Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского - обособленное структурное подразделение Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр Российской академии наук»

На правах рукописи

U Turs

Гимазов Ильнур Илхамович

Исследование короткоживущих возбуждений в купратных и железосодержащих сверхпроводниках

Специальность 1.3.12 —

«Физика магнитных явлений»

Диссертация на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: доктор физико-математических наук Таланов Юрий Иванович

Оглавление

| | | Стр. |
|----------|---|------|
| Введени | 1e | 5 |
| Глава 1. | . Физические основы методов исследования | |
| | и экспериментальная техника | 14 |
| 1.1 | Сопротивление постоянному току | 15 |
| 1.2 | Электропроводность на высоких частотах. Поверхностный | |
| | импеданс | 16 |
| 1.3 | Микроволновое поглощение в проводящих материалах | 19 |
| 1.4 | Микроволновое поглощение в системе спинов. Электронный | |
| | спиновый резонанс. | 20 |
| 1.5 | Техника для измерения микроволнового поглощения | |
| | и электронного спинового резонанса | 25 |
| 1.6 | Измерение сопротивления на постоянном токе | 28 |
| 1.7 | Измерение магнитной восприимчивости | 30 |
| 1.8 | Криогенная и вакуумная техника | 31 |
| | 1.8.1 Измерительный комплекс для работы на низких частотах | 32 |
| | 1.8.2 Измерительный комплекс для работы на высоких частотах . | 34 |
| 1.9 | Регистрация данных. Коммутация каналов | 36 |
| Глава 2. | . Флуктуации сверхпроводящего параметра порядка | |
| | в купратных сверхпроводниках | 37 |
| 2.1 | Постановка задачи и выбор образцов для исследования | 37 |
| 2.2 | Современное состояние исследований флуктуаций | |
| | сверхпроводящего параметра порядка | 40 |
| 2.3 | Экспериментальное проявление сверхпроводимости | |
| | в измерениях сопротивления и магнитной восприимчивости | 42 |
| 2.4 | Экспериментальное проявление флуктуаций сверхпроводящего | |
| | параметра порядка в измерениях МВП | 46 |

| | | | C | Стр. |
|---------|---|---|-----|------|
| 2.5 | Области | и существования ФСПП на фазовой диаграмме « p - T » | , . | 52 |
| Вы | воды | | | 54 |
| Глава 3 | 3. Динам | иические волны зарядовой плотности в купратных | | |
| | сверхі | проводниках | , . | 56 |
| 3.1 | Постано | овка задачи и выбор образцов для исследования | | 56 |
| 3.2 | Соврем | енное состояние исследований волн зарядовой плотности | • | 58 |
| 3.3 | Экспери | иментальное проявление динамических ВЗП | | |
| | в транси | портных измерениях | | 61 |
| 3.4 | Экспери | иментальное проявление динамических ВЗП | | |
| | в измер | ениях МВП | | 63 |
| 3.5 | Анализ | данных, полученных на низких частотах | • | 64 |
| 3.6 | Анализ | данных полученных на высоких частотах | • | 66 |
| 3.7 | Влияни | е магнитного поля на вклады ФСПП и динамических ВЗП | • | 68 |
| 3.8 | Области | ь существования динамических ВЗП на фазовой диаграмм | e | 70 |
| Вын | воды | | | 72 |
| | | | | |
| Глава 4 | 4. Иссле | дование магнитного состояния и спиновых | | |
| | флукт | уаций в железосодержащих сверхпроводниках | • | 73 |
| 4.1 | Постановка задачи и выбор образцов для исследования 7 | | | 73 |
| 4.2 | 2 Современное положение исследований магнитного состояния | | | |
| | железос | содержащих сверхпроводников | • | 78 |
| 4.3 | Исследо | ование магнитного состояния $EuFe_2As_2$ с помощью | | |
| | электронного спинового резонанса | | | 81 |
| | 4.3.1 | Характеризация образцов | | 81 |
| | 4.3.2 | Спектры ЭСР ионов Eu^{2+} | | 82 |
| | 4.3.3 | Угловые зависимости резонансных полей при | | |
| | , | температурах ниже точки магнитного упорядочения | | 87 |
| | 4.3.4 | Заключение | | 93 |

| 4.4 | Исследование критического поведения спиновых флуктуаций | | | | |
|-----------------------------|---|--|--|--|--|
| | в $EuFe_2As_2$ | | | | |
| | 4.4.1 | Критическое поведение | | | |
| | | магнитоупорядоченной фазы в $EuFe_2As_2$ | | | |
| | 4.4.2 | Динамические характеристики | | | |
| | | магнитоупорядоченной фазы в EuFe $_2As_2$ | | | |
| | 4.4.3 | Влияние магнитного поля на критическое | | | |
| | | поведение $EuFe_2As_2$ | | | |
| | 4.4.4 | Заключение | | | |
| 4.5 | Исслед | цование спиновых флуктуаций в $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ | | | |
| Выводы | | | | | |
| Заключение | | | | | |
| Список авторских публикаций | | | | | |
| Список литературы | | | | | |

Введение

Актуальность темы исследования. Сверхпроводимость как макроскопическое квантовое явление представляет большой интерес для исследователей физики конденсированного состояния. В сверхпроводящем состоянии электроны объединяются в куперовские пары, образуют бозе-конденсат, в результате открывается щель в окрестности уровня Ферми, сопротивление становится нулевым и возникает идеальный диамагнетизм. В случае традиционных сверхпроводников за такое спаривание электронов отвечает электрон-фононный механизм, развитый в работах Бардина, Купера и Шриффера (БКШ).

Теория БКШ хорошо объяснила свойства традиционных сверхпроводников. Для них характерно образование куперовских пар с нулевым суммарным импульсом и наличие изотропных сил притяжения между электронами во всех пространственных направлениях (s-симметрия). В этих материалах когерентное состояние возникает из-за слабого взаимодействия между электронами. Посредниками между электронами в парах являются фононы. Данная теория хорошо описывала сверхпроводящее состояние в сверхпроводниках-металлах, открытых после ртути, пока научное сообщество не столкнулось с проявлением сверхпроводимости в купратных материалах. В отличие от традиционных сверхпроводников купратные соединения представляют собой слоистые материалы с проводящими слоями CuO₂. Кроме того, у этих материалов критические температуры существенно выше по сравнению с металлическими сверхпроводниками. Их поведение не поддается описанию теорией БКШ.

Позднее были открыты новые классы высокотемпературных сверхпроводящих (ВТСП) материалов: железосодержащие (пниктиды, халькогениды), органические сверхпроводники и системы с тяжелыми фермионами. Общей особенностью высокотемпературных сверхпроводников является богатая фазовая диаграмма, на которой существуют и конкурируют параметры порядка разной природы. Наличие большого количества фаз на фазовой диаграмме ВТСП материалов объясняется наличием нескольких конкурирующих взаимодействий. Например, в купратных сверхпроводниках это: кулоновское отталкивание, обменное взаимодействие и взаимодействие электрона с решеткой. С изменением концентрации носителей тока путем легирования или с изменением давления, соотношение этих взаимодействий изменяется, что приводит к возникновению новых фаз, в том числе — сверхпроводимости. Также надо отметить, для большинства ВСТП материалов на фазовой плоскости антиферромагнитное состояние располагается в непосредственной близости от сверхпроводящего состояния, а иногда они даже перекрываются. Неудивительно, что магнитные корреляции считаются причастными к образованию куперовских пар.

Для объяснения сверхпроводимости в ВСТП материалах было предложено множество теоретических моделей. Одной из первых наиболее популярных моделей, основанных на магнитных эффектах, считается модель спинового мешка (spin bag) [1]. В соответствии с этой моделью, один носитель заряда со своим спином создает локальное возмущение антиферромагнитного порядка, то есть магнитный полярон. Второй носитель, под влиянием этого полярона (в пределах длины когерентности), притягивается к первому носителю и формирует пару. Как и в теории БКШ, в этой модели рассматривается спаривание носителей с образованием синглетных пар.

Другая модель была предложена для ферромагнитных металлов, в которых косвенное взаимодействие электронов через спиновые флуктуации имеет характер притяжения в триплетном состоянии [2]. В соответствии с антисимметрией волновой функции фермионов, суммарный угловой момент в триплетной куперовской паре должен быть нечетным, что позволяет установить когерентное взаимодействие между электронами на большом расстоянии. Спин-флуктуационный механизм также можно использовать для купратных и железосодержащих сверхпроводников со знакопеременными параметрами порядка, что компенсирует отталкивающий характер взаимодействия [3].

Механизм спаривания посредством спиновых флуктуаций рассматривается в пределе слабой связи. Для описания магнитных корреляций в пределе сильной связи более подходящей является модель резонирующих валентных связей [4]. В соответствии с этой моделью, в антиферромагнитном состоянии все узлы объединены валентными связями в синглетные (бесспиновые) пары. Эти пары локализованы и не участвуют в переносе заряда. С появлением элементарных возбуждений — магнонов — возникают неспаренные спины, движение которых вызывает возмущение валентных связей. Такая флуктуация валентных связей приводит к образованию квазичастиц – спинонов – соответствующих переносу спина при локализованном заряде. В результате легирования материнского соединения в проводящие слои попадают дополнительные носители заряда со спином ½, которые со спинонами формируют новые квазичастицы — холоны подчиняющиеся статистике бозе эйнштейна и обеспечивающие образование куперовской пары.

Следует отметить, что магнитные корреляции наблюдаются только в недодопированных сверхпроводниках вблизи границы с антиферромагнитной фазой, тогда как в оптимально допированных соединениях важную роль играют коллективные возбуждения зарядовой и спиновой плотности. Известно, что сильно коррелированные системы подвержены фазовому расслоению для слабо допированных соединений. При этом возникают области с повышенной и пониженной плотностью носителей. В соответствии с некоторыми моделями [5; 6], эти области преобразуются в страйпы — самоорганизованные проводящие одномерные каналы. Наличие таких каналов было экспериментально подтверждено для системы $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ [7]. В этих каналах элементарные возбуждения параметра порядка неелевской антиферромагнитной решетки способствуют образованию парных корреляций между носителями заряда. Ниже определенной температуры, при наличии нестинга, возникают волны зарядовой и спиновой плотности в пределе слабой связи, которые устанавливают фазовую когерентность между скоррелированными парами. Таким образом, система переходит из одномерного нормального состояния в трехмерное когерентное сверхпроводящее состояние [8].

Кроме рассмотренных выше моделей существуют: экситонный, биполяронный, плазмонный и модели квантовых критических точек. Разбор всех механизмов не входит в задачи введения, более детально с этими механизмами спаривания можно ознакомиться в работах [9; 10].

Несмотря на большое количество механизмов спаривания, они все сводятся к концепции образования бозе-конденсата. Более того, в этих механизмах в качестве посредника между электронами рассматривают флуктуации различных параметров порядка: спиновые флуктуации, флуктуации валентных связей, возбуждения зарядовой или спиновой плотности.

Таким образом, ситуация в данной области наук о высокотемпературной сверхпроводимости такова, что пока невозможно сделать однозначный вывод о механизме спаривания носителей тока в этих материалах. На пути к достижению этого понимания необходимо провести дополнительные исследования, чтобы получить более детальную информацию о взаимовлиянии различных параметров порядка, включая сверхпроводящей, об их общих особенностях и о границах между различными фазами, то есть о фазовой диаграмме.

Целью диссертационной работы являлось получение сведений о характере зарядовых и магнитных флуктуаций в купратных и железосодержащих сверх-проводниках и о границах области существования этих возбуждений на фазовой диаграмме высокотемпературных сверхпроводников.

Для достижения поставленной цели потребовалось решить следующие задачи:

- Определить границы области существования флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка и выявить связь с псевдощелевой фазой в кристаллах Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y}.
- Проследить за эволюцией волн зарядовой плотности (ВЗП) с изменением концентрации носителей в кристаллах La_{2-x}Sr_xCuO₄ и определить границу их существования на фазовой диаграмме.

- Оценить обменное поле и поле анизотропии в плоскости в кристаллах EuFe₂As₂, определить вид магнитной анизотропии и установить тип симметрии доменов.
- 4. Определить область существования магнитных корреляций вблизи магнитного перехода в кристаллах EuFe₂As₂. Оценить критические индексы для описания поведения физических величин вблизи фазового перехода. Установить размерность взаимодействий между ионами европия.
- Определить область существования спиновых флуктуаций в халькогенидах железа Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x. Установить тип флуктуаций вблизи сверхпроводящего перехода и при температурах структурного перехода.

Научная новизна работы заключается в следующем:

- Впервые методом микроволнового поглощения (МВП) на частоте
 9.3 ГГц установлена граница области существования флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка (ФСПП) на фазовой диаграмме «температура–концентрация носителей заряда» в кристаллах Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y}.
- Сравнением микроволнового поглощения в купратных и железосодержащих сверхпроводниках показана возможная корреляция между псевдощелевым состоянием и сверхпроводящими флуктуациями в купратных материалах.
- Установлено, что область существования волн зарядовой плотности на фазовой диаграмме «температура — концентрация носителей заряда» соединения La_{2-x}Sr_xCuO₄ намного шире той, что была получена с помощью структурных и нейтронных исследований.
- 4. Впервые с помощью ЭСР сделана оценка обменного поля и поля анизотропии в плоскости *ab* кристаллов EuFe₂As₂. Установлено наличие магнитных доменов и определен тип магнитной анизотропии в базисной плоскости *ab* этих кристаллов.
- 5. Впервые установлена размерность магнитных корреляций в кристаллах EuFe₂As₂ вблизи перехода в магнитоупорядоченное состояние. Опре-

делены параметры критического поведения магнитной системы ионов европия.

6. Впервые методом сравнительного анализа данных, полученных на низких и высоких частотах, установлены границы области существования изотропных и анизотропных спиновых флуктуаций для халькогенидов железа Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x.

Научная и практическая значимость работы. Сведения о фазовой диаграмме «температура-концентрация носителей заряда» имеет существенное значение при подборе сверхпроводников для практического применения. В частности, фазовая диаграмма ВТСП материала позволяет выбрать оптимальный уровень допирования для получения максимальной критической температуры. Полученные в настоящей работе сведения об области существования флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка на ФД помогают выбрать направление поиска путей улучшения свойств ВТСП материалов. Дополнение фазовой диаграммы купратных сверхпроводников данными о волнах зарядовой плотности позволяет выявить области конкуренции сверхпроводимости и ВЗП, а также определить концентрацию носителей заряда с максимально возможной температурой существования ВЗП, что может быть полезно при создании устройств, основанных на купратных сверхпроводниках.

Полученные результаты являются значимыми также для развития теоретического описания фундаментальных свойств высокотемпературных сверхпроводников. Наличие сведений о параметре порядка короткоживущих возбуждений может быть полезным в определении взаимосвязи между сверхпроводимостью и другими упорядоченными фазами.

Методы исследования. В настоящей диссертационной работе для исследования короткоживущих возбуждений применяются высокочастотные методы: метод нерезонансного микроволнового поглощения (МВП) и электронного спинового резонанса (ЭСР). Для характеризации исследуемых материалов были использованы измерения сопротивления и магнитной восприимчивости. Необходимо отметить, метод МВП чувствителен как к флуктуирующим, так и к установившимся процессам. Для выделения вклада флуктуаций использовался сравнительный анализ данных, полученных на высоких и низких частотах.

Положения, выносимые на защиту:

- 1. В слабодопированных образцах Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} верхняя граница области сверхпроводящих флуктуаций, определенная с помощью измерений микроволнового поглощения (МВП), вдвое превышает критическую температуру. Область флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка сужается с повышением концентрации носителей и становится нулевой в передопированных образцах. Такое поведение верхней границы области флуктуаций коррелирует с верхней границей псевдощелевого состояния.
- 2. Область существования волн зарядовой плотности (ВЗП) в кристаллах La_{2-x}Sr_xCuO₄ значительно шире диапазона, определенного ранее с помощью структурных исследований, и располагается в интервале концентраций носителей от 0.077 до 0.16. Расширение области ВЗП в сторону малых концентраций подтверждает идею об определяющем вкладе динамических ВЗП в проводимость этих материалов.
- 3. Каждый магнитный домен в кристалле EuFe₂As₂ имеет свою ось легкого намагничивания второго порядка, направленную вдоль кристаллографической оси *a*. Наличие и направление легкой оси определяется полем анизотропии, величина которого составляет 2.3 кЭ при температуре 4.8 К. Легкие оси соседних доменов взаимоперпендикулярны.
- 4. Критические магнитные флуктуации в кристаллах EuFe₂As₂ имеют двумерный AФM характер вблизи фазового перехода, который описывается моделью 2D-Изинга и соответствует классу универсальности А. Слабое влияние ферромагнитно-упорядоченных слоев европия друг на друга происходит через суперобменное биквадратное взаимодействие с участием слоев FeAs.
- 5. Изотропные спиновые флуктуации в халькогенидах железа $\text{Fe}_{1+y}\text{Te}_{1-x}\text{Se}_x$ наблюдаются в узком диапазоне температур ($\sim 5 \div 10$ K) вблизи

сверхпроводящего перехода. Анизотропные спиновые флуктуации, способствующие образованию нематического порядка, проявляются в широкой области температур (~ 80 ÷ 150 K) в районе 90 К. С заменой части селена на теллур, анизотропные спиновые флуктуации не исчезают, несмотря на то, что структурный переход не происходит.

Достоверность результатов обеспечивается использованием надежного сертифицированного оборудования, применением независимых методов сбора и обработки экспериментальных данных, сравнительным анализом экспериментальных данных, полученных разными методами, включая литературные данные, и хорошей воспроизводимостью полученных результатов.

Апробация результатов работы. Основные результаты и положения диссертационной работы были представлены научному сообществу на следующих научных конференциях: International Conference «Modern development of magnetic resonance» (г. Казань, Россия, 2018, 2021 гг.), Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника» (г. Нижний Новгород, Россия, 2017, 2018, 2020, 2021, 2022, 2023 гг.), International Youth Scientific School «Actual problems of magnetic resonance and its application» (г. Казань, Россия, 2015, 2016, 2018 гг.), International Workshop «Phase transitions and inhomogeneous states in oxides» (г. Казань, Россия, 2017, 2022 гг.), Всероссийский форум «Наука будущего – наука молодых» (г. Нижний Новгород, Россия, 2017 г.).

Личный вклад соискателя состоял в конструировании и сборке экспериментального оборудования (2 гелиевых криостата, устройства для измерения сопротивления и восприимчивости, резонатор и система модуляции и регистрации сигнала ЭСР), планировании и проведении экспериментов, включая измерения ЭСР, нерезонансного МВП, высокочастотной магнитной восприимчивости, сопротивления постоянному току, анализе и интерпретации полученных результатов, сопоставлении с ранее полученными данными. Кроме того, соискатель занимался подготовкой статей и научных докладов, представлял эти доклады на конференциях. Автором написана компьютерная программа для сбора и анализа экспериментальных данных. Публикации. Результаты данной работы были изложены в 28 печатных работах, 8 статьей из которых опубликованы в журналах, рекомендованных ВАК РФ и индексируемых базами данных Web of Science и Scopus, и 20 тезисов докладов. В рамках выполнения этой работы был получен 1 патент.

Структура и содержание диссертации. Диссертация состоит из введения, 4 глав (в первой дано описание методов исследования и техники, в 3-х последующих представлены оригинальные результаты), заключения, а также библиографического списка работ, на которые опирался автор при анализе своих экспериментальных результатов. Работа изложена на 147 страницах, включает в себя 53 рисунка и 6 таблиц. Список цитируемой литературы состоит из 126 наименований.

Глава 1. Физические основы методов исследования и экспериментальная техника

Данная экспериментальная работа посвящена изучению короткоживущих возбуждений в ВТСП материалах. Возникновение таких возбуждений приводит к изменению многих физических свойств материалов, включая магнитные и транспортные свойства, поэтому для обнаружения и изучения возбуждений необходимо использовать соответствующие методы, регистрирующие изменения этих физических свойств. В данной главе приведено описание физических принципов и экспериментальной техники, использованных в диссертационной работе. К ним относятся: измерения нерезонансного микроволнового поглощения и электронного спинового резонанса на микроволновых частотах X диапазона (9.2÷9.8 ГГц), измерения сопротивления 4-х контактным методом на постоянном токе и измерения высокочастотной магнитной восприимчивости.

Короткоживущие возбуждения проявляются вблизи температуры перехода в упорядоченное состояние (сверхпроводящее, антиферромагнитное), которое для исследуемых в данной работе образцов происходит при температурах ниже кипения азота. По этой причине для достижения этих температур и для изучения физических свойств были сконструированы низкотемпературные измерительные комплексы, работающие на низких и высоких частотах.

Изучение зависимости физических величин от температуры и магнитного поля предполагает изменение одних параметров и регистрацию других. Для управления процессом эксперимента и для одновременной регистрации большого набора физических величин была написана универсальная программа «LAMPh» с возможностью отображения измеряемых величин в режиме реального времени.

1.1 Сопротивление постоянному току

В данной работе в качестве основного экспериментального метода использовались измерения микроволнового поглощения (МВП). МВП в проводящих материалах обусловлено омическими потерями при протекании вихревых токов, индуцированных микроволновым полем, в скин-слое.

Проводимость металлов и других материалов, имеющих свободные носители заряда, определяется концентрацией носителей — n, их зарядом — e, эффективной массой — m^* , и временем рассеяния импульса носителей заряда — τ . Время рассеяния импульса — это время между двумя упругими столкновениями. В таком случае проводимость на постоянном токе можно описать формулой Друде:

$$\sigma_{DC}(T) = \frac{e^2 n(T) \tau(T)}{m^*} \tag{1.1}$$

По этой формуле видно, что для проводящих материалов температурная зависимость проводимости в первую очередь определяться временем рассеяния и концентрацией носителей, поскольку другие множители остаются независимыми от температуры.

Скорость рассеяния носителей заряда зависит от нескольких факторов: включая внутренние характеристики кристалла, интенсивность колебаний решетки, концентрацию примесей и дефектов, а также энергию носителей. При высоких температурах преобладает фононное рассеяние. С понижением температуры интенсивность тепловых колебаний решетки уменьшается, соответственно вероятность рассеяния понижается. Следовательно, рассеяние на фононах приводит к металлическому ходу сопротивления.

При низких температурах в нечистых кристаллах большое значение приобретает рассеяние на примесях и дефектах. Вероятность такого рассеяния возрастает с уменьшением энергии носителей заряда. Это явление можно объяснить сильным взаимодействием носителей заряда с локальными деформациями решетки. Следовательно, для перехода носителей заряда в соседние ячейки решетки необходима энергия активации. Такой механизм, называемый «прыжковым», приводит к отрицательному наклону зависимости сопротивления от температуры.

Вблизи фазовых переходов на процессы рассеяния могут влиять флуктуации различных параметров порядка, включая сверхпроводящие флуктуации, спиновые флуктуации и возбуждения зарядовой или спиновой плотности. Сверхпроводящие флуктуации в ВТСП материалах проявляются вблизи критической температуры и изменяют фононный вклад в рассеяние. Эти флуктуации могут улучшить проводящие свойства, создавая области с нулевым сопротивлением, или, наоборот, ухудшить их за счет перенормировки основного состояния электронов. Влияние спиновых флуктуаций на процессы рассеяние возможно при наличии обменного взаимодействия между коллективизированными электронами и локализованными магнитными моментами. Кроме того, спиновые флуктуации могут влиять на проводимость через эффективную массу, которая изменяется под их влиянием. Страйпы, в частности волны зарядовой плотности, формируются при наличии нестинга на поверхности Ферми. Нестинг в свою очередь приводит к изменению топологии поверхности Ферми и соответственно скорости рассеяния на фононах. Следовательно, ВЗП могут проявляться в изменении процессов рассеяния импульса. Таким образом скорость рассеяния импульса определяется скоростью рассеяния на фононах $1/\tau_{ph}$, примесях $1/\tau_{imp}$ и спиновых флуктуациях $1/\tau_{sf}$:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{ph}} + \frac{1}{\tau_{imp}} + \frac{1}{\tau_{sf}}$$
(1.2)

1.2 Электропроводность на высоких частотах. Поверхностный импеданс

С переходом на высокие частоты проводимость становится комплексной величиной:

$$\sigma(\omega) = \sigma_1(\omega) - i\sigma_2(\omega) = \frac{ne^2\tau(T)}{m^*} \frac{1}{1 - i\omega}$$
(1.3)

где *ω* — круговая частота. Реальную и мнимую части проводимости можно расписать по-отдельности:

$$\sigma_1 = \frac{ne^2 \tau(T)}{m^*} \frac{1}{1 + (\omega \tau)^2}$$
(1.4)

$$\sigma_2 = \frac{ne^2\tau(T)}{m^*} \frac{\omega\tau}{1+(\omega\tau)^2}$$
(1.5)

Таким образом, получаем сложную зависимость от частоты и времени рассеяния импульса. На высоких частотах транспортные свойства кристалла определяются поверхностным импедансом, который можно связать с комплексной проводимостью формулой:

$$Z_s = R_s - iX_s = \sqrt{\frac{i\mu_0\omega_0}{\sigma_1 - i\sigma_2}}$$
(1.6)

где R_s — поверхностное сопротивление, X_s — поверхностный реактанс, μ_0 — магнитная постоянная. Поскольку в наших экспериментах круговая частота ω зафиксирована, в дальнейшем будем использовать для обозначения частоты ω_0 , которая меняется в пределах $9.2 \div 9.8$ ГГц ($5.7 \div 6.2 \times 10^{10}$ рад/с). Вышеприведенная формула справедлива при выполнении условии $\delta \ll L$, где L— толщина образца, δ — глубина скин-слоя:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \omega_0 \sigma_{DC}}} \tag{1.7}$$

В формуле (1.6) реальную часть поверхностного импеданса можно связать с поглощением, то есть изменением добротности *Q* измерительного контура (в нашем случае резонатора).

$$R_s = \Gamma \Delta(\frac{1}{Q}) \tag{1.8}$$

Добротность резонатора меняется с изменением сопротивления образца, так как изменение сопротивления образца приводит к изменению глубины скинслоя, а микроволновое поглощение происходит в глубине скин-слоя. Также надо отметить, что на добротность сильно влияют размеры и проводимость материала резонатора, что приводит к её зависимости от температуры резонатора.

Мнимая часть поверхностного импеданса связана с дисперсией — относительным изменением частоты ω_0 :

$$\Delta X_s = \Gamma \frac{\Delta \omega_0}{\omega_0} \tag{1.9}$$

Для проводящих материалов при высоких температурах время рассеяния импульса носителей порядка $10^{-13} \div 10^{-14}$ секунды. При измерениях поверхностного импеданса на частотах X диапазона (~10 ГГц), произведение $\omega_0 \tau$ будет на много меньше единицы. Поэтому σ_1 будет стремиться к величине проводимости на постоянном токе σ_{DC} , а $\sigma_2 \rightarrow 0$. При этом компоненты комплексной проводимости можно выразить через компоненты поверхностного импеданса:

$$\sigma_1 = 2\mu_0 \omega_0 \frac{R_s X_s}{(R_s^2 + X_s^2)^2}$$
(1.10)

$$\sigma_2 = \mu_0 \omega_0 \frac{X_s^2 - R_s^2}{(R_s^2 + X_s^2)^2}$$
(1.11)

По формуле (1.11) видно, что для $\sigma_2 \to 0$, реальные и мнимые компоненты поверхностного импеданса равны. Тогда:

$$\sigma_1 = \sigma_{DC} = 2\mu_0 \omega_0 \frac{R_s^2}{4R_s^4} = \frac{\mu_0 \omega_0}{2R_s^2}$$
(1.12)

Таким образом реальная и мнимая компоненты поверхностного импеданса будут равны по величине и описываются одной формулой:

$$R_s = X_s = \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2\sigma_{DC}}} = \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0 \rho}{2}}$$
(1.13)

то есть они пропорциональны корню квадратному из сопротивления.

