

Министерство образования Республики Беларусь  
Учреждение образования  
«Белорусский государственный университет  
информатики и радиоэлектроники»

*На правах рукописи*

УДК 548.55+621.3.085.345-026.66

ШЕЙКИН  
Валентин Иванович

**ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ  $\text{FeGa}_2\text{Se}_4$ ,  
СВОЙСТВА И ЭКРАНЫ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ  
НА ИХ ОСНОВЕ**

АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание степени  
магистра технических наук

по специальности 1-38 80 04 Технология приборостроения

Научный руководитель  
канд. техн. наук, доцент  
Павлюковец Сергей Анатольевич

Минск 2016

Работа выполнена на кафедре проектирования информационно-компьютерных систем учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»

Научный руководитель:

**Павлюковец Сергей Анатольевич**

кандидат технических наук, доцент, зав. кафедрой химии учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»

Рецензент:

**Стемпичкий Виктор Романович**

кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры микро- и наноэлектроники учреждения образования «Белорусский государственный экономический университет»

Защита диссертации состоится «20» января 2016 г. года в 11<sup>40</sup> часов на заседании Государственной комиссии по защите магистерских диссертаций в учреждении образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники» по адресу: 220013, г. Минск, ул. П.Бровки, 6, ауд. 415 – 1 корпус, тел.: 293-20-30, e-mail: [kafpiks@bsuir.by](mailto:kafpiks@bsuir.by).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники».

## ВВЕДЕНИЕ

В последние годы значительное внимание уделяется изучению магнитных полупроводников типа  $A^{II}B^{III}_2C^{VI}_4$  ( $A - Mn, Fe, Co, Ni$ ;  $B^{III} - Al, Ga, In$ ;  $C^{VI} - S, Se, Te$ ). Интерес к данным материалам стремительно растет, что связано с открытием ряда новых физических явлений в данных полупроводниках, о которых упомянуто выше. Магнитные полупроводники этого класса являются новыми и практически не изученными материалами, их систематическое изучение только начинается. Весомым аргументом в пользу этого утверждения является то, что в полупроводниковом материаловедении появляются новые технологические приемы и методы, применение которых может способствовать дальнейшему развитию технологии выращивания структурно-совершенных халькогенидных монокристаллов.

Из указанного класса соединений значительный интерес представляет  $FeGa_2Se_4$ . Соединение является электронно-химическим аналогом двойного соединения типа  $A^{III}_2B^{VI}_3$ . Интерес к указанному соединению вызван еще и тем, что он обладает более широким набором полупроводниковых параметров по сравнению с его бинарным аналогом, что связано с усложнением его химического состава и кристаллической структуры.

Уникальные свойства тройного соединения  $FeGa_2Se_4$  (отсутствие центра инверсии, высокая нелинейная восприимчивость, естественный фото-плеохроизм и др.) делают его перспективным материалом для твердотельной электроники.

Однако на практике реализация потенциальных возможностей соединения встречает определенные затруднения. Отсутствие достоверной информации о методах получения, физико-химических свойствах и связи технологии получения с физическими свойствами соединения является на сегодняшний день одним из основных факторов, сдерживающих прикладные разработки на основе указанного материала. Проблема выращивания больших гомогенных и оптически однородных по составу и свойствам кристаллов данного типа до сих пор не решена. В литературе имеются лишь отрывочные сведения о методах выращивания кристаллов. Кроме того, нет сведений о систематических исследованиях электрических, оптических, магнитных и теплофизических свойствах вышеупомянутого соединения. Часть имеющейся информации достаточно противоречива.

Все вышеизложенное определило направление работы, целью которой является синтез и выращивание однородных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ , установление закономерностей изменения физических и физико-химических свойств от способа получения, а также создание экранов электромагнитного излучения на основе указанных монокристаллов и исследование их свойств.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы исследования

Многокомпонентные соединения типа  $A^{II}B^{III}C^{VI}_4$  ( $A^{II} - Mn, Fe, Co, Ni$ ;  $B^{III} - Ga, In$ ;  $C^{VI} - S, Se, Te$ ) уже сейчас играют роль основного источника расширения функциональных возможностей современной полупроводниковой электроники. Однако проблемы выращивания монокристаллов этих веществ, разработки структур из них и необходимость комплексных исследований их физических свойств пока остаются нерешенными для большинства новых многокомпонентных веществ. Тройное соединение  $FeGa_2Se_4$  – одно из таких веществ, обладающих также магнетизмом. В литературе сообщены лишь сведения о некоторых кристаллохимических характеристиках указанного соединения. В данной работе, принадлежащей новому перспективному направлению полупроводниковой электроники, представлены результаты исследований по выращиванию монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  и созданию первых экранов электромагнитного излучения на их основе.

