

УДК 621.315.592

НЕРЕЗОНАНСНОЕ ПОГЛОЩЕНИЕ МОЩНОСТИ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ ВОЛНЫ X-ДИАПАЗОНА В УЗКОЗОННОМ ПОЛУПРОВОДНИКЕ PbS ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 2.6–8 К В ДИАПАЗОНЕ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ 0–100 мТл

© 2023 г. В. А. Уланов^{1, 2, *}, Р. Р. Зайнуллин¹, А. М. Синицин¹, А. А. Потапов¹, В. А. Шустов²

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Казанский государственный энергетический университет”, Казань, Россия

²Казанский физико-технический институт имени Е.К. Завойского – обособленное структурное подразделение
Федерального государственного бюджетного учреждения науки “Федеральный исследовательский центр
“Казанский научный центр Российской академии наук”, Казань, Россия

*E-mail: ulvlad@inbox.ru

Поступила в редакцию 24.07.2023 г.

После доработки 14.08.2023 г.

Принята к публикации 28.08.2023 г.

Изучены магнитно-зависимые эффекты нерезонансного поглощения энергии электромагнитной волны в резонаторе спектрометра ЭПР X-диапазона, связанные со сверхпроводимостью включений металлического свинца и микроскопических дефектов структуры в кристаллах узкозонных полупроводников PbS_{1-x} и $\text{PbS}_{1-x}:\text{Mn}$. Показано, что наноразмерные частицы свинца, присутствующие в поликристаллическом материале $\text{PbS}_{0.96}$ с высоким содержанием вакансий серы, при температурах 2.6–8 К проявляют себя как сверхпроводники 2-го рода и демонстрируют высокую термомагнитную стабильность. Обнаружено, что в монокристаллическом образце $\text{PbS}_{0.996}$ со значительно меньшей концентрацией вакансий серы под влиянием электрической компоненты микроволнового поля в резонаторе спектрометра ЭПР наблюдаются непериодические всплески поглощения микроволновой мощности, связанные с лавинами вихрей Абрикосова и демонстрирующие отсутствие термомагнитной стабильности сверхпроводящих областей, связанных с дефектами кристаллической структуры образца $\text{PbS}_{0.996}$.

DOI: 10.31857/S0367676523703064, EDN: QKBOVJ

ВВЕДЕНИЕ

Полупроводник PbS (галенит) относится к группе материалов, являющихся соединениями свинца с элементами VI группы (S, Se, Te). Эти соединения являются полупроводниками с узкой запрещенной зоной ($E_g \sim 0.2\text{--}0.4$ эВ) и имеют одинаковые кристаллические структуры и почти одинаковый тип связи между атомами. Во многом аналогичны и их фазовые диаграммы, а также способы получения и легирования [1].

По внешнему виду кристаллы халькогенидов свинца непрозрачны и обладают характерным металлическим блеском. Все они отличаются большой хрупкостью и легко раскалываются по плоскостям (001). Способность к раскалыванию тем больше, чем ниже температура кристалла, и почти исчезает с повышением температуры (для PbS исчезает при температуре выше 700°C, для PbSe – выше 350°C и для PbTe – выше 300°C).

По типу связей между атомами решетки халькогениды свинца относят к полярным полупроводникам, т.е. к полупроводникам со смешанной ионно-ковалентной связью.

Халькогениды свинца (PbS, PbTe и PbSe), а также их тройные (ternary) и четверные (quaternary) соединения (PbSnSe, PbSnTe, PbSrSe, PbSnSeTe), в настоящее время широко используются в качестве материалов для изготовления термоэлектрических, электронных и оптоэлектронных приборов, работающих в средней инфракрасной области. В последние годы интерес к халькогенидам свинца вырос в связи с разнообразием свойств тонкопленочных многослойных гетероструктур, создаваемых из этих материалов различными способами [2]. Начались комплексные исследования, связанные с изучением влияния различных технологических факторов на механизмы образования, параметры структуры и физические свойства полупроводниковых структур, созданных на базе

халькогенидов свинца. В частности, исследования фазовых диаграмм системы Pb–S показали, что сульфид свинца по составу обычно не совпадает со стехиометрическим PbS, а соответствует содержанию 99.97 ат. % серы [1]. Именно из-за избытка атомов Pb, сульфид свинца, не содержащий специально введенных примесных атомов, имеет *n*-тип проводимости. Вследствие концентрационного переохлаждения при их выращивании обычными методами из расплава, эти полупроводники характеризуются наличием включений, обогащенных атомами свинца (см., например, [3]).