Проводимость на постоянном токе σ_{DC} и реальная компонента комплексной проводимости σ_1 будут отличаться, если произведение круговой частоты (ω_0) и времени рассеяния (τ) превысит единицу (т. е. $\omega_0 \tau > 1$). Такая ситуация может сложиться при понижении температуры из-за соответствующего уменьшения скорости рассеяния на фононах $1/\tau_{ph}$. Ещё одна возможная причина увеличения времени рассеяния заключается в критическом замедлении флуктуаций вблизи температуры упорядочения. Всё это можно обнаружить с помощью измерений микроволнового поглощения по отклонению температурной зависимости амплитуды МВП от пропорциональности $R_s \propto \sqrt{\rho}$.

1.3 Микроволновое поглощение в проводящих материалах

Представленные выше формулы справедливы для парамагнитных материалов, в которых вкладом восприимчивости можно пренебречь. В магнитных материалах (антиферромагнетики, ферромагнетики и т. п.) вблизи фазового перехода вклад от спиновых возбуждений в микроволновое поглощение становится существенным, поэтому необходимо учитывать вклад восприимчивости [11]:

$$A_{\rm MB\Pi} \approx Im(Z_0\sqrt{1+\chi}) \tag{1.14}$$

где $\chi = \chi' + i\chi''$ — комплексная магнитная восприимчивость, Z_0 — поверхностный импеданс:

$$Z_0 = (1-i) \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2\sigma_{DC}}}$$
(1.15)

Поскольку исследуемые в данной работе материалы относятся к слабым магнетикам и их восприимчивость намного меньше единицы, последний множитель в виде корня можно разложить в ряд:

$$\sqrt{1 + (\chi' + i\chi'')} \approx 1 + \frac{1}{2}(\chi' + i\chi'')$$
 (1.16)

С учетом первой скобки в формуле (1.15) и разложения (1.16) получим формулу для амплитуды микроволнового поглощения:

$$A_{\rm MB\Pi} \approx \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2\sigma_{DC}}} (1 + \frac{1}{2} \left(\chi' - \chi''\right)) \tag{1.17}$$

Таким образом, поглощение в магнитных металлах будет определяться как проводимостью, так и комплексной восприимчивостью. В разделе 4.4 эти формулы будут использоваться для определения критических индексов и времени рассеяния на магнитных флуктуациях.

1.4 Микроволновое поглощение в системе спинов. Электронный спиновый резонанс.

В настоящей работе для исследования короткоживущих возбуждений кроме регистрации нерезонансного микроволнового поглощения использовался и метод электронного спинового резонанса (ЭСР). Этот метод включает в себя магнитный резонанс в системе с парамагнитными центрами, т. е. электронный парамагнитный резонанс (ЭПР), и магнитный резонанс в материалах с магнитным порядком, т. е. ферромагнитный резонанс (ФМР).

В основе метода ЭПР лежит принцип избирательного поглощения электромагнитной энергии в системе с парамагнитными центрами при выполнении условий резонанса, т.е. совпадение энергии падающей электромагнитной волны с зеемановским расщеплением уровней:

$$\hbar\omega_0 = g\mu_B H \tag{1.18}$$

где \hbar — постоянная Планка, g — фактор Ландэ, H — напряженность магнитного поля, μ_B — магнетон Бора, ω_0 — частота спектрометра.

К парамагнитным центрам относятся электроны проводимости, свободные радикалы, ионы переходных металлов, и искусственно созданные центры: радиационные дефекты, примеси и т. п. Неотъемлемой характеристикой спектра электронного парамагнитного резонанса является резонансное поле H_r или значение g фактора. Например, для электронов проводимости g фактор близок к значению g фактора свободного электрона 2.00232. Отклонение от этого значения означает изменение орбитального движения, что влияет на зееманское расщепление. Кроме того, на фактор Ландэ сильное влияние оказывает окружение парамагнитного центра, например кристаллическое электрическое поле.

В случае ФМР на зееманское расщепление влияет не только внешнее поле H, но и размагничивающее поле H_d , поле магнитной анизотропии H_A , энергия доменной стенки H_{dw} и т. п. В магнитных материалах, характеризующихся значительной намагниченностью, магнитное поле внутри образца отличается от внешнего приложенного. Поэтому резонансное поле складывается как минимум из двух частей: внешнего магнитного поля и размагничивающего поля. Полная формула для резонансного поля, зависящая от размагничивающего фактора, в системе СИ принимает следующий вид [12]:

$$H_r = \sqrt{[H + (N_x - N_z)M][H + (N_y - N_z)M]}$$
(1.19)

где H_r — резонансное поле, H — внешнее приложенное поле, N_x, N_y, N_z — размагничивающие факторы вдоль осей кристалла, M — намагниченность.

В случае образца в форме пластины, плоская поверхность которого совпадает с кристаллографической плоскостью *ab*, получаются следующие соотношения [12]:

$$H||c: H_r = [H - M]$$
 (1.20)

$$H||ab: \quad H_r = \sqrt{H(H+M)} \tag{1.21}$$

По этим формулам становится ясно, что в зависимости от ориентации кристалла относительно направления внешнего поля размагничивающее поле может сдвигать линию электронного спинового резонанса как в сторону низких, так и в сторону высоких магнитных полей. Также надо отметить, что относительно большая намагниченность не только приводит к возникновению размагничивающего поля, но и сама подвергается влиянию энергии кристалла. Эта энергия, ответственная за выравнивание намагниченности по легким осям или плоскостям намагничивания, называется энергией магнитной кристаллографической анизотропии. Существование этой энергии можно объяснить наличием в системе спин-орбитального взаимодействия и перекрыванием волновых функций атомов решетки.

Вклад магнитной анизотропии зависит от многих факторов, которые не представляется возможным учесть в одной формуле, поэтому здесь приведем только общую формулу (1.22). Частный случай для конкретной системы будет рассмотрен в экспериментальной части.

$$H_{r} = \sqrt{\left[H + (N_{x} - N_{z})M + \frac{K}{M}f_{1}(\theta)\right]\left[H + (N_{y} - N_{z})M + \frac{K}{M}f_{2}(\theta)\right]}$$
(1.22)

где K — константа анизотропии, $f_1(\theta)$, $f_2(\theta)$ — функции, зависящие от симметрии и типа кристаллической решетки.

Таким образом появление размагничивающего поля в магнитных материалах приводит к смещению линии ЭСР в сторону низких полей для ориентации H||ab, и в сторону высоких полей для ориентации H||c. Размагничивающее поле зависит исключительно от формы образца, поэтому этот вклад в линию ЭСР можно легко установить при наличии данных о намагниченности и размерах образца. В этом плане намного сложнее обстоят дела с полем анизотропии, так как этот вклад зависит от типа магнитной анизотропии, кристаллической решетки и направления внешнего поля относительно осей кристалла. Также надо отметить, несмотря на название, ферромагнитный резонанс наблюдается не только в ферромагнитных материалах, но и в антиферромагнетиках при возникновении слабого ферромагнетизма из-за скоса подрешеток (кантинга). Такими являются, например, исследуемые в нашей работе кристаллы EuFe₂As₂. Выше была рассмотрена основная характеристика магнитного резонанса — резонансное поле, дальше переходим к второй, но не менее значимой характеристике, а именно, — к ширине спектральной линии. В спиновой системе поглощение происходит при выполнении условии резонанса. По формуле (1.18) в идеальном случае спектр магнитного резонанса будет линейчатом, то есть на резонансной частоте наблюдалась бы бесконечно узкая линия. Однако наличие релаксационных процессов приводит к уширению сигнала, что можно объяснить из принципа неопределенности Гейзенберга:

$$\Delta E \Delta t \approx \hbar \tag{1.23}$$

где ΔE — неопределенность положения уровней, расщепленных зеемановским взаимодействием, и Δt — время жизни спиновой подсистемы в возбужденном состоянии. В зависимости от типа рассеяния и взаимодействий между магнитными моментами могут наблюдаться следующие формы линии ЭСР: Лоренца и Гаусса. В отсутствие неоднородного уширения, когда ширина сигнала определяется временем спиновой релаксации, происходит однородное уширение, при этом кривая поглощения описывается формой линии Лоренца:

$$Y^L \approx A \frac{1}{1 + \frac{H - H_r}{\Delta H_L}} \tag{1.24}$$

где Y^L — функция формы линии Лоренца, A — поправочный коэффициент (интенсивность сигнала), H — приложенное поле, H_r — резонансное поле, ΔH_L — ширина линии на её полувысоте, деленная на два.

В случае неоднородного уширения, при неоднородном магнитном поле или при неоднородном распределении магнитных моментов получается форма линии Гаусса, которая состоит из набора сигналов лоренцевской формы:

$$Y^{G} \approx A \exp\left[-ln2\left(\frac{H-H_{r}}{\Delta H_{G}}\right)^{2}\right]$$
(1.25)

где Y^G — функция формы линии Гаусса, A — поправочный коэффициент (интенсивность сигнала), H — приложенное поле, H_r — резонансное поле, ΔH_G — ширина линии на полувысоте, деленная на два.

Формы линии Лоренца и Гаусса являются предельными случаями. В реальных спектрах часто получается промежуточная форма линии в виде смеси Лоренца и Гаусса. По этим формулам для спиновой системы можно оценить следующие параметры: резонансное поле, ширина спектральной линии, интенсивность (т. е. кол-во спинов в системе). Немного иначе обстоят дела в проводящих образцах. В этих материалах по мере проникновения микроволнового поля в образец происходит изменение фазы, что в результате приводит к примешиванию дисперсии в сигнал поглощения и возникновению асимметричного сигнала. Степень асимметрии определяется временем диффузии электрона в скин-слое, что в свою очередь зависит от глубины скин-слоя (сопротивления образца) и времени спинрешеточной релаксации. Такой спектр описывается формой линии Дайсона (здесь приводится упрощенная формула для металла с высокой проводимостью [13], формулы для других частных случаев можно найти в работах [14; 15]):

$$Y^D \approx \frac{\Delta H + \alpha (H - H_r)}{(H - H_r)^2 + (\Delta H)^2}$$
(1.26)

где Y^D — функция формы линии Дайсона, α — доля дисперсии в сигнале, H — приложенное поле, H_r — резонансное поле, ΔH — ширина линии на полувысоте. Надо отметить, что в случае широких спектральных линий, когда ширина линий сравнима со значением резонансного поля, необходимо учитывать резонансный вклад, возникающий от отрицательных магнитных полей, поэтому формула приобретает следующий вид:

$$Y^{D} \approx \frac{\Delta H + \alpha (H - H_{r})}{(H - H_{r})^{2} + (\Delta H)^{2}} + \frac{\Delta H - \alpha (H + H_{r})}{(H + H_{r})^{2} + (\Delta H)^{2}}$$
(1.27)

1.5 Техника для измерения микроволнового поглощения и электронного спинового резонанса

В данной работе для измерения нерезонансного микроволнового поглощения (МВП) и электронного спинового резонанса (ЭСР) использовался спектрометр электронного парамагнитного резонанса BRUKER BER-418s. Данный спектрометр работает на X диапазоне (~10 ГГц). Развертка поля от 0 до 12 кЭ. Характеристики спектрометра позволяют покрыть довольно широкий спектр задач по измерению электронного спинового резонанса. В этом спектрометре для улучшения отношения сигнал/шум применяется модуляция магнитного поля на частоте 100 кГц. Синхронное детектирование на той же частоте позволяет выделить полезный сигнал. В результате использования магнитной модуляции на выходе получается первая производная поглощения. Это удобно для ЭПР измерений, так как производная позволяет избавиться от таких аддитивных добавок в сигнал, как изменение нулевого уровня, скачки напряжения.

Для исследования короткоживущих возбуждений с помощью метода МВП было внесено несколько изменений в ЭПР спектрометр. Во-первых, исследования короткоживущих возбуждений требуют постоянного магнитного поля. Следовательно, от катушек магнитной модуляции необходимо отказаться. Во-вторых, для изучения эволюции короткоживущих возбуждений вблизи критической температуры необходимо изменять температуру. Однако анализ температурной зависимости первой производной поглощения по полю является нетривиальной задачей. Поэтому для регистрации температурных зависимостей МВП, традиционный метод магнитной модуляции был заменен на модуляцию амплитуды микроволнового поля. Такая замена позволила удерживать внешнее магнитное поле строго постоянным в течении всего времени проведения эксперимента, избавиться от первой производной поглощения по полю и сохранить преимущества синхронного детектирования. Для этого в волноводный тракт была установлена секция с PIN-диодом КА509, которая на частоте 100 кГц модулировала проходящий по волноводу мик-



Рисунок 1.1 — Фотография высокочастотной измерительной системы.

роволновой сигнал. Отраженный сигнал детектировался и усиливался с помощью синхронного детектора. Модифицированный ЭПР спектрометр представлен на рисунках 1.1 и 1.2. Такой способ измерения микроволнового поглощения (поверхностного импеданса) ранее был использован в работах [16—18].

Для измерений ЭСР и МВП использовался прямоугольный резонатор TM_{102} с гелиевым проточным криостатом и цилиндрический резонатор TE_{011} , погруженный в заливной криостат. В этих резонаторах образец находится в пучности магнитного поля. Криогенные системы, используемые для этих измерений, обсуждены в разделе 1.8.

Измерения МВП позволяют регистрировать вклады как от установившихся фаз, так и от короткоживущих возбуждений с временами жизни больше перио-



Рисунок 1.2 — Блок-схема высокочастотной измерительной системы. Слева направо, сверху вниз: Синхронный детектор, СВЧ блок, который содержит клистрон на X диапазон, аттенюатор, систему автоподстройки частоты; НЧ генератор, ВЧ частотомер, персональный компьютер, блок управления магнитным полем, гелиевый заливной криостат. Номерами показаны: 1 — нагревательный элемент, 2 — сапфировый стержень, 3 — термометр сопротивления, 4 — образец, 5 — цилиндрический резонатор TE₀₁₁.

да микроволнового поля. Ранее отмечалось, что реальная часть поверхностного импеданса пропорциональна корню из сопротивления при отсутствии короткоживущих возбуждений. Известно, что короткоживущие возбуждения возникают вблизи фазового перехода в СП и АФМ фазы, что происходит при низких температурах. Поэтому при высоких температурах можно сопоставить поверхностное сопротивление и корень из сопротивления, где нет флуктуаций. Такое сравнение температурных зависимостей, полученных на высоких и на низких частотах, позволяет выделить вклад короткоживущих возбуждений при низких температурах. Поэтому, помимо высокочастотных измерений, мы также получили температурные зависимые сопротивления.

1.6 Измерение сопротивления на постоянном токе

Измерение сопротивления является одним из самых простых и доступных способов характеризации исследуемых материалов. Этот метод позволяет с хорошей точностью регистрировать критическую температуру сверхпроводников, которая определяется как температура падения сопротивления образца до нуля при образовании сверхпроводящего канала. Кроме того, этот метод чувствителен к сверхпроводящим флуктуациям, которые дают вклад Асламазова-Ларкина в проводимость, или приводят к перенормировке одноэлектронной плотности состояний.

В данной работе измерения сопротивления выполнялись 4-х контактным методом. В зависимости от величины сопротивления и состояния поверхности исследуемого материала были использованы разные способы подключения образца к измерительной ячейке. Для купратных образцов в основном были использованы прижимные контакты из берилловой бронзы. Контакты на железосодержащих образцах представляли собой золотые провода, приклеенные серебряной пастой. С другой стороны, эти провода прикреплялись к контактным площадкам измерительной ячейки 1.3.

По внешним проводам 1-4 пускался ток небольшой величины (~3 мА). Ток выбирался из того условия, чтобы отклик был регистрируемым измерительными приборами с отношением сигнал/шум > 10 и при этом образец не нагревался. Разность потенциалов измерялась между внутренними контактами 2-3. Удельное сопротивление ρ перечитывалось по следующей формуле:

$$\rho \approx A \frac{RS}{l} \tag{1.28}$$



Рисунок 1.3 — Схема измерения сопротивления 4-х контактным методом.

где R — сопротивление образца, то есть отношение разности потенциалов к протекающему через образец току; S — площадь сечения; l — расстояние между потенциальными контактами; A — коэффициент, учитывающий форму образца и контактов.

Использование 4-х контактного метода для измерения сопротивления исключает вклада от проводов, но эффекты, связанные с поверхностью образца, остаются. Один из них — термо-ЭДС, которая возникает на границе между образцом и контактом. Вклад этого эффекта становится сопоставимым с полезным сигналом при условии, что сопротивления контакта больше сопротивления самого образца. Для исключения этого эффекта во время измерения сопротивления с периодичностью 5 секунд переключалось направление тока. Поскольку при изменении направления тока вклад термо-ЭДС не меняется, то при сложении полученных данных с разным знаком тока этот вклад компенсируется.

Измерение сопротивления позволяет определить температуру возникновения сверхпроводящего канала за счёт перколяции, но это ещё не означает перехода образца полностью в сверхпроводящее состояние. Для определения температуры перехода в объемную сверхпроводящую фазу в данной работе использовались данные измерения магнитной восприимчивости.

1.7 Измерение магнитной восприимчивости

Измерения сопротивления и МВП позволяют изучить транспортные свойства сверхпроводников. Для определения температуры образования объемной сверхпроводящей фазы и исследования магнитных свойств кристаллов ещё были получены температурные зависимости восприимчивости на частотах 1.3 кГц и 10 МГц (КФТИ) и магнитного момента с помощью вибрационного магнитометра (ФИАН).

Измерения восприимчивости выполнялись двумя методами: компенсационный и резонансный. Измерительная ячейка в компенсационном методе представляет собой систему катушек, намотанных на кварцевую трубку. Внешняя катушка намотана на всю длину трубки из медной проволоки в два слоя и играет роль возбуждающей системы. Приемные катушки идентичные, разнесены на расстояние равное диаметру этих катушек.

Внешняя катушка возбуждается на частоте 1.3 кГц с помощью звукового генератора. Приемные катушки намотаны в противоположных направлениях, поэтому сигнал от пустых катушек нулевой, так как они компенсируют друг друга. Если поместить образец в одну из приемных катушек, то этот баланс нарушается, и разность сигналов этих катушек будет пропорциональна восприимчивости образца. Для детектирования полезного сигнала используется синхронный детектор, на который в качестве опорного сигнала подается синус от возбуждающего генератора. Выходной сигнал можно пересчитать в восприимчивость χ' по следующей формуле:

$$U = \left(\frac{1}{\alpha}\right) V f H_a \chi' \tag{1.29}$$

где *U* — суммарный сигнал, *V* — объем образца, *α* — поправочный коэффициент, *f* и *H_a* — частота и амплитуда возбуждающего поля.

Резонансная система измерения восприимчивости представляет собой колебательный контур, состоящий из плоской катушки и конденсатора. Выбор конденсатора производится таким образом, чтобы температурный коэффициент емкости конденсатора мог компенсировать изменения индуктивности, вызванные изменениями температуры.

Колебательный контур возбуждается внешним генератором на частотах 10÷20 МГц. Образец приклеивается на плоскую катушку. С изменением температуры меняется восприимчивость образца, что приводит к изменению индуктивности плоской катушки и резонансной частоты колебательного контура. Уход частоты с изменением температуры компенсируется системой автоподстройки частоты. В качестве полезного сигнала детектируется напряжения на варикапе в системе АПЧ, который смещает частоту.

1.8 Криогенная и вакуумная техника

Фазовые переходы и флуктуации различных параметров порядка в исследуемых образцах возникают при температурах ниже температуры кипения азота. Для достижения этих температур были сконструированы несколько измерительных комплексов:

- 1. Измерительный комплекс для работы на низких частотах (измерения сопротивления и восприимчивости).
- 2. Измерительный комплекс для работы на высоких частотах (измерения МВП и ЭСР).

Некоторые эксперименты были проведены на стандартных установках промышленного изготовления: измерения электронного спинового резонанса в прямоугольном резонаторе с проточным криостатом и измерения намагниченности в системе PPMS.

1.8.1 Измерительный комплекс для работы на низких частотах

Данный измерительный комплекс состоит из следующих частей: криогенная система с плавной регулировкой температуры в диапазоне 1.5 ÷ 350 K; электромагнит с изменением поля от 0 до 8000 Э; вставка для измерения сопротивления на постоянном и переменном токе; вставка для измерения магнитной восприимчивости компенсационным методом (1 кГц); вставка для измерения восприимчивости резонансным методом (10 МГц); блок коммутации каналов. Кроме электромагнита все остальные части были собраны с нуля.

Криогенная система состоит из заливного криостата с двумя резервуарами (рис. 1.4): гелиевая ванна 6 емкостью 200 миллилитров и азотная ванна 7 объемом 1.5 л. Стенки резервуаров изготовлены из нержавеющей стали, фланцы - из латуни. Сборка компонентов осуществлялась с применением оловянно-свинцового припоя. Для теплоизоляции резервуаров от внешней среды используется вакуумная рубашка 9, которая предварительно откачиваются до давления 10^{-3} атм. с помощью форвакуумного насоса. Кроме того, к основанию азотной ванны был припаян сорбционный насос 8 с активированным углём для улучшения вакуума при низких температурах.

Криогенная система имеет сужение в самой нижней части, предназначенное для размещения измерительного прибора между полюсами магнита. В этом сегменте криостат имеется медный радиационный экран 11 прикрепленный к основанию азотной ванны. Верхняя часть азотной ванны не отделена от гелиевой ванны вакуумной рубашкой, что позволяет предварительно охладить гелиевую ванну до температур азота. Следовательно, резервуар с азотом не только действует как тепловой барьер, но также служит для предварительного охлаждения гелиевой ванны, охлаждения радиационного экрана и улучшении вакуума.

Использование жидкого гелия-4 позволяет охладить криогенную систему до 4.2 К. Для достижения более низких температур в данной криогенной установке предусмотрены две линии 15 и 16 для откачки паров жидкого гелия с помощью



Рисунок 1.4 — Схематическое изображение измерительной установки: 1 — измерительная ячейка, 2 — измерительная вставка, 3 — вакуумная трубка для заливки гелия, 4 — теплоизоляционный экран, 5 — датчик давления, 6 — гелиевая ванна, 7 — азотная ванна, 8 — активированный уголь, 9 — вакуумная «рубашка», 10 — откачка вакуумной «рубашки», 11 — медный экран, 12 — линия откачки паров жидкого гелия, 13 — отверстие для поступления азота, 14 — форвакуумный насос, 15 — обычный вентиль, 16 — игольчатый вентиль.

форвакуумного насоса 14. В диапазоне температур от 4.2 до 2 К регулирование температуры осуществляется с помощью игольчатого вентиля, с переходом на обычный вентиль ниже 2 К.

Температура системы ниже 4.2 К контролируется с помощью датчика давления 5, расположенного в верхней части криостата и напрямую подключенного к объему гелия. Такая конструкция позволяет точно определить давление рабочего объема, не подвергая датчик давления низким температурам. При температуре выше 4.2 К для измерения температуры используется термометр сопротивления 19 Cernox-1050, который при гелиевых температурах демонстрирует чувствительность 5 мкВ/К. Этот термометр расположен внутри измерительной ячейки рядом с образцом.

Верхняя часть медного термоблока имеет сужение для размещения нагревательного элемента 18 и переход на трубку из нержавеющей стали 17 (рис. 1.5). Нагревательный элемент представляет собой константановую проволоку с удельным сопротивлением 67 Ом/м и сечением 0.025 мм². Данная проволока намотана бифилярной намоткой и пропитана БФ клеем для обеспечения электрической изоляции.

С другой стороны, трубка из нержавеющей стали соединяется с концевой частью, заканчивающейся разъемом DE-15. Внутри трубки из нержавеющей стали проложено 10 проводов (4 провода предназначены для датчика температуры, 4 провода для измерения сопротивления или магнитной восприимчивости и 2 провода для нагревателя). В качестве проводов внутри измерительного зонда используются витые пары, заключенные в экранирующую оболочку с внешним заземлением.

1.8.2 Измерительный комплекс для работы на высоких частотах

Измерения на высоких частотах были выполнены в двух системах: в проточном криостате с прямоугольным резонатором TM_{102} , в заливном криостате с цилиндрических резонатором TE_{011} . Для изучения короткоживущих возбуждений при низких температурах необходимо менять температуру образца при фиксированной температуре резонатора, так как изменение температуры резонатора приводит к изменению добротности и смещению частоты системы.

В первом случае резонатор находится при комнатной температуре. В этот резонатор вставляется проточный криостат так, чтобы образец находился в центре резонатора. В проточном криостате образец охлаждается с помощью потоков



Рисунок 1.5 — Вставки для измерения магнитной восприимчивости (а) и сопротивления (б): 17 — трубка из нержавеющей стали, 18 — нагревательный элемент, 19 — термодатчик, 20 — приемные катушки. 21 — возбуждающая катушка, 22 кварцевая трубка, 23 — контактные площадки, 24 — измерительная ячейка.

гелия, которые протекают через кварцевую трубку. Кварцевая трубка имеет вакуумную рубашку. С внешней стороны обдувается парами азота. Такая система позволяет за короткое время изменить температуру в широком диапазоне. Однако с изменением температуры меняется диэлектрическая постоянная кварца, что смещает частоту и изменяет добротность системы. Предполагается, что это аддитивная добавка в измеряемые величины, поэтому после измерений можно компенсировать с помощью вычитания сигнала от пустого резонатора с проточным криостатом.

Заливной криостат лишен этих недостатков. Так как резонатор во время эксперимента находится при фиксированной температуре жидкого гелия. При этом необходимо контролировать уровень гелия в заливном криостате, что в нашем случае делается с помощью трех термодатчиков фирмы Allen Bradley. Образец помещается в центр резонатора на сапфировом стрежне. С верхней стороны стрежень имеет термометр сопротивления Cernox-1050 и нагревательный элемент в виде константановой проволоки намотанной бифилярной намоткой. Полость резонатора предварительно откачивается форвакуумным насосом. При помещении резонатора в заливной криостат из-за сорбционного эффекта на стенках резонатора вакуум улучшается. Такая система позволяет менять температуру образца от 4.2 К до 200 К при фиксированной температуре резонатора.

1.9 Регистрация данных. Коммутация каналов

Измерение температурной зависимости физических величин предполагает изменение одних параметров (например: температуры, магнитного поля, напряжения, тока на нагревательном элементе) и регистрацию других параметров (при измерении сопротивления: разность потенциалов между контактами, ток через образец; при измерении восприимчивости: изменение частоты, величины полезного сигнала; при измерении МВП: изменение добротности, частоты и т.п.). Для регистрации всех этих параметров в режиме реального времени, для предобработки, для коммутации каналов и управления измерительными приборами была написана измерительная программа «LAMPh» на языке C++. Исходный код данной программы выложен на хостинге (github.com/ilnurgimadi/LAMPh) для общего доступа. Сама программа распространяется на основе свободной лицензии.
Глава 2. Флуктуации сверхпроводящего параметра порядка в купратных сверхпроводниках

2.1 Постановка задачи и выбор образцов для исследования

В отличие от низкотемпературных сверхпроводников, в ВТСП материалах выше критической температуры сверхпроводящая щель полностью не исчезает. Причиной тому является нарушение фазовой когерентности между куперовскими парами. При дальнейшем повышении температуры неравновесные куперовские пары без фазовой когерентности продолжают существовать до условной температуры T^* , которую принято также называть верхней границей псевдощелевого состояния. В псевдощелевой фазе вблизи критической температуры тепловые флуктуации на определенных участках могут создавать условия для возникновения сверхпроводимости, в результате чего в этой области наблюдаются сверхпроводящие флуктуации.

Впервые щель выше критической температуры была обнаружена в измерениях ЯМР [19] и спектрах спиновых возбуждений [20]. Позже псевдощель в ВСТП материалах увидели с помощью инфракрасной спектроскопии [21]. После этого наличие псевдощелевого состояния выше критической температуры было подтверждено рядом других физических методов, включая измерения удельного сопротивления [22], удельной теплоемкости [23], туннельную спектроскопию [24], рассеяние нейтронов [25], фотоэлектронную спектроскопию с угловым разрешением [26]. Несмотря на интенсивность исследований, остается немало вопросов относительно природы псевдощелевой фазы. Также надо отметить, что в область псевдощелевого состояния входят сверхпроводящие флуктуации, соразмерные и несоразмерные магнитные фазы и другие упорядоченные фазы, что существенно усложняет понимание этого состояния. Выбор подходящего материала для исследования короткоживущих возбуждений выше критической температуры требует учета нескольких факторов. С одной стороны, крайне важно сделать выбор в пользу систем, характеризующихся пониженной размерностью, потому что влияние флуктуаций в таких системах сильно возрастает [27]. С другой стороны, выбранные материалы должны быть способны переходить в сверхпроводящее состояние. Таким критериям удовлетворяют купратные сверхпроводники.

