

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

ИЗОСТРУКТУРНЫЙ ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД
В ПОЛУПРОВОДНИКОВОЙ ШПИНЕЛИ CdIn₂S₄

*И. В. Кравецкий, Л. Л. Кулюк, Э. Е. Струмбан, В. М. Таланов,
В. Е. Тэлэван, Д. А. Шутов*

Тиоиндат кадмия CdIn₂S₄ кристаллизуется в структуре шпинели (пространственная группа O_h^1 ($Fd\bar{3}m$)) [1].

В зависимости от технологических режимов выращивания и термообработки кристаллов атомы кадмия и индия могут перераспределяться по тетраэдрическим (*t*) и октаэдрическим (*o*) позициям решетки. Данное перераспределение характеризуется параметром *i* — степенью обращенности шпинельной структуры, т. е. долей атомов кадмия в октаэдрических позициях. Тогда кристаллохимическая формула соединения может быть записана в виде $[Cd_{1-2*i*}In_{2*i*}]^{(t)}[Cd_{2*i*}In_{2(1-*i*)}]^{(o)}S_4$. Согласно [2, 3], при температуре $T_c \approx 403$ К в тиоиндате кадмия наблюдается структурный фазовый переход типа «порядок—беспорядок», сопровождающийся понижением симметрии O_h^1 ($Fd\bar{3}m$) $\rightarrow T_d^2$ ($F\bar{4}3m$); при этом предполагалось, что в образовавшейся низкосимметричной фазе *i* = 1/2. Однако получение результатов рентгеноструктурных исследований, непосредственно свидетельствующих о потере кристаллом центра инверсии, затруднено из-за практически одинаковой рассевающей способности атомов кадмия (⁴⁹Cd) и индия (⁵⁰In). Поэтому вопрос о наличии центра инверсии в этом материале в ходе его позиционного разупорядочения является принципиальным для выяснения природы и механизма фазового перехода.

Исследовались монокристаллы CdIn₂S₄, выращенные методом химических газотранспортных реакций (транспортер — иод).

КРС в образцах CdIn₂S₄ возбуждалось криптоновым лазером ($\lambda = 647.1$ нм). Излучение *p*-поляризованного луча лазера направлялось под углом 45° к нормали естественной грани роста (111) монокристалла, помещенного в откачиваемый оптический термостат. В геометрии «на отражение» регистрировались *s*- или *p*-компоненты поляризации рассеянного света. Измерения проводились с помощью спектрометра RAMANOR-HG2S в области температур 290—450 К. Анализ температурных зависимостей измеренных спектров проводился с использованием результатов интерпретации спектров КРС в CdIn₂S₄ [4].

На рис. 1 представлены типичные спектры КРС при комнатной температуре до (1) и после (2) цикла термообработки, включающего в себя нагрев и охлаждение образца (общая продолжительность цикла 6 суток), а также спектры при $T \approx 408$ К (3, 4). В *p*, *s*-геометрии наблюдаются неизменность относительной интенсивности линий T_{2g} (91 см⁻¹) и T_{2g} (310 см⁻¹) во всем интервале температур (рис. 2) и существенный спад с ростом температуры образца отношения интенсивностей полносимметричной моды A_{1g} к интенсивности моды T_{2g} (91 см⁻¹) — $I^{p,s}(A_{1g})/I^{p,s}(T_{2g})$. В *p*, *p*-геометрии отношение $I^{p,p}(A_{1g})/I^{p,p}(T_{2g})$ практически

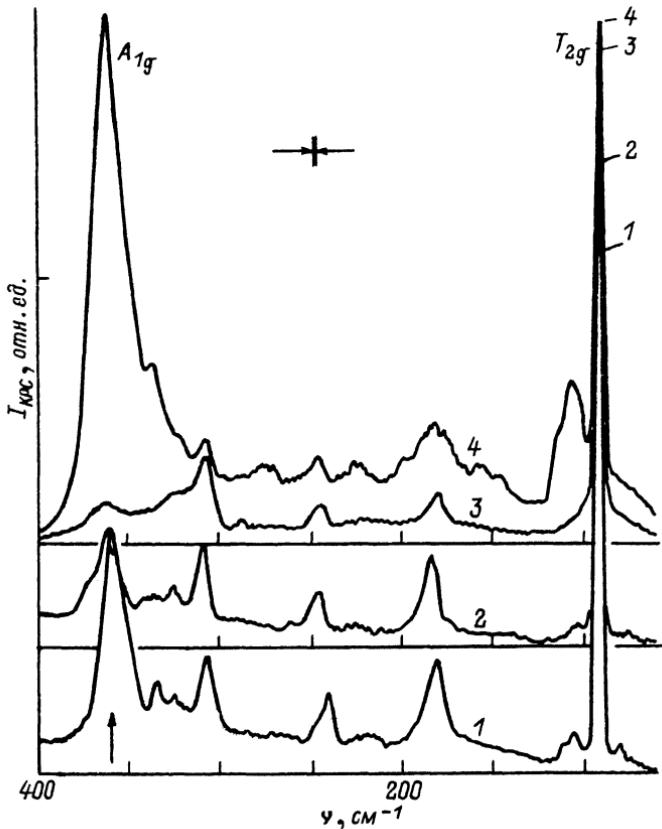


Рис. 1. Спектры КРС в CdIn_2S_4 .

