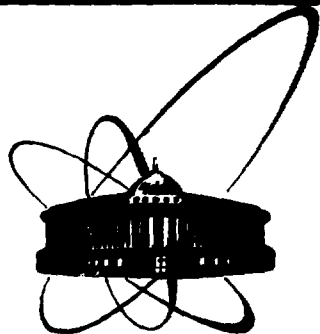


Р14-91-144



**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

P14-91-144

**С. И. Тютюнников, В. Н. Шаляпин, В. С. Швецов,
А. С. Щеулин**

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА ВОЗМОЖНОСТИ
ИСПОЛЬЗОВАНИЯ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ
ДЛЯ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ**

1991

Метод инфракрасной (ИК) спектроскопии является одним из основных при исследовании в физике твердого тела. Для средне-волнового диапазона ИК-излучения (область длин волн $\lambda \lesssim 20$ мкм) достаточно эффективны дифракционные спектрометры с эталонным источником излучения из карбида кремния. В области длин волн $\lambda \gtrsim 100$ мкм спектральная плотность этих источников очень мала, на уровне $10^{-8} \pm 10^{-9}$ Вт, поэтому для увеличения светосилы используются спектральные приборы с фурье-преобразованием (фурье-спектрометры). В таких спектрометрах, однако, эффективно можно проводить измерения спектров пропускания только слабопоглощающих веществ вследствие слабой мощности источника излучения. Поэтому увеличение мощности источника излучения в дальнем ИК-диапазоне приведет к увеличению эффективности прибора.

Помимо использования мощного источника ИК излучения для измерения оптических характеристик сильнопоглощающих материалов, открываются другие области его использования, а именно: для возбуждения колебаний кристаллической решетки, для исследования механизмов примесной фотопроводимости и т.д.

В работе /1/ впервые было предложено использовать для спек-

троскопии твердых тел синхротронное излучение (СИ) электронного кольца коллективного ускорителя тяжелых ионов КУТИ.

Особенностью данной установки как источника СИ являются два факта:

1. Генерируемый спектральный диапазон ИК -излучения может изменяться, поскольку меняется радиус (R) электронного кольца. Возможный диапазон изменения длины волны $\lambda_{кр} = 4,2/\gamma^3 \cdot R$ (γ - релятивистский фактор электронов) определяется предельным радиусам R , при котором еще можно вывести излучение кольца. Для нашего случая $3 \text{ см} \leq R \leq 8 \text{ см}$, что для длин волн $\lambda_{кр}$ дает диапазон перестройки $2 \text{ мкм} \leq \lambda_{кр} \leq 30 \text{ мкм}$. При этом практически отсутствует, что очень важно, излучение с длинами волн $\lambda < \lambda_{кр}$.

2. Поток СИ линейно зависит от числа электронов в кольце N_e . В электронном кольце КУТИ $N_e \approx 3 \pm 5 \cdot 10^{12}$, что существенно превосходит все имеющиеся установки, генерирующие СИ в этом спектральном диапазоне.

Одной из главных задач при использовании СИ является формирование светового пучка заданных размеров с фокусировкой максимального потока излучения, выходящего из окна ускорительной камеры.

Для вывода СИ были разработаны конструкции оптических каналов двух типов (рис.1, рис.2).

Первый канал состоял из трех сферических зеркал с внешним напылением (рис.1).

Второй оптический канал состоял из набора зеркал, установленных внутри камеры. На рис.2 показана геометрия формирования пучка СИ системой кольцевых зеркал. Радиусы кривизны этих зеркал были рассчитаны по результатам работ ¹², ³¹, в которых был пред-

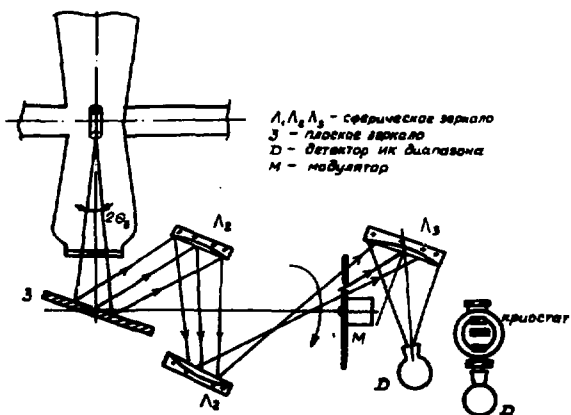


Рис.1. Оптический канал из внешних зеркал и камера ускорителя.