Купратные сверхпроводники представляют собой керамические материалы со структурой перовскита. Имеют сложную элементарную ячейку, состоящую из четырех (La_{2-x}Sr_xCuO₄), пяти (Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y}) или шести (Hg_{1-x}Tl_xBa₂Ca₂Cu₃O_{8+y}) слоев. В этих материалах за магнитные и транспортные свойства отвечают 3d электроны меди. Поскольку ионы Cu²⁺ в плоскостях CuO₂ находятся на расстоянии ~ 3.8 Å, волновые функции этих электронов не перекрываются, т. е. здесь нет прямого обмена. Однако в этих плоскостях возможен косвенный обмен через р-орбитали кислорода. Поскольку ионы кислорода и меди расположены на одной прямой, то d-орбитали меди перекрываются одной и той же р-орбиталью кислорода, что приводит к установлению антиферромагнитного упорядочения ниже температуры Нееля.

При низких температурах легирование мотовского изолятора дырками приводит к подавлению АФМ фазы. С увеличением плотности носителей тока возникает сверхпроводимость, и критическая температура увеличивается. Максимальная критическая температура соответствует концентрации p = 0.116 (доля дырок на один атом меди в плоскости CuO₂). С дальнейшим увеличением p, сверхпроводимость исчезает.

В этой главе для исследования флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка выбраны купратные сверхпроводники висмутовой группы: $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$. Эти соединения имеют довольно высокую критическую температуру (для оптимально допированного образца $T_c = 94$ K). Проводящие слои CuO_2 друг от друга отделены на расстояние 12 Å (рис. 2.1). В связи с этим соединение демонстрирует сильную анизотропию, что проявляется, например, в измерениях сопротивления, которое в плоскостях имеет металлический характер, тогда как в направлении ортогональном слоям, оно принимает полу-проводниковый ход и на несколько порядков больше.



Рисунок 2.1 — Кристаллическая структура $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$ [28]

С целью изменения концентрации дырок в этом соединении кальций был частично замещен иттрием $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$. Изменением концентрации иттрия от 0 до 0.3 были получены образцы с разными уровнями допирования: один передопированный образец (OD), оптимально допированный (OP) и два недодопированных образца (UD1, UD2). С процедурой приготовления образцов можно ознакомиться в работе [29]. Внешний вид монокристаллов $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$ представлен на рисунке 2.2, размеры и другие параметры — в таблице 1.

Температура сверхпроводящего перехода T_c^{on} определена по измерениям высокочастотной магнитной восприимчивости. Значения этого параметра T_c^{on}



Рисунок 2.2 — Фотография монокристалла Ві $_2$ Sr $_2$ Ca $_{1-x}$ Y $_x$ Cu $_2$ O $_{8+y}$ с концентрацией иттрия x = 0.2.

| Образец | Концентрация иттрия <i>х</i> | Концентрация | T_c^{on} , K | Размеры, мм ³ | |
|---------|---------------------------------|--------------|----------------|------------------------------|--|
| | | | 070 | 2 2 1 0 0 02 | |
| | 0 | 0.19 | 87.8 | 3.2 X 1.9 X 0.08 | |
| | 0.1 | 0.10 | 94.1 | $3.0 \times 1.7 \times 0.23$ | |
| | 0.2 | 0.12 | //.4 | 4.0 X 2.0 X 0.08 | |
| UD2 | 0.3 | 0.07 | 40.5 | 2.3 x 2.2 x 0.27 | |

Таблица 1 — Параметры монокристаллов $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$

варьируются от 40 до 94 К. Плотность дырок *p* оценивалась с помощью эмпирической формулы [30]:

$$\frac{T_c}{T_{c.max}} = 1 - 82.6(p - 0.16)^2 \tag{2.1}$$

2.2 Современное состояние исследований флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка

На фазовой диаграмме купратных сверхпроводников «температура – плотность носителей тока (*p*)» над сверхпроводящей областью располагается область



Рисунок 2.3 — Фазовая диаграмма $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$. Точки верхней границы сверхпроводящей фазы $T_c(p)$ (темно-серая область) получены с помощью измерений восприимчивости на переменном токе (звездочки — [31]). Граница области флуктуаций (светло-серая область) показана окружностями с крестом (эффект Hephcra [31]), белыми окружностями (ARPES [32]). Верхняя граница псевдощелевого состояния обозначена толстой пунктирной линией, которая усредняет измерения сопротивления (серые квадраты) [33], данные ARPES (белые квадраты) [32] и данные STS (серые ромбы) [34; 35]

сверхпроводящих флуктуаций (СФ). Эти флуктуации можно обнаружить с помощью измерений различных физических параметров [36]. Верхняя граница этой области может быть определена с помощью транспортных измерений и спектроскопических исследований. Результаты измерения эффекта Нернста [31] в кристаллах $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$ выше критической температуры показали широкую область сверхпроводящих флуктуаций, причем ширина области слабо зависит от плотности носителей тока (рис. 2.3). В то же время спектроскопические данные, полученные с помощью сканирующей туннельной спектроскопии (STS) [37] и фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением (ARPES) [32], показали, что область флуктуаций уменьшается с уменьшением плотности носителей тока p и при переходе к передопированным образцам — полностью исчезает. Спектроскопические данные расходятся с данными измерения эффекта Нернста. Противоречия между этими данными стали поводом для изучения этой проблемы с помощью высокочастотного метода — измерения нерезонансного микроволнового поглощения на частоте 9.2 ГГц.

2.3 Экспериментальное проявление сверхпроводимости в измерениях сопротивления и магнитной восприимчивости

Для изучения флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка (ФСПП), в нашей работе был использован метод МВП. Как было упомянуто в разделе 1.5, для измерения МВП применялся ЭПР спектрометр. Образец помещался в центр резонатора. В зависимости от эксперимента, плоскость образцов *ab* была параллельной или перпендикулярной направлению микроволнового поля H_{MW} . Чтобы минимизировать эффект поля на сверхпроводящие флуктуации, все температурные зависимости МВП были получены при фиксированном приложенном магнитном поле небольшой величины $H_0 = 5$ Э. Температура образца варьировалась в диапазоне от 8 до 300 К, с использованием проточного гелиевого криостата.

Поскольку величина МВП определяется резистивными потерями, разумно проанализировать его наряду с данными измерений удельного сопротивления. Такие измерения проводились стандартным четырех-контактным методом на постоянном токе. Измерительные контакты были сделаны из бериллиевой бронзы и закреплены серебряной пастой.

Чтобы определить температуру перехода в объемную сверхпроводящую фазу T_c , измерялась высокочастотная восприимчивость. Эти измерения были проведены на частоте 1300 Гц с помощью системы из трех катушек [38]. Одна из них – возбуждающая, вторая – измерительная, а третья служит для компенсации фонового сигнала, не связанного с восприимчивостью образца. Образец был установлен в катушке так, что приложенное магнитное поле было направлено перпендикулярно плоскости кристалла ab.



Рисунок 2.4 — Зависимости магнитной восприимчивости от температуры для образцов Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} с разной концентрацией иттрия.

Поочередно рассмотрим данные, полученные с помощью этих методов. Начнем с данных измерения магнитной восприимчивости (рис. 2.4). В нормальном состоянии значение магнитной восприимчивости близко к нулю ($\chi_n \sim 10^{-5}$). Ниже сверхпроводящего перехода возникают экранирующие токи, которые компенсируют внешнее приложенное поле. Эти токи создают диамагнитный момент, который регистрируется с помощью синхронного детектора и пересчитывается в восприимчивость. Возникновение резкого скачка связано с образованием объемной сверхпроводящей фазы. Как показано на рисунке 2.4, самая высокая температура перехода наблюдается для оптимально-допированного образца. Уменьшение или увеличение плотности носителей тока приводит к понижению критической температуры.

Анализ этих графиков показывает, что в нормальном состоянии магнитная восприимчивость остается относительно постоянной (слабое увеличение с понижением температуры в этом масштабе незаметно). При сверхпроводящем переходе наблюдается резкий спад измеряемой величины. Таким образом, измерения восприимчивости позволяют определить температуры возникновения объемной сверхпроводящей фазы T_c^{on} , но каких-либо заметных изменений, связанных с наличием флуктуаций выше критической температуры T_c , не наблюдается.



Рисунок 2.5 — Зависимости сопротивления от температуры для образцов Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} с разной концентрацией иттрия.

Транспортные характеристики были получены с помощью регистрации температурной зависимости сопротивления на постоянном токе 4-х контактным методом. Контакты наносились на поверхность образца, поэтому измерялось сопротивление в плоскости $ab R_{ab}$. Данные, полученные для исследуемых образцов, показаны на рисунке 2.5. Самая высокая критическая температура T_c достигается в оптимально допированном образце. По мере отклонения плотности носителей тока от оптимального значения, T_c уменьшается. Выше сверхпроводящего перехода наблюдается металлический ход.

При внимательном рассмотрении температурной зависимости в увеличенном масштабе (см., например, R(T) оптимально допированного образца на рисунке 2.6), обнаруживается отклонение от линейной зависимости в сторону уменьшения сопротивления (при приближении к сверхпроводящему переходу



Рисунок 2.6 — Зависимость сопротивления образца OD от температуры в увеличенном масштабе. Пунктирная линия — касательная к температурной зависимости сопротивления в нормальном состоянии.

со стороны высоких температур). Такое поведение сопротивления объясняется вкладом Асламазова-Ларкина, который появляется вследствие возникновения флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка. Учитывая, что отклонение сопротивления от линейного поведения наблюдается примерно за 20 К до перехода, можно предположить, что в этом температурном диапазоне для передопированного образца присутствуют ФСПП. В целях детального изучения этих флуктуаций, в исследуемых образцах были получены зависимости амплитуды МВП от температуры.



Рисунок 2.7 — Зависимость амплитуды микроволнового поглощения от температуры для образцов Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} с разной концентрацией носителей тока.

2.4 Экспериментальное проявление флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка в измерениях МВП.

Амплитуда МВП имеет аналогичную тенденцию (рис. 2.7): выше критической температуры обнаруживается металлический ход. Исключением является образец UD1, который мы рассмотрим отдельно. Ниже сверхпроводящего перехода T_c амплитуды МВП резко уменьшаются. При этом во всех случаях, кроме передопированного образца, наблюдается пик потерь выше сверхпроводящего перехода. Появление двух пиков в образце с концентрацией иттрия x = 0.3 объясняется неоднородностью материала.

В ходе дальнейшего анализа, данные МВП построены наряду с данными магнитной восприимчивости и сопротивления (на рисунках 2.8, 2.9 и 2.10) для образцов с разными концентрациями носителей тока. Обсуждение начнем с передопированного образца, потому что зависимость МВП от температуры для этого



Рисунок 2.8 — Зависимости магнитной восприимчивости, амплитуды МВП и удельного сопротивления от температуры для образца ОD. Прямой вертикальной линией обозначена температура сверхпроводящего перехода.

образца имеет простую форму (рис. 2.8). Здесь амплитуда МВП немного уменьшается с уменьшением температуры выше сверхпроводящего перехода. Сравнение этой зависимости с данными сопротивления R(T), имеющими металлический ход в этом диапазоне температур, показывает, что МВП ведет себя аналогичным образом, то есть связано с резистивными потерями, как и ожидалось. Поскольку МВП происходит внутри скин-слоя, его значение пропорционально объему скин-слоя, следовательно квадратному корню от удельного сопротивления $\delta \propto \sqrt{\rho}$ [39].

При достижении температуры сверхпроводящего перехода, определенного по измерениям восприимчивости, оба параметра резко уменьшаются (сопротивление до нуля, амплитуда МВП уменьшается до конечного значения, что определяется поглощением микроволнового поля на вихрях [40]). Следует отметить, что температурные зависимости трех параметров дают одинаковое значение температуры перехода для передопированного образца, что свидетельствует об однородности этого соединения.



Рисунок 2.9 — Зависимости магнитной восприимчивости, амплитуды МВП и удельного сопротивления от температуры для образца ОР. Сплошная линия соответствует температуре сверхпроводящего перехода T_c^{on} , полученной из измерений магнитной восприимчивости на переменном токе, а пунктирная линия показывает ту же температуру, полученную из измерений МВП и сопротивления.

В случае оптимально допированного образца, точного совпадения критических температур не наблюдается. Температура перехода, регистрируемая в измерениях сопротивления и МВП (рис. 2.9), смещена в сторону более высоких температур по сравнению со значениями, полученными в измерениях магнитной восприимчивости. Это несоответствие возникает из-за экранирующих токов, которые вызывают диамагнитный отклик. Поэтому переход в сверхпроводящее состояние по измерениям восприимчивости происходит только после установления объемной сверхпроводящей фазы. Еще одним отличием температурной зависимости МВП для оптимально допированного образца (рис. 2.9), в отличие от передопированного (рис. 2.8), является наличие ярко выраженного «пика потерь» в непосредственной близости от критической температуры. Возникновение такого пика потерь рассматривается в [39] на основе теоретической работы [41]. Согласно модели, предложенной в [39], возникновение пика потерь обусловлено возникающими внутри образца сверхпроводящими флуктуациями вблизи критической температуры T_c .

Выше было упомянуто, что T_c определенное по измерениям сопротивления и МВП находится чуть выше, и, соответственно, позиция максимума выше. Однако нас больше интересуют флуктуации и предполагаемая температура возникновения сверхпроводящих флуктуаций T_f . Поэтому далее мы прослеживаем появление аномалии температурной зависимости МВП, вызванное сверхпроводящими флуктуациями T_f . В целях получения зависимости T_f от плотности дырок p, были получены зависимости МВП от температуры для Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} с различной концентрацией иттрия.



Рисунок 2.10 — Зависимости магнитной восприимчивости, амплитуды МВП и удельного сопротивления от температуры для недодопированного образца. Сплошная линия соответствует температуре сверхпроводящего перехода T_c^{on} , полученную из измерений магнитной восприимчивости на переменном токе, а пунктирная линия показывает ту же температуру, полученную из измерений МВП и сопротивления.

Температурная зависимость амплитуды МВП вместе с удельным сопротивлением и данными магнитной восприимчивости для образца UD1 показана на рисунке 2.10. Сдвиг температуры возникновения диамагнитного отклика (рис. 2.10) больше, чем у ОР образца (рис. 2.9). Этот сдвиг увеличивается с уменьшением концентрации дырок, то есть, от образца ОD к образцу UD2, но форма кривых не меняется. Поэтому, в данном случае не приведены графики для образца UD2.

Для UD1, в отличие от других образцов, зависимость МВП от температуры имеет отрицательный наклон выше сверхпроводящего перехода. Существует два возможных объяснения такого наклона: (1) МВП определяется рассеянием дырок, движущихся перпендикулярно слоям CuO₂, которые имеют активационный ход сопротивления, в отличие от металлического характера R_{ab} [42; 43]; (2) плохая проводимость приводит к увеличению скин-слоя так, что глубина скин-слоя будет больше полуширины образца, и, как следствие, в этом прозрачном режиме микроволновое поглощение будет обратно пропорционально удельному сопротивлению [39]. Для выяснения того, какой случай наблюдается для исследуемых в данной главе образцов, необходимо определить удельное сопротивление и глубину скин-слоя. Для наших образцов измерительные контакты расположены не на одной линии, поэтому сложно получить точные значения удельного сопротивления и глубины скин слоя по данным измерения сопротивления. Грубая оценка дает $\rho_{ab} = 0.21$ мОм×м и $\delta_c = 0.073$ мм. Это означает, что второй случай более приемлем. Но это требует дополнительной проверки. Возникновение пика потерь предполагает дополнительное увеличение ρ_c в случае (1), и уменьшения ρ_{ab} в случае (2).

Проверочный эксперимент заключается в создании условий для протекания микроволнового тока только в плоскости ab, чтобы не возникало перпендикулярной компоненты. Для этого микроволновое поле было направлено перпендикулярно к проводящим слоям CuO₂. Измерения МВП в такой ориентации показывают металлический ход и отсутствие пика потерь (рис. 2.11в). Также необходимо отметить, что если микроволновое поле параллельно плоскости ab, то вращение образца на 90° градусов в базисной плоскости, то есть изменение направления внешнего магнитного поля H_0 , не меняет характер температурной зависимости и пик потерь сохраняется (рис. 2.11а,б). Этот результат указывает на определяющую роль перпендикулярной проводимости в микроволновом



Рисунок 2.11 — Зависимости амплитуды МВП от температуры для образца ОD в разных ориентациях. В случае (а) и (б) направление микроволнового поля *H_{MW}* параллельно плоскости кристалла. Направление приложенного магнитного поля *H*₀ является перпендикулярным (а) и параллельным (б) к плоскости *ab*. В случае (в) направление микроволнового поля перпендикулярно плоскости *ab*, а направление приложенного магнитного поля *H*₀ параллельно этой плоскости.

поглощении. Исходя из этого можно предположить, что пик потерь вызван дополнительным увеличением сопротивления ρ_c из-за сверхпроводящих флуктуаций. Известны три механизма влияния сверхпроводящих флуктуаций на удельное сопротивление: эффект Асламазов-Ларкина, вклад Маки-Томпсона и изменение плотности состояний (DOS) неспаренных электронов [44]. Первые два вклада снижают удельное сопротивление, последний его усиливает. Таким образом, увеличение амплитуды МВП при температуре, близкой к T_c позволяет сделать вывод, что флуктуации сверхпроводящего параметра порядка усиливают вклад перпендикулярной компоненты удельного сопротивления. Тот же вывод был сделан из теоретического решения этой проблемы [45].

2.5 Области существования ФСПП на фазовой диаграмме «*p*-*T*»



Рисунок 2.12 — Фазовая диаграмма $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$. Точки верхней границы сверхпроводящей фазы $T_c(p)$ (темно-серая область) получены с помощью измерений восприимчивости на переменном токе (кресты - наша работа, звездочки — [31]). Граница области флуктуаций (светло-серая область) показана черными окружностями (MWA, наша работа), окружности с крестом (эффект Нернста [31]), белыми окружностями (ARPES [32]). Верхняя граница псевдощелевого состояния обозначена толстой пунктирной линией, которая усредняет измерения сопротивления (серые квадраты) [33], данные ARPES (белые квадраты) [32] и данные STS (серые ромбы) [34; 35]

Также необходимо отметить, что выраженное проявление сверхпроводящих флуктуаций в измерениях МВП обусловлено высокой частотой методики измерения. Вероятно, время жизни ФСПП сопоставимо с частотой микроволнового поля, то есть порядка 10^{-10} с или больше. Следовательно, появляется возможность оценить время жизни этих флуктуаций в области температур, где наблюдается пик потерь, то есть в области температур $T_c \div T_c + 20$ К. Пик потерь, вызванный ФСПП,

наблюдается на температурной зависимости МВП для всех образцов, за исключением передопированного. Как было показано выше, из данных МВП можно извлечь информацию о ФСПП. На температурной зависимости верхняя граница этих флуктуаций отмечена стрелкой (рис. 2.9). Если зависимость $T_f(p)$ определяет верхнюю границу области флуктуации, то $T_c(p)$ является нижней границей этих флуктуаций. Мы предполагаем, что для передопированного образца T_f находится очень близко к T_c , поэтому не проявляется в измерениях МВП.



Рисунок 2.13 — Температурные зависимости амплитуды MWA для образца OP и пниктида железа Ba(Fe_{0.9}Co_{0.1})₂As₂ с одинаковой ориентацией: $H_{MW} || ab$ и $H_0 || c$.

Полученные значения верхней границы сверхпроводящих флуктуаций отмечены на общей фазовой диаграмме вместе с аналогичными данными из работ [32—35]: рис. 2.12. Здесь также приведены данные для псевдощелевой области T^* . На этой фазовой диаграмме сверхпроводящая фаза отмечена темно-серым цветом, верхняя граница которой сверху ограничена точками $T_c(p)$. Согласно данным MBП, ARPES [32] и STS [37] (в отличие от данных измерения эффекта Нернста [31]) область флуктуации, отмеченная

светло-серым цветом, сужается с увеличением концентрации дырок. Область псевдощелевого состояния имеет схожий характер. Это говорит о том, что между этими двумя состояниями существует корреляция. Измерения МВП для образца $Ba(Fe_{0.9}Co_{0.1})_2As_2$ подтверждают это предположение. Соединение $Ba(Fe_{0.9}Co_{0.1})_2As_2$ относится к классу высокотемпературных сверхпроводников на основе пниктидов железа, у которых нет псевдощелевого состояния (см. Обзор [46] и ссылки в них).

Амплитуда МВП была записана для почти оптимально допированного пниктида железа Ba(Fe_{0.9}Co_{0.1})₂As₂ [47] в ориентации микроволнового поля H_{MW} параллельной плоскости *ab* (рис. 2.13). В этой ориентации пик потерь наблюдается на температурной зависимости МВП OP, UD1 и UD2 образцов. Зависимость МВП, полученная в тех же условиях для OP образца, наносится, наряду с данными пниктида на рис. 2.13 для сравнения. Видно четкое расхождение между двумя кривыми. На кривой Ba(Fe_{0.9}Co_{0.1})₂As₂ нет пика потерь. Вероятно, это связано с отсутствием псевдощелевой фазы у пниктидов железа.

Выводы

Исследование микроволнового поглощения, выполненного для кристаллов $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$ с различной концентрацией дырок, показало высокую чувствительность выбранного способа к сверхпроводящим флуктуациям. Пик потерь на температурной зависимости МВП указывает на наличие сверхпроводящих флуктуаций в широком диапазоне температур для недодопированных образцов. Этот диапазон уменьшается с увеличением концентрации дырок и становится нулевым для передопированного образца. Этот факт, вместе с отсутствием пика потерь в пниктидах железа, позволяет предположить стимулирующее влияние псевдощели на развитие сверхпроводящих флуктуаций. Обнаружение сверхпроводящих мелезованием методики МВП указывает на время их жизни порядка 10^{-10} с или более. Верхние границы сверхпроводящей фазы и зоны флуктуации были построены на фазовой диаграмме Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y}. Наши оценки $T_f(p)$ находятся в хорошем согласии с данными [32] и STS [37], но расходятся с измерениями эффекта Нернста [31] в области больших концентрации дырок.

Глава 3. Динамические волны зарядовой плотности в купратных сверхпроводниках

3.1 Постановка задачи и выбор образцов для исследования

Несмотря на многолетние интенсивные исследования ВТСП материалов, природа высокотемпературной сверхпроводимости остается нераскрытой. Более того, в этих материалах выше критической температуры сохраняется энергетическая щель, которую принято называть псевдощелью. В определении природы псевдощели имеются противоречивые данные. Например, результаты фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением [48; 49] показывают наличие в этой области двух щелей. Считается, что щель в нодальном направлении в импульсном пространстве представляет собой сверхпроводящую щель, а в антинодальном направлении имеет магнитную природу. Если щель в нодальном направлении можно объяснить наличием в этой области фазовой диаграммы сверхпроводящих флуктуаций [50], изученных в предыдущей главе этой работы, то мнения на счет антинодального направления сильно разнятся. Есть предположения, что эта щель связана с соразмерными и несоразмерными страйпами [51]. В этой связи в объяснении возникновения сверхпроводимости популярна теория страйпового механизма.



Рисунок 3.1 — Фотография монокристалла La $_{2-x}$ Sr $_x$ CuO $_4$ с концентрацией стронция x = 0.101.

В этой главе для исследования страйпов, в частности динамических волн зарядовой плотности, выбраны купратные сверхпроводники лантановой группы. Монокристаллы $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ приготовлены методом зонной плавки в университете Тохоку, Япония. Подробное описание процедуры приготовления кристаллов приведено в [52]. В этом соединении плотность дырок удобно контролировать путем изменения x, так как в $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ плотность дырок совпадает с концентрацией стронция x. Кристаллы, имеющиеся в нашем распоряжении, охватывают диапазон от недодопированного (UD) образца (x = 0.077) через оптимально допированный (OP) x = 0.160, до передопированного образца (OD) с концентрацией x = 0.195. Типичный размер кристаллов составлял $4,5 \times 1,0 \times 0,5$ мм³ (рис. 3.1).



Рисунок 3.2 — Кристаллическая структура $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ [28].

Характеризация образцов была выполнена с помощью измерения сопротивления и магнитной восприимчивости. Сопротивление измерялось 4-х контактным методом с помощью прижимных контактов из берилловой бронзы. Измерения восприимчивости проводились на частоте 1.3 кГц во внешнем магнитном поле $H_a = 25$ Э, прикладываемом перпендикулярно *ab* плоскости кристалла. Значения критической температуры, полученные с помощью измерения восприимчивости, отображены в таблице 2 вместе с размерами образца. Межплоскостное расстояние между проводящими слоями составляет 13 Å (рис. 3.2). Вдоль оси *c* преобладает

| Образец | Концентрация | T_c, \mathbf{K} | Размеры, мм ³ | |
|---------|--------------|-------------------|--------------------------|--|
| | стронция, x | | | |
| UD4 | 0.077 | 19.3 | 4.2 x 1.03 x 0.44 | |
| UD3 | 0.101 | 28.4 | 4.6 x 1.09 x 0.49 | |
| UD2 | 0.116 | 24.3 | 4.6 x 1.04 x 0.51 | |
| UD1 | 0.142 | 36.3 | 4.7 x 1.09 x 0.59 | |
| OP | 0.160 | 37.6 | 4.8 x 1.05 x 0.41 | |
| OD | 0.195 | 32.2 | 3.4 x 3.17 x 0.92 | |

Таблица 2 — Размеры и температуры перехода в сверхпроводящее состояние для кристаллов La_{2-x}Sr_xCuO₄

выраженная анизотропия, тогда как внутри плоскости CuO₂ степень анизотропии сравнительно невелика.

3.2 Современное состояние исследований волн зарядовой плотности

В самом начале развития высокотемпературной сверхпроводимости Горьков и Сокол в работе [53] предположили, что сильные искажения решетки, вызванные дырочным легированием, в результате неоднородного распределения заряда и микроскопического фазового расслоения приводят к образованию проводящих и диэлектрических фаз. Позже было показано [54], что наиболее благоприятным типом такого расслоения являются низкоразмерные страйповые структуры. За короткое время это предположение было успешно подтверждено в кристаллах $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$ с помощью спектроскопии EXAFS (спектроскопия протяжённой тонкой структуры рентгеновского спектра поглощения) и рентгеновской дифракции [55] и на образцах La_{1.48}Nd_{0.4}Sr_{0.12}CuO₄ нейтронным рассеянием [56].

В последнем случае страйпы представляли собой статические полосы, поэтому их легко было обнаружить. В других случаях зарядовые страйпы не наблюдались непосредственно из-за их высокой подвижности. Однако они могли проявиться в транспортных свойствах. В частности, изучение транспортных свойств кристаллов $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ с низким содержанием концентрации стронция (и плотности носителей тока) выявило, что при средних температурах (T > 100 K) образцы имеют металлическую проводимость с высокой подвижностью дырок, даже для очень слабо допированных соединений ($x \approx 0.01$) [57].

Понимая, что это невозможно при такой низкой концентрации дырок (~1 дырка на 10 элементарных ячеек кристаллической решетки), авторы [57] использовали идею, предложенную ранее [53—56], что свободные заряды распределяются не однородно в образце, а концентрируются в некоторых областях, образующих проводящие одномерные каналы, так называемые «зарядовые страйпы». Позже периодическую систему таких зарядовых страйпов начали называть волнами зарядовой плотности (ВЗП). Наличие большой концентрации носителей тока в этих областях и высокая подвижность ВЗП обеспечивает высокую проводимость и металлический характер температурной зависимости сопротивления R(T).

