

На правах рукописи

БЫКОВ АЛЕКСЕЙ АНАТОЛЬЕВИЧ

АВТОМАТИЗАЦИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ УСТАНОВОК И ИССЛЕДОВАНИЕ  
МАГНИТОТРАНСПОРТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ВТСП И  
ЗАМЕЩЕННЫХ МАНГАНИТОВ ЛАНТАНА.

01.04.01 –приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико – математических наук

Красноярск – 2012

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук (ИФ СО РАН)

**Научный руководитель:** кандидат физико – математических наук, доцент  
Шайхутдинов Кирилл Александрович, Лаборатория сильных магнитных полей ИФ СО РАН, заведующий лабораторией

**Официальные оппоненты:**  
доктор физико–математических наук, старший научный сотрудник, Панкрац Анатолий Иванович, Лаборатория резонансных свойств магнитоупорядоченных веществ ИФ СО РАН, заведующий лабораторией.

кандидат физико–математических наук, старший научный сотрудник, Лавров Александр Николаевич, Лаборатория физики низких температур Института неорганической химии им. А.В. Николаева, старший научный сотрудник.

**Ведущая организация:** Новосибирский государственный университет

Защита состоится \_\_\_\_\_ 2012 г. в \_\_\_\_\_ часов на заседании диссертационного совета Д 003.055.01 по защитам диссертаций при Институте физики им. Л.В. Киренского СО РАН по адресу: 660036, г. Красноярск, Академгородок, 50, строение 38.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке  
Института физики им. Л.В. Киренского СО РАН

Автореферат разослан “ 20 “ ноября 2012г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
доктор физ. – мат. наук \_\_\_\_\_ Втюрин А.Н.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП) и замещенные манганиты лантана представляют собой сложные оксиды переходных металлов, которые проявляют богатые фазовые диаграммы, включающие области с разнообразными магнитными и электронными свойствами. Такое обилие явлений заманчиво для использования в различных практических приложениях, о чем, например, указано в обзоре авторов [1]. Подобие некоторых свойств ВТСП и других сложных оксидов переходных металлов (сильное взаимодействие носителей с решеточными и спиновыми возбуждениями, изменение транспортных свойств под действием внешних факторов, переход металл–диэлектрик), и сверхпроводимость в одном и ферромагнетизм в другом говорят о том, что ни одно из присущих этим соединениям физических явлений не может рассматриваться изолированно. Можно надеяться, что по мере изучения столь далеких, на первый взгляд, явлений как ВТСП и колоссальное магнитосопротивление (КМС) удастся установить причины аналогий и различий веществ, принадлежащих, по сути, к одному классу соединений – сложным оксидам переходных металлов.

Однако, для выполнения задач, поставленных в работе, было необходимо провести магнитные и транспортные измерения, в том числе и в сильных импульсных магнитных полях, для чего необходимо было выполнить модернизацию и автоматизацию существующих установок и создать установку для измерений в сильных импульсных магнитных полях.

Цель данной работы – модернизация и автоматизация имеющихся в лаборатории СМП экспериментальных установок, экспериментальное исследование магнитотранспортных свойств материалов на основе ВТСП при различной термомагнитной предыстории и замещенных манганитов лантана в сильных импульсных магнитных полях.

В связи с этим в работе были поставлены следующие задачи.

1. Модернизация и автоматизация установок СТ–1 и Вибрационный магнетометр
2. Создание установки импульсных сильных магнитных полей
3. Изучение влияния термомагнитной предыстории на зависимости  $R(T)$  гранулярных ВТСП и причин различного поведения магнитосопротивления поликристаллических ВТСП иттриевой и висмутовой систем.
4. Изучение механизмов быстрой релаксации в монокристаллах  $(La_{0.5}Eu_{0.5})_{0.7}Pb_{0.3}MnO_3$

Научная новизна: К научной новизне данной работы можно отнести следующее:

1. Обнаружены общие закономерности и различия влияния термомагнитной предыстории на эффекты магнитосопротивления в поликристаллических ВТСП.

2. Обнаружена быстрая релаксация магнитосопротивления после импульсного воздействия магнитного поля в монокристаллических замещенных манганитах лантана, которая связана с примесным фазовым расслоением в них.

Практическая ценность. В данной работе изучаются магнитотранспортные свойства поликристаллических ВТСП на основе иттрия, висмута, а также влияние воздействия импульсного магнитного поля на релаксацию магнитосопротивления в замещенных манганитах лантана. Практический интерес в таких соединениях представляет возможное использование эффектов высокотемпературной сверхпроводимости и колоссального магнитосопротивления. Так же, к практической значимости работы можно отнести разработку и создание новых экспериментальных установок по исследованию магнитотранспортных свойств твердых тел в широком интервале полей и температур.

На защиту выносятся:

1. Модернизированные и автоматизированные экспериментальные установки «Автоматизированный вибрационный магнетометр со сверхпроводящим соленоидом», установка для измерения транспортных свойств твёрдых тел в магнитных полях СТ-1, созданная, с участием автора, установка сильных импульсных магнитных полей и

поставленная методика измерения сопротивления в сильных импульсных магнитных полях.

2. Результаты измерения магнитных и транспортных характеристик поликристаллических  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ,  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  и текстуры  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x + \text{Ag}$ , а именно зависимостей  $R(T)$ ,  $R(H)$ ,  $M(H)$ ,  $M(T)$ .

3. Результаты измерений вольт–амперных характеристик вышеуказанных образцов.

4. Результаты измерений релаксации магнитосопротивления в замещенных манганитах лантана  $(\text{La}_{0.5}\text{Eu}_{0.5})_{0.7}\text{Pb}_{0.3}\text{MnO}_3$  после выключения сильного импульсного магнитного поля. Анализ полученных результатов согласно общепризнанным представлениям о магнитосопротивлении в замещенных манганитах лантана.

Личный вклад автора. При участии автора создана установка импульсных сильных магнитных полей, модернизированы и автоматизированы установки СТ–1 и Вибрационный магнетометр. Автор принимал активное участие в интерпретации полученных результатов, подготовке к публикации научных статей и тезисов конференции.

Апробация. Результаты, полученные в работе, докладывались на конференциях: Фундаментальные проблемы сверхпроводимости III 2008 13–17 Октября 2008 года г. Звенигород; Фундаментальные проблемы сверхпроводимости IV 2011 3–7 октября 2011 года г. Звенигород; V Байкальская международная конференция «Магнитные материалы. Новые технологии» 21-25 Сентября 2012, г. Иркутск.

Публикации: По теме диссертации опубликовано 3 статьи в рецензируемых журналах, 2 публикации в сборниках тезисов конференций и 1 электронная публикация.

Благодарности. Автор искренне благодарен научному руководителю Шайхутдинову К.А. за постановку задачи и руководство работой, а также Балаеву Д.А., Попкову С.И., Дубровскому А.А., Балаеву А.Д. за помощь при выполнении работы. Также хочется выразить признательность за предоставленные образцы М.И. Петрову и К.А. Саблиной.

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, приложения, и список цитированной литературы (90 наименований). Содержит 101 страницу машинописного текста, включая 40 рисунков.