Можно ожидать, что и в процессе роста кристалла PbS некоторые из избыточных атомов свинца могут образовать в объеме выращенного кристалла наноразмерные кластеры частиц металлического свинца. Это предположение основывается на том, что наличие таких включений было обнаружено в работе [4] в родственных кристаллах PbTe, выращенных методом Бриджмена из шихты с избыточным содержанием свинца. Авторы [4] обнаружили в исследуемых кристаллах частицы металлического свинца с размерами порядка 1300 Å, демонстрирующие фазовый переход в сверхпроводящее состояние, характерное для сверхпроводников II рода. Очевидно, что если подобные включения окажутся в объеме кристалла PbS, то при достаточно низких температурах в этих наноразмерных частицах свинца также может возникнуть сверхпроводимость.

Но оказывается [5, 6], что сверхпроводимость может возникать также в многослойных полупроводниковых гетероструктурах, созданных на базе соединений группы халькогенидов свинца и не содержащих в своем объеме частиц металлического свинца. Было установлено [5, 6], что в таких структурах сверхпроводимость возникает вблизи границы раздела двух полупроводниковых слоев. Вследствие того, что параметры кристаллических решеток граничащих слоев отличаются, в каждом слое вблизи границы возникает регулярная сетка краевых дислокаций несоответствия. По предположению авторов работы [6], именно такие дислокационные наноструктуры оказываются ответственными за появление сверхпроводимости при температурах 3.2–6.0 К (в зависимости от толщины и параметров кристаллических решеток соседних слоев). Наличие дислокационных сеток практически равнозначно модуляции физических характеристик граничащих слоев полупроводниковой гетероструктуры.

Известно [1], что легирование представляет собой метод модифицирования свойств полупроводниковых соединений. В некоторых случаях наличие определенной концентрации примесных атомов в кристаллической решетке легированно-

го полупроводника приводит к ряду эффектов, из которых наиболее существенное влияние на электротранспортные свойства такого полупроводника будут иметь эффекты, приводящие к изменению ширины запрещенной зоны (E_g) и изменению постоянной кристаллической решетки, *a*. Например [7], замещение некоторой части атомов Pb примесными атомами Mn в кристалле PbTe привело к увеличению ширины запрещенной зоны легированного материала $Pb_{1-x}Mn_xTe$ и к значительному уменьшению постоянной решетки при увеличении концентрации марганца *x*. Оказалось, что в диапазоне концентрации марганца от 0 до 5% при увеличении концентрации марганца на 1% ($\Delta x = 0.01$) ширина запрещенной зоны (E_g) увеличилась на 0.034 эВ, а размер постоянной решетки (*a*) уменьшился на 0.005 Å. Следовательно, примесные атомы марганца в катионных позициях тоже могут быть использованы для модуляции физических свойств полупроводникового кристалла PbS, поскольку, как следует из данных авторов работы [7], физические свойства наноразмерных областей вокруг примесных атомов Mn в легированном кристалле $Pb_{1-x}Mn_xS$ должны заметно отличаться от свойств остальной части его объема. Но очевидно также, что на границах этих областей должны присутствовать механические напряжения, способствующие появлению наноразмерных трещин в теле кристалла при его неоднородном нагреве или охлаждении. При достаточно низких температурах наличие механических напряжений и наноразмерных трещин вполне может привести к эффектам такого же типа, что наблюдалось авторами работы [6].

Настоящая работа, посвященная изучению возможных эффектов сверхпроводимости в кристаллах сульфида свинца. Она была стимулирована тем, что при изучении методом ЭПР парамагнитных центров марганца в нестехиометрических кристаллах $PbS_{1-x};Mn$ нами были обнаружены аномальные зависимости степени поглощения мощности электромагнитной волны кристаллами PbS_{1-x} от величины внешнего магнитного поля [8]. Эти эффекты наблюдались нами при температуре 4.2 К в диапазоне значений магнитного поля 0–100 мТл. Возможной причиной наблюдавшихся нами эффектов могли быть наноразмерные частицы свинца в объемах кристаллов $PbS_{1-x};Mn$, локальные механические напряжения или наноразмерные трещины.

Основной задачей данной работы было получение экспериментальных данных, которые позволят определить природу эффектов, наблюдавшихся нами в работе [8].