С понижением температуры при определенных условиях могут возникнуть центры пиннинга ВЗП. При этом происходит частичная локализация дырок и соответствующее увеличение удельного сопротивления. Обычно пиннинг ВЗП происходит из-за структурного перехода с изменением орторомбической элементарной решетки (LTO) на тетрагональную (LTT) [58]. Этот переход сопровождается вращением октаэдров CuO₆ вокруг диагоналей, параллельных кристаллографическим осям [100] и [010]. Пиннинг из-за структурного перехода был обнаружен в измерениях рентгеновской дифракции и в нейтронных измерениях в кристаллах La_{2-x}Ba_xCuO₄ [59] и в La_{2-x}Sr_xCuO₄ с дополнительной примесью редкоземельных элементов Еи и Nd [60; 61].

В La_{2-x}Sr_xCuO₄ без редкоземельных примесей структурного перехода LTO-LTT не происходит, соответственно нет пиннинга ВЗП, а температурная зависимость сопротивления имеет металлический ход R(T) на всем диапазоне температур вплоть до перехода в сверхпроводящее состояние [62]. Небольшие отклонения от такого хода иногда наблюдаются в образцах с концентрацией стронция близкой к x = 1/8 [57; 63]. Нейтронные измерения выявили изменение фононного спектра в таких образцах, что указывает на то, что кристаллическая структура склонна к фазовому переходу LTT [64]. Как следствие, возникают флуктуации LTT фазы, что приводит к слабой локализации ВЗП и соответствующему изменению зависимости R(T).

Наличие ВЗП в $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ с x близким к 1/8 и без редкоземельного легирования было подтверждено рентгеновскими дифракционными исследованиями [65; 66]. Наличие ВЗП в недодопированных образцах $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ была подтверждена многочисленными экспериментами (см. Обзор [67] и ссылки в нем). Тем не менее, обнаружение ВЗП и определение их границ на фазовой диаграмме («температура – плотность носителей тока») остаются непростой задачей. По этой причине в настоящее время существует мало точек, обозначающих границу фазы ВЗП на фазовой диаграмме хорошо изученного соединения $La_{2-x}Sr_xCuO_4$. Более того, они сгруппированы в очень узком диапазоне концентрации дырок: $x = 0.11 \div 0.13$ [68]. При этом граница области ВЗП изучена намного лучше для другого хорошо известного купратного сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_{6+x}$, и многие граничные точки были получены в широком диапазоне плотности носителей тока [69; 70]. Таким образом, получение подробной информации о фазовой границе ВЗП в $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ является актуальной задачей. В этой главе для получения информации о области существования ВЗП используются измерения микроволнового поглощения (МВП). МВП определяется омическими потерями, и его удобно сравнивать с данными удельного сопротивления. В то же время высокая частота измерения (~10 ГГц) делает его чувствительным к короткоживущим и динамическим объектам, таким как ВЗП в кристаллах $La_{2-r}Sr_rCuO_4$.

3.3 Экспериментальное проявление динамических ВЗП в транспортных измерениях

В этом разделе представлены результаты, полученные тремя разными экспериментальными методами на купратных сверхпроводниках $La_{2-x}Sr_xCuO_4$. Сравнение данных, полученных разными методами, позволило выделить вклад динамических ВЗП и определить область концентраций дырок, где статические ВЗП подавляют объемную сверхпроводящую фазу.



Рисунок 3.3 — Зависимости магнитной восприимчивости от температуры для передопированного (x = 0.195), оптимально допированного (x = 0.160) и недодопированных образцов (x = 0.142, 0.077).

На рисунке 3.3 представлены данные, полученные с помощью измерения магнитной восприимчивости на частоте 1300 Гц. Переменное поле внутри катушки было направлено вдоль плоскости кристалла *ab*, а внешнее магнитное поле — перпендикулярно. Все измерения проводились во внешнем поле 25 Э. При высоких температурах восприимчивость постоянна и близка к нулю. При переходе в сверхпроводящее состояние наблюдается резкое уменьшение сигнала, что

свидетельствует о появлении диамагнитного отклика, то есть об образовании объемной сверхпроводящей фазы. Максимальная температура перехода получается для оптимально допированного образца с плотностью носителей тока x = 0.160.



Рисунок 3.4 — Температурные зависимости сопротивления для передопированного (x = 0.195), оптимально допированного (x = 0.160) и недодопированных образцов (x = 0.142, 0.077)

Измерения сопротивления для 4-х образцов представлены на рисунке 3.4. Во всем диапазоне температур видим металлический ход. При переходе в сверхпроводящее состояние, происходит резкое уменьшение температуры до нуля. Также необходимо отметить, что для передопированного и оптимально допированного образцов наблюдается линейный ход сопротивления с изменением температуры, а для недодопированных образцов — квадратичная зависимость от температуры. Максимальная критическая температура наблюдается у оптимально допированного образца. Данные измерения сопротивления и магнитной восприимчивости представлены в таблице 3.

В этой таблице мы видим, что с уходом от оптимальной концентрации дырок x = 0.160, критическая температура уменьшается. В измерениях сопротивления переход происходит с образованием проводящих каналов, которые

Таблица 3 — Критические температуры образцов $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ с разной концентрацией стронция, полученные методом измерения сопротивления на постоянном токе и магнитной восприимчивости на переменном токе

| | x | 0.077 | 0.101 | 0.116 | 0.142 | 0.160 | 0.195 |
|----|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| χ′ | $T_c(\mathbf{K})$ | 19.3 | 28.4 | 24.3 | 36.3 | 37.6 | 32.2 |
| R | $T_c(\mathbf{K})$ | 22.2 | 30.7 | 31.6 | 38.6 | 38.5 | 33.0 |

замыкают локальные сверхпроводящие области, а переход по восприимчивости возможен только при образовании объемной мейснерской фазы. Поэтому критические температуры, полученные в измерениях восприимчивости, ниже по сравнению с данными сопротивления. Более того, это расхождение между этими данными более всего заметно для образца с концентрацией дырок x = 0.116(близкое значение к 1/8). По литературным данным, при этой концентрации дырок происходит конкуренция сверхпроводимости и волн зарядовой плотности [67]. Возможно из-за этого мы наблюдаем подавление объемной сверхпроводящей фазы для этой концентрации стронция.

3.4 Экспериментальное проявление динамических ВЗП в измерениях МВП

В целях изучения короткоживущих возбуждений, необходимо использовать высокочастотные методы. Для того, чтобы изучить ВЗП в купратных сверхпроводниках, используются измерения нерезонансного микроволнового поглощения. Критические температуры у этих материалов не такие низкие (больше 10 K), поэтому для охлаждения образцов использовался проточный криостат. Измерения МВП проводились в прямоугольном резонаторе. Температурные зависимости были прописаны в магнитных полях 0, 20, 100, 1000, 5000 Э. Данные для купратных сверхпроводников La_{2-x}Sr_xCuO₄ с концентрациями x = 0.077, 0.142, 0.160, 0.195, полученные в остаточном магнитном поле, представлены на рисунке 3.5.



Рисунок 3.5 — Температурные зависимости амплитуды МВП для передопированного (x = 0.195), оптимально допированного (x = 0.160) и недодопированных образцов (x = 0.142, 0.077). T_c – температура перехода в сверхпроводящее состояние, T' – температура изменения знака наклона кривой $A_{\rm MBII}(T)$.

На риснуке 3.5 мы видим металлический ход выше критической температуры для OD, OP образцов, и выше T' — для недодопированных образцов. При температуре T' происходит изменение знака наклона. Такое поведение температурной зависимости МВП может быть связано как с ФСПП, так и с ВЗП. Для изучения этого вопросы требуются дополнительные эксперименты. Обсуждение полученных данных и объяснение пика потерь будут приведены ниже.

3.5 Анализ данных, полученных на низких частотах

Отдельно рассмотрим температурные зависимости сопротивления для некоторых образцов $La_{2-x}Sr_xCuO_4$. Температурная зависимость сопротивления преобразуется с изменением концентрации стронция и плотности дырок

64



Рисунок 3.6 — Температурная зависимость сопротивления R(T)/R(200K) для двух недодопированных образцов (x = 0.077, квадраты и x = 0.116, окружности) и для оптимально допированного образца (x = 0.160, кресты). Пунктирная линия и штрих пунктирные линии показывают линейную и квадратичные приближения соответственно.

(рис. 3.6). Выше сверхпроводящего перехода передопированные и оптимально допированный образцы имеют линейную зависимость от температуры, в то время как недодопированные — квадратичную. Для кристалла $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ с x = 0.116 (близко к 1/8) квадратичная зависимость R(T) наблюдается выше $T \approx 100$ К.

Такое поведение сопротивления недодопированных купратных сверхпроводников ($R \sim T^2$) было объяснено теоретически Л. Горьковым и Г. Тейтельбаумом [71] на основе рассмотрения рассеяния электронов с учетом особой структуры поверхности Ферми в виде арок (отсоединенные сегменты поверхности Ферми). При высоких температурах (намного выше T_c), удельное сопротивление описывается формулой Друде (1.1) и определяется температурной зависимостью скорости рассеяния электронов (1.2). К этой формуле добавляется ещё одно слагаемое: $1/\tau_{FA}(T)$. Оно связано со структурой арок на Ферми поверхности и имеет квадратичную зависимость от температуры: $1/\tau_{FA}(T) \sim T^2$ [71]. Это слагаемое определяет температурную зависимость сопротивления выше критической температуры. С понижением температуры выше Т_c, появляется дополнительный механизм рассеяния, что приводит к отклонению сопротивления от квадратичного закона. Этот механизм связан с волнами зарядовой плотности. Функция скорости релаксации имеет комплексную форму (см. [71]) и в наше работе не приведена. Ключевым моментом является то, что появление ВЗП приводит к изменению наклона температурной зависимости сопротивления R(T). Это действительно наблюдается в измерениях удельного сопротивления на слабо допированных образцах $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ и на образцах с концентрацией стронция близкой к 1/8 (см., например [57; 63; 72]). Иногда наклон становится даже негативным [63]. В нашем исследовании такое отклонение наблюдалось только для образца UD2 (x = 0.116) (рис. 3.6). В других образцах такой механизм рассеяния не проявляется, вероятно, из-за отсутствия ВЗП (в передопированных и оптимально допированных образцах ОР и ОD) или из-за их высокой подвижности, или очень короткой жизни (в недодопированных образцах UD). Для того, чтобы прояснить ситуацию, мы использовали измерения микроволнового поглощения в качестве высокочастотного инструмента изучения резистивных потерь.

3.6 Анализ данных полученных на высоких частотах

Как было упомянуто в первой главе, выше T_c амплитуда МВП пропорциональна объему скин-слоя [39]. Следовательно, температурная зависимость МВП будет определяется изменением глубины скин слоя через зависимость от сопротивления: $\delta \propto \sqrt{\rho}$. Поэтому, сигнал МВП от UD образца должен быть линейной функцией температуры. Результаты измерений МВП подтверждают это утверждение. В качестве примера, сравнение температурных зависимостей амплитуды микроволнового поглощения $A_{\text{MBII}}(T)$ и сопротивления R(T) для недодопированного образца UD1 показаны на рисунке 3.7. Мы можем увидеть отклонение



Рисунок 3.7 — Температурная зависимость сопротивления (окружности) и амплитуды МВП (линия) для образца UD1 (x = 0.142).



Рисунок 3.8 — Температурная зависимость амплитуды МВП для образцов UD4, UD2 и OP.

 $A_{\text{MBII}}(T)$ от линейного хода в диапазоне температур от $T \sim 55$ К до сверхпроводящего перехода. Такое же отклонение наблюдается для всех недодопированных образцов, но отсутствует в образцах ОР и ОD. Примеры зависимости $A_{\text{MBII}}(T)$ показаны на рис. 3.8 для двух недодопированых образцов UD2, UD4 и одного оптимально допированного образца ОР. Мы можем увидеть, что в недодопированых образцах наклон кривой $A_{\text{MBII}}(T)$ изменяет свой знак при уменьшении температуры выше T_c . Такого отклонения не наблюдается в образцах ОР и OD.

3.7 Влияние магнитного поля на вклады ФСПП и динамических ВЗП

Увеличение микроволнового поглощения связано с появлением дополнительного канала рассеяния с понижением температуры. Вполне возможно, что это связано с ВЗП. Однако к такому же эффекту могут привести флуктуации сверхпроводящего параметра порядка (ФСПП) вблизи T_c , как это было показано в предыдущей главе, а также в работах [39; 41]. Чтобы разделить эти два вклада, мы изучали влияние магнитного поля на амплитуду МВП в зависимости от температуры.

Известно, что пик потерь МВП, вызванный ФСПП, расширяется и смещается в сторону низких температур с увеличением поля [41], в то время как вклад ВЗП не подвергается влиянию магнитного поля малой величины. Как показано на рисунке 3.9а, для UD4 отклонение от линейного хода в сторону увеличения амплитуды происходит ниже 27 К, в то время как полевая зависимость возникает ниже 24 К. Это температурное различие не является значительным, но вполне обнаруживаемым. Для других образцов UD это намного больше. Например, для образца UD2 это разница примерно 40 К: появление аномалий из-за ВЗП возникает при температуре 81 К, а полевая зависимость, связанная с ФСПП, ниже 43 К (рис. 3.96). Таким образом, отслеживанием поведения кривой $A_{\rm MB\Pi}(T)$ в различных магнитных полях можно получить граничные точки



Рисунок 3.9 — Температурная зависимость амплитуды МВП для UD4 (a) без поля (1) и в магнитном поле 1000 Э (2) и 5000 Э (3) и для UD2 (b) в магнитное поле 1000 Э (1) и 100 Э (2). В обеих ситуациях прикладываемое магнитное поле параллельно оси кристалла *c*.

областей с ВЗП, сверхпроводящими флуктуациями и объемным установившимся состоянием сверхпроводимости. Для образцов, демонстрирующих такое поведение, мы построили граничные точки, полученные вышеописанным образом, на

69

фазовой диаграмме соединения $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ вместе с литературными данными (см. рис. 3.10).

3.8 Область существования динамических ВЗП на фазовой диаграмме

Рисунок 3.10 — Фазовая диаграмма La_{2-x}Sr_xCuO₄ в зависимости от температуры и концентрации стронция (плотности дырок). Область сверхпроводимости ниже точек T_c , полученных из измерений восприимчивости (заполненные квадраты) — наша работа) и [52] (открытые квадраты). Сверхпроводящие флуктуации возникают в области между T_c и граничной температурой $T_{\Phi C\Pi\Pi}$, определяемой из терагерцовой спектроскопии ([73], открытые ромбы) и из наших микроволновых измерений (заполненные ромбы). Область ВЗП ограничена температурой $T_{B3\Pi}$, отмеченная окружностями: одна пересеченная окружность и пустые окружности – это данные XRD из [65] и [74], заполненные кружки — наши данные МВП; треугольниками обозначены граничные концентрации, полученные из измерений коэффициента Зеебека [75].

Три фазовые области представлены на фазовой диаграмме «температура – плотность носителей тока» на рисунке 3.10: сверхпроводящая фаза ниже критической температуры T_c ; область сверхпроводящей флуктуации между T_c и верхней граничной температурой $T_{\Phi C\Pi\Pi}$; область существования ВЗП ограничена сверху температурой возникновения $T_{B3\Pi}$. Значения T_c , определенные по данным измерений магнитной восприимчивости в нашей работе, хорошо совпадают с данными из работы [52]. Граничные точки ФСПП, полученные в нашей работе, расположены немного ниже соответствующих точек, измеренных с использованием терагерцовой спектроскопии [73]. Это легко объяснить, если учитывать, что измерения на более высокой частоте ($\sim 10^{12}$ Гц в [73] вместо $\sim 10^{10}$ Гц в наших исследованиях) позволяют обнаруживать флуктуации, с более короткими временами жизни, существующие в более высоких температурах. Расхождение значений $T_{B3\Pi}(x)$, полученных из измерений МВП, и исследований рентгеновской дифракции (XRD) [65; 74], необходимо рассмотреть отдельно.

Прежде всего, по нашим данным ВЗП существуют в довольно широком диапазоне концентраций стронция (плотности дырок): $x = 0.077 \div 0.142$. Верхнее значение хорошо согласуется с пределом, определяемым измерениями коэффициента Зеебека в высоких магнитных полях [75], которое авторы этой работы установили на значении x = 0.15. Однако при этом нижняя граница в этой работе ограничена x = 0.085. НВ нашем же исследовании, ВЗП наблюдается до x = 0.077, что заметно ниже. Таким образом, наши данные противоречат данным из работы [75]. Но они лучше согласуются с данными измерения сопротивления [57], что подразумевает присутствие ВЗП до самых низких концентрацией дырок $x \approx 0.01$ (так как для слабо допированных образцов наблюдается металлический ход при высоких температурах).

Выводы

В этой главе показано, что температурные зависимости МВП, полученные при различных значениях магнитных поля, позволяют определять граничные точки областей динамических ВЗП, сверхпроводящих флуктуаций и объемной фазы сверхпроводящего состояния на фазовой диаграмме купратных сверхпроводников $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ «температура – плотность носителей тока». Было обнаружено, что для этого соединения диапазон существования ВЗП шире, по сравнению с данными XRD. Это наблюдение хорошо коррелирует с транспортными измерениями [57].
Глава 4. Исследование магнитного состояния и спиновых флуктуаций в железосодержащих сверхпроводниках

4.1 Постановка задачи и выбор образцов для исследования

Вопрос о влиянии магнитных корреляций на формирование сверхпроводимости в ВТСП материалах удерживает пристальное внимание ученых на протяжении последних десятилетий. Многочисленные исследования показали, что существующие в широкой области температур и полей магнитные возбуждения при изменении внешних условий (температура, давление) и/или легировании могут реализоваться в форме дальнодействующего магнитного упорядочения или сверхпроводящего состояния [76]. Для изучения этого вопроса хорошо подходят железосодержащие сверхпроводники, в фазовой диаграмме которых перекрываются сверхпроводящая и магнитная фазы (рис. 4.1).

Подобно купратным материалам, в железосодержащих материалах высокотемпературная сверхпроводимость и магнитные свойства возникают в квазидвумерных слоях FePn/Ch (Pn-пниктогены, Ch-халькогены). Эти проводящие слои чередуются промежуточными, которые являются резервуарами носителей. Единственным исключением является халькогениды железа, в которых слои FeCh просто накладываются друг на друга. Такая квазидвумерная структура железосодержащих сверхпроводников является причиной наличия сильной анизотропии физических свойств.

В качестве схожих свойств также можно отметить фазовые диаграммы купратных и железосодержащих материалов, а именно в «материнских» соединениях высокотемпературных сверхпроводников при низких температурах наблюдается антиферромагнитный порядок. Однако исходное антиферромагнитное состояние для купратных и железосодержащих сверхпроводников существенно отличается. Если купратные сверхпроводники в нормальном состоянии являются антиферро-



Рисунок 4.1 — Фазовая диаграмма соединения $Ba(Fe_{1-x}Co_x)_2As_2$ [77].

магнитными моттовскими диэлектриками, то железосодержащие сверхпроводники — антиферромагнитными металлами. Объясняется это тем, что в плоскостях CuO_2 ионы меди и кислорода образуют квадратную решетку, где ионы Cu^{2+} находятся на расстоянии 3.8 Å, поэтому волновые функции не перекрываются. Однако здесь работает косвенный обмен через ионы кислорода, который приводит к стационарной АФМ фазе.

В случае железосодержащих сверхпроводников образуется похожая квадратная решетка из ионов Fe и Pn/Ch в центре решетки. При этом расстояние между ионами железа составляет 2.7 Å. Такое достаточно близкое расположение ионов разрешает прямые прыжки, что наряду с dp гибридизацией через анионы пниктогена или халькогена приводит к металлическому основному состоянию с возможностью страйпового антиферромагнетизма, т. е. волн спиновой плотности (ВСП).

С увеличением концентрации носителей или прикладыванием гидростатического давления, исходное антиферромагнитное соединение переходит в сверхпроводящее состояние. При этом оптимальная температура перехода в сверхпроводящее состояние достигается только после подавления дальнодействующего магнитного порядка. В связи с этим можно предположить, что сверхпроводимость конкурирует с антиферромагнитным порядком, хотя в системе 122 оба могут существовать для слабодопированных концентраций [46].

Кроме сверхпроводящей и антиферромагнитной фазы на фазовой диаграмме железосодержащих сверхпроводников также присутствует структурный переход с критической температурой T_s, который находится выше магнитного перехода ($T_m < T_s$). Структурный переход сопровождается изменением кристаллической решетки из тетрагональной в орторомбическую. При этом постоянная решетки железа вдоль одного направления удлиняется. С дальнейшим уменьшением температуры, при T_m устанавливается АФМ фаза в виде волн спиновой плотности. При этом спины железа упорядочиваются антиферромагнитно вдоль длинных связей железа, и ферромагнитно вдоль коротких связей. Таким образом, в области температур между двумя переходами ($T_m < T < T_s$) нарушена 4-х кратная симметрия вращения, но сохранена трансляционная и инверсионная симметрии. Первопричиной нарушения симметрии при температуре структурного перехода считается установление электронного нематического порядка [78], а не структурные искажения. Такой вывод объясняется малыми искажениями кристаллической решетки (1-2%), в то время как анизотропия сопротивления близка к 10%. По аналогии с жидкими кристаллами, такую фазу с одним выделенным направлением принято называть нематически упорядоченной фазой. Нематически упорядоченное состояние играет важную роль в изучении взаимосвязи магнетизма и сверхпроводимости, так как по работе [79] при усилении спиновых флуктуаций (где предполагается наличие нематического порядка), увеличивается доля объемной сверхпроводящей фазы.

Для изучения взаимосвязи между магнетизмом и сверхпроводимостью, в нашей работе выбраны кристаллы $EuFe_2As_2$ и $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ относящиеся к классам 122 и 11, соответственно. Кристаллические структуры, рассчитанные в программе Diamond по данным рентгеноструктурного анализа, представлены на рисунке 4.2.



Рисунок 4.2 — Кристаллические структуры $EuFe_2As_2$, $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ построенные с помощью программы Diamond по данным рентгеноструктурного анализа, полученным в работах [80], и [81].

Для данной работы монокристаллы EuFe₂As₂ были выращены методом self-flux (кристаллизация из расплава) со следующим соотношением элементов: Eu:Fe:As=1:2:2 [82]. Образцы представляют собой черные кристаллы размерами $\sim 3 \times 4 \times 0.1$ мм³ (рис. 4.3). Они устойчивы к воздействию атмосферы и в процессе исследования свои физические свойства не меняли. Главной особенностью этих кристаллов является наличие двух магнитных ионов Fe²⁺ и Eu²⁺, что позволяет исследовать магнитные свойства этого материала с помощью высокочастотных методов ЭСР и МВП.

Халькогениды железа $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ были выращены методом кристаллизации из раствора в расплаве. Описание процедуры приготовления образцов можно найти в работе [83]. Элементный состав образцов установлен методом энер-



Рисунок 4.3 — Фотография монокристалла EuFe₂As₂.

| Реальный | T_c^{on}, \mathbf{K} | Размеры, мм ³ |
|-------------------------------|------------------------|--------------------------|
| Fee oo Set of | 91 | 3 5 x 1 6 x 0 46 |
| $Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}$ | 14.2 | 4.1 x 2.4 x 0.64 |
| $Fe_{1.27}Te_{0.54}Se_{0.46}$ | 14.8 | 4.2 x 2.2 x 0.35 |
| $Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}$ | 12.3 | 3.6 x 1.9 x 0.67 |

Таблица 4 — Параметры монокристаллов $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$

годисперсионной рентгеновской спектроскопии, выполненной на сканирующем электронном микроскопе EVO 50 XVP (Carl Zeiss). Результаты этого анализа показали наличие избыточного железа во всех образцах, кроме FeSe. Реальный состав, размеры и температуры перехода в объемную сверхпроводящую фазу представлены в таблице 4.



Рисунок 4.4 — Фотография монокристалла Fe_{0.99}Se_{1.01}.

4.2 Современное положение исследований магнитного состояния железосодержащих сверхпроводников.

Изучение магнитного состояния железосодержащих сверхпроводников начнем с рассмотрения пниктида железа с европием. В этом соединении два магнитных иона, которые дают две температуры магнитного упорядочения: магнитное упорядочение ионов железа в виде волн спиновой плотности при $T_m^{Fe} = 190 \, \text{K}$, и антиферромагнитное упорядочение магнитных моментов европия при $T_m^{Eu} = 19$ К. По этой причине магнитное состояние этого соединения ниже температуры упорядочения магнитных моментов европия $T_m^{Eu} = 19$ К формируется под влиянием многих факторов. Поскольку ионы Eu²⁺ не имеют орбитального момента, они слабо связаны с кристаллической решеткой, и, соответственно, не должно наблюдаться магнитной анизотропии. Известно, что ионы Еи, характеризующиеся большим магнитным моментом $\mu_{Eu} \approx 7.94 \ \mu B$ [84], связываются между собой посредством обменного взаимодействия ($J \approx 0.12 \text{ мэB}$ [85]), в результате чего образуются ферромагнитно упорядоченные слои. Магнитное взаимодействие между этими слоями европия опосредовано делокализованными 3d-электронами железа, с которыми 4f-электроны европия связаны обменным взаимодействием [85]. Следствием такого посредничества является, во-первых, антиферромагнитное упорядочение между слоями европия, а во-вторых, значительная спин-решеточная связь и соответствующая одноионная анизотропия, так как ионы железа прочно связаны с кристаллической решеткой. Теоретическое описание этой анизотропии в терминах биквадратного взаимодействия ионов Eu^{2+} и Fe²⁺ было предложено в работе [86].

Картина усложняется ниже температуры $T_s = 190$ К, когда кристаллическая решетка меняется с тетрагональной на орторомбическую. Нарушение симметрии приводит к тому, что два вектора элементарной решетки становятся неравными $(a \neq b)$, что приводит к появлению структурных двойников, которые повернуты на 90° относительно друг друга. Спиновая намагниченность европия связана с бо-

лее длинной осью орторомбической кристаллической решеткой, поэтому ниже T_m структурные двойники становятся магнитными доменами. Эти магнитные домены находятся под сильным влиянием внешнего магнитного поля, что объясняется большим магнитным моментом Eu, и сильным спин-решеточным взаимодействием. Поэтому относительно слабое магнитное поле может вызвать изменения их размеров, количества и даже спровоцировать монодоменизацию [87]. Соответствующие изменения происходят и в системе структурных двойников за счет сильной связи ионов Eu²⁺ с решеткой через ионы железа.

Ранее магнитное состояние EuFe₂As₂ изучалось рядом методов: измерениями намагниченности и магнетосопротивления [84]; нейтронной дифракцией [88]; магнитострикцией и магнитооптикой [87]; рентгеновской спектроскопией [86] и другими методами. Метод электронного спинового резонанса также неоднократно применялся для исследования этого соединения [82; 89]. В частности, он позволяет определить параметры корринговского механизма спин-решеточной релаксации Eu²⁺ через электроны проводимости. Однако следует отметить, что к настоящему времени ЭПР в основном применялся в диапазоне температур $T > T_m^{Eu}$, а не в магнитоупорядоченном состоянии. С другой стороны, именно в магнитоупорядоченном состоянии этот метод может предоставить значимую информацию о локальных магнитных свойствах, в частности, об анизотропии магнитной системы. Единственным исключением является работа [82], в которой акустическая и оптическая ветви антиферромагнитного резонанса изучались методом широкополосного ЭПР при температурах ниже T_m^{Eu} . К сожалению, эта методика не позволяет отследить подробные угловые зависимости спектров, необходимые для анализа магнитной анизотропии в плоскости. В настоящей главе в следующем разделе, используя ЭСР ионов Eu²⁺ и анализируя угловую зависимость резонансного поля, определены направления осей магнитной анизотропии и оценены значения обменного поля и поля анизотропии в плоскости.

Однако изучение магнитных свойств железосодержащих сверхпроводников не ограничивается получением сведений о магнитной анизотропии. Основная причина столь сильного интереса к магнитной фазе этих материалов объясняется желанием получить сведения о взаимосвязи магнетизма и сверхпроводимости. В этом плане пниктиды железа с европием привлекательны к изучению тем, что они могу перейти в сверхпроводящее состояние либо под действием гидростатического давления, либо при легировании. Более того, некоторые работы показывают, что магнитное упорядочение ионов европия сохраняется в сверхпроводящей фазе, например, при изовалентном замещении мышьяка фосфором [90] или при гидростатическом давлении [91]. В этом плане сведения о взаимосвязи между магнетизмом и сверхпроводимостью могут быть получены путем сравнения симметрий, присущих их параметрам порядка. Такую возможность предоставляют статические и динамические критические индексы, которые позволяют исследовать спиновые флуктуации близи фазового перехода. Поэтому, наряду с измерениями ЭСР, в этой работе рассмотрены результаты измерения МВП. Критические индексы, полученные с помощью МВП, представлены в четвертом разделе этой главы. Статические критические индексы свидетельствуют в пользу двумерной модели Изинга. Значения динамического критического индекса близки к значениям класса универсальности А. Более того, показано возможное влияние промежуточных слоев на взаимосвязь магнетизма и сверхпроводимости.