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

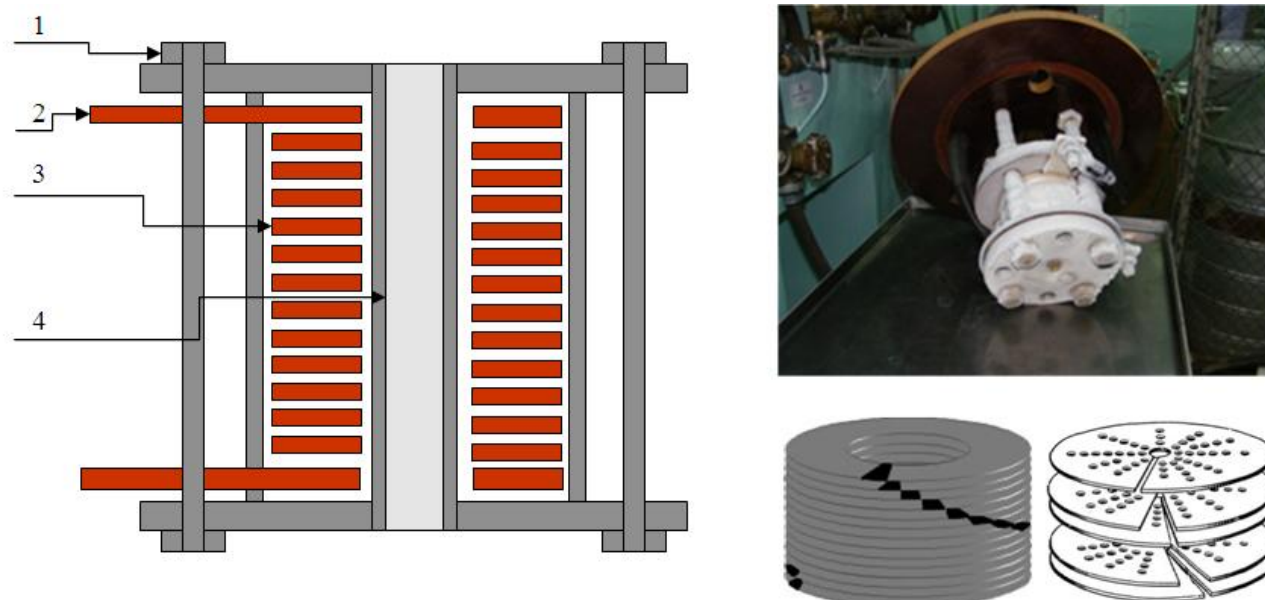
Во введении указана актуальность темы, сформулирована цель, показаны новизна и практическая ценность исследований, приведена аннотация полученных результатов и структура диссертации.

В первой главе проведен обзор экспериментальных работ, посвященных магнитосопротивлению систем на основе ВТСП, обзор работ, посвященных магнитосопротивлению замещенных манганитов лантана. В конце литературного обзора дана постановка задачи.

Во второй главе описаны основные принципы работы установки сильных импульсных магнитных полей (подробное описание и электрическая схема приведены в приложении), созданной при участии автора. Для создания импульса магнитного поля используется разряд батареи конденсаторов через охлажденный медный соленоид биттеровского типа (рис. 1). Технические характеристики установки: рабочий диаметр соленоида 13 mm; длительность импульса 5–20 ms; максимальная индукция магнитного поля 400 kOe; диапазон рабочих температур от 77,4 K до 300 K. Для сбора данных и управления экспериментом используются цифровой осциллограф и ЭВМ с программой, написанной на языке программирования LabView.

Также в главе описано проведенная модернизация и автоматизация установки «Вибрационный магнетометр со сверхпроводящим соленоидом» для замены морально и физически устаревшей системы сбора данных на базе ЭВМ Электроника 60 и стандарта КАМАК.

Для проведения транспортных измерений свойств твердых тел в постоянных магнитных полях в магнитных полях до 15 kOe автором была автоматизирована установка СТ-1 на основе электромагнита ФЛ–1. Приводится описание данной установки и алгоритмов автоматизации измерений.



**Рис. 1. Общий вид и схема соленоида (справа) и его чертеж (слева). Цифрами обозначено: 1 – стягивающие болты; 2 – токонесущие шины; 3 – медные диски; 4 – рабочий объем.**

В главе описываются методы измерения сопротивления в импульсном магнитном поле с использованием фазочувствительной фильтрации сигналов и в постоянном магнитном поле четырехзондовым методом. Также в данной главе описаны методики приготовления образцов и их микрофотографии, а именно: поликристаллических  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ,  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ , текстуры  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x + \text{Ag}$  и замещенных манганитов лантана  $(\text{La}_{0.5}\text{Eu}_{0.5})_{0.7}\text{Pb}_{0.3}\text{MnO}_3$ .

В третьей главе исследуются общие закономерности влияния термомагнитной предыстории на эффекты магнитосопротивления, а также проявление при таких измерениях режимов диссипации в подсистемах межкристаллитных границ и кристаллитов для классических ВТСП систем (иттриевая, висмутовая). На рис. 2а приведены зависимости  $R(T)$  образца  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  (YBCO), измеренные при различной термомагнитной предыстории в поле 150 Ое. Подобно большинству слабосвязанных сверхпроводников эти зависимости имеют двухступенчатый характер: резкий скачок, соответствующий переходу сверхпроводящих гранул, и плавный переход до температуры  $T_{C0}$  (критическая температура), уширяющийся в магнитном поле, который определяется переходом джозефсоновских связей. Величину  $R_{NJ}$ , показанную на рис. 2а, можно считать нормальным сопротивлением джозефсоновской сети [2–4]. Видно, что при повышении температуры разрушение сети джозефсоновских переходов происходит раньше для случая ZFC; иными словами,  $T_{C0(ZFC)} < T_{C0(FC)} < T_{C0(FC,H=0)}$  или  $R_{FC(H=0)} \leq R_{FC} \leq R_{ZFC}$  (при  $T = \text{const}$ ,  $FC(H=0)$  – режим охлаждения в поле с последующим его выключением).

Типичные температурные зависимости магнитного момента  $M(T)$  образца YBCO, измеренные в тех же режимах, что  $R(T)$ , приведены на рис. 2б. Они типичны для ВТСП:  $|M_{FC}| < |M_{ZFC}|$ . Положительная величина магнитного момента  $M_{FC(H=0)} > 0$  объясняется захватом магнитного потока в ВТСП–гранулах при охлаждении в поле.

Температуру, при которой зависимости  $M(T)_{FC}$  и  $M(T)_{ZFC}$  для одного значения  $H$  начинают совпадать, определяют как температуру необратимого поведения