ЭКСПЕРИМЕНТ

Для того чтобы ответить на вопрос, связаны ли наблюдавшиеся эффекты с наноразмерными включениями металлического свинца, нами были выращены беспримесные кристаллы сульфида свинца с избыточным содержанием свинца, PbS_{1-x} . Для выращивания кристаллов PbS_{1-x} были использованы сера и сульфид, (оба компонента марки “ОСЧ” с общим содержанием посторонних примесей менее 10^{-4}). В качестве тиглей были использованы кварцевые ампулы с коническим дном. Тигли, загруженные смесью указанных компонент, откачивались при температуре 80°C в течение 3 ч до давления 10^{-2} Па и затем запаивались. Выращивание кристаллов производилось методом Бриджмена. После плавления загруженной смеси S и PbS верхняя часть запаянного тигля оставалась не занятой расплавом. В процессе выращивания кристалла эта часть объема заполнялась парами серы. В результате выращенные кристаллы неизбежно имели дефицит серы, что приводило к появлению в их объемах вакансионных дефектов (V_S) и, следовательно, к избытку атомов свинца. В наших экспериментах число избыточных атомов свинца регулировалось путем добавления в тигель определенного количества избыточной серы. При этом сохранялось неизменным отношение полного внутреннего объема тигля к объему той его части, которая оказывалась незанятой расплавом. Предполагалось, что в пределах небольших отклонений от стехиометрии, количество избыточных атомов свинца в кристаллах PbS_{1-x} должно быть связано с количеством вводимой в шихту избыточной серы соотношением $x = z_0 - z$, где z — отношение числа вводимых в шихту дополнительных атомов серы к числу атомов серы, содержащихся в используемом количестве реактива PbS, а z_0 — значение z , при котором получают кристаллы без вакансий ($x = 0$).

Используя эту методику контроля величины x нами были выращены два образца ($\text{PbS}_{0.96}$ и $\text{PbS}_{0.996}$), в которых содержание избыточных атомов свинца отличалось в 10 раз. В отличие от образца $\text{PbS}_{0.996}$, значительно большая концентрация избыточного свинца в образце $\text{PbS}_{0.96}$ привело к тому, что он оказался поликристаллическим. Оба образца были протестированы методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре ДРОН-7 (геометрия Брегга—Брентано “ $\theta-2\theta$ ”, излучение CuK_α с β -фильтром, режим трубки 40 кВ/20 мА, диапазоне углов 2θ от 5 до 100 с шагом 0.04 град и экспозицией в точке 4 с). При обработке дифрактограмм использовалась программа MAUDv2.33 (Materials Analysis Using Diffraction, см., например, [9]).

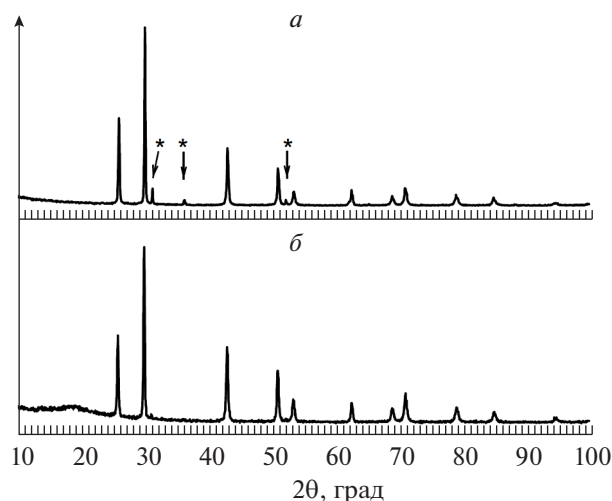


Рис. 1. Дифрактограммы растертых в порошок образцов $\text{PbS}_{0.96}$ (а) и $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}$ (б), зарегистрированные при температуре 300 К. Концентрация марганца во втором образце равна 0.002 ат. %.

Дифрактограмма образца $\text{PbS}_{0.96}$ представлена на рис. 1а, где кроме рефлексов, характерных для беспримесного бездефектного кристалла PbS, обнаружены три дополнительных рефлекса (отмечены звездочками). Эти дополнительные рефлексы соответствуют металлическому свинцу, свидетельствуя о присутствии в данном образце наноразмерных частиц свинца. По данным расчета указанной на рис. 1а дифрактограммы, содержание атомов свинца в металлической фазе соответствует 3.6 ат. %. На дифрактограмме образца $\text{PbS}_{0.996}$ рефлексы свинца также были обнаружены, но они оказались едва различимыми на фоне шумов.

Для того чтобы выяснить влияние примеси марганца на наблюдавшиеся нами эффекты сверхпроводимости, нами были выращены и образцы $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}(y)$ с примерными концентрациями марганца $y_1 \approx 0.004$ и $y_2 \approx 0.002$. Дифрактограмма образца $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}(y_2)$ представлена на рис. 1б, где также (как и в образце $\text{PbS}_{0.96}$ без примеси марганца) присутствуют слабые рефлексы, указывающие на наличие небольшого числа наноразмерных включений металлического свинца.