1 — $T = 290$ К, p , s -геометрия (исходный образец); 2 — $T = 290$ К, p , s -геометрия (после цикла термообработки исходного образца); 3 — $T = 408$ К, p , s -геометрия; 4 — $T = 408$ К, p , p -геометрия.

не меняется и близко к единице. Вид спектров (рис. 1) и температурная зависимость отношения $I^{p, s}(A_{1g})/I^{p, s}(T_{2g})$ (рис. 2) свидетельствуют о наличии гистерезиса фазового превращения, наступающего при $T \approx T_c \approx 400$ К.

Из приведенных экспериментальных результатов следует, что, хотя поведение полносимметричной моды A_{1g} указывает на сохранение центра инверсии и при температурах выше T_c (поскольку полносимметричное неприводимое представление может индуцировать только изоструктурные превращения), наблюдаемый температурный гистерезис является характерным признаком фазового перехода 1-го рода, сопровождающегося скачкообразным изменением зависимости $i(T)$ [5].

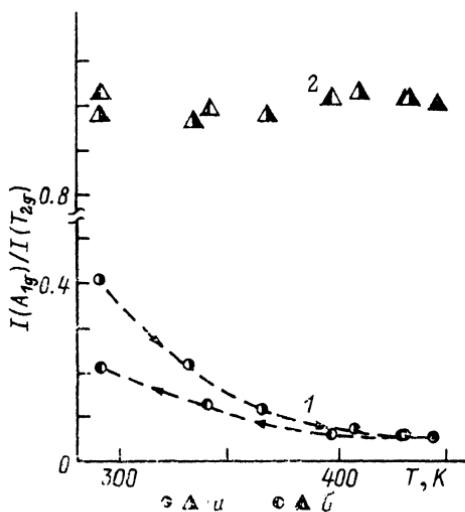


Рис. 2. Зависимость отношения интенсивностей линий КРС $I(A_{1g})/I(T_{2g}(91 \text{ cm}^{-1}))$ от температуры.

1 — p , s -геометрия, 2 — p , p -геометрия. а — нагрев, б — охлаждение.

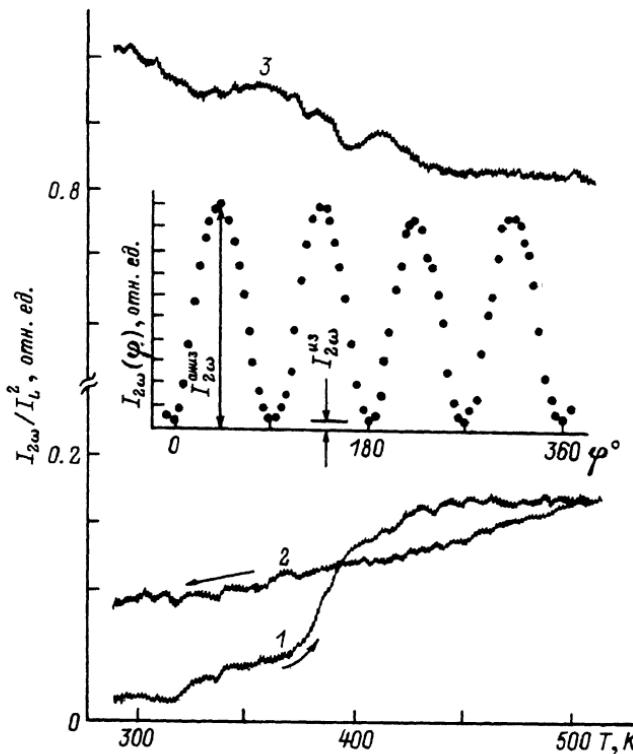


Рис. 3. Зависимость интенсивности отраженной ВГ от температуры.

1 — $I_{2\omega}^{H3}(T)$, нагрев; 2 — $I_{2\omega}^{H3}(T)$, охлаждение; 3 — $I_{2\omega}^{аниз}(T)$, нагрев. На вставке — поляризационная зависимость $I_{2\omega}(\varphi)$ при $T = 300$ К.

Особый интерес представляет исследование отраженной второй гармоники (ВГ) в тиоиндате кадмия, поскольку сигнал ВГ вследствие дипольного запрета на генерацию в центросимметричной среде обладает высокой чувствительностью к наличию центра инверсии в кристалле [6].