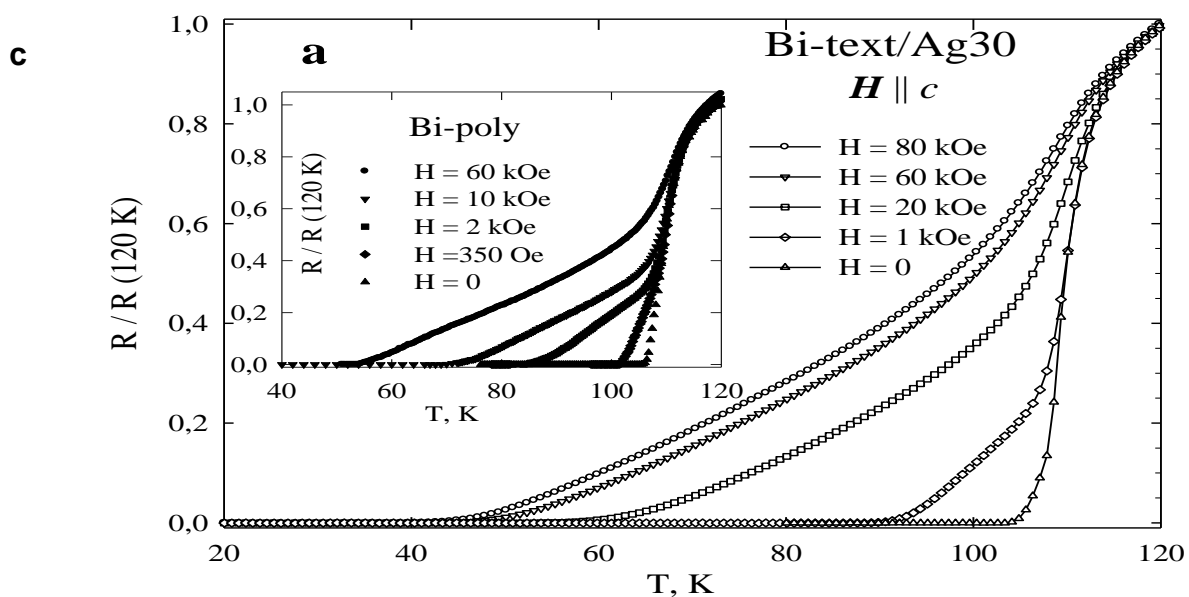
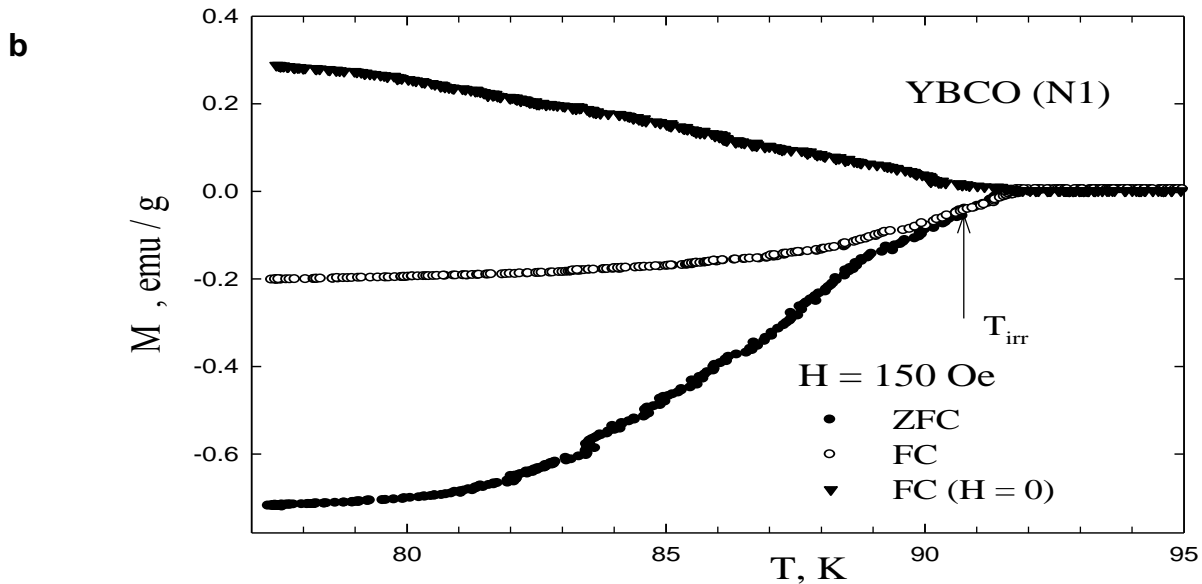
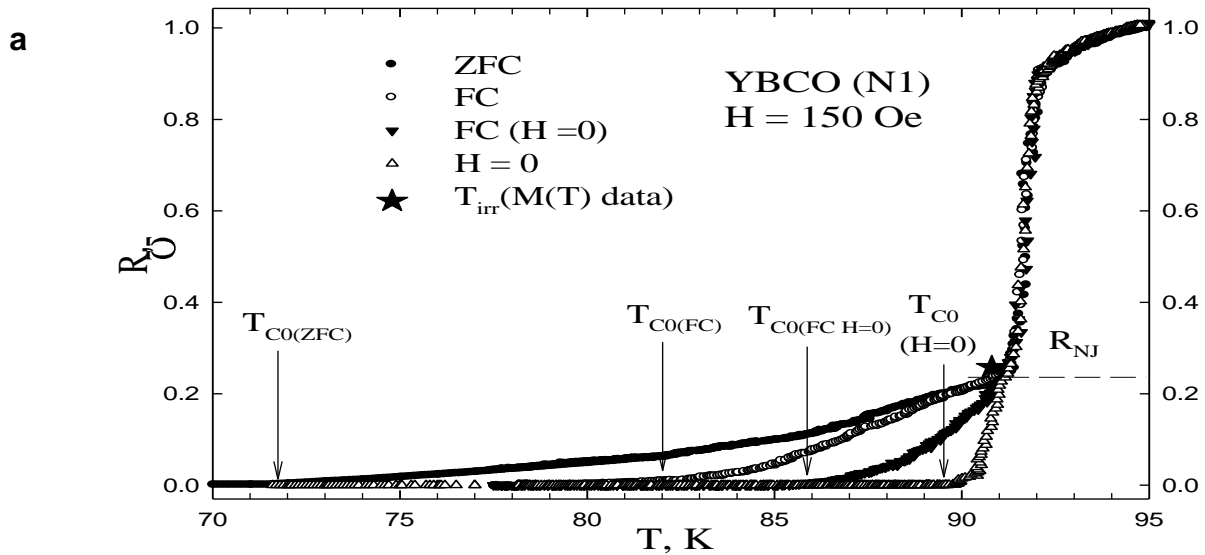


Рис.2 R(T) и M(T) для различных режимов термомагнитной предыстории для  $YBa_2Cu_3O_7$  и  $Bi_{1.8}Pb_{0.3}Sr_{1.9}Ca_2Cu_3O_x$ . Видно различие магнитосопротивления ВТСП систем: двухступенчатость иттриевой и плавный вид зависимостей для висмутовой.

намагниченности  $T_{irr}$ , а значение этого поля называют полем необратимости  $H_{irr}$  при данной температуре [5]. Пример определения  $T_{irr}$  показан на рис. 2b.

Объяснить различия в поведении зависимостей  $R(T)$  при использованных режимах термомагнитной предыстории можно используя модель гранулярного ВТСП [6]. Линии магнитной индукции, индуцированные магнитными моментами ВТСП–гранул, замыкаются через межгранульное пространство, а значит межгранульные границы находятся в эффективном поле  $V_{eff}$  — суперпозиции внешнего и индуцированного поля:  $V_{eff}(H) = H + 4\pi\alpha(H) M(H)$ .  $|M_{ZFC}| > |M_{FC}|$  при  $T < T_{irr}$ , следовательно,  $V_{eff ZFC} > V_{eff FC}$ . Из этого рассмотрения следует, что при  $T < T_{irr}$  выполняется неравенство  $V_{eff}(ZFC) > V_{eff}(FC (H=0))$ . В случае, когда диссипация происходит только в межгранульных границах, магнитосопротивление определяется величиной  $V_{eff}$ . Очевидно, что  $R \sim V_{eff}$ . Такое рассмотрение объясняет разницу  $R(T)$  в исследованных режимах (рис. 2a). Кроме того, с ростом температуры разница  $|M_{ZFC} - M_{FC}|$  уменьшается (рис. 2b). Ввиду этого по мере приближения температуры к  $T_{irr}$  значения  $V_{eff}$  для режимов FC и ZFC также становятся близкими.

Иная картина наблюдается для текстуры и поликристалла  $Bi_{1.8}Pb_{0.3}Sr_{1.9}Ca_2Cu_3O_x$  (BSCCO) – данные для  $R(T)$  (рис. 2c) в режимах FC и ZFC совпадают, хотя  $T_{irr}$  на зависимостях  $M(T)$  указать можно. Причину различия поведения иттриевой и висмутовой систем можно понять, рассмотрев поведение линий необратимости  $H_{irr}(T)$  и величины температуры  $T_{C0}$  (рис. 3) в координатах  $H-T$ . На рисунке видно относительное положение линий необратимости  $H_{irr}(T)$  и зависимостей  $T_{C0(ZFC)}(H)$  – для YBCO зависимость  $T_{C0(ZFC)}(H)$  в координатах  $H-T$  располагается всегда ниже линии необратимости  $H_{irr}(T)$ :  $T_{C0(ZFC)} < T_{irr}$  при  $H = const$ , тогда как для висмутового образца значения  $T_{C0}$  больше величин  $T_{irr}$  при данной величине  $H$ . Для иттриевой системы есть достаточно большой диапазон температур между  $T_{C0}$  и  $T_{irr}$  при  $H = const$ , в котором и наблюдаются эффекты влияния термомагнитной предыстории (FC и ZFC) на зависимость  $R(T)$ , в то время как для висмутовой системы зависимости  $M(T)$  в режимах FC и ZFC начинают совпадать при температуре, меньшей  $T_{C0}$ . Можно заключить, что для висмутовой системы одновременно переходят в резистивное состояние и слабые связи на межгранульных границах, и сами ВТСП–кристаллиты.

Эффекты термомагнитной предыстории в транспортных измерениях для висмутовых соединений, однако, можно наблюдать, если во внешнем поле  $H$ , меньшем  $H_{irr}$  (при данной  $T$ ), целенаправленно перевести подсистему слабых связей в резистивное состояние транспортным током – то есть провести измерения ВАХ в режимах FC и ZFC. На рис. 4 приведены ВАХ образца BSCCO (ориентация  $H \parallel c$ ) при  $T = 77.4$  К в режимах FC и ZFC, а также при  $H = 0$ . Видно, что магнитосопротивление в случае ZFC больше, чем в случае FC, подобно данным для YBCO. В поле  $H = 700$  Ое этот эффект становится практически незаметным, поскольку разница  $|M_{ZFC} - M_{FC}|$  при  $T = 77.4$  К уменьшается и ее влияние на эффективное поле в межгранульной среде становится незначительным.