Изучение электротранспортных свойств образцов $\text{PbS}_{0.96}$, $\text{PbS}_{0.996}$ и $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}$ на сверхвысоких частотах частично выполнялось на спектрометре ЭПР Varian-E12 с гелиевым криостатом оригинальной конструкции и частично на спектрометре ER200SRC (EMX/plus, Bruker), оснащенном контроллером температуры ITC503S (Oxford instruments). Оба спектрометра работали в Х-диапазоне и имели прямоугольные резонаторы

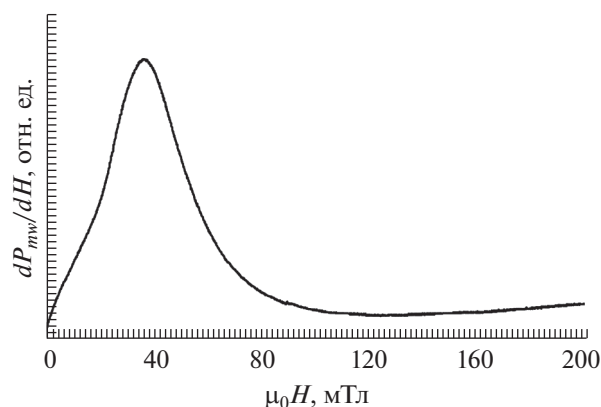


Рис. 2. Зависимость производной dP_{mw}/dH от величины внешнего магнитного поля для порошка $PbS_{0.96}$ ($T = 4.2$ К; $f_{mw} = 9320$ МГц; $P_{mw} = 20$ мВт).

с модой электромагнитной волны TE_{102} . В таком резонаторе электрическая компонента СВЧ волны параллельна внешнему постоянному магнитному полю, в то время как магнитная компонента СВЧ волны, действующая на исследуемый образец, перпендикулярна внешнему магнитному полю.

Образец $PbS_{0.96}$ получился поликристаллическим, поэтому он был предварительно растерт в агатовой ступке и помещен в резонатор в виде порошка, упакованного в тонкостенный тефлоновый цилиндрический контейнер диаметром 3 мм. Результат измерения, выполненного с этим образцом на спектрометре Varian-E12 ($T = 4.2$ К; $f_{mw} = 9320$ МГц), показан на рис. 2. Полученная кривая зарегистрирована при мощности СВЧ волны в резонаторе $P_{mw} = 20$ мВт. Уменьшение P_{mw} до 0.2 мВт практически не меняло формы кривой dP_{mw}/dH , но приводило к уменьшению амплитуды пика.

Образец $PbS_{0.996}$ представлял собой монокристаллический куб размером $3 \times 3 \times 3$ мм³ с хорошо оформленными гранями, параллельными кристаллографическим плоскостям (001). Результаты выполненных с этим образцом измерений при температурах 4.2 и 2.6 К, представлены на рис. 3. Запись сигнала была выполнена при $P_{mw} = 20$ мВт. Здесь на рис. 3 можно увидеть совокупность большого числа случайных всплесков поглощения микроволновой мощности, расположенных вдоль оси значений внешнего постоянного магнитного поля практически от нуля до некоторой верхней граничной точки. Картина всплесков поглощения в некоторой степени воспроизводилась при повторных регистрациях, но с каждой новой регистрацией картина менялась понемногу случайным образом. Кроме того, вид совокупности всплесков менялся при изменениях мощности СВЧ волны в резонаторе и при по-

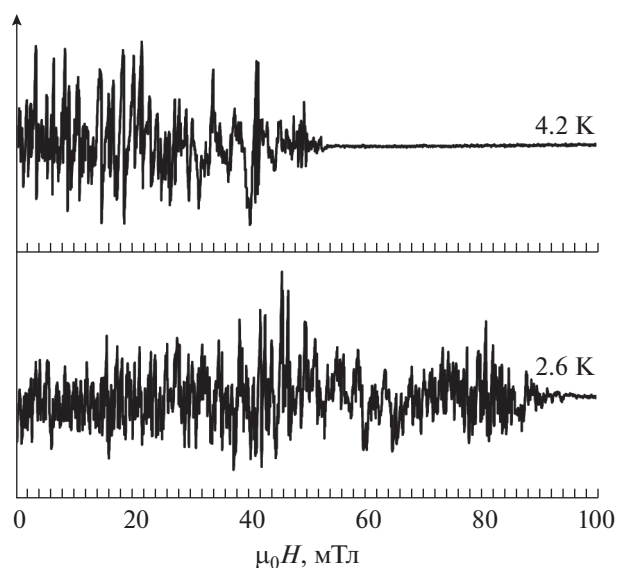


Рис. 3. Зависимости производной dP_{mw}/dH от величины внешнего магнитного поля для монокристаллического образца $PbS_{0.996}$ ($T_1 = 4.2$ К; $T_2 = 2.6$ К; $f_{mw} = 9320$ МГц; ориентация $H_0 \parallel \langle 001 \rangle$).

воротам кристаллического образца относительно направления внешнего магнитного поля. Однако верхняя граница диапазона значений внешнего постоянного магнитного поля при неизменной температуре в каждой записи соответствовала почти одному и тому же значению. Но изменение температуры образца приводило к существенному сдвигу этой границы. Следует отметить также, что после извлечения образца из жидкого гелия и последующего его погружения в гелий число всплесков значительно сокращалось. При этом происходило растрескивание образца с выпадением из его тела мелких осколков кубической формы.

