

## НЕРЕЗОНАНСНОЕ МИКРОВОЛНОВОЕ ПОГЛОЩЕНИЕ В НИЗКИХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ В $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}:\text{Cr}(\text{Fe})$

*И.М.Зарицкий, Л.Г.Ракитина, А.А.Конциц, Г.Корради<sup>1)</sup>, К.Полгар<sup>1)</sup>*

*Институт полупроводников АН Украины,  
252650, Киев*

<sup>1)</sup>*Исследовательская лаборатория физики кристаллов АН Венгрии,  
Н-1112, Будапешт, Венгрия*

Поступила в редакцию 2 февраля 1992 г.

После переработки 2 апреля 1992 г.

При  $T \leq 280$  К впервые обнаружено нерезонансное микроволновое поглощение в низких магнитных полях в кристаллах  $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}:\text{Cr}(\text{Fe})$ . Возможной причиной наблюдаемого эффекта может быть сверхпроводимость внутренних областей, остающихся в целом диэлектрическими, кристаллов.

Кристаллы  $\text{LiNbO}_3(\text{LNO})$ , легированные Mg выше "пороговой" концентрации (4–6 мол% в зависимости от соотношения Li/Nb и присутствия других примесей), обозначаемые далее LMNO, "пороговым" образом меняют свои физические свойства. Существенно возрастает их термическая и радиационная стойкость, сопротивляемость лазерному облучению<sup>1–3</sup>. Исчезает способность сохранения голографической информации<sup>4</sup>. Изменяются оптические и акустические свойства. Модифицируется качественный состав электронных и дырочных радиационных дефектов<sup>5</sup>. Радикальным образом изменяются спектры ЭПР примесей Fe и Cr<sup>6,7</sup>. В настоящей работе нами впервые обнаружено еще одно "пороговое" свойство кристаллов LMNO:Fe(Cr) – появление признаков сверхпроводимости при  $T \leq 280$  К, регистрируемое по возникновению нерезонансного сигнала микроволнового поглощения вблизи нулевых магнитных полей с помощью чрезвычайно чувствительной техники ЭПР.

Монокристаллы  $\text{LiNbO}_3$ , легированные одновременно Mg (0 ÷ 8 мол%) и Fe либо Cr, выращивались методом Чохральского в Исследовательской лаборатории физики кристаллов АН Венгрии. Образцы были ориентированы и вырезаны параллельно главным осям кристалла  $x, y, z$  ( $z \parallel \vec{c}$ ). Для ЭПР исследований использовался радиоспектрометр SE/X-2544 "Radiopan" трехсантиметрового диапазона, специально дооборудованный для измерений вблизи нулевых магнитных полей в широком интервале температур  $T = 12 - 400$  К. Отдельные измерения проводились с помощью супергетеродинного радиоспектрометра (также трехсантиметрового диапазона), в частности, при  $\vec{B}_1 \parallel \vec{B}$  ( $\vec{B}_1, \vec{B}$  – магнитная компонента СВЧ поля резонатора и внешнее магнитное поле, соответственно).

На рис.1 представлена температурная зависимость производной сигнала микроволнового поглощения  $\partial P/\partial H$  вблизи  $\vec{B} = 0$  в LMNO:Cr. Видно, что сигнал появляется вблизи  $T = 280$  К и возрастает с понижением  $T$ . Температурная зависимость пиковой интенсивности сигнала представлена на рис.2. Аналогичные данные были получены также для LMNO:Fe. Вид сигналов и их температурное поведение в LMNO:Cr и LMNO:Fe качественно подобны. Отличие состоит в большей протяженности сигналов LMNO:Fe по сравнению с LMNO:Cr и температуре перехода от двухкомпонентного к однокомпонентному сигналу. В широкой области  $T$  температурная зависимость амплитуды сигнала  $I \propto T^n$  с  $n \simeq 3,6 \div 3,7$  (рис.2). При  $T = 77$  К наблюдалась угловая зависимость формы сигнала: при  $\vec{B} \parallel \vec{c}$  сигнал является двухкомпонентным (рис.1); при  $\vec{B} \perp \vec{c}$  он превращается в однокомпонентный, совпадающий по виду с низкотемпературным сигналом (рис.1).

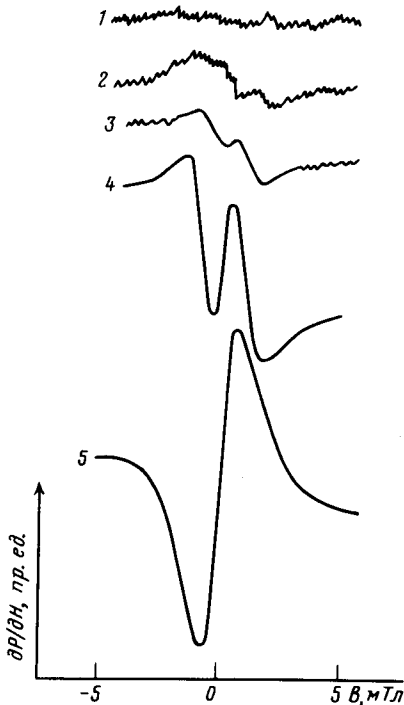


Рис.1.

