометрах, описанный выше метод имеет недостаток, связанный с получением образцов с воспроизводимыми характеристиками. Сложность заключается в получении качественных контактов с одинаковыми свойствами, что, как известно, для керамических ВТСП является весьма актуальной задачей.

Возникновения подобных проблем можно избежать, используя не контактный, а индуктивный метод регистрации изменения свойств ВТСП образца, обусловленного проникновением магнитного поля. Так, в работе [2], образец из Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O ВТСП керамики помещался в медную катушку, являющуюся контуром генератора на туннельном

диоде. Измерение зависимости частоты автоколебаний в слабых магнитных полях позволило выявить основные этапы последовательного проникновения в образец разных типов вихрей и соответствующие им критические поля. Необходимо отметить, что в слабых магнитных полях при азотных температурах исследуемые образцы с джозефсоновской средой имели обратимый характер, что очень важно при рассмотрении возможности их использования в качестве чувствительного элемента магнитометра.

Целью настоящей работы является обсуждение возможности создания магнитометра с чувствительным элементом из ВТСП керамики с большой разрешающей способностью, основываясь на разработанной нами технологии получения керамических Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O ВТСП образцов с воспроизводимыми свойствами джозефсоновской среды [3,4] и используя чувствительный бесконтактный метод измерений на основе автогенератора на туннельном диоде [2].

2. Синтез ВТСП керамики с развитой джозефсоновской средой

Образцы висмутовой ВТСП керамики с номинальными составами $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.5}\text{Fe}_x\text{O}_y$, где $x = 0 \div 0.01$, были синтезированы по твердофазной технологии [3,4]. Для воздействия на джозефсоновские контакты межзеренных границ гранулярного сверхпроводника и для снижения H_c^1 керамики проводилось легирование 3d переходным элементом (в нашем случае железом). Частичное замещение основных элементов в ВТСП керамике должно вызвать изменение критических параметров сверхпроводника. Легирование ионами железа особенно сильно влияет на свойства джозефсоновской среды в Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O ВТСП керамике, благодаря его собственным магнитным свойствам.

В качестве исходных компонентов использовались Bi_2O_3 , PbO , CaCO_3 , SrCO_3 , CuO , и Fe_2O_3 марки ОСЧ. Все процессы синтеза и термообработки проводились на воздухе. Тщательно перемешанные в необходимом соотношении, порошки исходных компонентов прессовались в таблетки и на первом этапе спекались при температуре 820°C в течение 48 часов. На втором этапе синтеза спеченные таблетки измельчались, повторно прессовались и спекались при 830°C в течение 48 часов. На третьем этапе синтеза таблетки вновь измельчались, прессовались и спекались при температуре 845°C в течение 75 часов.

Полученные после третьего этапа сферические образцы ВТСП керамики имели двухступенчатую кривую перехода в сверхпроводящее состояние (рис.1). В соответствии с установившимися представлениями высокотемпературная ступень на кривой сверхпроводящего перехода связана с переходом в сверхпроводящее состояние зерен ВТСП керамики, а низкотемпературная – с установлением межзеренных связей.

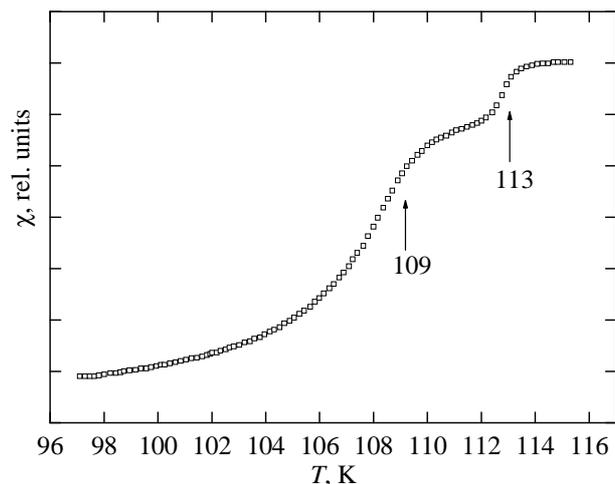


Рис.1. Температурная зависимость магнитной восприимчивости сверхпроводящей керамики.

Составы исследованных образцов, критические температуры, определенные по середине сверхпроводящего перехода для каждой ступени, а также поля проникновения гипервихрей в джозефсоновскую среду, приведены в таблице.