ложен алгоритм расчета фокусировки СИ. Были проведены стендовые измерения этой системы фокусировки с помощью лазерного источника на длине волны $\lambda = 0,63$ мкм. Проверялись зависимости эффективности преобразований излучения от радиального и аксиального положения излучателя, что эквивалентно положению электронного кольца относительно системы зеркал. На рис.2в приведены эти зависимости. Из них видно, что наиболее критична зависимость передачи излучения от радиального положения источника. Допустимое радиальное смещение источника составляет ± 1 мм при радиусе электронного кольца $R = 40$ мм.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

На рис.1 показаны схемы расположения камеры ускорителя и оптических каналов для транспортировки СИ. Юстировка канала из трех зеркал производилась по положению источника излучения, который мог перемещаться в диапазоне радиусов от $R = 3$ см до $R = 8$ см в камере ускорителя.

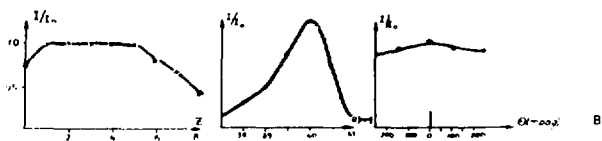
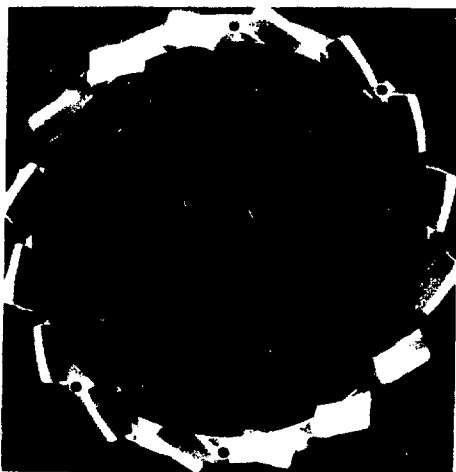
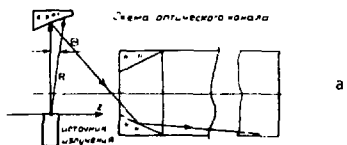


Рис.2. а) Схема оптического канала для фокусировки СИ в аксиальном направлении.
 б) Фотография входной части оптического канала по схеме рис.2а.
 в) Эффективность оптического канала в зависимости от геометрии источника излучения.

Для вывода СИ в разных условиях эксперимента использовались окна из следующих материалов:

- 1) ближний ИК-диапазон - кварц (пропускание при $\lambda \leq 10$ мкм)
 - 2) средний ИК диапазон - КРС-5 ($\lambda \leq 40$ мкм)
 - 3) дальний ИК-диапазон - полиэтилен или лавсан ($\lambda \approx \geq 200$ мкм).
- СИ электронного кольца после оптического тракта падало на приемники, в качестве которых использовались:

- на ближний ИК-диапазон - фотосопротивление $Ge: Au$ при $T \approx 77^{\circ}K$, спектральная характеристика приведена на рис.3. На этом же рисунке приведен и спектр СИ для $\gamma = 22$, $R = 8$ см;
- на дальний ИК-диапазон - детектор из $Zn Sb$ при $T \approx \approx 4^{\circ}K$, спектральная характеристика приведена на рис.4.

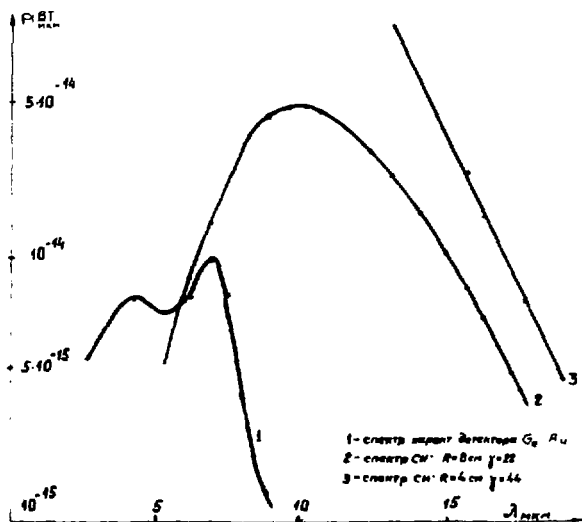


Рис.3. Спектральная характеристика детектора ИК-излучения $Ge: Au$ и спектры СИ.