Двухступенчатый переход в сверхпроводящее состояние, наблюдающийся при измерениях  $R(T)$  во внешних полях, проявляется и в изотермах  $R(H)$ . На рис. 5 приведены зависимости  $R(H)$  при различных температурах. Для YBCO (рис. 5a) при температурах, достаточно далеких от  $T_C$ , диссипация происходит только в межгранульных границах, и зависимости  $R(H)$  имеют тенденцию к насыщению. С повышением температуры на зависимостях  $R(H)$  появляется особенность — точка перегиба при  $H = H^*$ . Слева от  $H^*$   $R(H)$  определяется диссипацией в межгранульных границах, справа, очевидно, — диссипацией в ВТСП–гранулах. Смена знака кривизны соответствует переходу от одного режима к другому. Величина  $R_{NJ}$  – значение  $R$  в точке перегиба – является „максимальным“ магнитосопротивлением от подсистемы слабых связей. Это можно видеть, сравнивая зависимости  $R(T)$  (рис. 2a) и  $R(H)$  (рис. 5a). Зависимости  $R(H)$  образца BSCCO, измеренные при  $T = 77.4$  К, ориентации  $H \parallel c$  и различных значениях транспортного тока, приведены на рис. 5b. «Двухфазность» системы, проявляемая в тенденции к насыщению, а затем, с ростом

внешнего поля, к появлению смены знака кривизны зависимости  $R(H)$ , появляется только при токе  $I \geq 200$  мА. При  $I = 0.8 \div 1.0$  А зависимости  $R(H)$  для образца BSCCO подобны аналогичным зависимостям  $R(H)$  для иттриевой системы. Смена знака кривизны происходит при  $H^* \sim 2$  кОе ( $H \parallel c$ ), причем эта величина  $H^*$  близка к значению  $H_{irr}$  при 77 К.

Для ориентации  $H \parallel a-b$  зависимости  $R(H)$  также демонстрируют указанные особенности (вставка к рис. 5b), смена знака кривизны происходит в окрестности  $H^* \sim 4$  кОе. Рост  $R(H)$  в полях выше 4 кОе происходит медленнее, чем в случае  $H \parallel c$ . Эти особенности наблюдаются при условиях, когда транспортный ток сравним с  $I_{C(H=0)}$  при данной температуре. При относительно малых величинах транспортного тока диссипация в диапазоне слабых полей, как и в случае гранулярного YBCO, обусловлена разрушением носителей при туннелировании через межкристаллитные границы. Однако при величине  $H^*$ , при которой появляется магнитосопротивление в кристаллитах BSCCO, магнитосопротивление подсистемы межкристаллитных границ еще далеко от насыщения. При  $H > H^*$  процессы диссипации происходят как в кристаллитах, так и в границах. Поэтому не наблюдается резкого увеличения магнитосопротивления при  $H \sim H^*$ . Относительно большой транспортный ток переводит подсистему межкристаллитных границ в резистивное состояние при меньшей величине внешнего поля (или при  $H = 0$ , если  $I > I_C(H = 0)$ ). Поэтому только при достаточно больших величинах  $I$  наблюдается тенденция к насыщению на зависимости  $R(H)$ . При этом появление диссипации в кристаллитах при  $H \sim H^*$  четко проявляется на зависимости  $R(H)$ . Для иттриевой системы такое поведение проявляется при достаточно малых величинах транспортного тока.

Наблюдаемое различие в магниторезистивных свойствах этих классических ВТСП можно интерпретировать следующим образом. Для YBCO энергия джозефсоновской связи, характеризующая подсистему межгранулярных границ, много меньше соответствующей характеристике самих гранул YBCO; иными словами  $j_{CJ} \ll j_{CG}$  (индексы J и G соответствуют джозефсоновской среде и гранулам). То же самое можно сказать и про систему BSCCO, однако сильное условие  $j_{CJ} \ll j_{CG}$  нарушается во внешних полях. Причиной этого является различие в поведении линий необратимости для YBCO и BSCCO (рис. 3). Несмотря на более низкое значение  $T_C$ , значения  $H_{irr}$  для иттриевой системы на порядок превышают эти величины в BSCCO для  $H \parallel c$  уже при температуре 80 К. Такое поведение линии необратимости известно и широко обсуждалось [7].

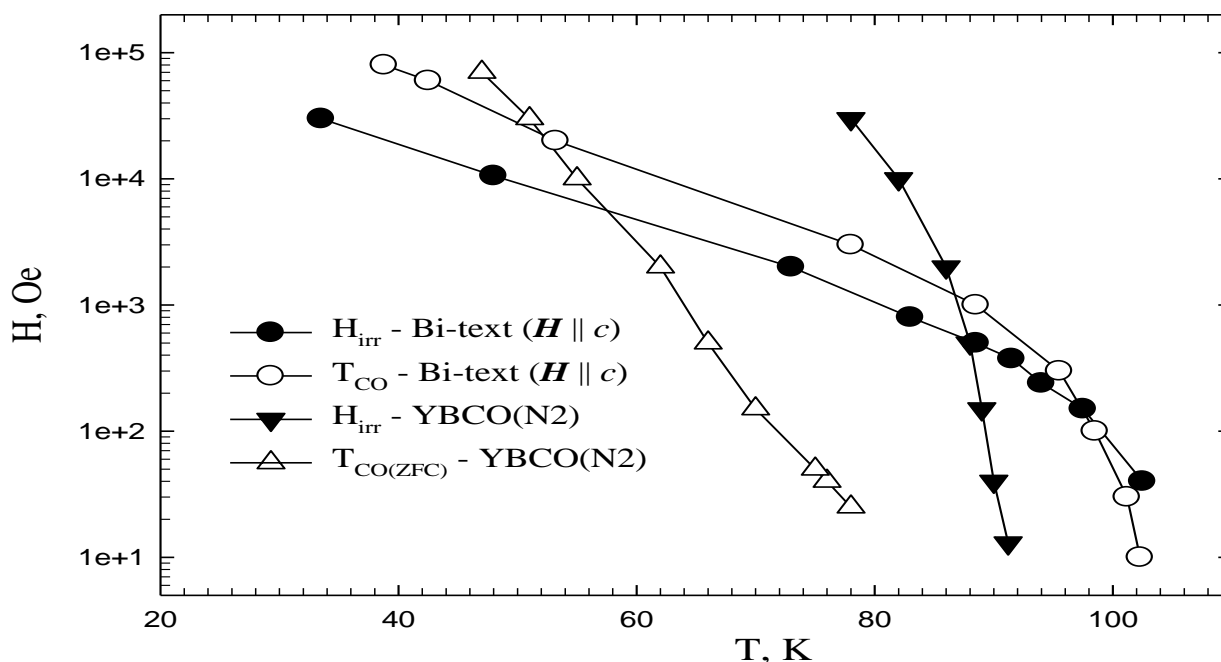


Рис. 3. Поведение линии необратимости  $H_{irr}$ , а также  $T_{co(ZFC)}(H)$  в координатах  $H$ - $T$ .