Номер образца	Состав	T_c связей, К	T_c зерен, К	H_c^1 , мЭ, $T=77$ К
1	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{O}_x$	104.5	108.9	24
2	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.5}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{Fe}_{0.001}\text{O}_x$	100.2	106.1	19
3	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{Fe}_{0.003}\text{O}_x$	97.5	104.5	19
4	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{Fe}_{0.006}\text{O}_x$	97.2	104.3	18
5	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{Fe}_{0.007}\text{O}_x$	95.7	102.9	17
6	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.6}\text{Cu}_{3.6}\text{Pb}_{0.6}\text{Fe}_{0.01}\text{O}_x$	91.9	101.5	17

3. Структура и принцип работы магнитометра

В состав магнитометра входят криогенный генератор на туннельном диоде, ВТСП образец – сердечник с развитой джозефсоновской средой, вставляемый в контурную катушку генератора, магнитная система, состоящая из трех ортогонально ориентированных пар катушек Гельмгольца, и электронно управляющий автоматический блок, являющийся модификацией измерительно-управляющего устройства, рассмотренного в работах [5,6].

Синтезированный сферический образец висмутовой керамики вставляется в катушку, являющуюся контуром LC-криогенного генератора на туннельном диоде, при этом влияния ориентации образца на результаты измерений обнаружено не было (чего и следовало ожидать из-за хаотичного расположения гранул). При воздействии магнитного поля на сверхпроводящий сердечник частота генерации снижается (частота генерации определяется

самоиндукцией катушки, которая в свою очередь зависит от глубины проникновения магнитного поля в образец).

При полях, меньших чем критическое поле проникновения гипервихрей H_c^1 , благодаря эффекту Мейсснера, поле практически не проникает в образец. При внешних полях, превышающих H_c^1 , наблюдается проникновение магнитного поля в межгранульное пространство образца, и как видно на рис.2, поведение частотно-полевого зависимости в диапазоне измеряемого поля $H_c^1 < H < H_{\max}$ ($H_{\max} < 100$ мЭ) можно рассматривать как ряд линейных областей. В результате изменяется объем сердечника, доступный для переменного ВЧ поля, что приводит к изменению частоты f и амплитуды A_f генерации. Каждая из этих величин может быть использована в качестве магниточувствительного параметра в определенном диапазоне изменения магнитного поля.

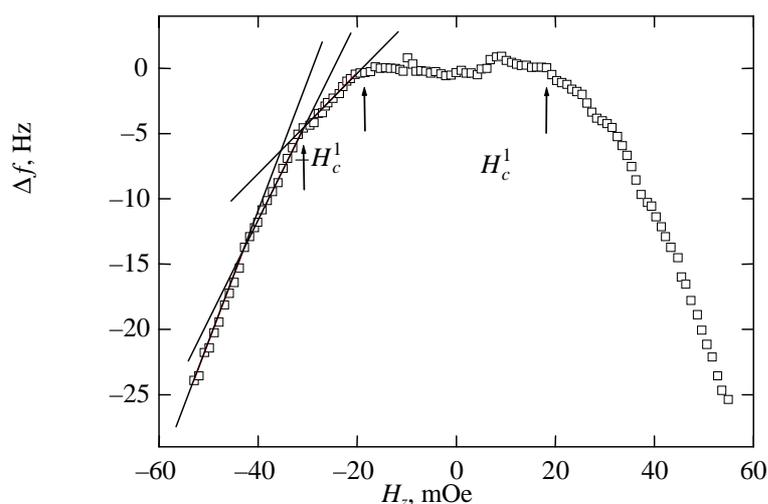


Рис.2. Зависимость понижения частоты генерации Δf криогенного генератора от величины и направления внешнего магнитного поля H , в условиях экранирования магнитного поля Земли.

Тот факт, что объем сверхпроводящего сердечника, доступный для ВЧ поля генератора, определяется преимущественно модулем вектора \mathbf{H} , а не его направлением, можно использовать для измерения трех компонент магнитного поля одним датчиком. При использовании гранулярного сердечника этот объем практически не зависит от направления вектора \mathbf{H} . Для измерения трех компонент магнитного поля с помощью одного датчика была разработана магнитная система, состоящая из трех ортогонально ориентированных пар катушек Гельмгольца, которая предназначена для создания смещающих H_x , H_y и H_z полей до 500 мЭ, направленных вдоль трех осей координат, и в случае необходимости компенсирования магнитного поля Земли. Ошибка при измерении магнитного поля, связанная с существованием ортогональных магнитных полей, компенсируется с помощью разработанной методики: измерение магнитного поля H_x проводится при положительном $+\mathbf{H}_{0x}$ и отрицательном $-\mathbf{H}_{0x}$ значениях смещающего поля. Так как ортогональное к измеряемому поле в этих двух случаях одинаково смещает частоту, то вычитая эти два

выражения, получим

$$f_- - f_+ = \left(f_0 + \frac{\partial f}{\partial H} H_x \right) - \left(f_0 - \frac{\partial f}{\partial H} H_x \right) = 2 \frac{\partial f}{\partial H} H_x,$$

где

$$H_x = \frac{f_- - f_+}{2 \frac{\partial f}{\partial H}}.$$

Здесь отсутствует f_0 и, следовательно, связанная с ней ошибка.