### Степень разработанности проблемы

Поиски полупроводников, обладающие ферромагнитными свойствами при комнатной температуре привели к тому, что в последнее время появился повышенный интерес к легированию марганцем как бинарных полупроводников  $A^{II}B^{VI}$  и  $A^{III}B^V$  ( $CdMnTe$ ,  $GaMnAs$  и др.), так и тройных соединений  $A^IB^{III}C^{VI}_2$ ,  $A^{II}B^{IV}C^V_2$  и  $A^{II}B^{III}C^{VI}_4$  (1. Zhao L.X.,. Campion R.P. Fewster P.F. et al. *Determination of the Mn concentration in GaMnAs // Semiconduc. Sci. Technolog.* 2005. Vol. 20. № 4. P. 369 – 373; 2. Farah W, Scalbert D, Nawrocki M, Semenov Y.G. *Magnetic-field-induced sign reversal of transient photorefectance in  $Cd_{1-x}Mn_xTe$ : Paramagnetic shift at low manganese concentration // Physical Review B - Condensed Matter.* 1998. Vol.58, № 8.15. – P. 4522-4530.). Спинтроника или электроника с использованием спиновых эффектов привлекает все большее внимание исследователей вследствие потенциальной возможности создания новых функциональных приборов на основе этих эффектов, сочетающих в себе транспортные и магнитные свойства и способных работать при комнатной температуре (В.В. Слынько, А.Г. Хандожко, З.Д. Ковалюк и др. Слабый ферромагнетизм в слоистых кристаллах  $InSe:Mn$  // ФТП. 2005. Т. 39. № 7. – С. 806 – 810.). Ряд совершенно новых явлений, таких, как спиновая инжекция, индуцированный зарядовый ферромагнетизм и ферромагнетизм с оптическим управлением, открыты в разбавленных полупроводниках на основе соединений  $A^{III}B^V$  (1. Yu-Jun Zhao, A Zunger. *Site preference for Mn substitution in spintronic  $CuM^{III}X_2^{VI}$  chalcopyrite semiconductors // Phys. Rev. (B).* 2004. Vol. 69. 075208 (7 pages).; 2. Tsujii N., Kitazawa H., Kido G. *Electric and magnetic of Mn – and Fe – doped  $CuInS_2$  compounds // Phys. Stat. Sol.(a).* 2002. Vol. 189, № 3. P. 951 – 953.). Введение ферромагнитных атомов, какими являются атомы железа, в бинарные соединения  $In_2S_3$ ,  $In_2Se_3$ ,  $Ga_2S_3$  и  $Ga_2Se_3$ , приведет к созданию новых тройных соединений и появлению у них уникальных физических свойств, сочетающих в се-

бе как полупроводниковые, так и магнитные свойства и дает основание предполагать, что полученные новые материалы могут использоваться, для создания на их основе, новых приборов для спинтроники.

### **Цель и задачи исследования**

Целью диссертации является синтез и выращивание однородных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ , установление закономерностей изменения физических и физико-химических свойств от способа получения, а также создание экранов электромагнитного излучения на основе указанных монокристаллов и исследование их свойств.

#### **Задачи исследования:**

1. Определить оптимальные режимы синтеза и выращивания объемных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  из расплава методом Бриджмена.
2. Определить состав и структуру монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ .
3. Установить закономерности изменения оптических, теплофизических и магнитных свойств монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ .
4. Изготовить экраны электромагнитного излучения на основе монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  и исследовать их свойства.

**Объектом** исследования являются монокристаллы  $FeGa_2Se_4$  и экраны на их основе.

**Предметом** работы являются физико-химические, оптические, теплофизические и магнитные свойства.

**Область исследования.** Содержание диссертационной работы соответствует образовательному стандарту высшего образования второй ступени (магистратуры) специальности 1-38 80 04 Технология приборостроения.

### **Теоретическая и методологическая основа исследования**

Теоретической и методологической основой исследований являются разработки отечественных и зарубежных авторов, методические материалы, труды отечественных и зарубежных учёных в области синтеза и выращивания монокристаллов. В магистерской диссертации используются следующие общенаучные методы: эмпирического исследования (эксперимент, измерение, научное исследование), общелогические (анализ, аналогия, системный подход), метод факторного и сравнительного анализа.

**Информационная база** исследования по синтезу и выращиванию монокристаллов сформирована на основе научных публикаций известных зарубежных ученых (Н.Н. Нифтиев, О.Б. Тагиев, П.Г. Рустамов, Э. Арушанов, G. Attolini, V. Sagredo, S. Reil, H. Haeuseler) и ученых Республики Беларусь (И.В. Боднар, С.В. Труханов, И.А. Виктор, Г.П. Яблонский).

**Инструментальной базой** исследования являются: рентгеновский спектрометр AVALON-8000, дифрактометр ДРОН-3М, двухкоординатный самописец типа Н 307/1, цифровой вольтметр В7-23, терморегулятор РИФ-101,

микротвердомер *LEICA VMHT MOT*, ЯГР-спектрометр *MS2000*, кварцевый дилатометр, спектрофотометр *Cary500*, универсальной криогенной высоко-полевой измеритель, панорамный измеритель ослабления и КСВН Я2Р-67 с ГКЧ-61 и волноводным трактом, панорамный измеритель коэффициентов передачи и отражения *SNA 0,01-18*.

**Научная новизна и значимость полученных результатов** магистерской диссертационной работы заключается в следующем:

1. Разработанные температурные режимы синтеза и выращивания монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  позволяют получать оптически однородные объемные монокристаллы диаметром  $\sim 14$  мм и длиной  $\sim 50$  мм с воспроизводимыми свойствами.

2. Результаты исследования физико-химических, теплофизических, оптических, электрических и магнитных свойств имеют фундаментальный характер и используются как справочные данные при расчете и конструировании электронных приборов.

3. Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс на кафедре химии учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники» по дисциплине «Физико-химические процессы».

#### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Экспериментально установлены оптимальные температурно-временные режимы синтеза и выращивания оптически однородных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ , позволяющие снизить температуру технологического этапа многостадийного роста монокристаллов, а также сократить время отжига и получить структурно-совершенные кристаллы диаметром  $\sim 14$  мм и длиной  $\sim 50$  мм с воспроизводимыми свойствами.