В последнем разделе этой главы рассмотрены спиновые флуктуации в халькогенидах железа. Важной особенностью селенидов железа является то, что у них нет дальнодействующей антиферромагнитной фазы, следовательно нематическая фаза наблюдается от структурного перехода до сверхпроводящей фазы. Большое количество экспериментальных работ [92—95] указывают на то, что в образовании как нематического, так и магнитного порядка ключевую роль играют спиновые флуктуации. Несмотря на то, что магнитный порядок в FeSe отсутствует при атмосферном давлении, он может быть установлен при наличии внешнего давления [96—98]. Более того, с увеличением давления происходит увеличение интенсивности спиновых флуктуаций [94; 99], что сопровождается повышением критической температуры до 38 К [97; 99]. На основе этого можно предположить о наличии корреляций между сверхпроводимостью и спиновыми флуктуациями. Эти спиновые флуктуации имеют анизотропный параметр порядка, и они способствует установлению нематического порядка. Для исследования спиновых флуктуаций в этом разделе был проведен сравнительный анализ данных, полученных на высоких и низких частотах. Такой анализ позволил определить области существования спиновых флуктуаций двух типов: изотропные вблизи сверхпроводящего перехода, и анизотропные в области высоких температур.

4.3 Исследование магнитного состояния EuFe₂As₂ с помощью электронного спинового резонанса



4.3.1 Характеризация образцов

Рисунок 4.5 — Температурные зависимости магнитной восприимчивости $\chi(T)$ и обратной ее величины $\chi^{-1}(T)$ полученные для ориентаций H||ab (синие треугольники) и H||c (красные ромбы). $\Theta \approx -20$ К.

Для характеризации исследуемых образцов были получены температурные зависимости восприимчивости для двух ориентаций (*H*||*ab*, *H*||*c*) (рис. 4.5). При

высоких температурах ($T > T_m$), данные восприимчивости подчиняется закону Кюри–Вейса. При температуре T_m =19 К происходит антиферромагнитное (АФМ) упорядочение магнитных моментов ионов европия, что на температурной зависимости восприимчивости проявляется в виде максимума. В некоторых работах [100] за температуру перехода в АФМ состояние принимается 17 К, при которой восприимчивость для перпендикулярной ориентации выходит на плато. Ниже этой температуры в ориентации H||ab восприимчивость заметно уменьшается, а для H||c меняется слабо. Параметр Кюри-Вейсса (Θ), полученный из температурной зависимости обратной восприимчивости $\chi^{-1}(T)$, оказывается отрицательным (рис. 4.5). Поведение температурной зависимости восприимчивости соответствует переходу из парамагнитного состояния в антиферромагнитное, а отрицательный знак Θ указывает на ферромагнитное упорядочение [84]. Это можно объяснить состоянием, когда спины европия в плоскостях *ab* упорядочены ферромагнитно, а вдоль оси *c* антиферромагнитно.

4.3.2 Спектры ЭСР ионов Eu²⁺

Дальнейшее изучение магнитной анизотропии выполнено с помощью метода электронного спинового резонанса (ЭСР), который чувствителен к локальным магнитным полям. В кристалле EuFe₂As₂ присутствует два магнитных иона: железо и европий, которые могли бы дать сигнал ЭСР. Однако из-за магнетизма, обусловленного коллективизированными электронами железа, и сильного антиферромагнитного взаимодействия ($J_{Fe-Fe} \approx 35 \text{ мэB}$ [101]), сигнал от ионов железа сильно уширен и не наблюдается в спектрах ЭСР. В отличие от ионов железа, европий остается парамагнитным в широком диапазоне температур, что позволяет четко регистрировать ЭСР сигнал от этого иона. Из-за скин-эффекта и перемешивания дисперсии в поглощение, сигнал получается асимметричным (форма линии Дайсона). Хорошо описывается производной поля dP/dH от функции формы линии, записанной в виде уравнения (1.26), которое было предложено в работе [13].



Рисунок 4.6 — Спектр ЭСР ионов европия, полученный при температуре 75 К, показан черной линией. Расчетная линия представлена красной пунктирной линией.

здесь H – приложенное поле, H_r – резонансное поле, ΔH – ширина сигнала и α – весовой коэффициент дисперсионного вклада. Величина асимметрии сигнала определяется весовым коэффициентом α . Второе слагаемое в правой части уравнения описывает вклад в поглощение второй компоненты циркулярно поляризованного микроволнового поля, которая вращается в направлении, противоположном основному компоненту. Этот вклад сосредоточен в отрицательных магнитных полях и проявляется в спектрах, в которых ширина сигнала сравнима с величиной резонансного поля. На рисунке 4.6 представлен пример расчета формы резонансной линии с использованием производной поглощения. Полученные

параметры формы резонансной линии следующие: $H_r = 3230$ Э, $\Delta H = 1300$ Э, отношение поглощения к дисперсии = 2.1:1. Наблюдаемая асимметрия, представленная отношением максимума к минимуму, составляет 2.7. Это значение похоже на характеристики, обычно наблюдаемые в объемных металлах с хорошей проводимостью (2.5) [15]. Уравнение демонстрирует отличное совпадение с экспериментальным сигналом и позволяет точно определить резонансное поле и ширину линии путем подгонки.



Рисунок 4.7 — Спектры ЭСР ионов Eu, полученные от 120 до 9 К для H||ab.

На рисунке 4.7 приведены спектры, полученные при разных температурах. Применяя процедуру подгонки к сигналам, записанным при разных температурах, построены графики температурной зависимости резонансного поля (рис. 4.8) для ориентации H||ab. При высоких температурах сигнал наблюдается на *g*-факторе 1.97. С понижением температуры сигнал ЭСР демонстрирует постепенное смещение в сторону более низких магнитных полей. Это смещение свидетельствует о наличии размагничивающего поля, величина которого соизме-



Рисунок 4.8 — Зависимость резонансного поля от температуры для ориентации *H*||*ab*. Пунктирная линия соответствует *g*-фактору 2.00.

рима с намагниченностью образца. Согласно теоретическим расчетам Киттеля, такая ситуация реализуется когда *H*||*ab*.

Поведение спектра ЭПР претерпевает существенное изменение при переходе от парамагнитного состояния к антиферромагнитно упорядоченному состоянию ионов европия. При достижении температуры упорядочения одиночный сигнал разделяется на две составляющие (рис. 4.9), а их коллективный центр резко смещается в сторону более высоких полей (рис. 4.8). Смещение сигнала в сторону высоких полей также наблюдается для ориентации H||c. Важно отметить, что на рисунке 4.8 показано только положение сигнала слабого поля для $T < T_m$. Такое поведение указывает на появление механизма сдвига, отличного от размагничивающего поля.

Предполагается, что ниже температуры упорядочения европия T_m положение сигнала будет определяться не только внешним магнитным полем, но и обменным взаимодействием между ионами европия внутри слоя, биквадрат-



Рисунок 4.9 — Спектр ЭСР ионов Eu²⁺ полученный для ориентации *H*||*ab* при температуре 15 К. Угол между осью *a* и направлением внешнего магнитного поля — 70° градусов. Экспериментальные данные представлены черной линией, расчеты – красной пунктирной линией.

ным взаимодействием между ионами железа и европия [85] и симметричным анизотропным косвенным обменом между ионами европия, относящимся к разным слоям [82; 86]. Расщепление сигнала можно объяснить образованием двух различных типов магнитных доменов в плоскости ab, где домены повернуты на 90° градусов относительно друг друга. Стоит упомянуть, что исследование в [82] с использованием метода широкополосного ЭПР идентифицировало два сигнала от Eu²⁺ в EuFe₂As₂. Эти сигналы были отнесены к акустической моде антиферромагнитного резонанса для доменов с осью a, ориентированной параллельно приложенному магнитному полю (сигнал слабого поля), и к оптической моде доменов с осью b, ориентированной перпендикулярно магнитному полю (сигнал сильного поля).

4.3.3 Угловые зависимости резонансных полей при температурах ниже точки магнитного упорядочения

В целях проверки сделанного выше предположения и определения ориентации осей анизотропии внутри каждого домена, были проведены измерения угловой зависимости резонансных полей при температурах ниже точки магнитного упорядочения Eu. В этих измерениях кристалл вращался вокруг оси *c*, а приложенное магнитное поле оставалось в плоскости *ab*.

Процедура измерения угловой зависимости была следующей. Сначала образец охлаждался до 15 K в отсутствие какого-либо магнитного поля. Затем регистрировался спектр ЭСР с последующим сбросом приложенного поля до нуля. Затем образец поворачивали на 10° градусов в отсутствие магнитного поля и снова измеряли спектр ЭСР. Этот процесс повторялся с шагом $\Delta \Psi = 10^{\circ}$ градусов от 0° до 360°. Здесь Ψ представляет собой угол между направлением приложенного поля и плоскостной осью *а* или *b*. Результаты этой процедуры, включающие набор спектров, представлены на рисунке 4.10. Кроме того, та же процедура была повторно проведена при температуре 5 К.

На рис. 4.10 показаны спектры ЭПР в зависимости от угла Ψ , полученные при температуре 15 К. Спектры показывают, что две компоненты расходятся до 4.5 кЭ, когда поле ориентировано либо по оси a, либо по оси b, и сближаются, когда поле направлено под равным углом между этими ориентациями. Значения резонансного поля определялись по этим спектрам с использованием метода подгонки, описанного ранее, для обоих сигналов. Рассчитанная угловая зависимость изображена на рисунке 4.11, где красные окружности представляют один из сигналов, а синие треугольники — второй сигнал.

Исследуя изменения в спектрах ЭПР при изменении ориентации кристалла в приложенном магнитном поле, можно сказать, что каждый из сигналов проявляет свою угловую зависимость. Хотя эти зависимости имеют схожую форму, они смещены на 90° градусов относительно друг друга. Эта угловая периодичность



Рисунок 4.10 — Спектры ЭСР ионов Eu²⁺ полученные для ориентации *H*||*ab* при температуре 15 К. Справа на оси ординат представлен угол между осью *a* и направлением внешнего магнитного поля.

предполагает наличие оси второго порядка. Следовательно, кристалл состоит из двух отдельных магнитных подсистем, каждая из которых повернута на 90° градусов, а их оси соответствуют симметрии C₂. Разумно предположить, что каждый из двух сигналов соответствует магнитным доменам с различной ориентацией осей легкого намагничивания.

Кристаллическая структура данного образца, в которой ионы европия располагаются слоями, предполагает наличие плоскости легкого намагничивания. Наблюдаемая угловая зависимость резонансного поля в этой плоскости указывает на то, что в ней находятся оси легкого намагничивания. Кроме того, наличие магнитных доменов приводит к пространственному разделению ферромагнитно упорядоченного слоя на две отдельные магнитные подсистемы, каждая со своими осями анизотропии.

Чтобы описать поведение резонансного поля в такой системе, сначала необходимо изучить влияние внешнего поля на магнитные моменты внутри одного домена. Если ось легкого намагничивания направлена вдоль кристаллографиче-

88



Рисунок 4.11 — Угловые зависимости резонансных полей, полученные при температуре 15 К, *H*||*ab*. Красные точки и синие треугольники соответствуют магнитным доменам с различной ориентацией осей легкого намагничивания.

ской оси *a*, то при нулевом поле магнитные моменты европия будут направлены вдоль этой оси. По мере роста внешнего поля коллинеарность нарушается, в результате чего возникает слабый магнитный момент. Таким образом намагниченность подрешетки определяется компромиссом между энергией анизотропии, стремящейся направить магнитные моменты по оси, и магнитостатической энергией, стремящейся повернуть их таким образом, чтобы магнитные моменты были направлены по полю. Кроме всего этого, необходимо учитывать симметричный анизотропный косвенный обмен между подрешетками европия [82; 86], который устанавливает антиферромагнитное упорядочение вдоль оси и стремится держать вектора коллинеарными.

Для описания поведения резонансного поля для одного из доменов воспользуемся формулой из книги А.Г. Гуревича [102], которая приводится в разделе: «Колебания в антиферромагнетике со слабым моментом, обусловленным взаимодействием между подрешетками». Поле H_D , ответственное за это взаимодействие, препятствует скосу магнитных моментов, поэтому берем со знаком минус.

$$\left(\frac{\omega_0}{\gamma}\right)^2 = H_r(H_r - H_D) - 4H_E H_\perp^A \cos 2\psi \tag{4.2}$$

где $H_0 = (\frac{\omega_0}{\gamma})^2$ – магнитное поле, которое создает зееманское расщепление уровней энергии, равное по величине кванту электромагнитного поля $\hbar\omega_0$, H_D – поле, ответственное за взаимодействием между подрешетками, H_E – обменное поле, H_r – приложенное поле, в котором наблюдается сигнал ЭСР, H_{\perp}^A – поле анизотропии в плоскости и ψ – угол между приложенным полем и легкой осью, ω_0 – частота резонанса, γ – гиромагнитное отношение. Перенесем все слагаемые в левую часть уравнения:

$$H_r^2 - H_r H_D - H_0^2 - 4H_E H_\perp^A \cos 2\psi = 0$$
(4.3)

Решив это уравнение, получим формулу для внешнего поля, в котором наблюдается сигнал ЭСР:

$$H_r = \sqrt{H_0^2 + 4H_E H_{\perp}^A \cos 2\psi + \left(\frac{H_D}{2}\right)^2} + \left(\frac{H_D}{2}\right)$$
(4.4)

Прежде, чем рассчитать угловые зависимости по этой формуле, найдем H_D . По формуле (4.2) видно, что для угла 45° градусов последнее слагаемое исчезает, что позволяет найти H_D при известных H_0 и H_r :

$$H_D = H_r - \frac{H_0^2}{H_r}$$
(4.5)

Полученные значения поля H_D представлены в таблице 5. Используя формулу (4.4), описана угловая зависимость резонансного поля для двух доменов (обозначенных красной и синей линиями на рис. 4.12). Подгоняя кривую зависимости резонансного поля от угла (уравнение (4.4)) к экспериментальным данным, удалось получить значения произведения обменного поля и поля анизотропии внутри плоскости. Средние значения произведения $H_E H_{\perp}^A$ для двух доменов представлены в таблице 5.



Рисунок 4.12 — Угловые зависимости резонансных полей, полученные при температуре 15 К, *H*||*ab*. Красные, синие линии — результаты аппроксимации формулой (4.4).

Для разделения величин H_E и H_{\perp}^A использовались значения поля насыщения намагниченности $H_{sat} = 2H_E$ для H||ab [82; 86]. Полученные значения H_E составляют 5±0.2 кЭ при 15 К и 6±0.3 кЭ при 4.8 К. Зная значение обменного поля, из произведения $H_E H_{\perp}^A$ можно оценить поле анизотропии в плоскости H_{\perp}^A . Полученные значения поля анизотропии в плоскости и обменного поля для двух температур представлены в таблице 5.

Такая же процедура была проведена для 4.8 К (рис. 4.13). По данным, полученным при 4.8 К, видно, что ниже 6 кЭ угловая зависимость пропадает. Возможно, такое поведение угловой зависимости резонансного поля связано с достижением первого критического поля $H_c = \sqrt{2H_E H_{\perp}^A}$, ниже которого скоса магнитных моментов не происходит. Значения критического поля для 15 и 4.8 К представлены в таблице 5. По нашим оценкам видно, что для 4.8 К критическое поле в районе 6 кЭ. Ниже этого поля мы не наблюдаем угловой



Рисунок 4.13 — Угловые зависимости резонансных полей, полученные при температуре 4.8 К, *H*||*ab*. Красные, синие линии — результаты аппроксимации формулой (4.4).

Таблица 5 — Для двух температур приведены значения обменного поля, поля анизотропии в плоскости, и их произведение, а также значения критического поля, поля, связанного с взаимодействием между подрешетками, и биквадратное взаимодействие в мэВ, рассчитанное из поля анизотропии в плоскости.

| <i>T</i> , K | $H_E H_{\perp}^A$, кЭ ² | <i>H</i> _D , кЭ | H_E , кЭ | H^A_{\perp} , кЭ | <i>Н</i> _c , кЭ | 8 <i>К</i> , мэВ |
|--------------|-------------------------------------|----------------------------|------------|--------------------|----------------------------|---------------------|
| 15 | 3.6±0.2 | 4.1±0.2 | 5±0.2 | $0.7{\pm}0.05$ | 2.6±0.3 | 0.022±0.0015 |
| 4.8 | 13.8±0.32 | 5.7±0.23 | 6±0.25 | $2.3{\pm}0.1$ | $6{\pm}0.5$ | $0.090 {\pm} 0.003$ |

зависимости. Для 15 К критическое поле находится ниже минимума угловой зависимости, соответственно график не обрезается.

В таблицу также включена константа анизотропии K, обусловленная биквадратным взаимодействием, соответствующая полю H^A_{\perp} . Перевод в единицы мэВ позволяет сравнить полученные в данной работе оценки с литературными данными, представленными в других работах. Например, анализ результатов нейтронных исследований дает следующее значение: 8K = 0.056 мэВ, а измерение магнитосопротивления: 8K = 0.092 мэВ [85]. Видно, что наши оценки для температуры 4.8 К хорошо согласуется с литературными данными.

4.3.4 Заключение

В этом разделе приведены результаты измерения ЭСР ионов Eu²⁺ в кристаллах EuFe₂As₂ в широком диапазоне температур от 4.2 до 250 К. В парамагнитном состоянии выше температуры магнитного упорядочения $T_m = 19$ К наблюдается одиночный сигнал с дайсоновской формой линии со слабой ориентационной зависимостью. По мере приближения к T_m от более высоких температур, сигнал ЭСР смещается из-за увеличения поля размагничивания, что согласуется с выражениями Киттеля [12]. Этим объясняется уменьшение резонансного поля при понижении температуры, когда приложенное поле было параллельно плоскости *ab*.

Ниже T_m направление сдвига сигнала меняется на противоположное, что указывает на изменение механизма, определяющего положение сигнала. Появление поля анизотропии и взаимодействия между подрешетками ниже T_m приводит к значительному увеличению резонансного поля. Кроме того, сигнал разделяется на две составляющие, что обусловлено наличием двух групп магнитных доменов, перпендикулярных друг другу. Чтобы лучше понять сложное магнитное состояние EuFe₂As₂ ниже температуры упорядочения, получены угловые зависимости резонансного поля в базисной плоскости при температурах 15 и 5 К.

Таким образом, результаты данного раздела позволяют сформулировать следующие выводы: 1) EuFe₂As₂ проявляет себя как антиферромагнетик с плоскостью легкого намагничивания; 2) Внутри этой плоскости существует ось легкого намагничивания, ориентированная параллельно кристаллографической оси *a*; 3) Наличие двух четко выраженных наборов угловых зависимостей, каждый из которых характеризуется 180° градусной периодичностью, объясняется возникновением двух типов магнитных доменов, повернутых на 90° градусов друг относительно друга.

Однако эти результаты не дают понимания магнитных флуктуаций, которые могут влиять на формирование сверхпроводимости в этих материалах. Поэтому для исследования короткоживущих возбуждений в железосодержащих сверхпроводниках были проведены измерения нерезонансного МВП. Результаты этих измерений представлены в следующем разделе этой главы.

4.4 Исследование критического поведения спиновых флуктуаций в EuFe₂As₂

На фазовой диаграмме большинства ВТСП материалов магнитная и сверхпроводящая фазы находятся рядом, поэтому вопрос об их взаимовлиянии является ключевым в выяснении природы сверхпроводимости. Однако, несмотря на интенсивные исследования микроскопических деталей, лежащих в основе этих явлений, появляются противоречащие результаты относительно их взаимовлияния [46; 103]. В этом контексте сведения о взаимосвязи между магнетизмом и сверхпроводимостью могут быть получены путем сравнения симметрий, присущих их параметрам порядка. Такую возможность дают статические и динамические критические индексы, которые не зависят от микроскопических деталей системы.

Статические критические индексы, чувствительные к размерности спина и симметрии, можно определить с помощью статических экспериментальных методов: измерения удельного сопротивления, магнитной восприимчивости и намагниченности. Динамические критические индексы, помимо симметрии и размерности системы, также учитывают выполнение законов сохранения. Следовательно, их определение требует использования высокочастотных методов, способных регистрировать отклик системы на изменяющиеся во времени внешние воздействия. В нашей работе для этих целей используется метод нерезонансного микроволнового поглощения. Этот метод, как оказалось, также позволяет оценить основные характеристики спиновых флуктуаций: корреляционную длину ξ и времена релаксаций τ.

В целях регистрации МВП в пниктидах железа с европием использовался модифицированный ЭПР спектрометр. Образец на сапфировом стержне помещался в латунный резонатор, находящийся в гелиевым криостате. Подобная конструкция измерительной системы позволяет стабилизировать такие параметры ненагруженного резонатора как добротность и резонансная частота. Температура самого образца изменялась с помощью передачи тепла через сапфировый стержень. Измерения проводились в магнитных полях от 0 до 8000 Э в двух ориентациях образца относительно внешнего магнитного поля H||ab и H||c. Более подробную информацию об экспериментальной установке можно найти в первой главе.



Рисунок 4.14 — Температурные зависимости амплитуды МВП (синяя кривая) и $\sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0 \rho(T)}{2}}$ (черные точки). *H*=0.1 Э. *H*||*ab*.

Предварительные оценки времен релаксаций флуктуаций можно получить сравнением данных, полученных на низких и высоких частотах. В нашей работе рассматриваются измерения удельного сопротивления на постоянном токе и МВП в X диапазоне, которые в проводящих материалах определяются омическими потерями. В магнитных материалах, таких как EuFe₂As₂, омические потери зависят от времени рассеяния на примесях τ_{imp} , фононах τ_{ph} и на спиновых флуктуациях τ_{sf} . Скорости этих трех каналов рассеяния суммируются (1.2).

На рисунке 4.14 представлены температурные зависимости корня из удельного сопротивления $\rho^{1/2}(T)$ и амплитуды МВП $A_{\text{MBII}}(T)$, полученные в поле 0.1 Э для ориентации H||ab. Прикладывание небольшого магнитного поля имеет

решающее значение, поскольку оно предотвращает подавление магнитных корреляций. В области высоких температур T > 70 K, кривые $\rho^{1/2}(T)$ и $A_{\text{MBII}}(T)$ совпадают, т.к. выполняется соотношение (1.13).

Ниже 70 К время рассеяния становится больше периода колебаний микроволнового поля, что приводит к расхождению кривых. Поскольку амплитуда МВП регистрируется на частоте ~ $9.4 \Gamma \Gamma \mu$ (5.9×10^{10} pag/c), то можно предположить, что время рассеяния на флуктуациях т увеличивается с уменьшением температуры и проходит значение порядка 10^{-11} с в области температур 70 К.

Одновременно увеличивается время жизни спиновых флуктуаций (по мере приближения к магнитному фазовому переходу). Увеличение τ_{sf} означает уменьшение скорости рассеяния на магнитных флуктуациях $1/\tau_{sf}$ и, соответственно, уменьшается влияние на общую скорость рассеяния $1/\tau$. Поэтому с помощью сравнения МВП и корня из сопротивления не представляется возможным выделить вклад спиновых флуктуаций из общей скорости рассеяния. Однако в измерениях МВП (рис. 4.14) при температуре магнитного фазового перехода мы видим локальный максимум, соответствующий критическому замедлению спиновых флуктуаций. Для объяснения этого пика обратимся к общей формуле МВП (1.17), которая учитывает не только омические потери материала, но и магнитный отклик системы. Следовательно, поведение МВП будет определяться температурной зависимостью сопротивления и комплексной восприимчивости:

$$A_{\rm MB\Pi}(T) = \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2}} \sqrt{\rho(T)} \left(1 + \frac{1}{2} (\chi'(T) - \chi''(T)) \right)$$
(4.6)

здесь *A*_{МВП} — амплитуда МВП, μ₀ — магнитная постоянная, ω₀ — рабочая частота, χ' и χ'' — реальные и мнимые компоненты магнитной восприимчивости, которые выражаются через формулы:

$$\chi' = \chi_0 \frac{1}{1 + (\omega_0 \tau_{sf})^2} \tag{4.7}$$

$$\chi'' = \chi_0 \frac{\omega_0 \tau_{sf}}{1 + (\omega_0 \tau_{sf})^2}$$
(4.8)

Учет комплексной восприимчивости дает возможность явно увидеть частотные и временные характеристики, связанные с рассеянием на магнитных флуктуациях. Таким образом, окончательная формула для описания поведения МВП имеет множители, содержащие удельное сопротивление, магнитную восприимчивость, частоту и время рассеяния на магнитных флуктуациях:

$$A_{\rm MB\Pi}(T) = \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2}} \sqrt{\rho(T)} \left(1 + \frac{1}{2} \chi_0 \frac{1 - \omega_0 \tau_{sf}}{1 + (\omega_0 \tau_{sf})^2} \right)$$
(4.9)

В отличие от статических измерений, МВП чувствителен к изменению не только статических транспортных и магнитных свойств системы, но и к динамическим характеристикам системы. Эта особенность метода МВП позволяет регистрировать отклик системы на изменяющееся во времени воздействие и оценить корреляционную длину и время жизни критических флуктуаций. Однако для описания критического поведения вблизи фазового перехода температурные зависимости удельного сопротивления и восприимчивости, являющиеся неотъемлемой частью формулы МВП, необходимо расписать через статические критические индексы. Поэтому сначала мы проанализируем температурные зависимости $\rho(T)$ и $\chi_0(T)$ с точки зрения критического поведения.

4.4.1 Критическое поведение магнитоупорядоченной фазы в EuFe₂As₂

Для получения сведений о магнитных флуктуациях сосредоточимся на критических характеристиках системы. Для фазовых переходов второго рода вторые производные свободной энергии (восприимчивость, теплоемкость) и корреляционная длина в точке фазового перехода расходятся по степенному закону. Такое поведение физических величин называется критическим поведением и описывается критическими индексами. Статические (усреднённые по времени) критические индексы зависят исключительно от размерности и симметрии системы, оставаясь при этом независимыми от сложных микроскопических деталей. Такой

| Модель | n | d | α | γ | β | η | ν |
|---------------|---|---|-------------|-----------|-------------|-----------|----------|
| 3D-Гейзенберг | 3 | 3 | -0.1336(15) | 1.3960(9) | 0.3689(3) | 0.0375(5) | 0.711(1) |
| 3D-XY | 2 | 3 | -0.0146(8) | 1.3177(5) | 0.3485(2) | 0.0380(4) | 0.671(2) |
| 3D-Изинг | 1 | 3 | 0.1099(7) | 1.2372(4) | 0.32648(18) | 0.0364(4) | 0.630(1) |
| 2D-Изинг | 1 | 2 | 0 | 1.75 | 1.125 | 0.25 | 1 |

Таблица 6 — Статические критические индексы рассчитаны для различной размерности спина *n* и решетки *d*.

подход классифицирует фазовые переходы по моделям (n, d), что позволяет извлекать сведения о системе, не имея знаний о микроскопических особенностях. Теоретически рассчитанные статические критические индексы для первичных (основных) моделей представлены в таблице 6.

Критические индексы не зависят друг от друга, однако связаны между собой скейлинговыми соотношениями [104]. Это возможно, потому что в конечном счете каждая характерная величина (намагниченность, восприимчивость и теплоемкость) связана с корреляционной длиной. Вблизи фазового перехода корреляционная длина расходится, что приводит к соответствующему расхождению вторых производных свободной энергии. Еще одной примечательной характеристикой системы вблизи критической точки является аномальное усиление флуктуаций. Интенсивность этих флуктуаций зависит от размерности и симметрии системы.