Для экспериментальной проверки предлагаемого магнитометра использовался синтезированный ВТСП сердечник из висмутовой керамики, легированный железом (образец 2 в таблице). Образец-сердечник имел сферическую форму с диаметром 0.6 см. Эксперимент проводился при температуре кипения жидкого азота 77 К, которая стабилизировалась терморегулятором с подключенными к нему нагревателями с точностью 0.05 К.

При этой температуре поле проникновения гипервихрей в образец $H_c^1 \approx 19$ мЭ. Частота автоколебаний генератора в охлажденном состоянии составляла примерно 3 МГц, при абсолютной нестабильности порядка $\Delta F = 1$ Гц. А напряженность создаваемого генератором ВЧ поля вблизи порога генерации и при максимальном уровне генерации изменялась в интервале от 1 до 7 мЭ.

4. Результаты

С изменением приложенного магнитного поля в диапазоне 0 ч 100 мЭ частота генерации имела обратимую, безгистерезисную и плавную зависимость от приложенного поля (рис.2), а крутизна $K = dF/dH$, которая является мерой чувствительности образца к магнитным полям, в разных диапазонах приложенного поля имела разные значения. В диапазонах магнитного поля 20 ÷ 30 мЭ, 30 ÷ 42 мЭ и 42 ÷ 52 мЭ крутизна соответственно равна $K_1 = 0.39$ Гц/мЭ, $K_2 = 0.77$ Гц/мЭ, $K_3 = 0.99$ Гц/мЭ. При имевшей место нестабильности частоты $\Delta F = 1$ Гц чувствительность изменялась в пределах $\Delta F/|K| = 1/K_1 \div 1/K_3 = 2.56 \div 1$ мЭ, причем такая чувствительность к магнитному полю наблюдалась вплоть до полей порядка 0.5 Э.

Из температурной зависимости наклона (крутизны dF/dH) частотно-полевой характеристики следует, что чувствительность висмутовой керамики к магнитному полю существенно зависит от температуры, причем зависимость dF/dH от температуры T имеет резкий максимум, расположенный на несколько градусов ниже T_c , в окрестности 100 К (рис.3). Поэтому при использовании висмутовой керамики в качестве чувствительного элемента в магнитометре целесообразно тщательно выбирать оптимальную рабочую температуру (в окрестности температуры кипения жидкого азота) керамики и частично компенсировать измеряемое магнитное поле, сдвигая значение результирующего поля на датчике в зону необходимой чувствительности прибора.

Интересным и неожиданным оказалось поведение керамики в скрещенных магнитных полях. Наблюдалось практически независимое влияние разных компонент поля на

частоту генерации измерительного генератора. Подобное поведение описывается в работе [2] и позволяет рассчитывать на создание трехкомпонентного векторного магнитометра с одним датчиком из ВТСП керамики.

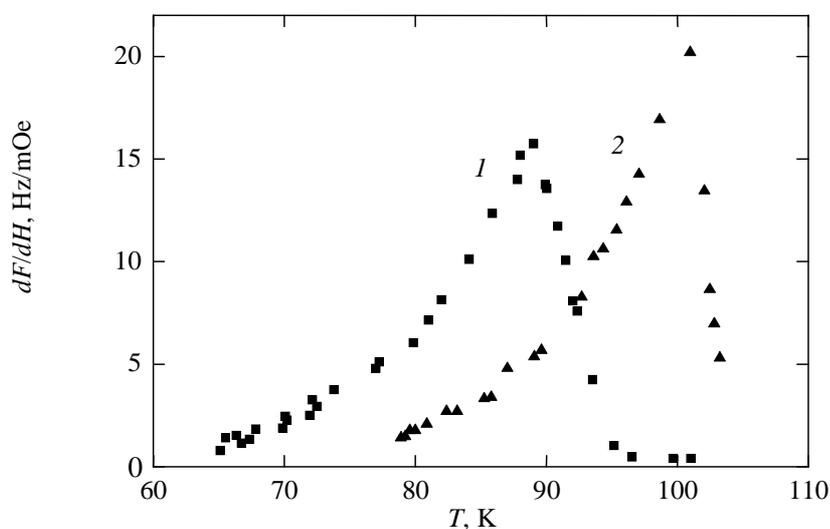


Рис.3. Температурная зависимость крутизны dF/dH для двух образцов с разными составами: 1 – $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.5}\text{Cu}_{3.5}\text{Pb}_{0.5}\text{Fe}_{0.001}\text{O}_y$, 2 – $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.5}\text{Cu}_{3.5}\text{Pb}_{0.5}\text{O}_y$.