2. Экспериментально установлены фундаментальные физико-химические, оптические, теплофизические и магнитные параметры монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ , полученные впервые для такого класса соединений и необходимые при расчете и конструировании электронных приборов и экранов электромагнитного излучения.

3. Предложены и реализованы экраны электромагнитного излучения на основе выращенных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ .

#### **Теоретическая значимость**

Установлены физико-химические, оптические, теплофизические и магнитные параметры выращенных монокристаллов, что позволило получить новые справочные данные в области материаловедения.

#### **Практическая значимость**

На основе выращенных монокристаллов впервые получены экраны электромагнитного излучения.

## **Апробация и внедрение результатов исследования**

Основные положения диссертации и результаты исследований изложены в шести опубликованных работах, которые докладывались и обсуждались на следующих конференциях: III Республиканская научная конференция студентов, магистрантов и аспирантов «Актуальные вопросы физики и техники», Гомель, Республика Беларусь, 15 апреля 2015 г.; 51-ая научная конференция аспирантов, магистрантов и студентов «Компьютерное проектирование и технология производства электронных средств», Минск, Республика Беларусь, 13–17 апреля 2015 г.; 11-ая международная молодежная научно-техническая конференция «Современные проблемы радиотехники и телекоммуникаций «РТ - 2015», Севастополь, Российская Федерация, 16 – 20 ноября 2015 г.

## **Структура и объем работы**

Структура диссертационной работы обусловлена целью, задачами и логикой исследования. Работа состоит из введения, трёх глав, заключения и библиографического списка. Общий объем диссертации – 106 страниц. Работа содержит 6 таблиц, 29 рисунков. Библиографический список включает 83 наименований.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении и общей характеристике работы** определены основные направления исследований, обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цели и задачи работы, изложены основные положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** представляет собой литературный обзор по теме диссертации. В ней проведен анализ методов выращивания, структуры и свойств кристаллов  $FeGa_2Se_4$ . Результаты исследований физико-химических, оптических, электрических и магнитных свойств, приведенные различными авторами, значительно отличаются друг от друга, что можно объяснить проведением исследований в основном на поликристаллических образцах. Отсутствие надежной информации о методах получения ставит задачу поиска оптимальных режимов выращивания однородных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ .

Во **второй главе** изложены экспериментальные методы синтеза и выращивания монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ . Использование метода Бриджмена связано с простотой проведения процесса выращивания, высокой технологичностью, возможностью поддержания постоянного градиента температуры на фронте кристаллизации и управления скоростью кристаллизации.

Монокристаллы соединения  $FeGa_2Se_4$  получали в два этапа. Предварительно соединение синтезировали двухтемпературным методом, чтобы избежать взрыва ампул и загрязнения получаемых слитков примесями, содержащимися в кварцевом стекле. Температуру зоны с металлическими компонентами повышали со скоростью  $\sim 250$  К/ч до 1300 К. Температуру зоны, где

находился селен, повышали со скоростью  $\sim 50$  К/ч до  $\sim 780$  К и выдерживали в течение  $\sim 3$  ч. По истечении времени проводили понижение температуры, где находились металлические компоненты со скоростью  $\sim 50$  К/ч до 1000 К, после чего охлаждение велось в режиме выключенной печи. Полученные слитки соединения  $FeGa_2Se_4$  были использованы для последующего выращивания монокристаллов методом Бриджмена (вертикальный вариант).

Исходными веществами для выращивания монокристаллов служили поликристаллические слитки, синтезированные двухтемпературным методом. Кристаллы  $FeGa_2Se_4$  перегружали в двойные кварцевые ампулы и вакуумировали. Температуру в печи повышали со скоростью  $\sim 250$  К/ч до 1300 К выдерживали 2 ч с включением вибрационного перемешивания. После этого вибрацию отключали и проводили направленную кристаллизацию расплава, понижая температуру печи со скоростью  $\sim 2$  К/ч до полного затвердевания расплава. Для гомогенизации полученных слитков их отжигали при 1050 К в течение 240 ч. Полученные монокристаллы  $FeGa_2Se_4$  имели диаметр  $\sim 14$  мм и длину  $\sim 50$  мм.

В **третьей главе** приведено описание использованных методик исследования свойств монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  и основные результаты магистерской работы.

Для определения состава монокристаллов был использован микрорентгеноспектральный анализ. Поэлементный состав монокристаллов производился на установке «Stereoscan-360». В качестве анализатора рентгеновского спектра использовали рентгеновский спектрометр «AVALON-8000». Относительная погрешность определения компонентов составляла  $\pm 5$  %.

Результаты анализа состава  $FeGa_2Se_4$  показали, что содержание элементов в выращенных монокристаллах ( $Fe:Ga:Se = 13,94 : 29,34 : 56,72$  ат.%) хорошо согласуется с заданным составом исходной шихты ( $Fe:Ga:Se = 14,29 : 29,34 : 57,14$  ат.%), причем вдоль слитков это соотношение с достаточной точностью воспроизводится, что свидетельствует о хорошей локальной однородности выращенных кристаллов.

Исследования структуры проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М в монохроматизированном  $CuK_\alpha$ -излучении. Дифрактограмма соединения  $FeGa_2Se_4$  показана на рисунке 1. Видно, что на указанной дифрактограмме присутствуют индексы отражения, характерные для кубической структуры. Параметр элементарной ячейки равен  $a = 5,498 \pm 0,005$  Å. Разрешение высокоугловых линий свидетельствует о равновесности выращенных монокристаллов указанного соединения.