На рис. 4 показаны экспериментальные графики зависимости производной dP_{mw}/dH от величины внешнего постоянного магнитного поля для образца $PbS_{0.996}$, растертого в порошок и упакованного в тонкостенный цилиндрический тефлоновый контейнер с диаметром 3 мм. Контейнер был помещен в центральную часть резонатора TE_{102} . Представленные графики регистрировались спектрометром ER200SRC (EMX/plus, Bruker), при этом охлаждение контейнера с порошком до нужной температуры производилось потоком газообразного гелия. Температура потока, омывающего контейнер с исследуемым образцом, регулировалась контроллером температуры ITC503S (Oxford instruments). Форма регистрируемых графиков в целом оказалась подобной форме кривой для порошкового образца $PbS_{0.96}$ (см. рис. 2). Однако,

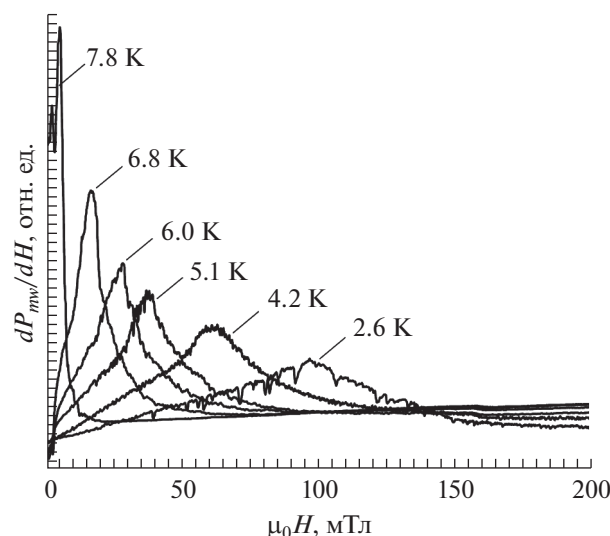


Рис. 4. Зависимости производной dP_{mw}/dH от величины внешнего магнитного поля для порошкового образца $\text{PbS}_{0.996}$, зарегистрированные на частоте $f_{mw} = 9400$ МГц при различных температурах

здесь такие кривые не были плавными. На их фоне наблюдались всплески поглощаемой мощности, которые становились все более заметными по мере понижения температуры.

Некоторый порядок во взаимном положении всплесков поглощаемой мощности СВЧ волны обнаружен в графиках, зарегистрированных для монокристаллического образца $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}(0.004)$ при температуре жидкого гелия (4.2 К) (рис. 5). Здесь показан ряд записей, полученных при различных ориентациях этого образца относительно внешнего магнитного поля. Верхний график зарегистрирован в ориентации, где вектор напряженности внешнего магнитного поля перпендикулярен кристаллографической плоскости (001). Следующие три графика соответствуют положениям образца, повернутым на 1, 2 и 3 градуса вокруг кристаллографической оси $\langle 110 \rangle$. Видно, что в диапазоне значений внешнего магнитного поля от 0 до 50 мТл всплески поглощаемой мощности СВЧ волны следуют друг за другом с определенной периодичностью. При этом изменения в этой периодичности достаточно слабо зависят от угла поворота. Однако в диапазоне от 50 до 100 мТл даже такие малые повороты приводят к сильным изменениям в графиках.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

Дифрактограммы исследуемых образцов (рис. 1) свидетельствуют о том, что наличие вакансий серы и наноразмерных включений метал-

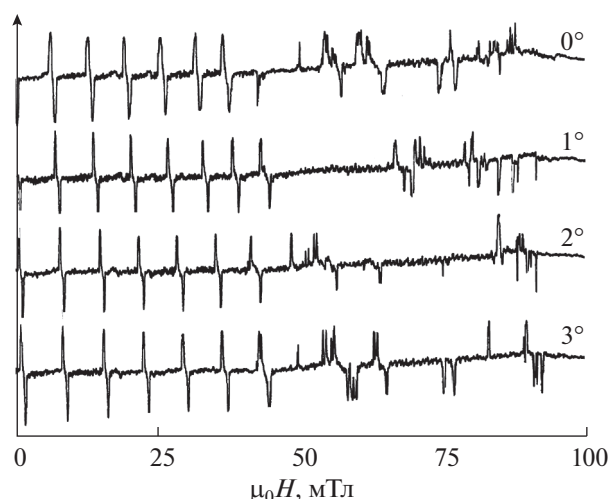


Рис. 5. Зависимости производной dP_{mw}/dH от величины внешнего магнитного поля для монокристаллического образца $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}(y)$ ($y = 0.004$; $T = 4.2$ К; $f_{mw} = 9320$ МГц; вращение вектора $\vec{H}_0$ в кристаллографической плоскости $\langle 110 \rangle$, 0° соответствует $H_0 \parallel \langle 001 \rangle$).