5. Заключение

Таким образом, результаты проведенных исследований доказывают возможность создания на основе ВТСП керамики с джозефсоновской средой магнитометра нового типа – трехкомпонентного измерителя слабых магнитных полей, порядка магнитного поля Земли. Чувствительность этих магнитометров на один, два порядка уступает чувствительности сверхпроводящих квантовых магнитометров (СКВИД), но у них более широкая область применения, что связано с их работоспособностью при нестандартных внешних условиях (например, при сильных градиентах магнитных полей и т.д.) и мобильностью. При этом можно повышать чувствительность на один, два порядка, применяя компенсационный метод измерения частоты (рассматривая разность частот $\Delta f = f - f'$ двух генераторов, исключая температурный дрейф). На наш взгляд, чувствительность может быть повышена также за счет применения генератора на плоской катушке [7]. Однако, в этом случае теряется трехкомпонентность датчика, так как при использовании плоских катушек сферические образцы тоже нужно заменить плоскими образцами.

Такие магнитометры могут быть применены, в частности, для наблюдения за вариациями геомагнитного поля, в медицине, при поиске металлосодержащих сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Д.А.Балаев, К.А.Шайхутдинов, С.И.Попков, Д.М.Гохфельд, А.А.Дубровский, М.И.Петров.** Вестник Красноярского государственного университета, Физика, **4**, 39 (2005).
2. **Э.А.Мугнецян, М.Т.Айвазян, Н.М.Добровольский, А.Г.Саркисян.** Изв. НАН Армении, Физика, **42**, 435 (2007).
3. **A.G.Sarkisyan, D.E.Khatchian, N.M.Dobrovolsky, K.S.Agababyan.** Physica C, **235-240**, 3305 (1994).
4. **А.Г.Саркисян, В.М.Арутюнян, Э.В.Путный** и др. СФХТ, **3**, 2071 (1990).
5. **Э.А.Мугнецян.** Международная молодежная конференция «Информационные технологии», Ереван, 2005, с. 54.
6. **Э.А.Мугнецян, М.Т.Айвазян, Н.М.Добровольский, И.Е.Васинюк, А.Г.Саркисян, Е.Г.Заргарян.** Информационные Технологии и Управление, **1**, 8 (2006).
7. **S.G.Gevorgyan, T.Kiss, A.A.Movsisyan, H.G.Shirinyan, Y.Hanayama, H.Katsube, T.Ohyama, M.Takeo, T.Matsushita, K.Funaki.** Rev. Sci. Instr., **71**, 1488 (2000).

ՋՈՋԵՏՍՈՆՅԱՆ ՄԻՋԱՎԱՅՐՈՎ ՎԻՍՄՈՒՏԱՅԻՆ ԲՋԳՅ ԽԵՑԻՆ ՈՐՊԵՍ ՄԱԳՆԻՍԱԶԱՓԻ ԶԳԱՅՈՒՆ ԷԼԵՄԵՆՏ

Է.Ա. ՄՈՒՂՆԵՏՅԱՆ

Մշակված է ջոզեֆսոնյան միջավայրի վերարտադրվող հատկություններով Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O ԲՋԳՅ խեցիների սինթեզման տեխնոլոգիա: Դիտարկված է ԲՋԳՅ խեցիներից ստացվող զգայուն էլեմենտով մագնիսաչափերի ստեղծման հնարավորությունը, կիրառելով չափումների ոչ կոնտակտային մեթոդ՝ հիմնված թունելային դիոդով ավտոգեներատորի վրա: Որոշված է հաճախադաշտային բնութագրի թեքությունը, որը գերմրրիկների թափանցման կրիտիկական դաշտի հետ մեկտեղ, հանդիսանում է մագնիսաչափերում ԲՋԳՅ նմուշների օգտագործման հնարավորությունը որոշող հիմնական պարամետրերից մեկը:

SENSITIVE ELEMENT OF MAGNETOMETER BASED ON BISMUTHIC HTSC CERAMICS WITH A JOSEPHSON MEDIUM

E.A. MUGHNETSYAN

The technology of obtaining ceramic Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-Fe-O HTSC with reproduced properties of a Josephson medium is elaborated. The possibility of creation of magnetometer with a sensitive element on HTSC ceramics is considered, using the sensitive method of contactless measurement based on the tunnel diode self-generator. The steepness of the frequency-field behavior is determined, which is one of the main parameters determining the possibility of the HTSC sample's application in magnetometers, as well as the value of the critical field of hypervortices penetration.