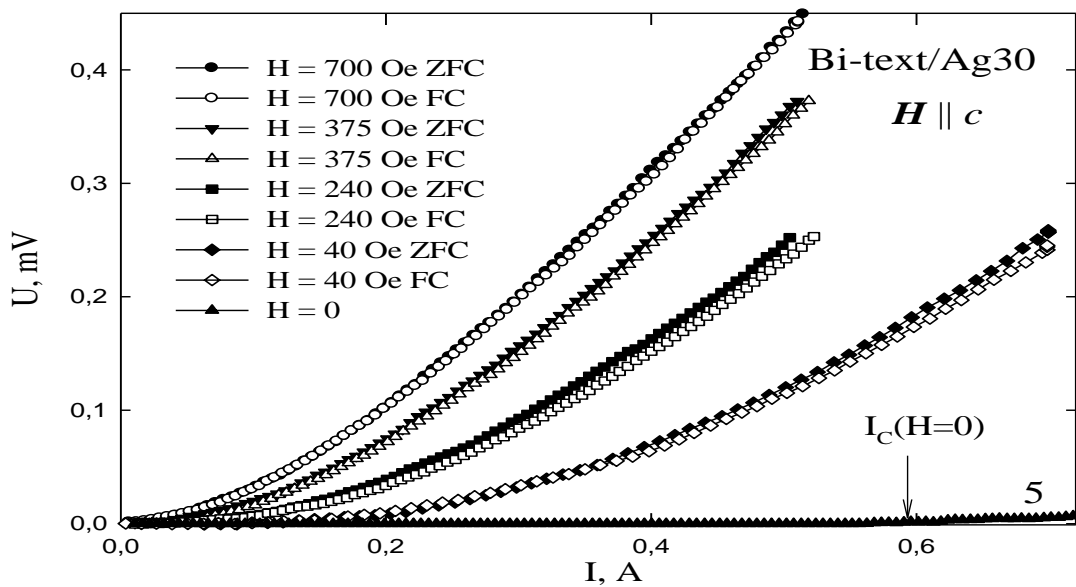


Рис. 4. ВАХ BSCCO при  $T=77.4$  К в режимах FC и ZFC и при  $H=0$ .

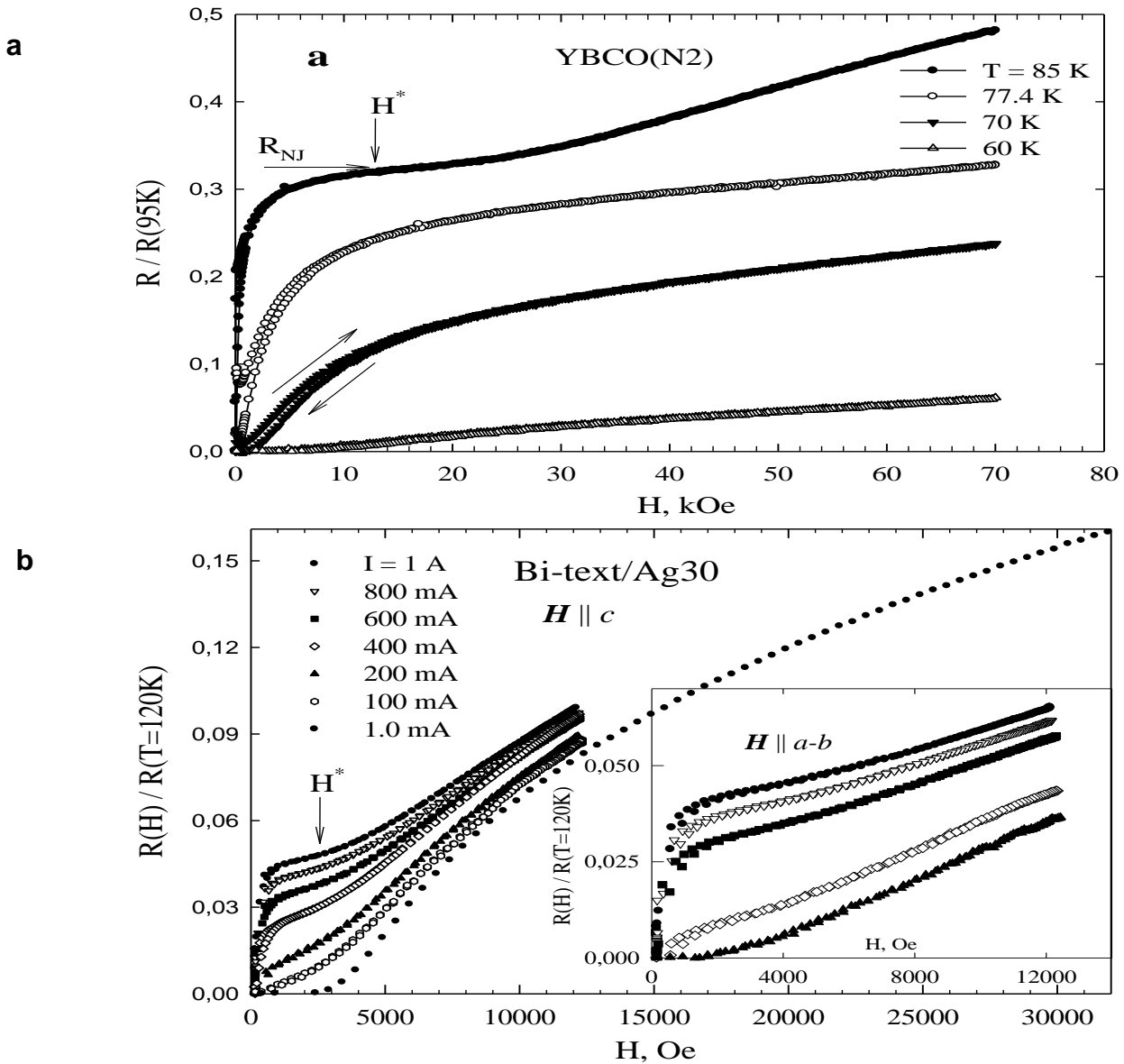


Рис. 5 Зависимости  $R(H)$  при различных температурах для  $YBa_2Cu_3O_7$  (a); и при различных токах для  $Bi_{1.8}Pb_{0.3}Sr_{1.9}Ca_2Cu_3O_x$  (b,  $T=77.4$  К).

Именно относительно низкие значения полей необратимости системы BSCCO обуславливают отличие поведения ее магниторезистивных свойств от YBCO. Во внешних полях порядка  $H_{irr}$  процессы диссипации могут происходить и в подсистеме границ, и в кристаллитах BSCCO. Указанное свойство системы BSCCO проявляется и в отличии формы зависимостей  $R(T)$  во внешних полях от системы YBCO. Для YBCO можно четко разделить вклад от межгранульных границ и их сопротивление в „нормальном“ состоянии –  $R_{NJ}$  (рис. 2а). Для текстурированного BSCCO невозможно выделить участок зависимости  $R(T)$ , определенно соответствующий вкладу от той или иной подсистемы (рис. 2с). Величина  $R$ , при которой после резкого падения сопротивления начинается „плавная часть“ зависимости  $R(T)$ , увеличивается с ростом внешнего поля. Такое поведение характерно не только для текстурированного ВТСП, но и для поликристаллов ВТСП на основе висмута [8,9]. Другим фактором, влияющим на появление особенностей на зависимостях  $R(H)$ , соответствующих началу диссипации в кристаллитах BSCCO, является анизотропия самих кристаллитов. В случае  $H \parallel a-b$  смена знака кривизны зависимости  $R(H)$  выражена слабее (вставка на рис. 5b); кроме того, значение  $H^*$  выше, чем для случая  $H \parallel c$ . При хаотической ориентации кристаллитов в поликристалле висмутового ВТСП следует ожидать, по крайней мере, размытия данной особенности.

В четвертой главе описывается поведение релаксации магнитосопротивления с временами порядка  $10^{-3}$  s монокристаллического замещенного манганита лантана  $(La_{0.5}Eu_{0.5})_{0.7}Pb_{0.3}MnO_3$  в импульсном магнитном поле вплоть до 250 кОе и в различных температурах, а также проведен анализ и предложен механизм такой релаксации – релаксация проводящей и диэлектрической фаз.

На рис. 6 [10] приведены температурные зависимости электросопротивления монокристаллического образца  $(La_{0.5}Eu_{0.5})_{0.7}Pb_{0.3}MnO_3$ , в различных постоянных внешних магнитных полях  $H = 0, 20, 50, 90$  кОе, а также в импульсном магнитном поле  $H=250$  кОе, при котором наблюдается полное насыщение магнитосопротивления. На вставке к рис. 6 представлены значения магниторезистивного эффекта  $MR = \Delta R(H)/R(0)$ , %. На рис. 7 приведены временные зависимости приложенного импульсного магнитного поля, и магнетосопротивления образца. Из рисунка видно, что в момент включения магнитного поля наблюдается эффект отрицательного магнитосопротивления. Затем, когда магнитное поле спадает, величина сопротивления стремится вернуться в свое исходное значение. Момент выключения поля хорошо виден по узкому пику на 15 ms импульса – этот скачок соответствует закрытию тиристора в колебательном контуре соленоид – конденсаторы импульсной установки. Видно, что при выключении поля остается некоторый уровень сопротивления, релаксирующий со временем ( $\sim 15$  ms) до первоначального сопротивления образца.