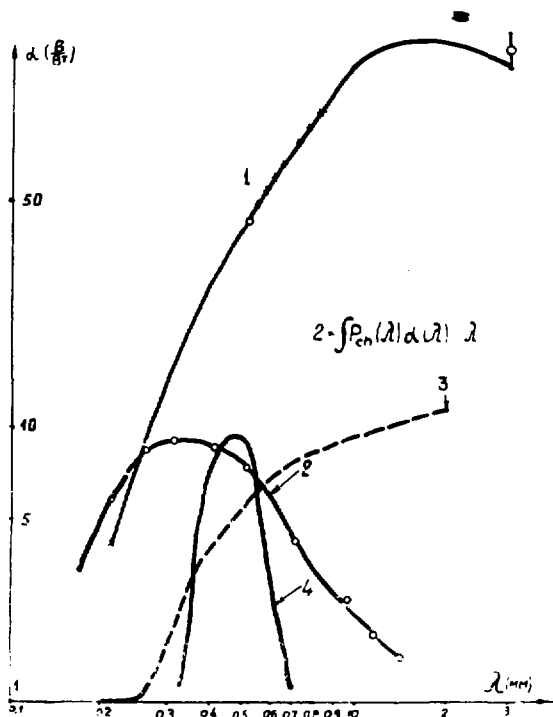


Рис. 4. 1 - спектральная характеристика детектора $J_n SB$ при $T=4,5^\circ K$; 2 - $\int P_{en} \alpha \lambda^2$; 3 - пропускание порогового фильтра; 4 - пропускание сеточного фильтра.

Измерения мощности СИ проводилось в двух режимах сжатия электронного кольца. I режим: конечный радиус $R = 3$ см, время сжатия 4 ± 5 мс. II режим: $R = 8$ см, время нахождения на этом радиусе - десятки миллисекунд. Измерения проводились в трех положениях детектора.

I-е положение, когда детектор стоял вблизи окна вывода излучения, при этом падающий поток определяется апертурой окна детектора. Амплитуда сигнала - U_0 . II-е положение, детектор установлен после оптического тракта из трех зеркал. Амплитуда сигнала - U_1 . III-е положение, детектор установлен после системы внутренних зеркал, выводящих излучение в аксиальном направлении. Амплитуда сигнала - U_2 .

На рис.5 показаны осциллограммы сигналов с детектора ИК-излучения (фотосопротивление $Ge: Au$) в двух режимах сжатия: $R = 4$ см - I режим (рис.5а), $R = 8$ см - II режим (рис.5б) и, соответственно, токов в последней ступени катушки магнитного поля - I_3 .

В таблице I приведены значения амплитуд сигналов с детектора в разной геометрии и двух режимах сжатия.

Таблица I

сигн. (мВ)	Геометрия оптической системы	Режим сжатия	Примечание
$U_0 = 100$	Точечный детектор I положение	I режим $R = 8$ см $\gamma = 22$	$\bar{\lambda}_{изм} = 7$ мкм
$U_1 = 8 \cdot 10^3$	Оптическая система из трех зеркал II положение		
$U_0 = 600$	Точечный детектор I положение	$R = 4$ см $\gamma = 44$	$\bar{\lambda}_{изм} = 2,5$ мкм
$U_1 = 2 \cdot 10^4$	II положение		
$U_2 = 3 \cdot 10^4$	III положение		

Вывод излучения СИ с оптической системой в аксиальном направлении осуществлялся при движении нольца в направлении системы зеркал, которые были установлены на $Z = 4$ см (расстояние от медианной плоскости). Изменением параметров магнитной системы при медленном выводе кольца изменялся радиус подхода электронно-

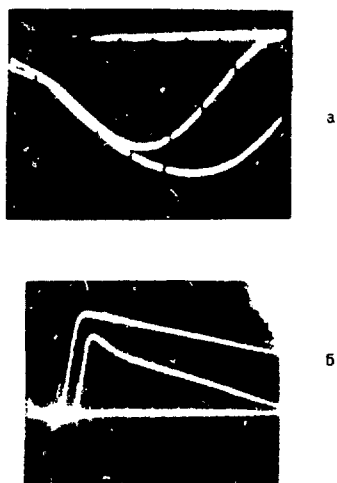


Рис.5. Осциллограммы сигналов с детектора $Ge: Au$ (нижний луч) и тока в катушках 3-ей ступени сжатия (верхний луч) - а) развертка 0,5 мс/дел, б) развертка 2 мс/дел.