Для определения температур фазовых превращений был использован дифференциальный термический анализ (ДТА). В качестве эталона использовали прокаленный оксид алюминия. Термограмма показала наличие одного теплового эффекта, который соответствует температуре плавления соединения и равна 1283 К.



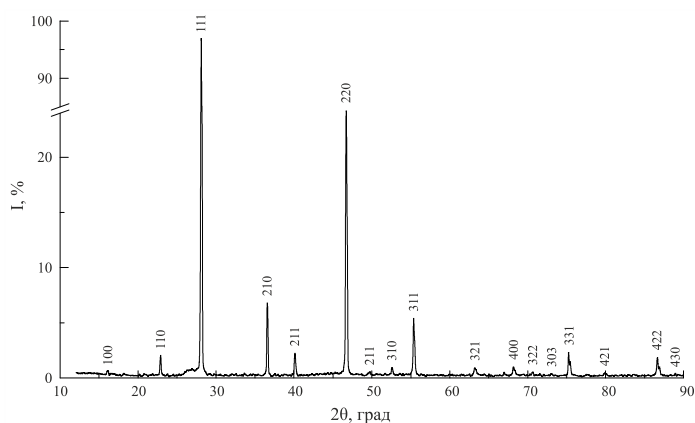


Рисунок 1 – Дифрактограмма  $FeGa_2Se_4$

Так же в работе получены данные плотности и микротвердости для соединения  $FeGa_2Se_4$ , которые представлены в таблице 1.

Вычисленные и измеренные нами значения рентгеновской и пикнометрической плотности достаточно хорошо согласуются между собой, что свидетельствует (как и рентгеновские данные) о качестве полученных монокристаллов.

Данные по микротвердости до настоящего времени в литературе отсутствовали.

Таблица 1 – Плотность и микротвердость соединения  $FeGa_2Se_4$

Измерения	Величина
Рентгеновская плотность ( $\rho_{x-ray}$ ), г/см <sup>3</sup>	$5,11 \pm 0,05$
Пикнометрическая плотность ( $\rho_b$ ), г/см <sup>3</sup>	$5,06 \pm 0,05$
Микротвердость (H), ГПа	$4,54 \pm 0,05$

Локальное окружение ионов железа в образцах, позволяющее идентифицировать фазовый состав, исследовалось методом ядерной гамма-резонансной (ЯГР) спектроскопии на изотопе  $^{57}Fe$ . По спектрам ЯГР определены параметры сверхтонких взаимодействий ионов железа. Программная обработка позволила выделить в спектре соединения  $FeGa_2Se_4$  дублет  $Fe^{2+}$  и два дублета  $Fe^{3+}$  с большим и меньшим значением квадрупольного расщепления  $\Delta E$ .

Исследование теплового расширения проводили на кварцевом дилатометре в интервале температур 80...600 К. На полученных зависимостях никаких аномалий не наблюдалось. Это свидетельствует о том, что в исследованном интервале температур для соединения фазовые превращения отсутствуют. По данным коэффициента линейного расширения проведен расчет температуры Дебая и среднеквадратичных динамических смещений атомов.

С целью определения значений ширины запрещенной зоны и ее температурной зависимости для соединения  $FeGa_2Se_4$  были проведены измерения спектров оптического пропускания в области края собственного поглощения

Спектры пропускания в зависимости от длины волны для различных температур представлены на рисунке 2. Видно, что с понижением температуры спектры пропускания смещаются в коротковолновую область.

Ширину запрещенной зоны  $E_g$  в области края основной полосы оптического поглощения определяли экстраполяцией прямолинейного участка зависимости  $(\alpha \times \hbar\omega)^2$  от  $\hbar\omega$  до пересечения с осью абсцисс (рисунок 3).

Для соединения  $FeGa_2Se_4$  значения  $E_g$  равны:  
 $1,383 \pm 0,005$  эВ (300 К);  
 $1,420 \pm 0,005$  эВ (80 К);  
 $1,425 \pm 0,005$  эВ (20 К).

Ширину запрещенной зоны определяли экстраполяцией прямолинейного участка зависимости  $(\alpha \cdot \hbar\omega)^2$  от энергии фотона ( $\hbar\omega$ ) до пересечения с осью абсцисс.

Для описания экспериментальной зависимости  $E_g(T)$  была использована модель Пэслера.

Исследования удельного магнитного момента были выполнены с помощью универсальной криогенной высокополевой измерительной системы (*Liquid Helium Free High Field Measurement System by Cryogenic Ltd, London, UK*) в интервале температур 4...310 К и полей 0...14 Тл.

Результаты измерения удельной намагниченности в магнитных полях 1 и 5 Тл представлены на рисунке 4. При высоких температурах исследуемое соединение ведет себя как типичный парамагнетик, а в низкотемпературной области наблюдается магнитный фазовый переход, характерный для антиферромагнитного состояния. Температура этого перехода в исследуемых магнитных полях остается постоянной и соответствует 4,8 К.

На рисунке 5 приведена температурная зависимость обратной магнитной восприимчивости  $\chi^{-1}(T)$  в магнитном поле 5 Тл. Поведение кривой  $\chi^{-1}(T)$  в высокотемпературной области можно описать законом Кюри-Вейсса  $\chi = C/(T-\Theta)$ . Асимптотическая температура Нееля, определяемая как точка пересечения оси  $T$  с асимптотой к кривой  $\chi^{-1}(T)$  в области высоких температур, имеет значение  $\Theta = -168$  К и свидетельствует о преимущественно антиферромагнитном взаимодействии в магнитной подсистеме образца.