В целях описания критического поведения спиновых флуктуаций рассмотрим температурные зависимости удельного сопротивления и магнитной восприимчивости вблизи магнитного фазового перехода. На рисунке 4.15 показана зависимость удельного сопротивления от температуры $\rho(T)$, полученная при двух различных напряженностях магнитного поля: H = 0.1 Э и H = 8000 Э. Во всем диапазоне температуры наблюдается металлический ход. При температуре упорядочения железа ($T_m^{Fe} \sim 190$ K) происходит структурный переход, приводящий к изменениям в фононном спектре. Этот фазовый переход в измерениях сопротивления проявляется как изменение наклона $\rho(T)$. Кроме того, вблизи



Рисунок 4.15 — Температурные зависимости удельного сопротивления в полях *H*=0.1 Э (черные окружности) и *H*=8000 Э (красные треугольники). Во вставке эти данные показаны в масштабе вблизи критической температуры.

критической температуры ($T_m^{Eu} \sim 19$ K) наблюдается небольшой, но различимый локальный максимум. Однако этот пик подавляется с ростом напряженности внешнего магнитного поля и при значениях порядка десятков кЭ в конечном итоге исчезает. Известно, что в магнитных материалах вблизи критической температуры поведение удельной теплоемкости и первой производной от удельного сопротивления совпадают [105—107], поэтому справедливо следующее соотношение:

$$\frac{d\rho(T)}{dT} = A \left| \frac{T - T_c}{T_c} \right|^{-\alpha} + C$$
(4.10)

где ρ — вклад в удельное сопротивление, обусловленный взаимодействием носителей заряда с критическими спиновыми флуктуациями, $d\rho/dT$ — его производная по температуре, A — предэкспоненциальный множитель, C — константа, α — критический индекс, характеризующий удельную теплоёмкость и первую

производную от удельного сопротивления по температуре, T_c — критическая температура.



Рисунок 4.16 — Температурная зависимость первой производной от удельного сопротивления по температуре. Красная линия — расчет по формуле (4.10).

Использование формулы (4.10) для интерпретации экспериментальных данных (рис. 4.16) дает критический индекс $\alpha = 0.017 \pm 0.09$ наряду с критической температурой $T_c = 18.7 \pm 0.5$ К. Полученная критическая температура совпадает с температурой локального максимума, наблюдаемого как при измерении МВП, так и при магнитной восприимчивости. Критический показатель $\alpha = 0.017$ ближе всего к теоретическим значениям класса универсальности 2D-Изинг ($\alpha = 0$). Соответствие классу 2D-Изинг хорошо коррелировало бы с магнитной структурой этого соединения, которая относится к легкоплоскостному антиферромагнетику. Однако в работе [108] измерения удельной теплоемкости дали критический индекс $\alpha = 0.11$ соответствующий классу универсальности 3D-Изинг, в то время как отношение предэкспонент ближе к модели 3D-ХҮ. (В нашей работе предэкспоненту для $T < T_m$ определить не удалось, поэтому отношение предэкспонент не приводится). Надо отметить, что значение критического индекса α , полученное в нашей работе, с учетом ошибки, может соответствовать всем моделям приведенным в таблице 6, кроме 3D-Гейзенберга. В целях уточнения модели обратимся к данным магнитной восприимчивости.

Вблизи критической температуры магнитная восприимчивость описывается с помощью степенной функций с критическим индексом γ [104]:

$$\chi_0(T) = D \left| \frac{T - T_m}{T_m} \right|^{-\gamma}$$
(4.11)

где χ_0 — магнитная восприимчивость, D — предэкспонента, T_m — критическая температура, γ — критический индекс, характеризующий магнитную восприимчивость. Моделирование температурной зависимости магнитной восприимчивости с помощью этой формулы вблизи критической температуры дает критический индекс $\gamma = 1.74 \pm 0.01$, и критическую температуру $T_m = 10.8 \pm 0.1$ K.

Сопоставимые значения получаются при использовании формулы (4.12), в которой при нахождении критического индекса предэкспонента сокращается, т. е. не подвергается влиянию диамагнитного вклада: $\gamma = 1.68 \pm 0.03$ и $T_m = 11.1 \pm 0.3$ K.

$$\frac{\chi_0^{-1}(T)}{d\chi_0^{-1}(T)/dT} = \frac{T - T_m}{\gamma}$$
(4.12)

Таким образом, на основе данных магнитной восприимчивости, критическая температура $T_m = 11 \pm 0.4$ К оказывается значительно ниже по сравнению с данными сопротивления $T_c = 19$ К. В литературе [100] исследование критического поведения на основе данных намагниченности дает критическую температуру 27.2 К в поле 15 кЭ, несмотря на ожидание снижения температуры антиферромагнитного (АФМ) упорядочения с увеличением напряженности поля. По всей видимости, эта температура соответствует ФМ упорядочению, которая, по данным фазовой диаграммы, возрастает с увеличением поля. Кроме



Рисунок 4.17 — Зависимость магнитной восприимчивости от температуры для ориентации *H*||*ab*. Красная линия — расчет по формуле (4.11).

того, для соединения EuFe₂As₂ температура AФM упорядочения не совпадает с температура локального максимума магнитной восприимчивости. В некоторых работах [100] за температуру AФM упорядочения принимается температура $T_{A\Phi M} = 17$ K, при которой восприимчивость для ориентации H||c выходит на константу, что на два градуса ниже T_c . Также необходимо отметить, что параметр Кюри-Вейсса получается отрицательным, что не соответствует AФM переходу, хотя поведение температурной зависимости восприимчивости свидетельствует о переходе из парамагнитного состояния в антиферромагнитное [84]. Мы видим, что для этого соединения в определении критической температуры по магнитным измерениям есть неоднозначность. Возможно именно по этой причине в литературе ранее не приводились данные восприимчивости при исследовании критического поведения для этого соединения. ЧВ целях снятия этого противоречия, далее обозначим критическую температуру, определенную по данным



Рисунок 4.18 — Температурная зависимость отношения обратной восприимчивости к первой производной этой величины. *H*||*ab*. Красная линия — расчет по формуле (4.12).

сопротивления и по максимуму магнитной восприимчивости, как T_c , а критическую температуру, полученную по данным восприимчивости, через T_m .

Критический индекс, характеризующий магнитную восприимчивость, $\gamma = 1.7 \pm 0.05$ хорошо согласуется с теоретическим значением модели 2D Изинга. Следовательно, на основании данных измерений удельного сопротивления и магнитной восприимчивости, исследуемое соединение EuFe₂As₂ можно отнести к двумерной модели Изинга. Эти предварительные результаты согласуются с данными электронного спинового резонанса, полученными в предыдущем разделе этой главы. Несмотря на то, что магнитная система соединения относится к классу легкоплоскостных антиферромагнетиков, в базисной плоскости существуют оси легкого намагничивания (для каждого домена), которые ориентируют магнитные моменты вдоль длинной орторомбической оси а. Таким образом, оси легкого намагничивания обеспечивают одну степень свободы спина n = 1, а сло-

истость решетки - квазидвумерность системы ($d \approx 2$), в которой обменное взаимодействие в слое значительно превышает взаимодействие между слоями.

Как указывалось ранее, статические критические индексы (в частности, α и γ) зависят исключительно от размерности и симметрии системы. Они не чувствительны к микроскопическим деталям системы, поэтому не представляется возможным установить точную природу магнитных флуктуаций только на основании данных, полученных из измерений магнитной восприимчивости и удельного сопротивления. Для получения динамических характеристик системы обратимся к измерениям нерезонансного микроволнового поглощения.

4.4.2 Динамические характеристики магнитоупорядоченной фазы в EuFe₂As₂

Динамические характеристики системы, описываемые динамическим скейлингом (dynamic scaling), зависят не только от размерности и симметрии системы, но и от законов сохранения энергии и спина (conservation laws). Выполнение законов сохранения является следствием коммутации оператора физической величины с гамильтонианом.

Например, в трехмерном гейзенберговском (изотропном) ферромагнетике параметр порядка (намагниченность насыщения) коммутирует с полной энергией, что означает его временное постоянство. Наоборот, в трехмерном гейзенберговском антиферромагнетике параметр порядка лишен этого коммутативного свойства. Таким образом, выполнение законов сохранения находит отражение в динамическом критическом индексе z — параметре, позволяющим различать классы универсальности в рамках одной модели. Следовательно, для трехмерной модели Гейзенберга (где n = 3 и d = 3) классы универсальности G (АФМ) и J (ФМ) демонстрируют разные значения динамического критического индекса: z = d/2 = 1.5 и z = (d + 2)/2 = 2.5 соответственно. В целях нахождения динамического критического индекса необходимо использовать методы, чувствительные к отклику системы на изменяющееся во времени воздействие. В данной работе для этих целей используется метод МВП. Для извлечения информации, касающиеся критического замедления, обратимся к общей формуле (4.9) для МВП.

Вблизи критической температуры критическое поведение магнитной восприимчивости описывается с помощью формулы (4.11). Вместо температурной зависимости удельного сопротивления используется формула (4.13), полученная интегрированием формулы (4.10):

$$\rho(T) = \frac{A|T - T_c|}{1 - \alpha} \left| \frac{T - T_c}{T_c} \right|^{-\alpha} + C * T + C'$$
(4.13)

где константа C' определена из температурной зависимости удельного сопротивления подстановкой параметров, полученных в предыдущем разделе. Таким образом, в формуле (4.9) остается всего лишь одна неопределённая переменная τ_{sf} и эта переменная содержит информацию о критическом замедлении флуктуаций. Известно, что по мере приближения к критической температуре, интенсивность флуктуаций возрастает: время жизни становится больше, и корреляционная длина увеличивается. Эти две величины связаны динамическим критическом индексом z:

$$\tau_{sf}(T) = \tau_0 \left(\frac{\xi(T)}{\xi_0}\right)^z \tag{4.14}$$

где τ_0 — есть масштаб времени. В свою очередь корреляционная длина с приближением к критической температуре расходится по степенному закону с критическим индексом ν :

$$\xi(T) = \xi_0 \left(\frac{T - T_c}{T_c}\right)^{-\nu} \tag{4.15}$$

где
 ξ_0 — масштаб корреляционной длины. Таким образом, получаем формулу дл
я τ_{sf} :

$$\tau_{sf}(T) = \tau_0 \left(\frac{T - T_c}{T_c}\right)^{-z\nu}$$
(4.16)

В результате для описания критического поведения амплитуды МВП вблизи T_c получаем формулу:

$$A_{\rm MBII}(T) = \sqrt{\frac{\mu_0 \omega_0}{2}} \sqrt{\rho(T)} \left(1 + \frac{1}{2} \chi_0 \frac{1 - \omega_0 \tau_0 t^{-z\nu}}{1 + (\omega_0 \tau_0 t^{-z\nu})^2} \right)$$
(4.17)

здесь $t = (T - T_c)/T_c$ — приведенная температура. Моделирование экспериментальных данных МВП (рис. 4.19) с помощью формулы (4.17), с учетом (4.11) и (4.12), вблизи критической температуры дает значение $z\nu = 1.74 \pm 0.01$ и масштаб времени $\tau_0 = 2.1 \pm 0.5 \times 10^{-10}$ сек.



Рисунок 4.19 — Температурная зависимость амплитуды МВП. *H*||*ab*. Красная пунктирная линия — расчет по формуле (4.17)

Благодаря выполнению скейлинговых соотношений для статических критических индексов, v может быть определен по формуле:

$$\mathbf{v}(2-\mathbf{\eta}) = \mathbf{\gamma} \tag{4.18}$$

где п — критический индекс Фишера. По данным статических критических индексов, критическое поведение EuFe₂As₂ описывается двумерной моделью Изинга. Для этой модели критический индекс Фишера принимает значение 0.25 (таблица 6). Следовательно, скейлинговое соотношение при известных значениях $\eta = 0.25$ и $\gamma = 1.7$ позволяет определить критический индекс корреляционной длины $\nu = 0.97 \pm 0.05$. Таким образом, всестороннее описание критического поведения с помощью измерений удельного сопротивления, магнитной восприимчивости и нерезонансного МВП для соединения EuFe₂As₂ дает значение динамического критического индекса $z = 1.79 \pm 0.03$.

В целях определения класса универсальности, обратимся к теоретическим значениям динамического критического индекса z [109]. Как было показано в начале этого раздела, для трехмерной модели Гейзенберга динамический критический индекс позволяет различать АФМ и ФМ упорядочения. Однако в случае двумерных систем [109; 110], получаются близкие значения z для ферромагнетиков и антиферромагнетиков: $z = 2 + \alpha/\nu$ и $z = 2 + \eta$, для последнего cпредставляет собой константу. Однако учет теории ван Хове [110—112] дает константу c равное минус 1 для класса универсальности A, что позволяет различать АФМ от ФМ. Таким образом для двумерной модели антиферромагнитного Изинга получается $z = 2 - \eta = 1.75$. Другое часто используемое выражение $z = \gamma/\nu$ дает такое же значение для теоретически посчитанных статических критических индексов [110].

На основе этих рассуждений можно предположить, что магнитные корреляции, регистрируемые методом МВП, имеют антиферромагнитный характер. Более того, полученное в нашей работе значение динамического критического индекса $z = 1.79 \pm 0.03$ демонстрирует хорошее согласие с литературными данными для слоистых антиферромагнетиков, описываемые двумерной моделью Изинга и относящиеся классу универсальности A: $z = 1.77 \pm 0.05$ для KFeF₄ [113], $z = 1.69 \pm 0.05$ для Rb₂CoF₄ [114].

Кроме определения динамического класса универсальности, на основе измерения МВП можно оценить корреляционную длину и время релаксации на
магнитных флуктуациях. Время жизни магнитных флуктуаций τ_{sf} входит в формулу (4.9). В свою очередь, эта величина связана с корреляционной длиной, которая с приближением к критической температуре расходится по степенному закону. Подстановка критических параметров в формулы (4.15) и (4.16) позволяет оценить корреляционную длину и время жизни магнитных флуктуаций в критической точке. В точке насыщения отношение $\xi_{sat}/\xi_0 \sim 50$. Если для магнитных корреляционной длины брать расстояние между слоями европия (~6 Å), то корреляционная длина в критической точке доходит примерно до 30 нм.

Известно, что в критической точке корреляционная длина по формуле (4.15) стремится к бесконечности, но на практике эта величина ограничена размерами образца. Однако, по нашей оценке, полученное значение намного меньше размеров образца. Возможно такое маленькое значение корреляционный длины связано особенностями метода МВП, который регистрирует динамические характеристики системы только в скин слое. В области температур T = 19 K удельное сопротивление образца $\rho(T = 19 \text{ K}) = 66 \text{ мкОм} \times \text{см.}$ Поэтому оценки скин слоя для частот 9.4 ГГц дают значение $\delta \sim 4$ мкм. Следовательно, полученные значения корреляционной длины частично согласуются с рассуждениями.

В отличие от масштаба корреляционной длины, масштаб времени получается из экспериментальных данных явно. Значение масштаба времени $\tau_0 = 2.1 \pm 0.5 \times 10^{-10}$ с согласуется с оценкой времени рассеяния $\tau \sim 10^{-11}$ с, полученной сравнением данных на низких и высоких частотах. Подстановка динамического критического индекса в формулу (4.16) показывает увеличение τ_{sf} на три порядка, что означает существенное усиление флуктуации в точке фазового перехода.

Таким образом, систему можно описать двумерной моделью Изинга и отнести её к классу универсальности А. Соответствие системы модели 2D Изинга означает, что спины находятся в двумерных (или квазидвумерных) плоскостях (d = 2), и преимущественно направлены вдоль одной кристаллографической оси (n = 1), что согласуется с данными ЭСР, полученными в данной работе. Что касается динамических характеристик, то принадлежность к классу универсальности А предполагает антиферромагнитный характер магнитных корреляций. Эти взаимодействия устанавливаются между слоями европия через проводящие плоскости FeAs, что указывает на вероятное влияние магнитных корреляций на транспортные свойства исследуемого соединения. Кроме того, в измерениях удельного сопротивления при температуре фазового перехода наблюдется слабый максимум, что также свидетельствует в пользу предположения, что существует влияние магнитных флуктуаций на транспортные свойства. Поскольку сверхпроводимость возникает в проводящих плоскостях FeAs, то вполне вероятно наблюдать влияние этих магнитных корреляций на сверхпроводящие свойства.

Подобная гипотеза относительно соединения $EuFe_2As_2$ ранее высказывалась в работе [84], где рассеяние электронов проводимости на магнитных моментах европия было продемонстрировано посредством измерений магнитосопротивления. Однако в случае сверхпроводящего образца этого класса RbEuFe₄As₄, исследования с использованием фотоэмиссионной спектроскопии с угловым разрешением (ARPES) и резонансной фотоэмиссионной спектроскопии (ResPES) выявили отсутствие заметных корреляций между магнитной подрешеткой европия и проявлением сверхпроводимости [115]. Предыдущие исследования этого материала, подробно описанные в [116], предположили ослабление связи между слоями европия в RbEuFe₄As₄ из-за удваивания расстояния между этими слоями. Следовательно, пространственная близость слоев европия может оказывать решающее влияние на связь между слоями Eu и FeAs.

Для проверки этого предположения обратим внимание на сверхпроводящие образцы, характеризующиеся межслойным расстоянием, более близким к межслойному расстоянию исходного соединения $EuFe_2As_2$, где *c* составляет примерно 12.14 Å [117]. Например, измерения мессбауэровской спектроскопии для образца $Eu_{0.5}K_{0.5}Fe_2As_2$ регистрируют уширение сигнала ¹⁵¹Eu ниже сверхпроводящего перехода, что указывает на наличие взаимосвязи между магнитной подрешеткой европия и сверхпроводимостью. [118]. В этом образце сверхпроводимость возникает при частичной замене европия на калий, при этом постоянная решетки *c*

и, соответственно, расстояние между солями европия увеличивается на 5% и составляет примерно 12.96 Å.

Всесторонние экспериментальные исследования образца $Eu_{0.5}Fe_2(As_{0.7}P_{0.3})_2$ выявили связь между магнитными моментами европия и сверхпроводимостью ниже 20 К [90]. Для этого соединения, при изовалентном замещении мышьяка фосфором, размеры постоянной решетки вдоль *c* уменьшается на 2% и составляет примерно 11.83 Å. Более того, в измерениях удельного сопротивления наблюдается локальный максимум при магнитном фазовом переходе, несмотря на то, что образец уже перешел в сверхпроводящее состояние. Появление такого максимума может указать на взаимосвязь между магнетизмом и сверхпроводимостью [119].

Таким образом, можно предположить, что с уменьшением расстояния между плоскостями европия, связь между слоями усиливается, что также находит подтверждение в измерениях сопротивления, которые показывают локальный максимум при температуре магнитного фазового перехода.

4.4.3 Влияние магнитного поля на критическое поведение EuFe₂As₂

В целях исследования влияния магнитного поля на короткоживущие возбуждения, была проделана такая же процедура в магнитном поле более 5000 Э. В частности, были записаны температурные зависимости удельного сопротивления, магнитной восприимчивости и амплитуды МВП и определены критические параметры АФМ фазового перехода.

Измерения удельного сопротивления показали незначительное изменение критического индекса α в пределах погрешности, сопровождающееся снижением критической температуры до 16 K, а также уменьшением интенсивности пика (рис. 4.15). Анализ данных магнитной восприимчивости показал, что критический индекс γ и критическая температура сохранили предыдущие значения в пределах ошибки: $T_m = 10.7$ K, $\gamma = 1.64$, хотя максимум $\chi_0(T)$ сместился в сто-

рону низких температур: до 16.6 К. Слабое изменение статических критических индексов в переделах ошибки означает, что с увеличением магнитного поля двумерная модель Изинга сохраняется. Однако уменьшение критического индекса γ показывает тенденцию изменения системы в сторону трехмерных моделей.



Рисунок 4.20 — Температурная зависимость амплитуды МВП в поле 5000 Э. Н||аb. Красная пунктирная линия — расчет по формуле (4.17)

Для анализа динамического критического индекса обратимся к данным МВП, температурная зависимость которого представлена на рисунке 4.20. В отличие от данных, полученных в малых полях, максимум смещается в сторону низких температур и раздваивается. Описание правого локального максимум с помощью формулы (4.17) дает критическую температуру $T_c = 15.8 \pm 0.4$ K, значение $z\nu = 1.89 \pm 0.02$ и масштаб времени $\tau_0 = 1.6 \pm 0.4 \times 10^{-10}$. С увеличением магнитного поля двумерная модель Изинга сохраняется ($\eta = 0.25$). Скейлинговое соотношение для $\gamma = 1.64$ дает критический индекс корреляционной длины $\nu = 0.94$. Таким образом, с увеличением внешнего магнитного поля динамический индекс увеличивается до значения $z = 2.01 \pm 0.02$. Такое

значение динамического критического индекса соответствует классу универсальности C, для которого динамический критический индекс находится по формуле $z = 2 + \alpha/\nu$ и для теоретических критических индексов имеет значение $z \sim 2$.

Следует отметить, что увеличение динамического критического индекса для двумерной системы показывает тенденцию изменения характера магнитных корреляций от антиферромагнитного (z = 1.79) к ферромагнитному (z = 2.01). Это изменение хорошо согласуется с ожиданиями, полученными на основе фазовой диаграммы: увеличение внешнего поля подавляет антиферромагнетизм и усиливает ферромагнетизм. Кроме того, измерения восприимчивости дают отрицательный параметр Кюри-Вейсса (Θ), что также свидетельствует в пользу ФМ характера.

При дальнейшем увеличении поля (больше 10 кЭ) локальный максимум в температурной зависимости сопротивления $\rho(T)$ полностью подавляется. В измерениях МВП $A_{\text{MBII}}(T)$ и магнитной восприимчивости $\chi_0(T)$ максимум выходит за пределы нуля. Следовательно, антиферромагнитное упорядочение не реализуется. Поскольку взаимодействия между слоями через проводящие слои имеют АФМ характер, то исчезновение АФМ перехода означает ослабление магнитных взаимодействий между слоями и, соответственно, уменьшение влияния магнитных корреляций на транспортные свойства.

Таким образом, с увеличением внешнего магнитного поля, антиферромагнитные магнитные корреляции подавляются, и их влияние на проводящие слои FeAs уменьшается, а природа магнитных корреляций меняется на ферромагнитную. Это предположение подтверждается данными $\rho(T)$, полученными при больших полях, для которых наблюдается подавление локального максимума. Кроме того, с увеличением внешнего магнитного поля корреляционная длина и время жизни в критической точке уменьшаются, что показывает подавление магнитных корреляций, имеющих АФМ природу.

113

4.4.4 Заключение

Статические критические индексы, полученные из измерений удельного сопротивления и магнитной восприимчивости, свидетельствуют в пользу двумерной модели Изинга. Такое предположение хорошо согласуется с данными электронного спинового резонанса.

Значение динамического критического индекса довольно близко как к теоретическим, так и к экспериментальных значениям класса универсальности А. Принадлежность системы к этому классу означает, что магнитные корреляции имеют антиферромагнитный характер. Такой характер магнитных корреляций в магнитной системе EuFe₂As₂ возможен только между слоями европия через проводящие плоскости FeAs. Поэтому существование AФM флуктуаций предполагает влияние магнитных корреляций на транспортные свойства. Это предположение находит подтверждение в измерении удельного сопротивления, в температурной зависимости которого наблюдается локальный максимум в области магнитного фазового перехода. Поскольку сверхпроводимость возникает в проводящих плоскостях FeAs, то вполне вероятно наблюдать влияние этих магнитных корреляций на сверхпроводящие свойства.

С увеличением магнитного поля стационарные критические индексы не меняются, соответственно, сохраняется двумерная модель Изинга. Однако динамически критический индекс повышается, что показывает подавление АФМ корреляций и смену характера магнитных флуктуаций на ферромагнитный. Ослабление АФМ флуктуаций находит подтверждение в измерениях сопротивления и оценке корреляционной длины и времени жизни магнитных флуктуаций.

4.5 Исследование спиновых флуктуаций в $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$

В ВТСП материалах в образовании сверхпроводимости важную роль играют проводящие слои, в то время как промежуточные — являются резервуарами свободных носителей. Исследования спиновых флуктуаций в пниктидах железа с европием показали возможное влиянии промежуточных слоев на взаимосвязь магнетизма и сверхпроводимости. Однако не все ВТСП материалы имеют промежуточные слои, тем не менее в них могут возникать сверхпроводимость и магнетизм. В число таких сверхпроводников относятся халькогениды железа с простой химической формулой, состоящей всего лишь из двух элементов FeCh (Ch = Se, S, Te).

Наиболее интенсивно исследуемым из них является селенид железа FeSe, который начинает проявлять сверхпроводящие свойства ниже $T_c = 9$ K при атмосферном давлении. Помимо сверхпроводящего перехода, это соединение также испытывает структурный переход при температуре 90 K, характеризующийся переходом от тетрагональной кристаллической решетки к орторомбической решетке. Этот структурный переход сопровождается возникновением нематического порядка и приводит к снижению вращательной симметрии всех наблюдаемых физических свойств [120].

Данные измерения фотоэлектронной спектроскопии с угловым разрешением, нейтронного рассеяния и ядерного магнитного резонанса указывают на то, что в образовании как нематического, так и магнитного порядка ключевую роль играют спиновые флуктуаций. Несмотря на то, что магнитный порядок в FeSe отсутствует при атмосферном давлении, он может быть установлен при наличии внешнего давления [96—98]. Более того, с увеличением давления происходит увеличение интенсивности спиновых флуктуаций [94; 99], что сопровождается повышением критической температуры до 38 К [97; 99]. На основе этого можно предположить о наличии корреляций между сверхпроводимостью и спиновыми флуктуациями. Эти спиновые флуктуации имеют анизотропный параметр порядка, и они способствует установлению нематического порядка. С увеличением давления они продолжают существовать в области температур до 100 К, несмотря на понижение температуры структурного перехода [93].

Помимо влияния гидростатического давления, физические характеристики этих материалов могут изменяться в результате процессов легирования. Например: частичное замещение селена теллуром вызывает внутренние напряжения внутри кристаллической решетки, обычно называемые «химическим давлением», что приводит к повышению критической температуры T_c . Кроме того, включение теллура в состав соединения приводит к исчезновению структурного перехода. С дальнейшим увеличением отношения Te/Se появляется дальнодействующее антиферромагнитное упорядочение, и температура AФМ перехода достигает примерно 70 К для чистого FeTe. Таким образом замещением селена на теллур можно получить как сверхпроводящую, так и магнитную фазу. Поэтому эти материалы представляют большой интерес для исследователей в изучении взаимосвязи между сверхпроводимостью и магнетизмом.

Для нашей работы образцы были синтезированы методом кристаллизации из раствора в расплаве [83]. Надо отметить, что полученные образцы характеризуются недостаточной стабильностью, и при длительном хранении возникают заметные изменения их физических свойств. Например, со временем температура сверхпроводящего перехода чистого селенида железа понижается, сам переход становится более широким. Для образцов включающих теллур, наоборот, критическая температура повышается, переход становится уже, и объемная доля сверхпроводящей фазы становится больше. Такое поведение можно объяснить происхождением спинодального распада, приводящего к образованию примесных фаз [80].

Прежде чем перейти к изучению спиновых флуктуаций, разумно сначала изучить данные магнитной восприимчивости и удельного сопротивления, которые используются для характеризации синтезированных образцов. На рисунке 4.21 [121] представлены полученные из литературы данные измерения магнитной восприимчивости для трех свежеприготовленных образцов Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x,

116

где x принимает значения 0, 0.1 и 0.2, а концентрация избыточного железа y ограничена значением 0.03. Стоит отметить, что данные для x > 0.2 опущены, поскольку в этом диапазоне концентраций селена антиферромагнитное упорядочение отсутствует. Видно, для Fe_{1+y}Te переход в антиферромагнитное состояние происходит при температуре примерно 70 К. В отличие от пниктидов железа, температурная зависимость магнитной восприимчивости не описывается законом Кюри-Вейсса и более того не представляется возможном анализировать эти данные с точки зрения критического поведения. С увеличением концентрации селена x, критическая температура T_m сдвигается в сторону низких температур, и при этом переход уширяется [121].