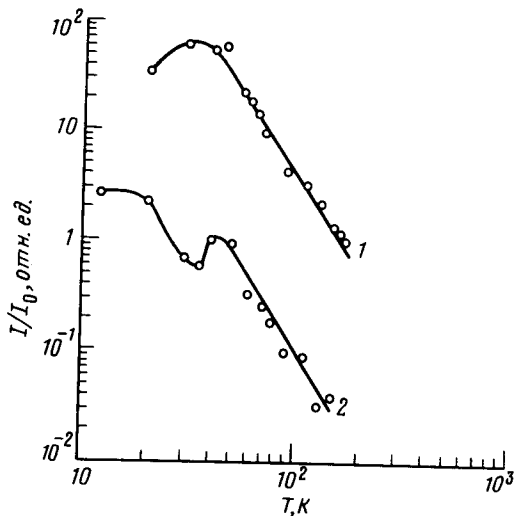


Рис.2.

Рис.1. Вид сигнала производной микроволнового поглощения вблизи  $\vec{B} = 0$  при различных температурах в LMNO:Cr (а).  $T, K$ : 1 - 300, 2 - 280, 3 - 170(A/3), 4 - 70(A/60), 5 - 30(A/120);  $A$  - коэффициент усиления;  $\vec{B} \parallel \vec{c}$

Рис. 2. Температурная зависимость пиковой интенсивности  $I$  сигналов  $\partial P/\partial H$  вблизи  $\vec{B} = 0$  для LMNO:Cr (1) и LMNO:Fe (2).  $I_0 \propto T^{-1}$  ( $I_0$  - пиковая интенсивность сигналов ЭПР  $Cr^{3+}$  и  $Fe^{3+}$  для переходов  $1/2 \leftrightarrow -1/2$ )

Специальное внимание уделялось выяснению того, является ли микроволновое поглощение резонансным либо нерезонансным. С этой целью были проведены два взаимно дополняющих эксперимента: сравнение интенсивности сигнала при  $\vec{B}_1 \perp \vec{B}$  и  $\vec{B}_1 \parallel \vec{B}$  и регистрация сигнала на двух микроволновых частотах, отличающихся примерно на 0,5 ГГц. Было установлено, что интенсивность сигнала практически не зависит от взаимной ориентации  $\vec{B}_1$  и  $\vec{B}$ , и сигнал не сдвигается при изменении частоты наблюдения, в то время как линии ЭПР сдвигались по магнитному полю на ожидаемую величину  $\Delta H = (h/g\beta)\Delta\nu$  ( $h$  - постоянная Планка,  $g$  -  $g$ -фактор,  $\beta$  - магнетон Бора). Отсюда был сделан вывод о том, что низкополевой сигнал поглощения является нерезонансным. Кроме того, было обнаружено, что он возникает пороговым образом в LMNO:Cr при  $C_{Mg} \geq 4$  мол% и в LMNO:Fe при  $C_{Mg} \geq 6$  мол% одновременно с появлением модифицированных спектров ЭПР  $Fe^{3+}$  и  $Cr^{3+}$  6,7.

В кристаллах LMNO, не легированных другими примесями, а также LMNO:Ti и LMNO:Ni сигнал микроволнового поглощения вблизи  $\vec{B} = 0$  обнаружен не был. Отсюда можно сделать вывод о решающей роли в появлении

сигнала примесей Fe и Cr наряду с Mg.

Нерезонансные, но зависящие от магнитного поля сигналы микроволнового поглощения, связанные с джозефсоновским характером сверхпроводящей среды, были обнаружены в ВТСП материалах практически одновременно с их открытием<sup>8</sup>, и являются характерным атрибутом их перехода в сверхпроводящее состояние при  $T \leq T_c^{ons}$  ( $T_c^{ons}$  – температура начала перехода). Обладающая уникальной чувствительностью техника ЭПР позволяет регистрировать эти сигналы даже тогда, когда сверхпроводимость носит "островковый" характер (например, в поликристаллических ВТСП пленках) и не регистрируется по транспортным измерениям<sup>9</sup>. Совпадение в деталях формы низкополевого сигнала поглощения в LMNO:Cr(Fe), его температурного поведения (степенные зависимости от температуры амплитуды сигнала совершенно не характерны для сигналов ЭПР, и наоборот, характерны для сверхпроводников, где они обычно изменяются как  $(T/T_c)^n$ ) с аналогичными данными для ВТСП материалов<sup>10</sup> позволяют высказать серьезное предположение, что мы имеем дело с зарождением сверхпроводимости в LMNO:Cr(Fe) при  $T \leq 280$  К.