На вставке к рис. 3 представлена зависимость интенсивности ВГ ($\lambda_{2\omega} = 532$ нм), отраженной естественной гранью роста (111) монокристалла CdIn₂S₄, от угла вращения φ плоскости поляризации излучения лазера на АИГ: Nd³⁺ ($\lambda_{\omega} = 1064$ нм, $W = 10$ МВт · см²), падающего почти перпендикулярно на исследуемую поверхность. Гармонический характер наблюдаемой зависимости $I_{2\omega} \approx \sin^2 2\varphi$ и отсутствие изотропной составляющей ($I_{2\omega}^{H3} \ll I_{2\omega}^{аниз}$) — типичная картина для идеальной поверхности (111) кристаллов класса $m\bar{3}m$ [7]. С ростом температуры интенсивность ВГ в максимумах падает (рис. 3) при одновременном немонотонном возрастании изотропной составляющей (фона) $I_{2\omega}^{H3}$, характеризующей степень разупорядоченности структуры [8]. Измерения проводились *in situ* при медленном изменении температуры образцов (1.5 К/мин) и фиксированных углах φ ($\varphi = -45^\circ$ для $I_{2\omega}^{H3}(T)$ и $\varphi = 90^\circ$ для $I_{2\omega}^{аниз}(T)$). Следует обратить внимание на резкое изменение зависимости $I_{2\omega}^{H3}(T)$ при $T \approx 400$ К (нагрев образца) и ее температурный гистерезис. Полученные результаты являются прямым подтверждением сохранения центра инверсии при структурной перестройке кристалла, так как в случае понижения симметрии решетки ($O_h \rightarrow T_d$) следовало бы ожидать увеличения интенсивности сигнала ВГ не менее чем на 2–3 порядка [6].

Таким образом, методы КРС и генерации отраженной ВГ позволили идентифицировать в монокристаллах $CdIn_2S_4$ изоструктурный фазовый переход 1-го рода, наступающий при $T \approx 400$ К.

Список литературы

- [1] Kerimova T. G., Salaev E. Yu., Khidirov A. Sh., Dervishov N. G., Efendiev S. M. // Phys. Stat. Sol. (b). 1982. V. 113. P. K107—K109.
- [2] Czaja W. // Phys. Kondens. Mater. 1970. V. 10. N 4. P. 299—316.
- [3] Fulga V. N., Pyshkin S. L., Tiginyanu I. M., Zenchenko V. P. // Abstracts of the VIII international conference on ternary and multinary compounds. Kishinev, 1990. P. 140.
- [4] Губанов В. А., Куликова О. В., Кулюк Л. Л., Радаузан С. И., Рацеев С. А., Саливон Г. И., Тэзлэван В. Е., Цыцану В. И. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 2. С. 457—461.
- [5] Talanov V. M., Bezrukov G. V. // Phys. Stat. Sol. (a). 1986. V. 96. P. 475—480.
- [6] Ахманов С. А., Емельянов В. И., Коротеев Н. Н., Семиногов В. Н. // УФН. 1985. Т. 147. № 4. С. 675—745.
- [7] Heinz T. F., Loy M. M. T., Thompson W. A. // Phys. Rev. Lett. 1985. V. 54. N 1. P. 63—65.
- [8] Акцилетров О. А., Кулюк Л. Л., Петухов А. В., Струмбан Е. Э., Цыцану В. Н. // Письма в ЖТФ. 1986. Т. 12. № 28. С. 1345—1349.

Институт прикладной физики АН Молдовы
Кишинев

Поступило в Редакцию
12 сентября 1991 г.

УДК 539.537

© Физика твердого тела, том 34, № 9, 1992
Solid State Physics, vol. 34, N 9, 1992

ТОКОВЫЕ СОСТОЯНИЯ ВТСП КОЛЬЦА В КОНФИГУРАЦИИ ААРОНОВА—БОМА

A. I. Шелых, E. K. Кудинов

1. Ввиду низких значений критического тока и нижнего критического поля H_{c1} в керамических высокотемпературных сверхпроводниках легко реализовать исследование токового состояния сверхпроводящего кольца в оптимальном варианте, когда внешнее магнитное поле сконцентрировано в трубке, пересекающей внутренний контур кольца (рис. 1, а) (конфигурация Ааронова—Бома). В этом случае в объеме кольца внешнее поле отсутствует, следовательно, выключая соответствующий механизм образования вихрей, что устраняет связанную с ними неопределенность в интерпретации эксперимента. Ниже излагаются результаты соответствующего исследования.

2. Схема экспериментальной установки показана на рис. 1, б. Внешний магнитный поток Φ внутри кольца создается соленоидом длиной 120, диаметром 6 мм. Концы обмотки соленоида выведены так, как показано на рисунке. Внутри соленоида реализуется поле $H = 57 J_a$, Гс (J_a — ток через соленоид, А). Кольцо из ВТСП YBCO высотой 6 мм, внешним и внутренним диаметром соответственно 14 и 7 мм расположено на середине длины соленоида. Оценка поля рассеяния в области кольца показывает, что он не превышает 5% от поля внутри соленоида. Холловский датчик установлен в непосредственной близости от верхнего торца кольца. Измерялось напряжение V_X на холловском датчике в зависимости от тока J_a в соленоиде, что при надлежащем пересчете ($J = \text{const} \cdot V_X$) дает зависимость незатухающего тока J в кольце от магнитного потока Φ , создаваемого соленоидом.

3. Результаты измерения представлены на рис. 2, 3. Зависимость J (Φ) (рис. 2) линейна вплоть до Φ_c . (Вначале (точка O на рисунке) кольцо охлаждалось