лического свинца не меняет заметным образом параметра кристаллической решетки в основной части объема подавляющего большинства порошинок $\text{PbS}_{0.96}$ и $\text{PbS}_{0.996}$. Однако, внедрение примеси марганца привело к тому, что в области значений 2θ от 15° до 25° появился широкий горб, свидетельствующий о присутствии в каждой порошинке объемных дефектов очень малого размера (порядка нескольких ангстрем). Можно полагать, что эти дефекты не возникли в процессе перемалывания выращенных образцов, а присутствовали в этих образцах до перемалывания.

Важным результатом изучения образцов методом рентгеноструктурного анализа является обнаружение достаточно крупных частиц металлического свинца, образовавшихся вследствие концентрационного переохлаждения в объеме образца с высоким избытком атомов свинца ($\sim 3.5\%$). Показано также, что частицы металлического свинца содержатся как в беспримесном кристалле $\text{PbS}_{0.996}$, так и кристалле $\text{PbS}_{0.996}\text{:Mn}$, но в последнем они имеют значительно меньшие размеры и присутствуют в значительно меньшем количестве. Полученные факты указывают на возможность реализации сверхпроводимости в объемах обнаруженных частиц свинца или на границе раздела фаз “свинец–галенит”.

Представленная на рис. 2 зависимость производной dP_{mw}/dH от величины внешнего магнитного поля в порошке $\text{PbS}_{0.96}$ при температуре 4.2 К может говорить о присутствии в исследуемом об-

разце областей, магнитные свойства которых меняются с увеличением внешнего постоянного магнитного поля. Такими областями в этом образце могут быть объемы обнаруженных там частиц свинца, который в достаточно чистом виде является сверхпроводником первого рода [10]. Такие сверхпроводники характеризуются тем, что при охлаждении ниже некоторой (критической) температуры выталкивают постоянное магнитное поле из своего объема и переходят в состояние идеального диамагнетика с нулевым значением магнитной индукции в объеме. Но в приповерхностном слое магнитное поле остается. Глубина слоя, где магнитное поле присутствует, является одной из характеристик сверхпроводника первого рода и называется “глубина проникновения поля, λ ”. Для идеального сверхпроводника параметр λ зависит от температуры,

$$\lambda(T) = \frac{\lambda_0}{\sqrt{1 - (T/T_c)^2}},$$

где λ_0 — глубина проникновения при $T = 0$, а T_c — критическая температура, при которой сверхпроводимость в данном материале исчезает. Однако от величины внешнего магнитного поля параметр λ не зависит.

Сверхпроводники также характеризуются такими параметрами, как критическое магнитное поле H_c , критическая плотность тока j_c , и длина когерентности ξ . Последний параметр определяет эффективный размер куперовских пар, обеспечивающих незатухающий ток в сверхпроводнике. Важной характеристикой сверхпроводников является также параметр Гинзбурга–Ландау,

$$\kappa = \lambda/\xi.$$

Практически процесс проникновения магнитного поля в объем сверхпроводника и последствия этого процесса зависят от знака его поверхностной энергии. В частности, такие сверхпроводники, как очень чистый и бездефектный свинец ($T_c \approx 7.2$ К; $H_c \approx 80$ мТл), характеризуются положительной поверхностной энергией и по этому признаку относятся к сверхпроводникам 1-го рода. Для них минимуму свободной энергии в объеме соответствует минимальная площадь поверхности границ раздела между сверхпроводящей и нормальной фазами. Поэтому здесь незатухающие токи присутствуют только в приповерхностном слое толщиной, равной глубине проникновения поля λ .

Присутствие дефектов в объеме частиц свинца, образовавшихся в образцах $\text{PbS}_{0.96}$, резко меняет их сверхпроводящие свойства так, что их поверхностная энергия становится отрицательной. В такой ситуации в этих частицах может реализоваться сверхпроводимость 2-го рода. Эти сверх-

проводники характеризуются тем, что в них образование границ раздела между нормальной и сверхпроводящей фазами является энергетически выгодным. Но дробление объема такого сверхпроводника на сверхпроводящие и нормальные области ограничивается из-за того, что размеры областей с нормальной проводимостью не должны быть меньше длины когерентности ξ . Кроме того, в них магнитный поток является квантованной величиной (квант магнитного потока $\Phi_0 = h/2e$). Проникновение магнитного поля в сверхпроводник 2-го рода начинается в местах расположения дефектов решетки и сопровождается образованием вихрей (наноразмерных узких каналов с нормальным типом проводимости, обтекаемых круговыми незатухающими токами). Ядро вихря имеет радиус порядка длины когерентности ξ . Но образование вихрей начинается только при значениях внешнего магнитного поля, соответствующих первому критическому полю H_{c1} . Между появившимися соседними вихрями действуют силы отталкивательного характера, приводящие к возникновению вихревой решетки Абрикосова [10]. При последующем увеличении внешнего магнитного поля число вихрей будет возрастать до тех пор, пока ядра вихрей не сольются и весь объем частицы свинца не окажется нормально проводящей. Такой результат получается при достижении величины внешнего магнитного поля второго критического значения H_{c2} . Поскольку каждый вихрь характеризуется определенным магнитным моментом, с возрастанием числа вихрей магнитный момент частицы возрастает, что и приводит к появлению сигнала на детекторе спектрометра. Форма кривой $dP_{mw}(H)/dH$ на рис. 2 соответствует первой производной восходящей ветви петли гистерезиса и указывает на то, что из-за разброса размеров, значения H_{c2} у частиц свинца различаются.