Комментируя низкополевого сигнал (рис.1) с этой точки зрения, можно сказать, что он носит "тонкопленочный" характер<sup>11</sup>, не обладает свойствами гистерезиса вплоть до  $T \simeq 12$  К, что свидетельствует о низком значении "криттока" и его сильной зависимости от  $\vec{B}$  в сверхпроводящих областях. Свойства этого сигнала подобны исследованным в ВТСП-подобных сверхпроводящих сверхрешетках на основе PbTe–PbS<sup>11</sup>. Из анализа формы низкополевого сигнала можно оценить средние площади сверхпроводящих областей  $\bar{S}$  и их дисперсию  $\Delta\bar{S}$  по формулам<sup>10</sup>

$$\bar{S} \simeq \frac{\Phi_0}{2\pi 2H_m}; \Delta\bar{S} \simeq 1,15 \frac{\Phi_0}{4\pi 2H_m}, \quad (1)$$

где  $\Phi_0 = 2 \cdot 10^{-7}$  Гс·см<sup>2</sup> – квант магнитного потока;  $H_m$  – значение магнитного поля в точках экстремума низкополевого сигнала (рис.1). Используя значения  $H_m$  (близкие для Cr<sup>3+</sup> и Fe<sup>3+</sup>), получаем  $\bar{S} \simeq 6 \cdot 10^{-2}$  мкм<sup>2</sup>,  $\Delta\bar{S} \simeq 0,1$  мкм<sup>2</sup>, то есть средние линейные размеры сверхпроводящих микрообластей составляют примерно  $0,25 \times 0,25$  мкм<sup>2</sup>. Интересно отметить, что аналогичная ситуация наблюдалась при обнаружении сверхпроводящих микрообластей в остающемся высокоомном GaAs<sup>9</sup>.

Другой возможной причиной возникновения сигнала микроволнового поглощения вблизи  $\vec{B} = 0$  может быть формирование слабо ферромагнитных или спин-стекольных областей в парамагнитной матрице<sup>12</sup>. Характерными особенностями такого сигнала являются гистерезис поглощения во всем интервале температур наблюдения, обратный по знаку гистерезису в ВТСП материалах, и форма производной поглощения, подобная петле намагничивания. Как видно из рис.1, эти признаки не характерны для наблюдаемых нами сигналов поглощения. Это позволяет предположить, что их происхождение за счет магнетизма менее вероятно, чем вследствие образования сверхпроводящих областей внутри остающихся в целом диэлектрическими кристаллов LiNbO<sub>3</sub>:Mg:Cr(Fe).

Для окончательного выяснения природы наблюдаемого эффекта необходимы дополнительные исследования.

Авторы благодарны С.П.Колеснику за помощь в измерениях.

1. K.L.Sweeney, L.E.Halliburton, D.A.Bryan et al., J. Appl. Phys. **57**, 1036 (1985).
2. D.A.Bryan, R.Gerson, and H.E.Tomaschke, Appl. Phys. Lett. **44**, 847 (1984).
3. K.L.Sweeney, L.E.Halliburton, D.A.Bryan et al., Appl. Phys. Lett. **45**, 805 (1984).
4. D.A.Bryan, R.C.Rice, R.Gerson et al., Opt. Eng. **24**, 138 (1985).

5. I.M.Zaritskii, L.G.Rakitina, G.Corradi et al., *J. Phys.: Cond. Matter.* **3**, 8457 (1991).
6. Huixian Feng, Jinke Wen, Huafu Wang et al., *J. Phys. Chem. Sol.* **51**, 397 (1990); A.Boker, H.Donnerberg, O.F.Schirmer et al., *J. Phys.: Condens. Matter.* **2**, 6865 (1990).
7. G.Corradi, H.Sothe, J.-M.Spaeth et al., *J. Phys.: Cond. Matt.* **3**, 1901 (1991).
8. K.W.Blasey, K.A.Muller, J.G.Bednorz et al., *Phys. Rev. B* **36**, 7241 (1987).
9. I.M.Baranowskii, Liliental-Weber, W.F.Yau, and E.K.Weber, *Phys. Rev. Lett.* (1991).
10. И.М.Зарицкий, В.А.Стефанович, С.П.Колесник, А.А.Кочиц, *Письма в ЖТФ* **18**, 8 (1992).
11. И.М.Зарицкий, А.А.Кончиц, С.П.Колесник и др., *СФХТ* **4**, 1400 (1991).
12. M.D.Sastry, K.S.Ajayakumar, R.M.Kadam et al., *Phys. C* **170**, 41 (1990).