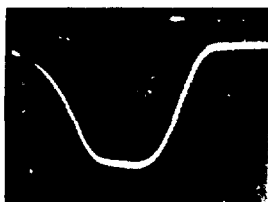


Рис.6. Осциллограмма с детектора $Ge: Au$, установленного после оптического тракта по схеме рис.20, развертка 0,2 мс/дел.

го кольца к зеркалам и, соответственно, условия транспортировки СИ. Были выбраны оптимальные параметры магнитной системы. На рис.6 показана осциллограмма сигнала с детектора ИК-излучения в оптимальном режиме фокусировки СИ. Визуально поток излучения в аксиальном тракте заполняет равномерно все сечение кольца.

Из результатов таблицы I видно, что фокусирующие свойства двух оптических каналов приводят к увеличению светового потока примерно в 100 раз.

В оптической системе аксиального типа длина пути транспортировки составляет 2 метра; если она будет уменьшена в три раза, то поток СИ может быть существенно увеличен (как показывают расчеты, примерно на порядок). Оценки геометрической эффективности вывода СИ двух оптических систем по результатам табл. I дают значение $G \approx 10^{-2}$, т.е. удастся собрать несколько процентов общей мощности СИ от всего электронного кольца в диапазоне длин волн $\lambda \leq 7$ мкм. Геометрическая эффективность для длин волн $\lambda \geq 7$ мкм будет определяться соотношением углового распределения СИ Θ_2 и угловым размером окна для вывода СИ: $\Theta_0 \approx R_0/L$, где R_0 - радиус окна, L - расстояние от сечения электронного кольца до окна. Для $\Theta_2 < \Theta_0$ геометрическая эффективность оптического канала будет близка к значению, полученному в эксперименте для $\lambda \approx 7$ мкм. Полуширина углового распределения СИ среднем и дальнем ИК диапазоне для длин волн $\lambda > \lambda_{кр}$ дается формулой $\Theta_2 \approx \gamma^{-1} \cdot (\lambda/\lambda_{кр})^{1/3}$. На рис.7 показана зависимость полуширины Θ_2 от длины волны для $R = 4$ см, $\gamma = 45$, $\lambda_{кр} = 2$ мкм. Из факта зависимости полуширины углового распределения СИ от длины волны видно, что эффективность вывода излучения наружными зеркалами будет определяться апертурой выводного окна. Для вывода излучения с длиной волны $\lambda = 100$ мкм потребуется окно с $R_0 = 6$ см, что весьма проблематично. В этом случае эффективно

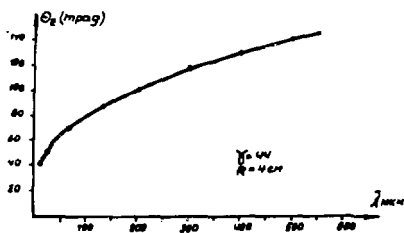


Рис.7. Зависимость полуширины углового распределения СИ от длины волны.

работает оптический канал с внутренними зеркалами. Стендовые измерения показали, что в осевом направлении вплоть до угла $\Theta = 200$ мрад эффективность транспортировки излучения не зависит от угла падения на зеркало.

Для исследования процессов, приводящих к возникновению сверхпроводимости в оксидных пленках из $YBaCuO_x$ и других, большой интерес имеет диапазон длин волн $\lambda \sim 100$ мкм, где можно ожидать проявления эффектов спаривания электронов. Поэтому один из экспериментов был направлен на измерения мощности СИ в длинноволновом диапазоне. Детектором излучения служил кристалл $ZnSe$ при гелиевой температуре $T = 4,5^{\circ}K$. Для вывода излучения использовалась лавсановая пленка толщиной 100 мкм, шириной $\Delta = 40$ мм, которая обеспечивала передачу давления от $5 \cdot 10^{-8}$ Тор в камере до атмосферного. Использовался оптический тракт из внешних зеркал.