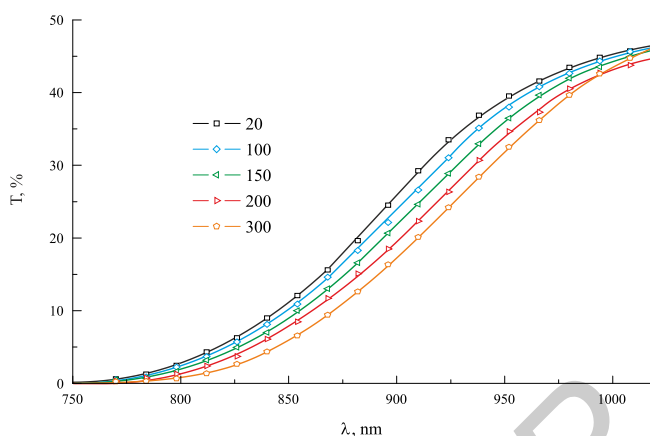


Рисунок 2 – Спектры пропускания монокристаллов  $FeGa_2Se_4$

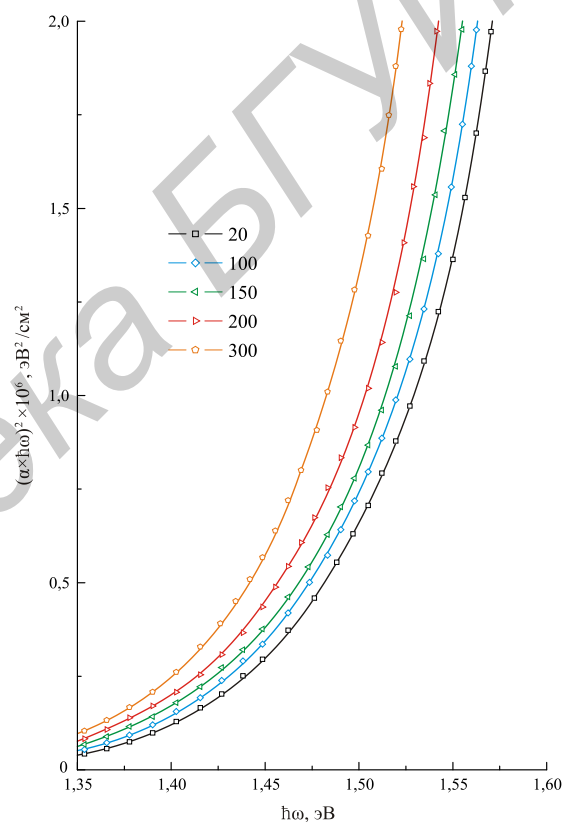
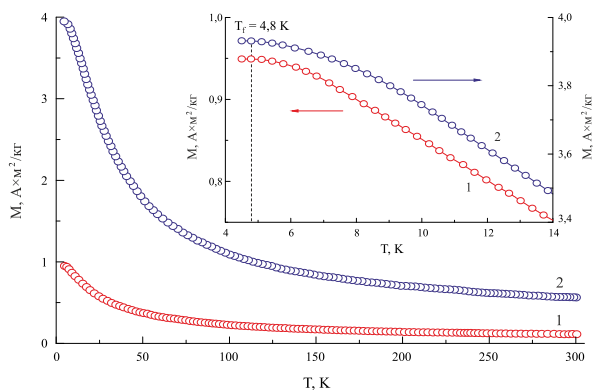
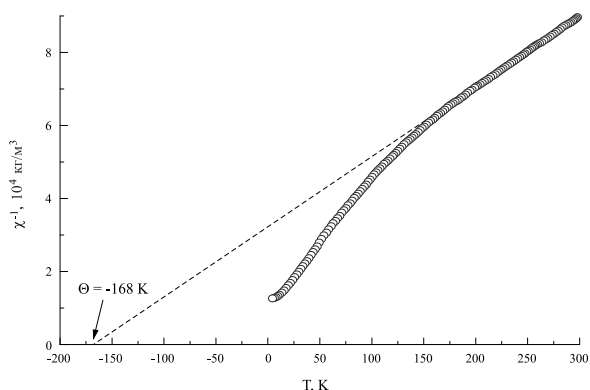


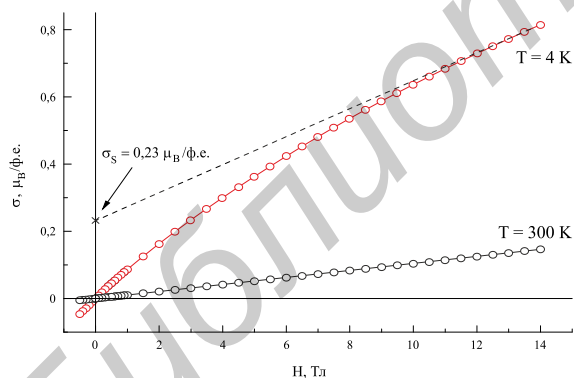
Рисунок 3 – Спектральные зависимости  $(\alpha \cdot \hbar\omega)^2$  от энергии фотонов  $\hbar\omega$



**Рисунок 4 – Температурные зависимости удельного магнитного момента в поле 1 Тл (1) и 5 Тл (2)**



**Рисунок 5 – Температурная зависимость обратной магнитной восприимчивости монокристаллов  $FeGa_2Se_4$**



**Рисунок 6 – Полевые зависимости атомного магнитного момента**

Для исследования характера низкотемпературного магнитного состояния проведены измерения полевой зависимости атомного магнитного момента (рисунок 6).