Совершенно другая зависимость величины $dP_{mw}(H)/dH$ зарегистрирована в образце $\text{PbS}_{0.996}$, где размеры частиц свинца могут оказаться порядка нескольких ξ (рис. 3). При таких размерах магнитное поле в их объем может проникать при значениях магнитного поля порядка единиц мТл. Поскольку сердечник электромагнита имеет остаточную намагниченность, спектрометр ЭПР не зафиксировал процесс проникновения магнитного поля в объемы этих частиц. Случайная последовательность всплесков P_{mw} , зарегистрированная на рис. 2, появилась, очевидно, по другой причине. Дело в том, что в данном эксперименте охлаждение образца происходило быстро (в момент погружения образца в жидкий гелий). Поэтому совокупность большого числа случайных всплесков поглощения микроволновой мощности на рис. 3 можно объяснить появлением в об-

разце наноразмерных трещин. В этих трещинах две образовавшиеся поверхности кристалла оказываются разделенными слоем вакуума толщиной порядка нескольких ангстрем. Такая трехслойная дефектная структура в некоторой степени напоминает переход Джозефсона и может демонстрировать эффекты, связанные со сверхпроводимостью поверхностей стенок наноразмерных трещин [11]. Тот факт, что с каждой новой регистрацией сигнала картина всплесков микроволнового поглощения менялась случайным образом, подтверждает предположение о роли микротрещин в возникновении наблюдаемого эффекта. Наблюдаемые всплески микроволнового поглощения, очевидно, соответствуют появлению лавин вихрей, возникающих в сверхпроводящих областях материала из-за их термомагнитной неустойчивости [12]. Объясняется это тем, что электрическая компонента сверхвысокочастотной электромагнитной волны в резонаторе спектрометра приводит к срыву вихрей Абрикосова из центров пиннинга и их движению перпендикулярно линиям микроволнового тока. Движение вихрей запускается всякий раз, когда плотность сверхвысокочастотного тока начинает превышать критическую плотность тока. В процессе движения каждого вихря происходит поглощение микроволновой мощности сверхпроводящим образцом. Но в тот момент, когда вихрь захватывается соседним центром пиннинга, поглощение мощности прекращается. Конечно, порция мощности, поглощенной одним движущимся вихрем ничтожна. Однако, поглощенная мощность волны может увеличить температуру материала вблизи движущегося вихря настолько, что величина критического тока j_c заметным образом уменьшится, что приводит к движению другие вихри. Такая положительная обратная связь вызывает появление лавины вихрей, которая может поглотить достаточно большую порцию микроволновой мощности. В результате температура сверхпроводящей области материала может оказаться выше T_c , что означает исчезновение сверхпроводимости в этой области и, соответственно, значительное уменьшение поглощаемой мощности. Однако, через некоторое время внешнее охлаждение снова понизит температуру сверхпроводящей области и вызовет появление здесь сверхпроводимости. Из рис. 3 видно, что критические поля (H_c) сверхпроводящих областей монокристаллического образца $PbS_{0.996}$ при $T = 4.2$ К не превышают 55 мТл, а при $T = 2.6$ К — $H_c \leq 95$ мТл.

Эксперимент с порошком образца $PbS_{0.996}$, результаты которого представлены на рис. 4, выполнялся в основном с целью выяснения влияния размеров микротрещин на величину критического магнитного поля (H_c) для областей, связанных с

этими микротрещинами. Казалось очевидным, что при перемалывании монокристаллического образца в объеме каждой порошинки появится большое количество дополнительных микротрещин, размеры которых не будут превышать размеров этой порошинки (~ 10 мкм). Из рис. 4 следует, что для $T = 2.6$ К максимальное критическое поле возросло примерно до 140 мТл, а для $T = 4.2$ К — до 90 мТл. Критическая температура порошинок образца $PbS_{0.996}$ оказалась примерно на уровне 8 К. Присутствие небольших всплесков поглощения микроволновой мощности указывает на термомагнитную нестабильность сверхпроводящих областей в $PbS_{0.996}$, а отсутствие таких всплесков в порошке образца $PbS_{0.96}$ свидетельствует о термомагнитной стабильности наноразмерных частиц, содержащихся в этом образце.