Рисунок 4.21 — Температурные зависимости магнитной восприимчивости для свежеприготовленных халькогенидов железа с разной концентрацией селена и теллура. *Т_m* — температура АФМ фазового перехода. *H*=1000 Э. *H*||*c* [121].

На рисунке 4.22 представлены зависимости удельного сопротивления от температуры $\rho(T)$ для свежеприготовленных образцов $\text{Fe}_{1+y}\text{Te}_{1-x}\text{Se}_x$ (x=0, 0.1, 0.2, 0.5; $y \leq 0.03$). Во всех этих образцах, за исключением x = 0.5, кривые $\rho(T)$ при высоких температурах ($T > T_m$) имеют отрицательный наклон. Для Fe_{1+y}Te при температуре магнитного фазового перехода T_m наблюдается ступенчатое изменение сопротивления с образованием небольшого локального максимума. Однако в отличие от измерений магнитной восприимчивости, с увеличением концентраций селена наблюдаемый локальный максимум не демонстрирует сдвига в сторону низких температур. Вместо этого при концентрации селена 0.1 наблюдается сильно уширенный куполообразный максимум в области температур $40 \div 120$ К. При концентрациях селена, превышающих 0.2, заметных аномалий, связанных с магнитным переходом, не наблюдается.



Рисунок 4.22 — Зависимости удельного сопротивления от температуры для свежеприготовленных халькогенидов железа Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x [121].

Как ранее было упомянуто, длительное хранение приводит к заметным изменениям физических свойств исследуемых образцов. Зависимости удельного сопротивления от температуры, полученные для состаренных халькогенидов железа Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}, Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09} представлены на рисунке 4.23. Видно заметное отклонение от поведения свежеприготовленных образцов. В частности, для концентрации селена близкой к 0.1 широкий локальный максимум, наблюдаемый при высоких температурах, исчезает. При этом возникает переход в объемную сверхпроводящую фазу. В халькогенидах железа с примерно равным содержанием теллура и селена (Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}) характер зависимости сопротивления от температуры претерпевает существенные изменения. Если свежеприготовленный имел металлический ход, то состаренный — принимает активационный характер. При этом для состаренных образцов (Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}, Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}) наблюдается увеличение критической температуры и сужение сверхпроводящего перехода. Эти изменения находят свое объяснение в происхождении спинодального распада с образование примесных фаз [80].



Рисунок 4.23 — Зависимости удельного сопротивления халькогенидов железа от температуры после длительного хранения. Черные квадраты – Fe_{1.19}Te_{0.91}Se_{0.09}, серые треугольники – Fe_{1.08}Te_{0.44}Se_{0.56}.

Таким образом, по данным измерения удельного сопротивления для состаренных халькогенидов железа $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$, кроме FeTe, установления дальнодействующего магнитного упорядочения не происходит. Однако в этих образцах не исключено присутствие спиновых флуктуаций, так как для селенида железа FeSe (без дальнодействующей магнитной фазы) нейтронные измерения выявили наличие двух различных типов спиновых флуктуаций ниже 180 К: изотропные неелевские флуктуации вблизи сверхпроводящего перехода и анизотропные (нематические) флуктуации страйпового типа при более высоких температурах [122].

Для исследования короткоживущих возбуждений в образцах с теллуром $\operatorname{Fe}_{1+u}\operatorname{Te}_{1-x}\operatorname{Se}_x(x>0)$ обратимся к высокочастотным измерениям МВП. На рисунке 4.24 представлены кривые $\rho^{1/2}(T)$ и $A_{\text{MBII}}(T)$ для $\text{Fe}_{1.19}\text{Te}_{0.91}\text{Se}_{0.09}$. Поскольку в этих образцах нет дальнодействующего магнитного порядка, и магнитная (парамагнитная) восприимчивость изменяется слабо, то амплитуда МВП будет определяется исключительно омическими потерями (см. Формулу (1.13)). Поэтому сравнение данных удельного сопротивления и МВП могут дать полезные сведения о короткоживущих возбуждениях. На рисунке 4.24 видно, что в области высоких температур кривые $A_{\rm MBII}(T)$ и $\rho^{1/2}(T)$ совпадают. Ниже 180 К кривая $A_{\text{MBII}}(T)$ отклоняется от хода сопротивления и образует локальный широкий максимум, охватывающей диапазон 30 ÷ 180 К. Также наблюдается небольшое отклонение перед переходом в сверхпроводящее состояние. С уменьшением концентрации теллура особенности на высоких и низких частотах продолжают наблюдаться: температурная зависимость сопротивления сохраняет активационный ход (рис. 4.25), отклонение $A_{\text{MBII}}(T)$ от хода сопротивления $\rho^{1/2}(T)$ проявляется как в районе сверхпроводящего перехода, так и при высоких температурах.

Измерения магнитной восприимчивости для свежеприготовленных образцов показали, что с увеличением концентрации селена (от 0 до 0.2) антиферромагнитный переход смещается в сторону низких температур и достигает сверхпроводящего перехода для концентраций селена x = 0.2, а для состаренных образцов магнитный переход сохраняется только для чистого FeTe [121]. Поэтому локальный широкий максимум, наблюдаемый в измерениях сопротивления для свежеприготовленных халькогенидов железа с концентрацией селена x = 0.1



Рисунок 4.24 — Зависимости $ho^{1/2}$ и $A_{\rm MB\Pi}$ от температуры для ${\rm Fe}_{1.19}{
m Te}_{0.91}{
m Se}_{0.09}$



Рисунок 4.25 — Зависимости $\rho^{1/2}$ и $A_{\text{MB}\Pi}$ от температуры для $\text{Fe}_{1.08}\text{Te}_{0.44}\text{Se}_{0.56}$.

и в измерениях МВП для всех образцов за исключением FeTe, не представляется возможным связать с фазовым переходом в антиферромагнитное состояние. Однако эти особенности могут означать проявление анизотропных (нематических) флуктуаций, ранее выявленных в FeSe посредством нейтронных измерений. Эти флуктуации сохраняются в области температур 100 К с увеличением давления,

несмотря на понижение температуры структурного перехода [93]. На основе этих фактов можно предположить, что наблюдаемые расхождения данных $A_{\text{MBII}}(T)$ и $\rho^{1/2}(T)$ в области температур 30 ÷ 180 К связаны со спиновыми флуктуациями с анизотропным параметром порядка.

Кроме широкого максимума в измерениях МВП вблизи сверхпроводящего перехода наблюдается небольшое расхождение от хода $\rho^{1/2}(T)$. Такое отклонение МВП ранее наблюдали в купратных материалах, что объяснялось наличием в этой области температур сверхпроводящих флуктуаций [123; 124]. Однако в случае халькогенидов железа область сверхпроводящих флуктуации охватывает не более одного градуса [125; 126]. Таким образом, отклонение в несколько градусов, скорее всего, имеет другую природу. Более того, это расхождение не имеет заметной зависимости от внешнего магнитного поля, что обычно связывают со сверхпроводящими флуктуациями [39; 123]. Следовательно, предположение о связи наблюдаемого пика со сверхпроводящими флуктуациями, представляется менее правдоподобным. Вместо этого более правдоподобное объяснение предполагает связь этого пика с изотропными антиферромагнитными флуктуациями, которые вблизи сверхпроводящего перехода под воздействием давления способствуют возникновению дальнодействующего антиферромагнитного порядка.

Таким образом, в халькогенидах железа путем сравнения данных, полученных на высоких и низких частотах, выделены области температур с возможным проявлением спиновых флуктуаций двух типов. Первый тип в измерениях МВП проявляется в виде локального широкого максимума в диапазоне температур $30 \div 180$ К. По данным нейтронных измерений в этой области преобладают анизотропные спиновые флуктуации, способствующие возникновению нематического порядка или его флуктуаций. Кроме того, в этой области фазовой диаграммы было показано увеличение объёмной сверхпроводящей фазы [79], поэтому нельзя исключить возможную связь между сверхпроводимостью и анизотропными (нематическими) флуктуациями. Вторая область флуктуаций заметно ограничена, охватывает всего несколько градусов и располагается немного выше сверхпроводящего перехода. В этом регионе отклонение МВП предположительно связано с изотропными спиновыми флуктуациями, которые при приложении гидростатического давления приводят к установлению дальнодействующего антиферромагнитного порядка.

Выводы

Таким образом, в этой главе проведено комплексное исследование магнитных свойств пниктида железа с европием $EuFe_2As_2$ и халькогенидов железа $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$. С помощью измерений намагниченности были определены значения полей метамагнитного перехода и насыщения. Радиоспектроскопический метод ЭСР позволил обнаружить и исследовать свойства магнитных доменов, относящихся к двум разным подсистемам. Методом МВП установлен характер взаимодействия магнитных флуктуаций вблизи критической температуры. Сравнением данных, полученных на низких и высоких частотах, определены области существования спиновых флуктуаций двух типов.

Заключение

В ходе работ по диссертации были выполнены исследования методом МВП кристаллов $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Y_xCu_2O_{8+y}$, $La_{2-x}Sr_xCuO_4$, $EuFe_2As_2$, $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ а также измерения ЭСР в кристалле $EuFe_2As_2$. Основные результаты, полученные в диссертационной работе, могут быть сформулированы следующим образом:

- Впервые методом микроволнового поглощения установлена граница области существования флуктуаций сверхпроводящего параметра порядка на фазовой диаграмме «температура — концентрация носителей заряда» в кристаллах Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y}. Из сравнения данных МВП, полученных для купратных сверхпроводников и железосодержащих сверхпроводников, сделано предположение о наличии корреляция между псевдощелевым состоянием и сверхпроводящими флуктуациями в купратных материалах.
- Установлены границы области сверхпроводящих флуктуаций и области существования волн зарядовой плотности на фазовой диаграмме «концентрация носителей заряда температура» в кристаллах La_{2-x}Sr_xCuO₄. Результаты показали, что волны зарядовой плотности существуют в широком диапазоне концентрации дырок (0.0770.160). Эти результаты подтверждают гипотезу об определяющем вкладе динамических волн зарядовой плотности в проводимость материалов этого семейства ВТСП соединений.
- 3. Впервые с помощью ЭПР сделана оценка обменного поля и поля анизотропии в кристаллах EuFe₂As₂. Установлено направление оси магнитной анизотропии в плоскости *ab* для каждого из двойников. Наличие оси легкого намагничивания второго порядка в легкой плоскости объясняется биквадратным обменным взаимодействием ионов европия с ионами железа, жестко связанными с кристаллографической осью *a*.

- 4. Впервые методом МВП установлен характер взаимодействия магнитных флуктуаций вблизи критической температуры в кристаллах EuFe₂As₂. Анализ данных позволил определить критические параметры системы, которые показывают, что система описывается двумерной моделью Изинга и относится к классу универсальности А. Установлено возможное влияние магнитных корреляций на проводимость слоев FeAs.
- 5. В халькогенидах железа Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x сравнение данных, полученных на высоких и низких частотах, позволило выделить две области температур со спиновыми флуктуациями двух типов. Вблизи сверхпроводящего перехода определены границы изотропных флуктуаций, а в области высоких температур (около 100 K) анизотропных магнитных флуктуаций с симметрией параметра порядка страйпового типа. Последние способствуют установлению нематического порядка при изменении структуры кристаллической решетки из тетрагональной в орторомбическую в соединении FeSe.

Список авторских публикаций

Статьи в журналах, рекомендованных ВАК:

- A1. *Gimazov, I. I.* Superconducting fluctuations above critical temperature in the Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} as revealed by microwave absorption [Text]/ I.I. Gimazov, V.O. Sakhin, Yu.I. Talanov, T. Adachi, T. Noji, Y. Koike // Appl. Magn. Reson. 2017. V.48. Number 7.
- A2. Gimazov, I. I. Microwave Absorption by charge Density Waves in La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text]/ I.I. Gimazov, T. Adachi, K. Omori, Y. Koike, Yu.I. Talanov // JETP Letters. – 2018. – Vol.108. – Issue 10.
- A3. *Gimazov, I. I.* Short-lived electron excitations in Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x as revealed by microwave absorption [Text]/ I.I. Gimazov, N.M. Lyadov, D.A. Chareev, A.N. Vasiliev, Yu.I. Talanov// JETP. 2019. Vol.155. Issue 6.
- A4. *Gimazov, I. I.* Fluctuations of various order parameters in cuprate and Febased superconductors as revealed by microwave absorption measurements [Text]/ I.I. Gimazov, Yu.I. Talanov et al., // Magn. Reson. Solids. 2019. Vol.21. 19305.
- А5. Гимазов, И.И. Изменение критической температуры халькогенидов железа под влиянием примесных фаз и сверхстехиометрического железа [Текст]/ И.И. Гимазов, А.Г. Киямов, Н.М. Лядов, А.Н. Васильев, Д.А. Чареев, Ю.И. Таланов, // Письма в ЖЭТФ 2021. Том.113. Вып. 7. 450.
- A6. *Gimazov, I. I.* Temporal Spinodal Decomposition of the $Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x$ Crystals and its Impact on Superconducting Properties [Text]/ I.I. Gimazov, N.M. Lyadov, Yu.I. Talanov et al., // Phys. Stat. Sol. B – 2022. – 2100646.

- A7. *Talanov Y.* Features of EuFe₂As₂ Magnetic Structure Revealed by ESR [Text]/Y. Talanov, I. Gimazov, R. Zaripov et al., // Appl Magn Reson 2023. Vol.54. –527.
- А8. Таланов, Ю. И. Исследование нематики антиферромагнитного состояния в EuFe₂As₂ с помощью магнитных и магниторезонансных измерений [Teкст]/ Ю.И. Таланов, И.И. Гимазов, Р.Б. Зарипов и др., // Письма в ЖЭТФ – 2023. – Том.117. – Вып. 6. – 464.

Зарегистрированные патенты:

А9. Гимазов, И.И. Установка для регистрации магнитных свойств высокотемпературных сверхпроводников в широких диапазонах температур и магнитных полей в непрерывном режиме [Текст]: заявка 208875 Рос. федерация: МПК G01 R 33/16 / И. И. Гимазов// № 2021105330/28(011533); заявл. 02.03.2021; опубл. 19.01.2022 Бюл. № 2.

Тезисы докладов на научных конференциях:

- А10. Гимазов, И.И. Исследование влияния сверхпроводящих флуктуаций на состояние Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} вблизи критической температуры [Текст]/ И.И. Гимазов, В.О. Сахин, Ю.И. Таланов // Сборник тезисов II Международной школы - конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Материалы и технологии XXI века». – Казань. – 20-23 сентября 2016 г. – С. 205.
- А11. Таланов, Ю. И. Флуктуации сверхпроводящего параметра порядка в Ві-2212 при Т > Т_с [Текст]/ Ю.И. Таланов, И.И. Гимазов, Т.С. Шапошникова, А.А. Валидов, Т. Adachi, Т. Noji, Y. Koike // XX Международный

симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 14-18 марта 2016 г. – Том 1. – С. 130-131.

- A12. *Gimazov, I. I.* Superconducting fluctuations above critical temperature in the Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} single crystals [Text]/ I.I. Gimazov, V.O. Sakhin, Yu.I. Talanov // Actual problems of magnetic resonance and its application XIX International Youth Scientific School. Kazan. 24-28 October 2016. p. 102-104.
- А13. Гимазов, И.И. Исследование влияния сверхпроводящих флуктуаций на состояние Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} вблизи критической температуры [Текст]/ И.И. Гимазов, В.О. Сахин, Ю.И. Таланов.И. // Сборник материалов конференции молодых ученых «Молодежь и инновации Татарстана». – Казань. – 17-18 ноября 2016 г. – С. 56-57.
- А14. Таланов, Ю. И. Поглощение микроволн кристаллами ВТСП в псевдощелевом состоянии [Текст]/ Ю.И.Таланов, И.И. Гимазов, В.О. Сахин, Т. Adachi, Т. Noji, Ү. Koike // XXI Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 13-16 марта 2017 г. – Том 1. – С. 112-113.
- A15. *Gimazov, I. I.* Microwave absorption study of superconducting fluctuations in Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} crystals [Text]/ I.I. Gimazov, V.O. Sakhin, Yu.I. Talanov, T. Adachi, T. Noji, Y. Koike // International Workshop on Phase Transitions and Inhomogeneous States in Oxides, Book of Abstracts. Kazan. 25-30 June 2017. p. 37.
- А16. Гимазов, И.И. Исследование влияния сверхпроводящих флуктуаций на микроволновое поглощение в кристаллах Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O_{8+y} вблизи критической температуры [Текст]/ И.И. Гимазов // Сборник тезисов участников форума «Наука будущего – наука молодых». – Нижний Новгород. – 12-14 сентября 2017 г. – С. 476-477.
- А17. Таланов, Ю. И. Обнаружение волн зарядовой плотности в кристаллах LSCO с помощью измерений сопротивления и микроволнового поглощения [Текст]/ Ю. И. Таланов, И. И. Гимазов, Т. Adachi // XXII

Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород, 12-15 марта 2018 г. – Материалы. – Том. 1. – С. 118-119.

- А18. Гимазов, И.И. Исследование фазовых переходов соединения Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x высокочастотными методами [Teкст]/ И.И. Гимазов, Ю.И. Таланов, А.Н. Васильев, Д.А. Чареев // XXII Международный симпозиум "Нанофизика и наноэлектроника". – Нижний Новгород. – 12-15 марта 2018 г. – Материалы. – Том. 1. – С. 48-49.
- А19. Таланов, Ю. И. Изучение состояния электронной системы Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x с помощью транспортных и микроволновых измерений [Teкст]/ Ю.И. Таланов, И.И. Гимазов, Н.М. Лядов, А.Н. Васильев, Д.А. Чареев // XXXVIII совещание по Физике низких температур. – Шепси. – 17-22 сентября 2018 г. – Тезисы докладов. – С. 174-175.
- A20. Gimazov, I. I. Microwave Absorption Study of Charge Density Waves in La_{2-x}Sr_xCuO₄ Crystals [Text]/ I. Gimazov, Yu. Talanov, T. Adachi // International conference «Modern Development of Magnetic Resonance». – Kazan. – September 24–28. – 2018. – Abstracts. – p.48-49.
- А21. Таланов, Ю. И. Влияние нематических флуктуаций на микроволновое поглощение в кристаллах Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x [Teкст]/ Ю. И. Таланов, И. И. Гимазов, Д.А. Чареев, А.Н. Васильев // XXIII Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 11-14 марта 2019 г. – Материалы. – Том. 1. – С. 120-121.
- А22. Гимазов, И.И. Микроволновое поглощение в кристаллах Fe_{1+y}Te_{1-x}Se_x
 [Текст]/ И. И. Гимазов, Ю. И. Таланов, Д. А. Чареев, А. Н. Васильев //
 ХХІІІ Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника».
 Нижний Новгород. 10-13 марта 2020 г. Материалы. Том.1. С. 50-51.
- А23. Таланов, Ю. И. Влияние магнитных возбуждений и нематического упорядочения на транспортные и микроволновые свойства халькогенидов железа [Текст]/ Ю. И. Таланов, И. И. Гимазов, Н. М. Лядов, Д. А. Чареев, А. Н. Васильев // XXIII Международный симпозиум «Нанофизика

и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 10-13 марта 2020 г. – Материалы. – Том. 1. – С. 118-119.

- А24. Гимазов, И.И. Электронный спиновый резонанс на ионах Eu2+ в кристаллах пниктидов железа 122 [Текст]/ И.И. Гимазов, Ю.И. Таланов, К.С. Перваков, В.А. Власенко // ХХV Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». Нижний Новгород. 9-12 марта 2021 г. Материалы. Том.1. С. 36-37.
- А25. Таланов, Ю. И. Влияние избыточного железа и примесных фаз на транспортные и сверхпроводящие характеристики халькогенидов железа [Текст]/ Ю.И. Таланов, И.И. Гимазов, Н.М. Лядов, А.Г. Киямов, А.Н. Васильев, Д.А. Чареев // ХХV Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 9-12 марта 2021 г. – Материалы. – Том. 1. – С. 87-88.
- A26. Gimazov, I. I. Electron Spin Resonance of the Eu2+ Ions in 122-type Iron Pnictides [Text]/ I. Gimazov, Yu. Talanov, G. Teitel'baum, R. Zaripov, K. Pervakov, V. Pudalov // Modern development of magnetic resonance. – Kazan. – November 1–5, 2021. – Abstracts. – p.43-43.
- А27. Гимазов, И.И. Рассеяние носителей тока на нематических флуктуациях в железосодержащих сверхпроводниках [Текст]/ И.И. Гимазов, Ю.И. Таланов, Н. М. Лядов, Д. А. Чареев, А. Н. Васильев // Международный семинар "Фазовые переходы и неоднородные состояния в оксидах"International Workshop PTISO22. Казань. 4-8 июля 2022 г. Программа и сборник тезисов. С. 63.
- А28. Гимазов, И.И. ЭСР исследование магнитного состояния кристаллов EuFe₂As₂ [Текст]/ И.И. Гимазов, Р.Б. Зарипов, Ю.И. Таланов, Г.Б. Тейтельбаум, К.С. Перваков, В.М. Пудалов// XXVI Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 14-17 марта 2022 г. – Материалы. –Том.1. – С. 55-56.
- А29. Таланов, Ю. И. Микроволновой отклик на магнитные флуктуации в кристаллах EuFe₂As₂ вблизи температуры упорядочения [Текст]/

Ю.И. Таланов, И.И. Гимазов, Н.Н. Гарифьянов, Д.Е. Железнякова, К.С. Перваков, Г.Б. Тейтельбаум // XXVI Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника». – Нижний Новгород. – 14-17 марта 2022 г. – Материалы. –Том.1. – С. 135-136.

Список литературы

- Schrieffer, J. R. Dynamic spin fluctuations and the bag mechanism of high-T_c superconductivity [Text] / J. R. Schrieffer, X. G. Wen, S. C. Zhang // Phys. Rev. B. 1989. June. Vol. 39, no. 16. P. 11663–11679. DOI: 10.1103/ PhysRevB.39.11663.
- Layzer. The superconducting pairing tendency in nearly-ferromagnetic systems
 [Text] / Layzer, D. Fay // Int J Magn. 1971. Vol. 1, no. 2. P. 135—141.
- Scalapino, D. Random Magnetism, High Temperature Superconductivity [Text] / D. Scalapino // Singapore: World Scientific. — 1994. — P. 155.
- Anderson, P. W. The Resonating Valence Bond State in La₂CuO₄ and Superconductivity [Text] / P. W. Anderson // Science. — 1987. — Mar. — Vol. 235, no. 4793. — P. 1196—1198. — DOI: 10.1126/science.235.4793.1196.
- Berg, E. Theory of the striped superconductor [Text] / E. Berg, E. Fradkin, S. A. Kivelson // Phys. Rev. B. – 2009. – Feb. – Vol. 79, no. 6. – P. 064515. – DOI: 10.1103/PhysRevB.79.064515.
- Agterberg, D. F. Dislocations and vortices in pair-density-wave superconductors [Text] / D. F. Agterberg, H. Tsunetsugu // Nature Physics. — 2008. — June. — Vol. 4, no. 8. — P. 639—642. — DOI: 10.1038/nphys999.
- 7. Incommensurate magnetic fluctuations in La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / S.-W. Cheong [et al.] // Phys. Rev. Lett. 1991. Sept. Vol. 67, no. 13. P. 1791—1794. DOI: 10.1103/PhysRevLett.67.1791.
- Evidence for stripe correlations of spins and holes in copper oxide superconductors [Text] / J. M. Tranquada [et al.] // Nature. 1995. June. Vol. 375, no. 6532. P. 561—563. DOI: 10.1038/375561a0.

- 9. Локтев, В. Механизмы высокотемпературной сверхпроводимости медных оксидов, Физика низких температур [Текст] / В. Локтев // Nature. 1996. Т. 22, № 1. С. 3—45.
- Anderson, P. Theories on high-temperature superconductivity [Text] / P. Anderson // Int. J. of Modern Physics B. 1990. Vol. 4, no. 2. P. 181–200.
- Barnes, S. Theory of electron spin resonance of magnetic ions in metals [Text] /
 S. Barnes // Advances in Physics. 1981. Dec. Vol. 30, no. 6. —
 P. 801—938. DOI: 10.1080/00018738100101447.
- *Kittel*, *C*. On the Theory of Ferromagnetic Resonance Absorption [Text] / C. Kittel // Physical Review. 1948. Jan. Vol. 73, no. 2. P. 155—161. DOI: 10.1103/PhysRev.73.155.
- Joshi, J. P. On the analysis of broad Dysonian electron paramagnetic resonance spectra [Text] / J. P. Joshi, S. Bhat // Journal of Magnetic Resonance. — 2004. — June. — Vol. 168, no. 2. — P. 284—287. — DOI: 10.1016/j.jmr.2004.03.018.
- 14. Dyson, F. J. Electron Spin Resonance Absorption in Metals. II. Theory of Electron Diffusion and the Skin Effect [Text] / F. J. Dyson // Physical Review. 1955. Apr. Vol. 98, no. 2. P. 349—359. DOI: 10.1103/PHYSREV.98. 349.
- 15. Feher, G. Electron Spin Resonance Absorption in Metals. I. Experimental [Text]/G. Feher, A. F. Kip// Physical Review. 1955. Apr. Vol. 98, no. 2. P. 337—348. DOI: 10.1103/PhysRev.98.337.
- Sridhar, S. Novel technique to measure the microwave response of high T c superconductors between 4.2 and 200 K [Text] / S. Sridhar, W. L. Kennedy // Review of Scientific Instruments. 1988. Apr. Vol. 59, no. 4. P. 531—536. DOI: 10.1063/1.1139881.

- 17. Comparison of the influence of Ni and Zn impurities on the electromagnetic properties of YBa₂Cu₃O_{6.95} [Text] / D. A. Bonn [et al.] // Physical Review B. 1994. Aug. Vol. 50, no. 6. P. 4051—4063. DOI: 10.1103/PhysRevB. 50.4051.
- 18. *Trunin*, *M. R.* Surface impedance of HTSC single crystals in the microwave band [Text] / M. R. Trunin // Uspekhi Fizicheskih Nauk. — 1998. — Vol. 168, no. 9. — P. 931. — DOI: 10.3367/UFNr.0168.199809b.0931.
- 19. Cu spin dynamics and superconducting precursor effects in planes above T_c in $YBa_2Cu_3O_{6.7}$ [Text] / W. W. Warren [et al.] // Phys. Rev. Lett. 1989. Mar. Vol. 62, no. 10. P. 1193—1196. DOI: 10.1103/PhysRevLett.62.1193.
- 20. Alloul, H. ⁸⁹Y NMR evidence for a fermi-liquid behavior in $YBa_2Cu_3O_{6+x}$ [Text] / H. Alloul, T. Ohno, P. Mendels // Phys. Rev. Lett. — 1989. — Oct. — Vol. 63, no. 16. — P. 1700—1703. — DOI: 10.1103/PhysRevLett.63.1700.
- 21. Optical conductivity of c axis oriented YBa₂Cu₃O_{6.7}: Evidence for a pseudogap [Text] / C. C. Homes [et al.] // Phys. Rev. Lett. 1993. Sept. Vol. 71, no. 10. P. 1645—1648. DOI: 10.1103/PhysRevLett.71.1645.
- 22. Influence of the spin gap on the normal state transport in YBa₂Cu₄O₈ [Text] /
 B. Bucher [et al.] // Phys. Rev. Lett. 1993. Mar. Vol. 70, no. 13. —
 P. 2012—2015. DOI: 10.1103/PhysRevLett.70.2012.
- 23. The electronic specific heat of cuprate superconductors [Text] / J. Loram [et al.] // Physica C: Superconductivity. 1994. Dec. Vol. 235—240. P. 134—137. DOI: 10.1016/0921-4534(94)91331-5.
- 24. *Tao*, *H*. Observation of pseudogap in Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} single crystals with electron tunneling spectroscopy [Text] / H. Tao, F. Lu, E. Wolf // Physica C: Superconductivity. 1997. Aug. Vol. 282—287. P. 1507—1508. DOI: 10.1016/S0921-4534(97)00862-9.