Ранее, некоторыми авторами [11,12], наблюдавшими релаксацию магнитосопротивления со временами порядка миллисекунд в больших магнитных полях на поликристаллических пленках, высказывалось предположение, что такая релаксация связана со спин-зависимым транспортом при туннелировании носителей тока через антиферромагнитные границы ферромагнитных гранул манганита. Однако, наблюдаемая нами схожая релаксация на монокристаллическом образце исключает возможность такого механизма, из-за отсутствия самих границ гранул. Возможно, что подобные явления происходят на границах двойникования и дефектах в кристалле, однако не исключено что, релаксация связана с изменением соотношения между проводящей и диэлектрической фазами в объеме кристалла под действием магнитного поля.

На рис. 8 приведены зависимости сопротивления от времени при различных температурах, начало кривой совпадает с моментом выключения поля, амплитудой  $H=250$  кОе, при котором величина магниторезистивного эффекта максимальна и достигает насыщения (см. рис. 6). Узкий пик на начальном участке кривых не связан с магнитосопротивлением образца, а обусловлен электромагнитным импульсом, сопровождающим размыкание колебательного контура соленоид – конденсаторы.

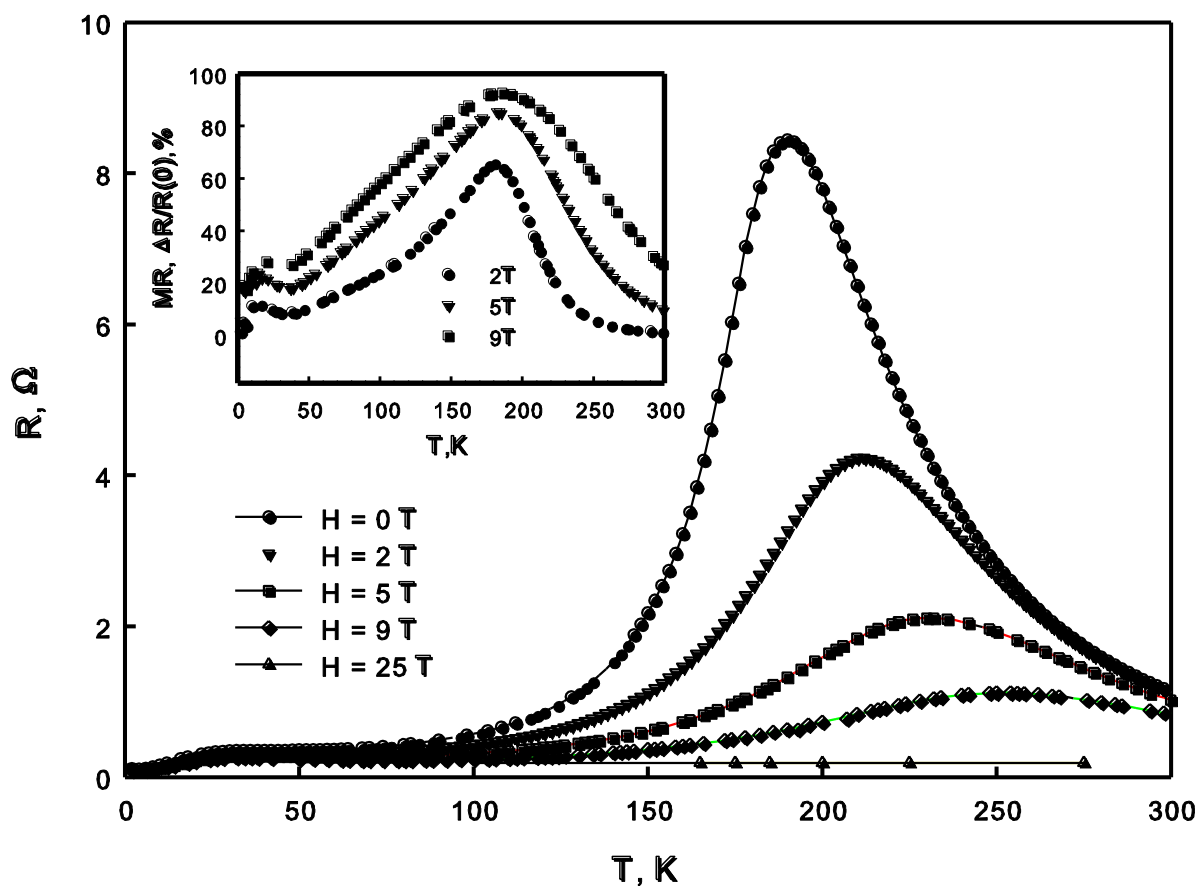


Рис. 6. Зависимость  $R(T)$  и  $\Delta R/R_0(T)$  в различных полях [10]. Видно, что при  $H=250$  кОе магнитосопротивление полностью насыщается.

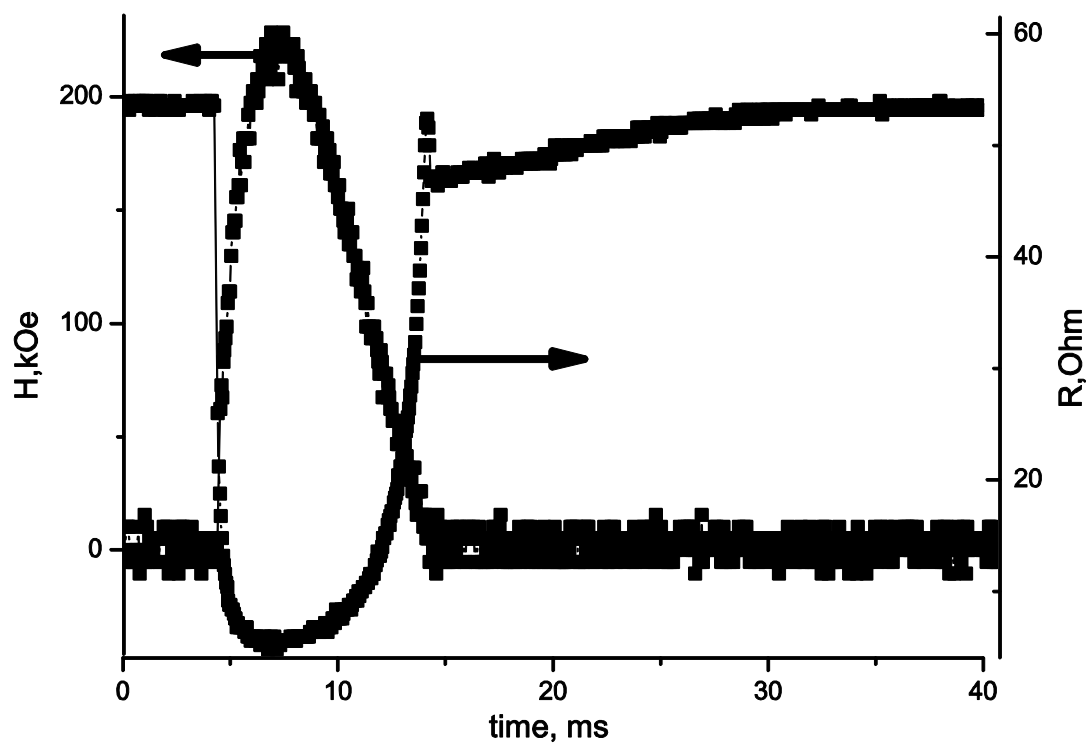


Рис. 7. Зависимости приложенного поля  $H(t)$  и сопротивления образца  $R(t)$  от времени.