На рис.8а показана осциллограмма сигнала с детектора с выхода предусилителя, на рис.8б внизу - осциллограмма при закрытом окне для вывода излучения. Зависимость амплитуды сигнала от числа электронов в кольце линейная. Для последующей проверки перед

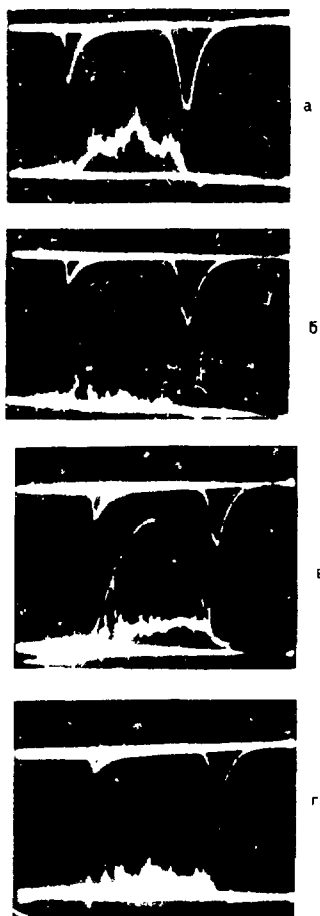


Рис.8. Осциллограммы сигналов СИ с детектора (верхний луч):
 а) детектор без фильтров, развертка 50 мВ/дел, 0,5мс/дел;
 б) окно оптического тракта закрыто, развертка 20 мВ/дел,
 0,5мс/дел; в) детектор с пороговым фильтром, развертка
 50 мВ/дел, 0,5 мс/дел; г) детектор с решеточным фильтром,
 развертка 50 мВ/дел, 0,5мс/дел.

детектором устанавливались различные фильтры: пороговый фильтр из керамики (рис.4 кривая 3), дифференциальный фильтр из металлических сеток (рис.4 кривая 4).

Осциллограммы сигналов с детектора с разными фильтрами приведены на рис.8в,г. На рис.4 также показана спектральная чувствительность детектора, измеренная с помощью лампы обратной волны, а также произведение спектральной чувствительности на мощность СИ (кривые 1,2, соответственно).

Амплитуда сигнала с детектора связана с падающей мощностью излучения $P(\lambda)$:

$$U_{\text{сиг}} = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} P(\lambda) \alpha(\lambda) G(\lambda) d\lambda,$$

где: $\alpha(\lambda)$ - спектральная чувствительность детектора, K - коэффициент усиления предусилителя, $G(\lambda)$ - геометрический фактор излучения, $G = \Theta_0 / \Theta_{\text{СИ}} = S_{\text{анод}} / 4\pi L^2 \Theta_0$. $U_{\text{сиг}} = 150$ мВ - значение сигнала при максимальном числе электронов в данном сеансе $N_e = (2+3) \cdot 10^{12}$, $G = 10^{-3}$, $K = 10^2$, $\bar{P}(\lambda) = 0,3$ Вт, $\lambda = 300$ мкм. Средняя спектральная плотность $\bar{\varphi}(\lambda) = \bar{P}(\lambda) \cdot \Delta\lambda^{-1} = (5+3) \cdot 10^{-4}$ Вт·мкм $^{-1}$. Расчетное значение при $N_e = 2 \cdot 10^{12}$ $\bar{\varphi}(\lambda) = 6 \cdot 10^{-4}$ Вт/мкм при $\lambda = 300$ мкм.

Видно, что экспериментальные значения близки к расчетным по мощности излучения.

В спектроскопии твердых тел в области дальнего ИК-диапазона $\lambda > 100$ мкм используются из-за большой светосилы, в основном, фурье-спектрометры с источником излучения - ртутной лампой сверхвысокого давления. Типичные значения мощности излучения 10^{-9} Вт в полосе $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-1}$. Источник СИ - экспериментальное значение в телесный угол оптического тракта $\varphi(\lambda) = \varphi_0 G \Delta\lambda \approx 5 \cdot 10^{-4} \cdot 10^{-3} \cdot 30 = 1,5 \cdot 10^{-5}$ Вт. Из экспериментальных результатов

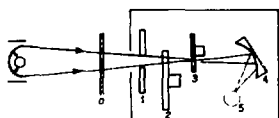
следует, что источник синхротронного излучения мощнее на четыре порядка известных источников.