Информация, содержащаяся в рис. 5, во многом осталась неясной. Очевидно лишь то, что в диапазоне значений внешнего магнитного поля от 0 до 50 мТл лавины вихрей Абрикосова возникают лишь в достаточно узких поддиапазонах, расположенных вдоль оси H периодически. Причины этого явления пока не выяснены. Возможно появление периодической магнитно-полевого зависимости лавин вихрей Абрикосова связано с присутствием в исследуемом образце разбавленной системы U центров сильным электрон-электронным притяжением [13]. Планируются дополнительные исследования.

Работа авторов из Казанского физико-технического института им. Е.К. Завойского выполнена при финансовой поддержке в рамках темы государственного задания КФТИ-ОСП ФИЦ Казанского научного центра РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Chu Junhao, Sher Arden*. Physics and properties of narrow gap semiconductors. Shpringer Science-Business Media: LLC. 2008. 605 p.
2. *Mukherjee S., Li D., Gautam A. et al.* Lead salt thin film semiconductors for microelectronic applications. Kerala (India): Transworld Research Network 37/661, 2010. 88 p.
3. *Sizov F.F., Plyatsko S.V.* // J. Crystal Growth. 1988. V. 92. P. 571.
4. *Дарчук С.Д., Дитл Т., Коровина Л.А. и др.* // ФТП. 1998. Т. 32. № 7. С. 786; *Darchuk S.D., Korovina L.A., Sizov F.F. et al.* // Semiconductors. 1998. V. 32. No. 7. P. 700.
5. *Fogel N.Ya., Pokhila A.S., Bomze Yu.V. et al.* // Phys. Rev. B. 2001. V. 86. P. 512.
6. *Юзефович О.И., Михайлов М.Ю., Бенгус С.В. и др.* // Физ. низк. темп. 2008. Т. 34. № 12. С. 1249; *Yuzepovich O.I., Mikhailov M.Yu., Bengus S.V. et al.* // Low Temp. Phys. 2008. V. 34. No. 12. P. 985.

7. Escorne M., Manger A., Tholence I.L. et al. // Phys. Rev. B. 1984. V. 29. No. 11. P. 6306.
8. Уланов В.А., Зайнуллин Р.Р., Фазлижанов И.И., Житейцев Е.Р. // Тез. XXXVII сов. по физике низких температур (Казань, 2015). С. 328.
9. Lutterotti L., Chateigner D., Ferrari S. Ricote J. // Thin Solid Films. 2004. V. 450. P. 34.
10. Шмидт В.В. Введение в физику сверхпроводников. М.: МЦМНО, 2000. 400 с.
11. Mironov S., Goldobin E., Koelle D. et al. // Phys. Rev. B. 2017. V. 96. Art. No. 214515.
12. Altshuler E. // Rev. Mod. Phys. 2004. V. 76. P. 471.
13. Зюзин А.Ю. // Письма в ЖЭТФ. 2022. Т. 116. С. 603; Zyuzin A. Yu. // JETP Lett. 2022. V. 116. P. 623.

Non-resonant absorption of the X-band electromagnetic wave power in a narrow-gap PbS semiconductor at temperatures of 2.6–8 K in the range of magnetic fields 0–100 mT

V. A. Ulanov^{a, b, *}, R. R. Zainullin^a, A. M. Sinitsyn^a, A. A. Potapov^a, V. A. Shustov^b

^aKazan State Power Engineering University, Kazan, 420066 Russia

^bZavoisky Physical-Technical Institute, Federal Research Center “Kazan Scientific Center of the Russian Academy of Sciences”, Kazan, 420029 Russia

*e-mail: ulvlad@inbox.ru

Studies of magnetically dependent effects of nonresonant absorption of electromagnetic wave energy in the resonator of the X-band EPR spectrometer related to the superconductivity of metallic lead inclusions and microscopic structural defects in crystals of narrow-band semiconductors PbS_{1-x} and $\text{PbS}_{1-x}:\text{Mn}$ have been performed. It is shown that nanoscale lead particles present in polycrystalline material $\text{PbS}_{0.96}$ with a high content of sulfur vacancies at temperatures of 2.6–8 K manifest themselves as superconductors of the 2nd kind and demonstrate high thermomagnetic stability. It was found that in a single-crystal sample $\text{PbS}_{0.996}$ with a significantly lower concentration of sulfur vacancies under the influence of the electric component of the microwave field in the resonator of the ESR spectrometer, non-periodic bursts of microwave power absorption associated with avalanches of Abrikosov vortices and demonstrating the absence of thermomagnetic stability of superconducting regions associated with defects in the crystal structure of the sample $\text{PbS}_{0.996}$ are observed.

Keywords: EPR, narrow-gap semiconductor, galena, lead particles, superconductor