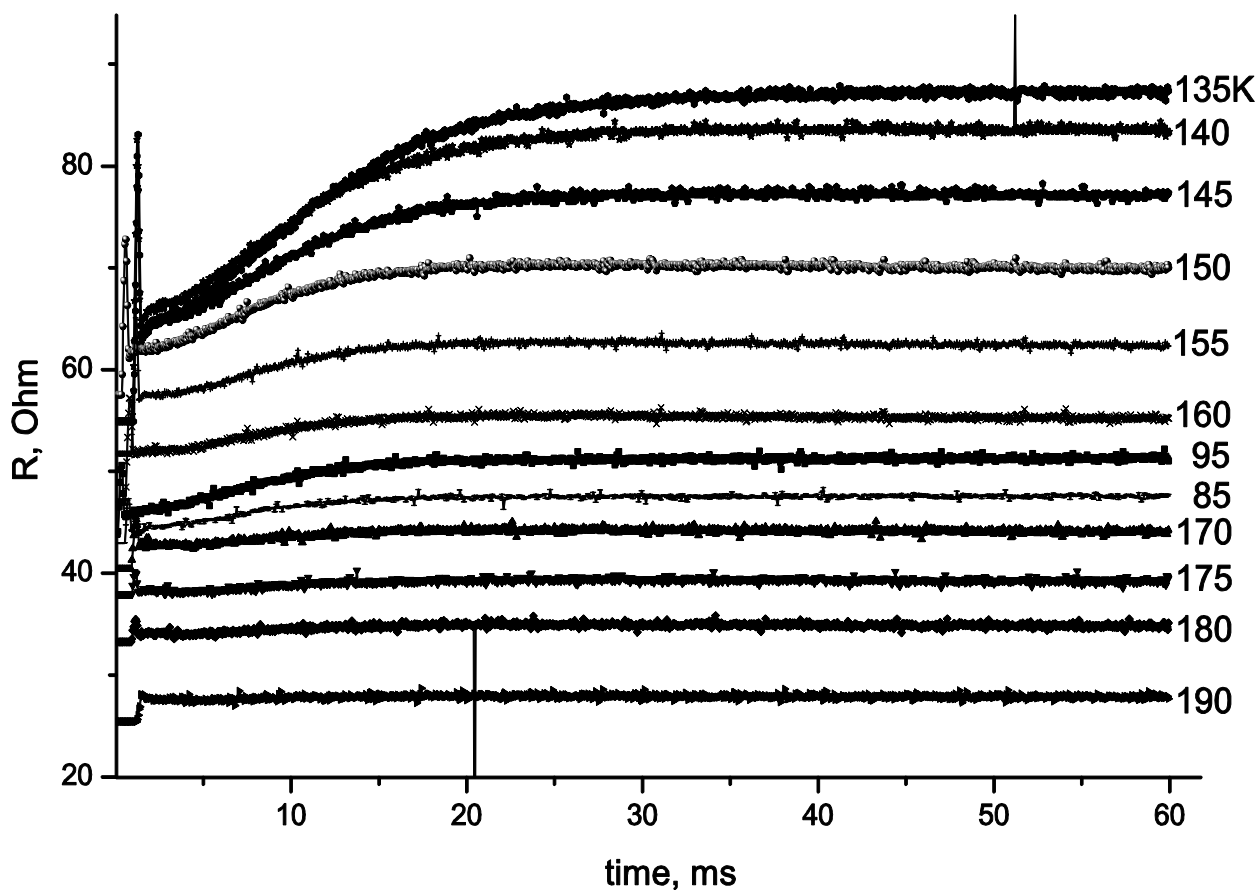


Рис. 8. Зависимости  $R(T)$  для различных температур и поля  $H=250$  кОе. Представлена только релаксация – часть кривой после выключения магнитного поля.

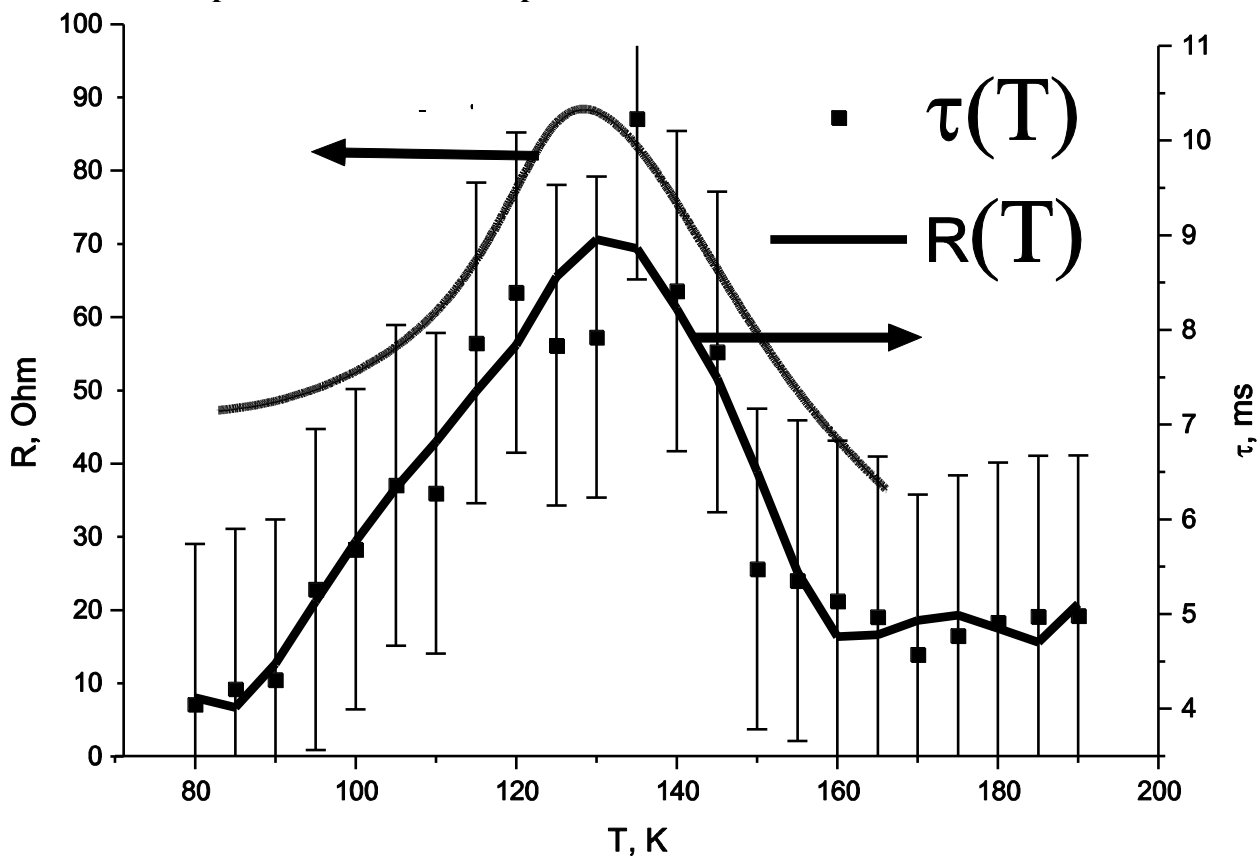


Рис. 9. Зависимость параметра  $\tau$  от температуры, сглаженная кривая  $\tau(t)$ , и  $R(T)$  того же образца.

Полученная временная зависимость  $R(t)$  легко аппроксимируется функцией вида  $R(t) = R_n - R_0 \exp(-(t-t_0)/\tau)$ , где  $R_0, R_n, t_0$  – подгоночные параметры, отвечающие за совпадение начальных точек кривых, а  $\tau$  – параметр, характеризующий коэффициент затухания. Выбор параметров аппроксимация кривой происходил путем минимизации ошибки между экспериментом и получаемой функцией. После обработки кривых релаксации магнитосопротивления, при всех указанных температурах, была получена кривая параметра  $\tau$  от температуры  $\tau(T)$ , представленная на рис. 9. Видно, что температурная зависимость параметра  $\tau$  качественно совпадает с температурной зависимостью электросопротивления образца. Качественно такое поведение можно объяснить, приняв во внимание энергию границ ферромагнитных областей. При охлаждении образца, согласно модели фазового расслоения [13], в образце появляются ферромагнитные области. Насыщение магнитосопротивления в полях  $\sim 250$  кОе означает, что весь объем материала занят ферромагнитной фазой и фазового расслоения не наблюдается. После выключения магнитного поля начинается обратный процесс фазового расслоения, при этом, количество проводящих и диэлектрических областей в кристалле определяется температурой. При температуре перехода металл–диэлектрик в образце начинает формироваться бесконечный проводящий кластер, а количество проводящих и диэлектрических областей, а соответственно, и межфазных границ максимально. Именно при данных температурах и наблюдается наибольшая релаксация магнитосопротивления. По мере удаления от температуры перехода металл–диэлектрик как в область более высоких, так и в область более низких температур, степень фазового расслоения уменьшается, что также соответствует уменьшению параметра  $\tau$ .