Далее вопрос стоит о выборе спектрального прибора для работы с пучком СИ с учетом его импульсного характера. Как было сказано выше, временное поведение СИ электронного кольца определяется режимом сжатия: если сжатие происходит с шунтировкой тока 3 ступени, то реализуется режим "длительного удержания" с временем излучения 20 мс; если режим сжатия обычный, то время излучения $\tau = (2 \pm 3)$ нс. Дифракционные и решеточные спектрометры за каждый импульс СИ будут давать одну точку на каждой длине волны. Для измерения спектра требуется набор статистики. Так, для набора спектра с шагом $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-2}$ при $\lambda = 100$ мкм необходимо 10^4 точек, что при частоте $\nu = 1$ Гц составит время работы примерно 3 часа. При исследовании проявления энергетической щели требуется шаг по длинам волн на уровне $\Delta\lambda/\lambda \approx 10^{-1}$, при этом время сканирования спектра существенно сокращается и составляет $\approx 0,5$ часа.

Существует еще один эффективный метод сканирования излучения, описанный в работе /4/, в котором дисперсионным элементом является вращающийся диск, по образующей которого установлены диэлектрические интерференционные фильтры с узкими полосами пропускания по длинам волн. Получено разрешение $\Delta\lambda/\lambda < 10^{-1}$ в области 100±500 мкм.

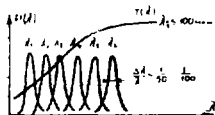
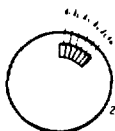
На рис.9 показана блок-схема донного устройства и схема развертки.

Для проверки работоспособности этой методики диск с диэлектрическими фильтрами был заменен диском с разрезом шириной 2 мм, который был укреплен на электродвигателе. При сжатии кольца в режиме длительного удержания СИ фокусируется на вращающийся диск

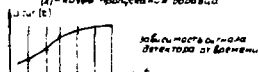


- 1 - щель
- 2 - блок дивергента с фильтрами
- 3 - модулятор
- 4 - зеркало
- 5 - детектор ИК
- 0 - образец

Блок схема спектрометра с вращающимся сцинтиллятором



— частотная характеристика спектрометра
 $I(\lambda)$ — кривая пропускания образца



— кривая пропускания образца

а

Рис.9. а) Схема устройства для быстрого сканирования спектра ИК-излучения.

б) Схема развертки по длинам волн с помощью вращающегося диска.

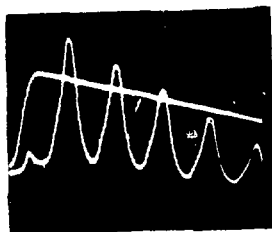


Рис.10. Осциллограмма сигнала с детектора Ge_3Si с вращающимся диском, развертка 2 мс/дел.

с щелью, рис.1, после щели установлено сферическое зеркало, собирающее излучение на приемное окно детектора. На осциллограмме представлен сигнал с детектора с вращающимся диском (рис.10). Как видно, полное время оборота составляет примерно 4 мс. Временная структура сигнала представляет собой профиль сечения электронного кольца, просканированный механической щелью.

Таким образом, видно, что в этом режиме сжатия можно реализовать сканирующий спектрометр с временем сканирования $\tau \approx 4$ мс. При этом необходим детектор с временным разрешением $\Delta t = \tau \cdot \frac{\Delta \lambda}{\lambda} = 4 \cdot 10^{-3} \cdot 10^{-2} = 40$ нс.

Был поставлен пробный эксперимент по измерению коэффициента прохождения ИК-излучения сквозь пленку состава $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ на подложке из кремния. На рис. I показана блок-схема эксперимента. СИ-излучение фокусировалось оптическим каналом на входное окно оптического криостата прокачного типа. Температура пленки в нем изменялась в диапазоне от 5 К до 300 К. Излучение из криостата попадало на детектор ИК-излучения $Ge: Au$. Поскольку криостат был предназначен для длинноволновой области спектра, 4 окна были выполнены из полиэтилена толщиной 100 мкм. На длинах волн максимальной чувствительности детектора $\lambda \approx 7$ мкм коэффициент пропускания суммарного криостата составлял 1/100 от начального потока. Тем не менее, сигнал с детектора был значителен. С охлаждением пленки до азотной температуры величина пропускания уменьшилась в 1,5 раза, что иллюстрируется рис. II.