- 25. Neutron-scattering study of the dynamical spin susceptibility in YBa₂Cu₃O_{6.6} [Text] / J. M. Tranquada [et al.] // Phys. Rev. B. 1992. Sept. Vol. 46, no. 9. P. 5561—5575. DOI: 10.1103/PhysRevB.46.5561.
- 26. Spectroscopic evidence for a pseudogap in the normal state of underdoped high-T_c superconductors [Text] / H. Ding [et al.] // Nature. 1996. July. Vol. 382, no. 6586. P. 51—54. DOI: 10.1038/382051a0.
- 27. *Emery*, *V. J.* Importance of phase fluctuations in superconductors with small superfluid density [Text] / V. J. Emery, S. A. Kivelson // Nature. 1995. Mar. Vol. 374, no. 6521. P. 434—437. DOI: 10.1038/374434a0.
- 28. Физика твердого тела: Энциклопедический словарь: в 2 т [Текст] / под ред.
 В. Барьяхтар. Киев : Наукова думка, 1996. 656 с.
- 29. Anomalous suppression of superconductivity in Zn-substituted Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂O₈.
 [Text] / M. Akoshima [et al.] // Physical Review B. 1998. Apr. Vol. 57, no. 13. P. 7491—7494. DOI: 10.1103/PhysRevB.57.7491.
- 30. General trends in oxygen stoichiometry effects on T_c in Bi and Tl superconductors [Text] / M. Presland [et al.] // Physica C: Superconductivity. 1991. May. Vol. 176, no. 1—3. P. 95—105. DOI: 10.1016/0921-4534(91)90700-9.
- 31. Wang, Y. Nernst effect in high-T_c superconductors [Text] / Y. Wang, L. Li, N. P. Ong // Physical Review B. 2006. Jan. Vol. 73, no. 2. P. 024510. DOI: 10.1103/PhysRevB.73.024510.
- 32. Signatures of superconductivity and pseudogap formation in nonequilibrium nodal quasiparticles revealed by ultrafast angle-resolved photoemission [Text] / W. Zhang [et al.] // Physical Review B. 2013. Dec. Vol. 88, no. 24. P. 245132. DOI: 10.1103/PhysRevB.88.245132.
- 33. Strong pairing interactions in the underdoped region of $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\sigma}$ [Text] / M. Oda [et al.] // Physica C: Superconductivity. — 1997. — Aug. — Vol. 281, no. 2/3. — P. 135—142. — DOI: 10.1016/S0921-4534(97)00505-4.

- 34. Absence of pseudogap in heavily overdoped Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} from tunneling spectroscopy of break junctions [Text] / L. Ozyuzer [et al.] // Europhysics Letters (EPL). 2002. May. Vol. 58, no. 4. P. 589—595. DOI: 10.1209/epl/i2002-00436-6.
- 35. Energy Gap Evolution in the Tunneling Spectra of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} [Text] / R. M. Dipasupil [et al.] // Journal of the Physical Society of Japan. 2002. June. Vol. 71, no. 6. P. 1535—1540. DOI: 10.1143/JPSJ.71.1535.
- 36. Solov'ev, A. L. Fluctuation conductivity and pseudogap in YBCO high-temperature superconductors (Review) [Text] / A. L. Solov'ev, V. M. Dmitriev // Low Temperature Physics. 2009. Mar. Vol. 35, no. 3. P. 169—197. DOI: 10.1063/1.3081150.
- 37. Visualizing pair formation on the atomic scale in the high-T_c superconductor Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ [Text] / K. K. Gomes [et al.] // Nature. 2007. May. Vol. 447, no. 7144. P. 569—572. DOI: 10.1038/nature05881.
- 38. Nikolo, M. Superconductivity: A guide to alternating current susceptibility measurements and alternating current susceptometer design [Text] / M. Nikolo // American Journal of Physics. — 1995. — Jan. — Vol. 63, no. 1. — P. 57—65. — DOI: 10.1119/1.17770.
- 39. Microwave measurements of the in-plane and -axis conductivity in HgBa₂CuO_{4+δ}:Discriminating between superconducting fluctuations and pseudogap effects [Text] / M. S. Grbić [et al.] // Physical Review B. 2009. Sept. Vol. 80, no. 9. P. 094511. DOI: 10.1103/physrevb.80.094511.
- Talanov, Y. Studies of High Temperature Superconductors [Text]. Vol. 49 / Y. Talanov ; ed. by N. A. V. New York : Nova Science, 2005. 169–191.
- 41. Gough, C. E. Microwave response of anisotropic high-temperature-superconductor crystals [Text] / C. E. Gough, N. J. Exon // Physical Review B. 1994. July. Vol. 50, no. 1. P. 488–495. DOI: 10.1103/PhysRevB. 50.488.

- 42. Temperature Dependence of the Resistivity Tensor in Superconducting Bi₂Sr_{2.2}Ca_{0.8}Cu₂O₈ Crystals [Text] / S. Martin [et al.] // Physical Review Letters. 1988. May. Vol. 60, no. 21. P. 2194—2197. DOI: 10.1103/ PhysRevLett.60.2194.
- 43. In-plane and out-of-plane transport properties of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+x} films: Fluctuations and transition into a vortex solid state [Text] / D. V. Livanov [et al.] // Physical Review B. 1997. Apr. Vol. 55, no. 14. R8701—R8704. DOI: 10.1103/PhysRevB.55.R8701.
- 44. Шмидт, В. Введение в физику сверхпроводников [Текст] / В. Шмидт. Москва : Наука, 1997. 73 с.
- 45. The role of density of states fluctuations in the normal state properties of high T_c superconductors [Text] / A. A. Varlamov [et al.] // Advances in Physics. 1999. Nov. Vol. 48, no. 6. P. 655—783. DOI: 10.1080/ 000187399243400.
- Kordyuk, A. A. Iron-based superconductors: Magnetism, superconductivity, and electronic structure (Review Article) [Text] / A. A. Kordyuk // Low Temperature Physics. 2012. Sept. Vol. 38, no. 9. P. 888—899. DOI: 10.1063/1. 4752092.
- 47. Single crystal growth and physical properties of superconducting ferro-pnictides Ba(Fe, Co)₂As₂ grown using self-flux and Bridgman techniques [Text] / S. Aswartham [et al.] // Journal of Crystal Growth. 2011. Jan. Vol. 314, no. 1. P. 341—348. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2010.11.149.
- 48. Universal versus Material-Dependent Two-Gap Behaviors of the High- T_c Cuprate Superconductors: Angle-Resolved Photoemission Study of $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ [Text] / T. Yoshida [et al.] // Physical Review Letters. — 2009. — July. — Vol. 103, no. 3. — P. 037004. — DOI: 10.1103/PhysRevLett.103.037004.

- 49. Wilson, J. A. Two-gap, high temperature superconductor, ARPES data, the pseudogap, and magnetic circular dichroism from the negative-U perspective [Text] / J. A. Wilson // Journal of Physics: Condensed Matter. 2007. Nov. Vol. 20, no. 1. P. 015205. DOI: 10.1088/0953-8984/20/01/015205.
- 50. *Loktev*, *V. M.* Phase fluctuations and pseudogap phenomena [Text] / V. M. Loktev,
 R. M. Quick, S. G. Sharapov // Physics Reports. 2001. July. Vol. 349,
 no. 1. P. 1—123. DOI: 10.1016/S0370-1573(00)00114-9.
- 51. Садовский, М. Псевдощель в высокотемпературных сверхпроводниках [Текст] / М. Садовский // Успехи физических наук. 2001. Т. 171, № 5. С. 539. DOI: 10.3367/UFNr.0171.200105с.0539.
- 52. Magnetic-Susceptibility and Specific-Heat Studies on the Inhomogeneity of Superconductivity in the Underdoped La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / T. Adachi [et al.] // Journal of the Physical Society of Japan. 2009. Nov. Vol. 78, no. 11. P. 114707. DOI: 10.1143/JPSJ.78.114707.
- 53. Gor 'kov, L. P. Phase stratification of an electron liquid in the new superconductors [Text] / L. P. Gor 'kov, A. V. Sokol // Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters. — 1987. — Oct. — Vol. 46. — P. 420.
- 54. Zaanen, J. Charged magnetic domain lines and the magnetism of high-T_c oxides [Text] / J. Zaanen, O. Gunnarsson // Physical Review B. 1989. Oct. Vol. 40, no. 10. P. 7391—7394. DOI: 10.1103/PhysRevB.40.7391.
- 55. Bianconi, A. High T_c superconductivity by quantum confinement [Text] / A. Bianconi, M. Missori // Journal de Physique I. 1994. Mar. Vol. 4, no. 3. P. 361—365. DOI: 10.1051/jp1:1994100.
- 56. Evidence for stripe correlations of spins and holes in copper oxide superconductors [Text] / J. M. Tranquada [et al.] // Nature. 1995. June. Vol. 375, no. 6532. P. 561—563. DOI: 10.1038/375561a0.

- 57. Mobility of the Doped Holes and the Antiferromagnetic Correlations in Underdoped High-T_c Cuprates [Text] / Y. Ando [et al.] // Physical Review Letters. — 2001. — June. — Vol. 87, no. 1. — P. 017001. — DOI: 10.1103/PhysRevLett.87. 017001.
- 58. Critical Buckling for the Disappearance of Superconductivity in Rare-Earth-Doped La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / B. Büchner [et al.] // Physical Review Letters. — 1994. — Sept. — Vol. 73, no. 13. — P. 1841—1844. — DOI: 10.1103/PhysRevLett. 73.1841.
- 59. Stripe order in superconducting La_{2-x}Ba_xCuO₄ (0.095≤x≤0.155) [Text] / M. Hücker [et al.] // Physical Review B. 2011. Mar. Vol. 83, no. 10. P. 104506. DOI: 10.1103/PhysRevB.83.104506.
- 60. Lattice instabilities and the effect of copper-oxygen-sheet distortions on super-conductivity in doped La₂CuO₄ [Text] / M. K. Crawford [et al.] // Physical Review B. 1991. Oct. Vol. 44, no. 14. P. 7749-7752. DOI: 10. 1103/PhysRevB.44.7749.
- 61. From Antiferromagnetic Order to Static Magnetic Stripes: The Phase Diagram of (La,Eu)_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / H.-H. Klauss [et al.] // Physical Review Letters. 2000. Nov. Vol. 85, no. 21. P. 4590—4593. DOI: 10.1103/PhysRevLett. 85.4590.
- 62. Possible stripe fluctuations in La_{2-x-y}Nd_ySr_xCuO₄ at room temperature observed by ⁶³Cu NQR spectroscopy [Text] / Q.-M. Zhang [et al.] // Europhysics Letters (EPL). 2005. Apr. Vol. 70, no. 2. P. 232—236. DOI: 10.1209/ epl/i2003-10316-7.
- 63. Superconductivity and in-plane resistivity in La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / J. Hori [et al.] // Physica C: Superconductivity. 2003. May. Vol. 388/389. P. 331—332. DOI: 10.1016/S0921-4534(02)02485-1.

- 64. Structural Instability Associated with the Tilting of CuO₆ Octahedra in La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / H. Kimura [et al.] // Journal of the Physical Society of Japan. 2000. Mar. Vol. 69, no. 3. P. 851—857. DOI: 10.1143/JPSJ.69.851.
- 65. Charge density wave fluctuations in La_{2-x}Sr_xCuO₄ and their competition with superconductivity [Text] / T. P. Croft [et al.] // Physical Review B. 2014. June. Vol. 89, no. 22. P. 224513. DOI: 10.1103/PhysRevB.89.224513.
- 66. Rotated stripe order and its competition with superconductivity in La_{1.88}Sr_{0.12}CuO₄ [Text] / V. Thampy [et al.] // Physical Review B. 2014. Sept. Vol. 90, no. 10. P. 100510. DOI: 10.1103/PhysRevB.90.100510.
- 67. How to detect fluctuating stripes in the high-temperature superconductors [Text] / S. A. Kivelson [et al.] // Reviews of Modern Physics. 2003. Oct. Vol. 75, no. 4. P. 1201—1241. DOI: 10.1103/RevModPhys.75.1201.
- 68. Pseudogap temperature T* of cuprate superconductors from the Nernst effect [Text]/O. Cyr-Choiniere [et al.] // Physical Review B. 2018. Feb. Vol. 97, no. 6. P. 064502. DOI: 10.1103/PhysRevB.97.064502.
- 69. Resonant x-ray scattering study of charge-density wave correlations in $YBa_2Cu_3O_{6+x}$ [Text] / S. Blanco-Canosa [et al.] // Physical Review B. -2014. Aug. Vol. 90, no. 5. P. 054513. DOI: 10.1103/PhysRevB.90.054513.
- 70. Competing charge, spin, and superconducting orders in underdoped YBa₂Cu₃O_y
 [Text] / M. Hücker [et al.] // Physical Review B. 2014. Aug. Vol. 90, no. 5. P. 054514. DOI: 10.1103/PhysRevB.90.054514.
- 71. Gor'kov, L. P. Two-component energy spectrum of cuprates in the pseudo-gap phase and its evolution with temperature and at charge ordering [Text] / L. P. Gor'kov, G. B. Teitel'baum // Scientific Reports. 2015. Feb. Vol. 5, no. 1. DOI: 10.1038/srep08524.

- 72. Systematic evolution of temperature-dependent resistivity in La_{2-x}Sr_xCuO₄
 [Text] / H. Takagi [et al.] // Physical Review Letters. 1992. Nov. Vol. 69, no. 20. P. 2975—2978. DOI: 10.1103/PhysRevLett.69.2975.
- 73. Temporal correlations of superconductivity above the transition temperature in $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ probed by terahertz spectroscopy [Text] / L. S. Bilbro [et al.] // Nature Physics. -2011. Feb. Vol. 7, no. 4. P. 298-302. DOI: 10.1038/ nphys1912.
- 74. Bulk charge stripe order competing with superconductivity in La_{2-x}Sr_xCuO₄ (x=0.12) [Text] / N. B. Christensen [et al.]. 2014. DOI: 10.48550/arXiv. 1404.3192.
- 75. Critical Doping for the Onset of Fermi-Surface Reconstruction by Charge-Density-Wave Order in the Cuprate Superconductor La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] / S. Badoux [et al.] // Physical Review X. 2016. Apr. Vol. 6, no. 2. P. 021004. DOI: 10.1103/PhysRevX.6.021004.
- 76. Böhmer, A. E. Nematicity, magnetism and superconductivity in FeSe [Text] /
 A. E. Böhmer, A. Kreisel // Journal of Physics: Condensed Matter. 2017. —
 Dec. Vol. 30, no. 2. P. 023001. DOI: 10.1088/1361-648X/aa9caa.
- 77. Anomalous Suppression of the Orthorhombic Lattice Distortion in Superconducting Ba(Fe_{1-x}Co_x)₂As₂ Single Crystals [Text] / S. Nandi [et al.] // Physical Review Letters. 2010. Feb. Vol. 104, no. 5. P. 057006. DOI: 10. 1103/PhysRevLett.104.057006.
- 78. Effect of tensile stress on the in-plane resistivity anisotropy in BaFe₂As₂ [Text] /
 E. C. Blomberg [et al.] // Physical Review B. 2012. Apr. Vol. 85, no. 14. P. 144509. DOI: 10.1103/PhysRevB.85.144509.
- From (π,0) magnetic order to superconductivity with (π,π) magnetic resonance in Fe_{1.02}Te_{1x}Se_x [Text] / T. J. Liu [et al.] // Nature Materials. 2010. July. Vol. 9, no. 9. P. 718—720. DOI: 10.1038/nmat2800.

- 80. Impact of Impurity Phases and Superstoichiometric Iron on the Critical Temperature of Iron Chalcogenides [Text] / I. I. Gimazov [et al.] // JETP Letters. 2021. Apr. Vol. 113, no. 7. P. 454—460. DOI: 10.1134/S0021364021070067.
- 81. Antiferromagnetic transition in EuFe₂As₂: A possible parent compound for superconductors [Text] / Z. Ren [et al.] // Physical Review B. 2008. Aug. Vol. 78, no. 5. P. 052501. DOI: 10.1103/PhysRevB.78.052501.
- 82. Antiferromagnetic resonances in twinned EuFe₂As₂ single crystals [Text] /
 I. A. Golovchanskiy [et al.] // Physical Review B. 2022. July. Vol. 106, no. 2. P. 024412. DOI: 10.1103/PhysRevB.106.024412.
- 83. Single crystal growth and characterization of tetragonal FeSe_{1-x} superconductors [Text] / D. Chareev [et al.] // CrystEngComm. 2013. Vol. 15, no. 10. P. 1989. DOI: 10.1039/C2CE26857D.
- 84. Metamagnetic transition in EuFe₂As₂ single crystals [Text] / S. Jiang [et al.] // New Journal of Physics. — 2009. — Feb. — Vol. 11, no. 2. — P. 025007. — DOI: 10.1088/1367-2630/11/2/025007.
- 85. Maiwald, J. Microscopic Theory of Magnetic Detwinning in Iron-Based Superconductors with Large-Spin Rare Earths [Text] / J. Maiwald, I. Mazin,
 P. Gegenwart // Physical Review X. 2018. Jan. Vol. 8, no. 1. P. 011011. DOI: 10.1103/PhysRevX.8.011011.
- 86. Strongly anisotropic antiferromagnetic coupling in EuFe₂As₂ [Text] / J. J. Sanchez [et al.] // Physical Review B. 2021. Sept. Vol. 104, no. 10. P. 104413. DOI: 10.1103/PhysRevB.104.104413.
- 87. Persistent Detwinning of Iron-Pnictide EuFe₂As₂ Crystals by Small External Magnetic Fields [Text] / S. Zapf [et al.] // Physical Review Letters. 2014. Nov. Vol. 113, no. 22. P. 227001. DOI: 10.1103/PhysRevLett.113. 227001.

- Magnetic structure of EuFe₂As₂ determined by single-crystal neutron diffraction [Text] / Y. Xiao [et al.] // Physical Review B. 2009. Nov. Vol. 80, no. 17. P. 174424. DOI: 10.1103/PhysRevB.80.174424.
- 89. Strong reduction of the Korringa relaxation in the spin-density wave regime of EuFe₂As₂ observed by electron spin resonance [Text] / E. Dengler [et al.] // Physical Review B. 2010. Jan. Vol. 81, no. 2. P. 024406. DOI: 10.1103/PhysRevB.81.024406.
- 90. Superconductivity Induced by Phosphorus Doping and Its Coexistence with Ferromagnetism in EuFe₂(As_{0.7}P_{0.3})₂ [Text] / Z. Ren [et al.] // Physical Review Letters. 2009. Apr. Vol. 102, no. 13. P. 137002. DOI: 10.1103/ PhysRevLett.102.137002.
- 91. EuFe₂As₂ under High Pressure: An Antiferromagnetic Bulk Superconductor [Text]/T. Terashima [et al.]// Journal of the Physical Society of Japan. 2009. Aug. Vol. 78, no. 8. P. 083701. DOI: 10.1143/jpsj.78.083701.
- 92. Scaling of the superconducting gap with orbital character in FeSe [Text] /
 L. C. Rhodes [et al.] // Physical Review B. 2018. Nov. Vol. 98, no. 18. —
 P. 180503. DOI: 10.1103/PhysRevB.98.180503.
- 93. Magnetic ground state of FeSe [Text] / Q. Wang [et al.] // Nature Communications. — 2016. — July. — Vol. 7, no. 1. — DOI: 10.1038/ncomms12182.
- 94. Why Does Undoped FeSe Become a High-T_c Superconductor under Pressure? [Text] / T. Imai [et al.] // Physical Review Letters. — 2009. — Apr. — Vol. 102, no. 17. — P. 177005. — DOI: 10.1103/PhysRevLett.102.177005.
- 95. Orbital-driven nematicity in FeSe [Text] / S.-H. Baek [et al.] // Nature Materials. - 2014. - Nov. - Vol. 14, no. 2. - P. 210-214. - DOI: 10.1038/nmat4138.
- 96. Dome-shaped magnetic order competing with high-temperature superconductivity at high pressures in FeSe [Text] / J. P. Sun [et al.] // Nature Communications. — 2016. — July. — Vol. 7, no. 1. — DOI: 10.1038/ncomms12146.

- 97. Magnetotransport study of the pressure-induced antiferromagnetic phase in FeSe [Text] / T. Terashima [et al.] // Physical Review B. 2016. May. Vol. 93, no. 18. P. 180503. DOI: 10.1103/PhysRevB.93.180503.
- 98. Magnetic tricritical point and nematicity in FeSe under pressure [Text] /
 R. Khasanov [et al.] // Physical Review B. 2018. June. Vol. 97, no. 22. —
 P. 224510. DOI: 10.1103/PhysRevB.97.224510.
- 99. High-T_c Superconductivity in FeSe at High Pressure: Dominant Hole Carriers and Enhanced Spin Fluctuations [Text] / J. Sun [et al.] // Physical Review Letters. — 2017. — Apr. — Vol. 118, no. 14. — P. 147004. — DOI: 10.1103 / PhysRevLett.118.147004.
- 100. Anisotropic magnetic order of the Eu sublattice in single crystals of EuFe_{2-x}Co_xAs₂ (x=0, 0.2) studied by means of magnetization and magnetic torque [Text] / Z. Guguchia [et al.] // Physical Review B. 2011. Oct. Vol. 84, no. 14. P. 144506. DOI: 10.1103/PhysRevB.84.144506.
- 101. Anisotropy, Itineracy, and Magnetic Frustration in High-T_cIron Pnictides [Text] /
 M. J. Han [et al.] // Physical Review Letters. 2009. Mar. Vol. 102, no. 10. P. 107003. DOI: 10.1103/PhysRevLett.102.107003.
- 102. Гуревич, А. Магнитный резонанс в ферритах и антиферромагнетикахй [Текст] / А. Гуревич. — Москва : Наука, 1973. — 590 с.
- 103. Interplay between magnetism and superconductivity in iron-chalcogenide superconductors: crystal growth and characterizations [Text] / J. Wen [et al.] // Reports on Progress in Physics. — 2011. — Sept. — Vol. 74, no. 12. — P. 124503. — DOI: 10.1088/0034-4885/74/12/124503.
- 104. Collins, M. Magnetic Critical Scattering [Text]. Vol. 4 / M. Collins ; ed. by
 S. Lovesey, E. Mitchell. New York : Oxford University Press, 1989. 200 p.
- 105. *Geldart*, *D. J. W.* Theory of spin-fluctuation resistivity near the critical point of ferromagnets [Text] / D. J. W. Geldart, T. G. Richard // Physical Review B. —
1975. — Dec. — Vol. 12, no. 11. — P. 5175—5183. — DOI: 10.1103/PhysRevB. 12.5175.

- 106. Balberg, I. Critical behavior of the resistivity in magnetic systems. II. Below T_c and in the presence of a magnetic field [Text] / I. Balberg, J. S. Helman // Physical Review B. 1978. July. Vol. 18, no. 1. P. 303—318. DOI: 10.1103/PhysRevB.18.303.
- 107. Alexander, S. Critical behavior of the electrical resistivity in magnetic systems
 [Text] / S. Alexander, J. S. Helman, I. Balberg // Physical Review B. 1976. —
 Jan. Vol. 13, no. 1. P. 304—315. DOI: 10.1103/PhysRevB.13.304.
- 108. Thermal properties and Ising critical behavior in EuFe₂As₂ [Text] / A. Oleaga [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Dec. Vol. 617. P. 534—537. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.08.094.
- 109. Hohenberg, P. C. Theory of dynamic critical phenomena [Text] / P. C. Hohenberg, B. I. Halperin // Reviews of Modern Physics. 1977. July. Vol. 49, no. 3. P. 435—479. DOI: 10.1103/RevModPhys.49.435.
- 110. Mazenko, G. F. Dynamic critical exponent z in some two-dimensional models
 [Text] / G. F. Mazenko, O. T. Valls // Physical Review B. 1981. Aug. Vol. 24, no. 3. P. 1419—1428. DOI: 10.1103/PhysRevB.24.1419.
- 111. Ма, Ш. Современная теория критических явлений [Текст] / Ш. Ма. Москва : Мир, 1980. — 291 с.
- 112. Hove, L. V. Correlations in Space and Time and Born Approximation Scattering in Systems of Interacting Particles [Text] / L. V. Hove // Physical Review. 1954. July. Vol. 95, no. 1. P. 249—262. DOI: 10.1103/PhysRev.95.249.
- 113. Critical spin fluctuations in the two-dimensional antiferromagnet KFeF₄: A Mössbauer study [Text] / J. Slivka [et al.] // Physical Review B. — 1984. — Oct. — Vol. 30, no. 7. — P. 3649—3654. — DOI: 10.1103/PhysRevB.30.3649.

- Hutchings, M. T. Dynamic Critical Neutron Scattering from a Two-Dimensional Ising System Rb₂CoF₄ [Text] / M. T. Hutchings, H. Ikeda, E. Janke // Physical Review Letters. — 1982. — Aug. — Vol. 49, no. 6. — P. 386—390. — DOI: 10. 1103/PhysRevLett.49.386.
- 115. Electronic structure and coexistence of superconductivity with magnetism in RbEuFe₄As₄ [Text] / T. K. Kim [et al.] // Physical Review B. 2021. May. Vol. 103, no. 17. P. 174517. DOI: 10.1103/PhysRevB.103.174517.
- 116. Strongly fluctuating moments in the high-temperature magnetic superconductor RbEuFe₄As₄ [Text] / K. Willa [et al.] // Physical Review B. — 2019. — May. — Vol. 99, no. 18. — P. 180502. — DOI: 10.1103/PhysRevB.99.180502.
- 117. Superconductivity at 34.7 K in the iron arsenide Eu_{0.7}Na_{0.3}Fe₂As₂ [Text] / Y. Qi
 [et al.] // New Journal of Physics. 2008. Dec. Vol. 10, no. 12. —
 P. 123003. DOI: 10.1088/1367-2630/10/12/123003.
- 118. Superconductivity and magnetism in K-doped EuFe₂As₂ [Text] / Anupam [et al.] // Journal of Physics: Condensed Matter. 2009. June. Vol. 21, no. 26. P. 265701. DOI: 10.1088/0953-8984/21/26/265701.
- 119. Competition between magnetism and superconductivity in rare-earth nickel boride carbides [Text] / H. Eisaki [et al.] // Physical Review B. 1994. July. Vol. 50, no. 1. P. 647—650. DOI: 10.1103/PhysRevB.50.647.
- 120. Unveiling the hidden nematicity and spin subsystem in FeSe [Text] / C.-W. Luo [et al.] // npj Quantum Materials. 2017. June. Vol. 2, no. 1. DOI: 10.1038/s41535-017-0036-5.
- 121. Growth, Annealing Effects on Superconducting and Magnetic Properties, and Anisotropy of $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($0.5 \leq x \leq 1$) Single Crystals [Text] / T. Noji [et al.] // Journal of the Physical Society of Japan. — 2010. — Aug. — Vol. 79, no. 8. — P. 084711. — DOI: 10.1143/JPSJ.79.084711.
- 122. Magnetic ground state of FeSe [Text] / Q. Wang [et al.] // Nature Communications. — 2016. — July. — Vol. 7, no. 1. — DOI: 10.1038/ncomms12182.

- 123. Superconducting Fluctuations Above the Critical Temperature in Bi₂Sr₂Ca_{1-x}Y_xCu₂C as Revealed by Microwave Absorption [Text] / I. Gimazov [et al.] // Applied Magnetic Resonance. 2017. July. Vol. 48, no. 9. P. 861—870. DOI: 10.1007/s00723-017-0912-y.
- 124. Microwave Absorption by Charge Density Waves in La_{2-x}Sr_xCuO₄ [Text] /
 I. I. Gimazov [et al.] // JETP Letters. 2018. Nov. Vol. 108, no. 10. —
 P. 675—679. DOI: 10.1134/S0021364018220034.
- 125. BCS-like critical fluctuations with limited overlap of Cooper pairs in FeSe [Text] / H. Yang [et al.] // Physical Review B. 2017. Aug. Vol. 96, no. 6. P. 064501. DOI: 10.1103/PhysRevB.96.064501.
- 126. Superconducting fluctuations in FeSe_{0.5}Te_{0.5} thin films probed via microwave spectroscopy [Text] / F. Nabeshima [et al.] // Physical Review B. 2018. Jan. Vol. 97, no. 2. P. 024504. DOI: 10.1103/PhysRevB.97.024504.