В заключении диссертации сформулированы основные выводы диссертационной работы:

1. Модернизирована и автоматизирована экспериментальная установка «Автоматизированный вибрационный магнетометр со сверхпроводящим соленоидом»
2. Автоматизирована экспериментальная установка для измерения транспортных свойств твёрдых тел в магнитных полях СТ–1.
3. Создана, с участием автора, установка сильных импульсных магнитных полей и поставлена методика измерения сопротивления в сильных импульсных магнитных полях.
4. Поведение зависимостей  $R(T)$  гранулярных ВТСП в различных режимах термомагнитной предыстории объяснено различным вкладом магнитных моментов сверхпроводящих гранул в эффективное поле в межгранулярной среде.
5. Обнаруженное различие в поведении магнитосопротивления для классических иттриевой и висмутовой ВТСП систем объяснено более низкими величинами полей необратимости висмутовых ВТСП.
6. Исследовались изотермы магнитосопротивления замещенных манганитов лантана  $(La_{0.5}Eu_{0.5})_{0.7}Pb_{0.3}MnO_3$  в импульсных полях, которые демонстрируют небольшой гистерезис и релаксацию. Зависимость параметра  $\tau(T)$  релаксации магнитосопротивления с характерным временем  $\sim 10^{-3}$  с в полях свыше 250 кОе качественно согласуются с ходом зависимости  $R(T)$ , параметр релаксации  $\tau$  отражает количество границ в объеме.

### Основные результаты диссертации опубликованы в работах:

1. Балаев Д.А., Быков А.А., Семенов С.В., Попков С.И., Дубровский А.А., Шайхутдинов К.А., Петров М.И. Общие закономерности магниторезистивных эффектов в поликристаллических иттриевой и висмутовой системах ВТСП // ФТТ. - 2011. - Vol.53, №5. - С. 865- 874.
2. Balaev D. A., Popkov S.I., Semenov S.V., Bykov A. A., Sabitova E.I., Dubrovskiy A. A., Shaikhutdinov K. A., Petrov M.I. Contributions from Inter-grain Boundaries to the Magneto-resistive Effect in Polycrystalline High-T C Superconductors. The Underlying Reason of Different Behavior for YBCO and BSCCO Systems // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. - 2011. - Vol.24, №7. - P. 2129–2136.
3. Balaev D. A., Popkov S.I., Semenov S.V., Bykov A. A., Shaykhutdinov K. A., Gokhfeld D.M., Petrov M.I. Magnetoresistance hysteresis of bulk textured  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x+\text{Ag}$  ceramics and its anisotropy // Physica C: Superconductivity. - 2010. - Vol.470, №1. - P. 61–67.
4. Bykov A.A., Popkov S.I., Shaykhutdinov K.A., Sablina K.A. Magnetoresistance relaxation in  $(\text{La}_{0.5}\text{Eu}_{0.5})_{0.7}\text{Pb}_{0.3}\text{MnO}_3$  single crystals under the action of a pulse magnetic field. // URL: <http://arxiv.org/abs/1204.3987>. Дата обращения: 1.04.2012
5. А.А. Быков, Д.А. Балаев, С.И. Попков, К.А. Шайхутдинов, М.И. Петров. Резистивный переход поликристаллического ВТСП в магнитном поле. Роль эффективного поля в межгранульной среде. // Сборник трудов. Третья международная конференция «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости» ФПС'08 13–17 Октября 2008 года г. Звенигород С.113–114.
6. А.А. Быков, Д.А. Балаев, С.И. Попков, С.В. Семенов, С.В. Сабитова, К.А. Шайхутдинов, А.А. Дубровский, М.И. Петров. Причина различного поведения магниторезистивных свойств гранулярных ВТСП иттриевых и висмутовых систем. // Сборник расширенных тезисов, Четвертая международная конференция «Фундаментальные проблемы высокотемпературной сверхпроводимости» ФПС'11 3–7 Октября 2011 Года Г. Звенигород С. 179-180.
7. А.А. Быков, С.И. Попков, К.А. Шайхутдинов, К.А. Саблина. Релаксация магнитосопротивления  $(\text{La}_{0.5}\text{Eu}_{0.5})_{0.7}\text{Pb}_{0.3}\text{MnO}_3$  после воздействия импульсного магнитного поля. Материалы конференции, V Байкальская международная конференция «Магнитные материалы. Новые технологии» 21-25 Сентября 2012, г. Иркутск, С. 130.

## Цитированная литература

1. Hwang H.Y., Iwasa Y., Kawasaki M., Keimer B., Nagaosa N., Tokura Y. Emergent phenomena at oxide interfaces. // *Nature materials*. – 2012. – Vol.11, №2. – P. 103–113.
2. Gaffney C., Petersen H., Bednar R. Phase-slip analysis of the non-ohmic transition in granular  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.9}$  // *Physical Review B*. – 1993. – Vol.48, №5. – P. 3388–3392.
3. Gamchi H.S., Russell G.J., Taylor K.N.R. Resistive transition for  $\text{YBaCuO}$  composites: Influence of a magnetic field // *Physical Review B*. – 1994. – Vol.50, №17. – P. 12950–12959.
4. Балаев Д.А., Попков С.И., Шайхутдинов К.А., Петров М.И. Механизмы диссипации в джозефсоновской среде на основе ВТСП под действием магнитного поля // *Физика Твёрдого Тела*. – 2006. – Vol.48, №5. – С. 780–785.
5. Гинзберг Д.М. Физические свойства высокотемпературных сверхпроводников. – М.: Мир. 1990. – 543 с.
6. Балаев Д.А., Гохфельд Д.М., Дубровский А.А. Гистерезис магнитосопротивления гранулярных ВТСП как проявление магнитного потока, захваченного сверхпроводящими гранулами, на примере композитов  $\text{YBCO}$  // *ЖЭТФ*. – 2007. – Vol.1340, №6. С. 1340–1351.
7. Cohen L.F., Jensen H.J. Open questions in the magnetic behaviour of high-temperature superconductors // *Reports on Progress in Physics*. – 1997. – Vol. 60. – P. 1581–1672.
8. Pop A., Deltour R. Effect of Fe substitution for Cu in the mixed state of  $(\text{Bi,Pb})$ : 2223 superconductor // *Superconductor Science and Technology*. – 1997. – Vol.843. – P. 843–846.
9. Nkum R., Datars W. Weak link in ceramic In-doped  $\text{BiPbSCaCuO}$  // *Superconductor Science and Technology*. – 1995. – Vol.822. – P. 822–826.
10. Shaykhutdinov K.A., Popkov S.I., Balaev D.A., Semenov S.V., Bykov A.A., Dubrovskiy A.A., Sapronova N.V., Volkov N.V. Non-linear current-voltage characteristics of  $\text{LaEuPbMnO}$  single crystals: Possible manifestation of the internal heating of charge carriers // *Physica B: Condensed Matter*. – 2010. – Vol.405, №24. – P. 4961–4965.
11. Balevicius S., Vengalis B., Anisimovas F., Novickij J. Dynamics of resistivity response of  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$  films in pulsed high magnetic fields // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2000. – Vol.211. – P. 243–247.
12. Kozlova N., Walter T., Dörr K., Eckert D., Handstein A., Skourski Y., Müller K.-H., Schultz L. Intergrain magnetoresistance and resistance relaxation of  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  thin films in pulsed magnetic fields up to 60T // *Physica B: Condensed Matter*. – 2004. – Vol.346–347. – P. 74–78.
13. Нагаев Э. Манганиты лантана и другие магнитные проводники с гигантским магнитным сопротивлением // *Успехи физических наук*. – 1996. – Vol.166, №8. – С. 833–858.

Подписано в печать 19 ноября 2012. Заказ № 99

Формат 60×90/16. Уч.–изд. л. 1.0.0 Тираж 70 экз.

Типография Института физики им. Л.В. Киренского СО РАН