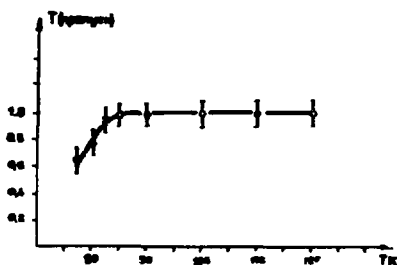


Рис. II. Зависимость пропускания ИК-излучения пленки от температуры.

Сформулируем основные выводы, полученные в результате экспериментов:

1. Мощность СИ электронного кольца на длине волны $\lambda = 300$ мкм составляет $(5 \pm 3) \cdot 10^{-4}$ Вт·мм⁻¹, что в пределах точности измерений совпадает с расчетом. Полученное значение на несколько порядков превышает мощность известных источников.

2. Разработаны конструкции и опробованы на ускорителе два типа оптических трактов для сбора СИ. Максимально достигнутый коэффициент сбора мощности излучения $G \approx 2 \cdot 10^{-2}$.

3. Экспериментально показана возможность сканирования спектра с помощью вращающегося диска с узкополосными фильтрами на ускорителе электронных колец.

4. Проведены первые эксперименты, которые показали изменение коэффициента пропускания пленочных материалов из $YBa_2Cu_3O_{7-8}$ при охлаждении до азотной температуры.

5. Эксперимент и расчет подтверждают возможность создания на ускорителе электронных колец ЛСВЭ спектрометра ИК-излучения с уникальными параметрами для исследований в области физики твердого тела.

Благодарности: Аксенову В.Л., Васильеву Б.В. за большую поддержку, Анзину В.Б., Шабратову В.Г., Филиппову Ю.П. за помощь в эксперименте.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.В. Долбилов и др. Труды IO совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1986, Д-9-87-105, с.390.

2. В.И.Квочко и др. ЖТФ, т.44, в.6, 1974, с. 1210.
3. R.Lopes - Delgado, H.Szwarc. Optic Communications, v.19, n.2, 1976, p.286-291.
4. J.Telfair, F.Gilly. Jr. Am. Lab. 8, 1976, p.91.

Рукопись поступила в издательский отдел
2 апреля 1991 года.

Тютюнников С.И. и др.

P14-91-144

Экспериментальная проверка возможности использования синхротронного излучения для инфракрасной спектроскопии высокотемпературных сверхпроводников

В работе приводятся экспериментальные результаты по измерению мощности синхротронного излучения электронного кольца с параметрами: число электронов - $(3+5) \cdot 10^{12}$, радиус кольца - 3+8 см, энергия электронов - 10+20 МэВ, длительность импульса - 10 нс. Измерения проведены в диапазоне длин волн инфракрасного излучения (ИК) 2+400 мкм. Используются разработанные многозеркальные оптические каналы для фокусировки и вывода излучения. Экспериментальные и расчетные значения плотности мощности излучения на длине волны 300 мкм совпадают и составляют $6 \cdot 10^{-4}$ Вт/мкм, что на несколько порядков превышает мощность известных источников. Показана возможность создания ИК-спектрометра с уникальными параметрами для исследований в области физики твердого тела.

Работа выполнена в Лаборатории сверхвысоких энергий ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1991

Перевод авторов

Tyutyunnikov S.I. et al.

P14-91-144

The Experimental Verification of the Possibility to Use Synchrotron Radiation for Infrared Spectroscopy in High Temperature Superconductors

The experimental results on measuring the synchrotron radiation power of the electron ring with parameters: the electron number - $(3+5) \cdot 10^{12}$, the electron ring radius - 3+8 cm, the electron energy - 10+20 MeV, the impulse duration - 10 ns are presented. The measurements are made in the wavelength range of the infrared radiation (IR) 2+400 μm . The many mirror optical systems for the radiation focusing and escaping are used. The experimental and theoretical values of the radiation power density on the 300 μm wave length are equal to $6 \cdot 10^{-4}$, that is by some orders higher than the power of the well-known sources. The possibility to create the IR-spectrometer with unique parameters for investigations in the solid state physics is shown.

The investigation has been performed at the Particle Physics Laboratory, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1991

38 коп.

Редактор М.И.Зарубина. Макет Н.А.Хиселевой.

Подписано в печать 10.04.91.

Формат 60x90/16. Офсетная печать. Уч.-изд.листов 1,16.

Тираж 360. Заказ 44251.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований.
Дубна Московской области.