Измерения показали линейный вид полевой зависимости при температуре  $T = 300$  К, что свидетельствует о нахождении монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  в парамагнитном состоянии. С охлаждением образца с 300 до 4 К атомный магнитный момент  $\sigma$  во внешнем магнитном поле 14 Тл возрастает с  $0,15 \mu_B/\text{ф.е.}$  до  $0,81 \mu_B/\text{ф.е.}$  и полевая зависимость имеет тенденцию к отклонению от линейности. Такое поведение не характерно для антиферромагнитного состояния, а свойственно, скорее всего, слабому ферромагнитному состоянию или наличию корреляций ближнего порядка. Установлено, что исследуемое соединение при температуре  $T = 4$  К обладает спонтанным атомным (приходящимся на одну формульную единицу) магнитным моментом  $\sigma_s = 0,23 \mu_B/\text{ф.е.}$

Дальнейшие исследования магнитного состояния в низкотемпературной области были проведены в магнитном поле 0,01 Тл (рисунок 7). При детальном рассмотрении в низкотемпературной области возникает значительная необратимость ряда магнитных свойств. В частности, при температуре  $T < T_d$  ZFC- и

FC-кривые удельной намагниченности расслаиваются.

Расхождение ZFC- и FC-кривых удельной намагниченности при температуре  $T_d = 6$  К указывает на отсутствие дальнего ферромагнитного порядка, что в свою очередь свидетельствует о конкуренции во взаимодействии между антиферромагнитно и ферромагнитно упорядоченными кластерами, приводящее к фрустрации обменных связей и образованию состояния типа спиновое стекло. С охлаждением образца, ZFC-кривая демонстрирует отчетливо выраженный излом удельной намагниченности при температуре заморажи-

вания магнитных моментов ферромагнитных кластеров  $T_f = 5,4$  К, характеризующийся спонтанным нарушением эргодичности, который можно объяснить теорией Эдвардса-Андерсона, в то время как  $FC$ -кривая продолжает расти до температуры  $T = 5$  К, а далее почти постоянна.

Для приготовления радиопоглощающих покрытий использовали рамки из органического стекла  $100 \times 50 \times 5$  см<sup>3</sup>.

В настоящей работе в качестве связующего состава использовался силикон строительный не кислотный. Выбор не кислотного силикона связан с тем, что во время эксплуатации кислотного герметика выделяется уксусная кислота. Выделяемая кислота может вызвать коррозию железа в соединении  $FeGa_2Se_4$ .

В качестве порошковых наполнителей использовались монокристаллы соединения  $FeGa_2Se_4$ . С помощью ступки измельчали монокристаллы  $FeGa_2Se_4$  и взвешивали на электронных весах 2 г полученного порошка. Затем смешивали 20 мл герметика с навеской  $FeGa_2Se_4$ . Путем тщательного перемешивания, добивались получения однородной массы. Однородный состав равномерно распределяли по заранее подготовленной форме с помощью лопатки. В результате, заполненную рамку отправляли на сушку при комнатной температуре на 12 часов.

Для исследования экранирующих характеристик в диапазоне 8...12 ГГц использовался панорамный измеритель ослабления и КСВН Я2Р-67 с ГКЧ-61 и волноводным трактом, который обеспечивает выделение и детектирование уровней падающей и отраженной (или прошедшей) волн электромагнитного излучения.

Для измерения коэффициентов передачи и отражения конструкций экранов ЭМИ использовался панорамный измеритель коэффициентов передачи и отражения SNA 0,01-18. В результате исследований были получены значения (таблица 2).

Таблица 2 – Коэффициенты отражения  $S_{11отр}$  и передачи  $S_{21}$

Частота, ГГц		8	9	10	11	12
калибр.	$S_{21}$ , Дб	-0,75	-0,5	0	0	-0,4
	$S_{11}$ , Дб					
	$S_{11+Me}$ , Дб	-1	-0,5	0	0	-0,4
$FeGa_2Se_4$	$S_{21}$ , Дб	4,95	3,7	1,9	2,3	3,6
	$S_{11}$ , Дб	-6,044	-5,746	-6,490	-7,198	-6,798
	$S_{11+Me}$ , Дб	-7,091	-4,684	-3,926	-6,246	-8,119

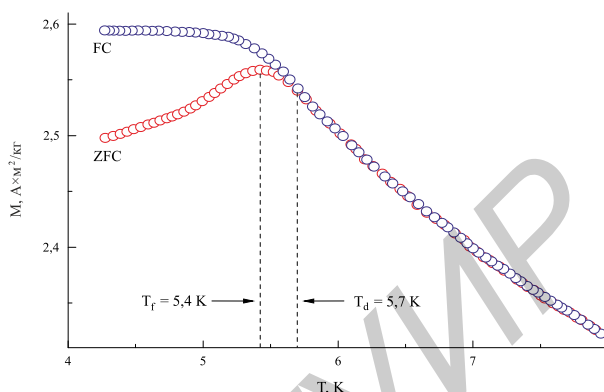


Рисунок 7 – Температурные зависимости ZFC и FC-кривых удельного магнитного момента в поле 0,01 Тл

Полимеры на основе композитных материалов, применённые для электромагнитного экранирования, могут значительно увеличить эффективность защиты от электромагнитных помех, а также обеспечить значительную экономию веса, устойчивость к коррозии и другой экологической деградации.

**В приложении** представлены акт внедрения результатов диссертационной работы в учебный процесс и презентация магистерской диссертации.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Методом Бриджмена выращены однородные монокристаллы халькогенида  $FeGa_2Se_4$  диаметром  $\sim 14$  мм и длиной  $\sim 50$  мм; определен их состав, параметры элементарной ячейки, плотность, микротвердость и температуры фазовых превращений; по спектрам ядерного гамма-резонанса определены параметры сверхтонких взаимодействий ионов железа (локальное состояние, изомерный сдвиг, квадрупольное расщепление и относительный вклад) в тройного соединения  $FeGa_2Se_4$ .

2. По спектрам пропускания в области края собственного поглощения в интервале температур  $20 \dots 300$  К определена ширина запрещенной зоны и построены ее температурные зависимости. Установлено, что с понижением температуры ширина запрещенной зоны возрастает от 1,383 до 1,425 эВ. Проведен теоретический расчет температурных зависимостей  $E_g(T)$  с использованием модели Пэсслера. Показано, что между экспериментальными и расчетными величинами имеется хорошее согласие.

3. На монокристаллах  $FeGa_2Se_4$  впервые дилатометрическим методом проведены измерения теплового расширения. Определены значения коэффициентов теплового расширения, температур Дебая, среднеквадратичных динамических смещений атомов. По измерениям удельного магнитного момента в интервале температур  $4 \dots 310$  К и магнитных полей  $0 \dots 14$  Тл определена температура замерзания магнитных моментов ферромагнитных кластеров, равная 5,4 К; асимптотическая температура Нееля, равная минус 168 К; спонтанный атомный магнитный момент, который составил  $0,23 \mu_B/\text{ф.е.}$  Результаты исследования показали, что основным магнитным фазовым состоянием является состояние спинового стекла. Установлено, что состояние спинового стекла есть следствие фрустрации обменных связей ферромагнитных кластеров, внедренных в парамагнитную матрицу. Определена объемная часть образца, находящаяся в ферромагнитном состоянии, которая составила 6 %.

4. На основе монокристаллов халькогенида  $FeGa_2Se_4$  сформированы экраны электромагнитного излучения и исследованы их свойства.

## СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

[1–А] Оптические свойства монокристаллов  $In_2S_3$  и  $FeIn_2S_4$  со структурой шпинели / С.С. Леоновец, А.Н. Микита, В.И. Шейкин, А.И. Сенибабнов // Актуальные вопросы физики и техники: материалы III Республ. науч. конф. студентов, магистрантов и аспирантов, Гомель, 15 апреля 2015 г. / ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. – С. 66-69.

[2–А] Многокомпонентные магнитные полупроводники типа  $A^{II}B^{III}_2C^{VI}_4$  / В.С. Пладунова, С.С. Леоновец, А.Н. Микита, А.И. Сенибабнов, В.И. Шейкин // Компьютерное проектирование и технология производства электронных средств: материалы 51-й науч. конф. аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, Респ. Беларусь, 13 – 17 апреля 2015 г. / БГУИР. – Минск, 2015. – С. 210-212.

[3–А] Выращивание монокристаллов  $FeIn_2S_4$  методом Бриджмена-Стокбаргера / С.С. Леоновец, А.И. Сенибабнов, А.Н. Микита, В.И. Шейкин // Компьютерное проектирование и технология производства электронных средств: материалы 51-й науч. конф. аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, Респ. Беларусь, 13 – 17 апреля 2015 г. / БГУИР. – Минск, 2015. – С. 233-234.

[4–А] Шейкин, В.И. Выращивание и физико-химические свойства слоистых монокристаллов  $FeIn_2Se_4$  / А.Я. Микита, В.И. Шейкин, А.И. Сенибабнов // Компьютерное проектирование и технология производства электронных средств: материалы 51-й науч. конф. аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, Респ. Беларусь, 13 – 17 апреля 2015 г. / БГУИР. – Минск, 2015. – С. 235-236.

[5–А] Методы синтеза и выращивания кристаллов  $In_2S_3$  / А.И. Сенибабнов, С.С. Леоновец, А.И. Микита, В.И. Шейкин // Компьютерное проектирование и технология производства электронных средств: материалы 51-й науч. конф. аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, Респ. Беларусь, 13 – 17 апреля 2015 г. / БГУИР. – Минск, 2015. – С. 237-238.

[6–А] Шейкин, В.И. Физико-химические свойства монокристаллов  $In_2S_3$ ,  $FeIn_2Se_4$  и  $FeGa_2Se_4$  / А.Н. Микита, В.И. Шейкин, А.И. Сенибабнов // Современные проблемы радиотехники и телекоммуникаций «РТ - 2015»: материалы 11-й междунар. молодежной науч.-техн. конф., Севастополь, 16 – 20 ноября 2015 г. / Севастоп. гос. ун-т; под ред. А. А. Савочкина. – Севастополь: Изд-во СевГУ, 2015. – С. 198.

[7–А] Шейкин, В.И. Теплофизические свойства монокристаллов  $FeGa_2Se_4$  / В.И. Шейкин, А.И. Сенибабнов, А.Н. Микита // Современные проблемы радиотехники и телекоммуникаций «РТ - 2015»: материалы 11-й междунар. молодежной науч.-техн. конф., Севастополь, 16 – 20 ноября 2015 г. / Севастоп. гос. ун-т; под ред. А. А. Савочкина. – Севастополь: Изд-во СевГУ, 2015. – С. 203.

## РЭЗЮМЭ

Шэйкін Валянцін Іванавіч

Вырошчванне монакрышталяў  $FeGa_2Se_4$ ,

ўласцівасці і экраны электрамагнітнага выпраменьвання на іх аснове

**Ключавыя словы:** метада Брыджмена, монакрышталі, фізіка-хімічныя ўласцівасці, аптычныя, цеплафізічныя і магнітныя ўласцівасці.

**Мэта працы:** Мэтай дысертацыі з'яўляецца сінтэз і вырошчванне аднародных монакрышталяў  $FeGa_2Se_4$ , ўсталяванне заканамернасцяў змены фізічных і фізіка-хімічных уласцівасцяў ад спосабу атрымання, а таксама стварэнне экрану электрамагнітнага выпраменьвання на аснове названых монакрышталяў і даследаванне іх уласцівасцяў.

**Атрыманыя вынікі і іх навізна:** Распрацаваныя аптымальныя тэмпературныя рэжымы вырошчвання аптычна аднародных монакрышталяў халькагеніда  $FeGa_2Se_4$  дыяметрам  $\sim 14$  мм і даўжынёй  $\sim 50$  мм. Вызначаны іх склад, структура, параметры элементарнай ячэйкі, шчыльнасць, мікрацвёрдасць, тэмпература і характар плаўлення, параметры звыштонкіх узаемадзеянняў іёнаў жалеза. Дылатаметрычным метадам праведзены даследаванні цеплавога пашырэння ў інтэрвале тэмператур 80...600 К. Разлічаны тэрмадынамічныя параметры. Па спектрах прапускання ў інтэрвале тэмператур 20...300 К вызначана шырыня забароненай зоны. Даследаванні удзельнага магнітнага моманту ў інтэрвале тэмператур 4...310 К і магнітных палёў 0...14 Тл паказалі, што асноўным магнітным фазавым станам злучэння  $FeGa_2Se_4$  з'яўляецца стан спінавага шкла. На монакрышталях створаны экраны электрамагнітнага выпраменьвання і даследаваны іх ўласцівасці.

**Ступень выкарыстання:** атрыманыя ў рабоце вынікі ўкаранены ў навучальны працэс УА «БДУІР».

**Вобласць ужывання:** стварэнне новага пакалення прыладаў опта-, мікра- і нанаэлектронікі.

## РЕЗЮМЕ

Шейкин Валентин Иванович

Выращивание монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ ,

свойства и экраны электромагнитного излучения на их основе

**Ключевые слова:** метод Бриджмена, монокристаллы, физико-химические свойства, оптические, теплофизические и магнитные свойства.

**Цель работы:** Целью диссертации является синтез и выращивание однородных монокристаллов  $FeGa_2Se_4$ , установление закономерностей изменения физических и физико-химических свойств от способа получения, а также создание экранов электромагнитного излучения на основе указанных монокристаллов и исследование их свойств.

**Полученные результаты и их новизна:** Разработаны оптимальные температурные режимы выращивания оптически однородных монокристаллов халькогенидов  $FeGa_2Se_4$  диаметром  $\sim 14$  мм и длиной  $\sim 50$  мм. Определен их состав, структура, параметры элементарной ячейки, плотность, твердость, температура и характер плавления, параметры сверхтонких взаимодействий ионов железа. Дилатометрическим методом проведены исследования теплового расширения в интервале температур 80...600 К. Рассчитаны термодинамические параметры. По спектрам пропускания в интервале температур 20...300 К определена ширина запрещенной зоны. Исследования удельного магнитного момента в интервале температур 4...310 К и магнитных полей 0...14 Тл показали, что основным магнитным фазовым состоянием соединения  $FeGa_2Se_4$  является состояние спинового стекла. На монокристаллах созданы экраны электромагнитного излучения и исследованы их свойства.

**Степень использования:** полученные в работе результаты внедрены в учебный процесс УО «БГУИР».

**Область применения:** создание нового поколения устройств опто-, микро- и наноэлектроники.



## SUMMARY

**Shejkin Valentin Ivanovich**

### **Growth of $FeGa_2Se_4$ single crystals, properties and screens electromagnetic radiation on their basis**

**Keywords:** Bridgman method, single crystals, physico-chemical properties, optical, thermal and magnetic properties.

**Objective:** The aim of the thesis is the synthesis and growth of single crystals of uniform  $FeGa_2Se_4$ , establishing patterns of changes in the physical and physico-chemical properties of the preparation process as well as the creation of screens electromagnetic radiation on the basis of these single crystals and study of their properties.

**Results and their novelty:** The optimal temperature conditions of growing optically homogeneous single crystals chalcogenides  $FeGa_2Se_4$  diameter of about 14 mm and a length of about 50 mm. Determine their composition, structure, unit cell parameters, density, microhardness, temperature and melting behavior, the parameters of hyperfine interactions of iron ions. Dilatometric methods the thermal expansion in the temperature range 80...600 K. The thermodynamic parameters. Transmission spectra in the temperature range 20...300 K determined bandgap. Studies of specific magnetic moment in a temperature range of 4...310 K and magnetic fields 0...14 T showed that the main magnetic phase connection state  $FeGa_2Se_4$  is a spin glass. In single crystals create a screen of electromagnetic radiation and their properties are investigated.

**Efficiency:** The results of the work were introduced into education process in BSUIR.

**Field of application:** The creation of the new generation of devices opto-, micro- and nanoelectronics.