

ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ $\text{FeIn}_2\text{S}_2\text{Se}_2$ И ИХ КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
г. Минск, Республика Беларусь

Детков С. А., Досова А. П.

Боднарь И. В. – д-р хим. наук, профессор

Предложен метод выращивания монокристаллов $\text{FeIn}_2\text{S}_2\text{Se}_2$ из расплава. Представлены температурные режимы выращивания указанных монокристаллов. Определен их состав и структура.

В последние годы значительное внимание уделяется изучению магнитных полупроводников типа $\text{MB}^{\text{III}}_2\text{C}^{\text{VI}}_4$ (M – Mn, Fe), B^{III} – Ga, In, Al; C^{VI} – S, Se) [1 – 3]. Эти соединения, в частности FeIn_2S_4 и FeIn_2Se_4 , являются перспективными для создания на их основе лазеров, модуляторов света и других функциональных устройств, управляемых магнитным полем.

Монокристаллы $\text{FeIn}_2\text{S}_2\text{Se}_2$ выращивали методом Бриджмена (вертикальный вариант) из предварительно синтезированных поликристаллических слитков двухтемпературным методом. Элементарные компоненты (медь, индий, железо) чистотой > 99,999%, взятые в соотношениях, соответствующих составу соединения или твердого раствора, загружали в кварцевую лодочку длиной ~ 50 мм, которую располагали в одном конце кварцевой ампулы (длина ампулы ~ 280 мм, внутренний диаметр ~ 22 мм). В противоположном ее конце находилась сера, взятая с избытком от стехиометрии, необходимым для создания давления ее паров над расплавом ~ 2,0 атм. После откачки ампулы до остаточного давления ~ 10^{-3} Па ее отплавляли от вакуумной системы и располагали в горизонтальной двухзонной печи таким образом, чтобы лодочка с металлическими компонентами находилась в “горячей” зоне печи, а сера – в “холодной” зоне. Общее давление в ампуле определяется температурой “холодной” зоны, которую можно регулировать таким образом, что давление в ампуле не будет превышать допустимое. Температуру “горячей” зоны устанавливали ~1400 К. Температуру “холодной” зоны повышали со скоростью ~100 К/ч до 680 – 700 К и выдерживали в течение 2 ч (для протекания реакции между металлическими компонентами и парами серы). Для более полного протекания этой реакции температуру с такой же скоростью повышали до 950 К с повторной выдержкой в течение 1 ч. По истечении указанного времени проводили направленную кристаллизацию расплава температуры в зоне, где находились металлические компоненты до 800 К и печь отключали от сети.

Полученные слитки измельчали и перегружали в двойные кварцевые ампулы, из которых внутренняя ампула заканчивалась цилиндрическим капилляром, который обеспечивал формирование монокристаллической затравки. После вакуумирования внутренней ампулы ее помещали во вторую кварцевую ампулу большего диаметра, которую также вакуумировали. К наружной ампуле снизу приваривали кварцевый стержень, служивший держателем. Монокристаллы $\text{FeIn}_2\text{S}_2\text{Se}_2$ выращивали в вертикальной однозонной печи с заданным температурным градиентом. Температуру печи повышали со скоростью 250 К/ч до ~ 1380 К и для гомогенизации расплава, выдерживали при этой температуре 2 ч, после чего проводили направленную кристаллизацию расплава, понижая температуру печи со скоростью ~ 2 К/ч до полного затвердевания расплава. Для гомогенизации полученных слитков их отжигали при 1020 К в течение 350 ч. Выращенные в таких условиях монокристаллы $\text{FeIn}_2\text{S}_2\text{Se}_2$ имели диаметр ~ 16 мм и длину ~ 40 мм, были однородными и гомогенными, что было установлено методами микрорентгеноспектрального и рентгеновского анализов.

Состав полученных монокристаллов определяли с помощью микрозондового рентгеноспектрального анализа на установке «Самса – MBX 100». Результаты анализа показали, что содержание элементов в выращенных монокристаллах (Fe : In : S : Se = 14.25 : 28.47 : 28.38 : 28.90 ат.%) хорошо согласуется с заданным составом в исходной шихте (Fe : In : S : Se = 14.29 : 28.57 : 28.57 : 28.57 ат.%).

Структуру и параметры элементарной ячейки полученных кристаллов устанавливали рентгеновским методом. Дифрактограммы записывали на автоматически управляемом с помощью ЭВМ рентгеновском дифрактометре «ДРОН – 3 М» в $\text{CuK}\alpha$ – излучении с графитовым монохроматором. Образцы для рентгеновских измерений готовили путем растирания монокристаллов с последующим прессованием их в специальном держателе. Для снятия механических напряжений, возникающих при растирании кристаллов, проводили их отжиг в вакууме при 800 К в течение ~ 2 ч.

На всех снятых дифрактограммах присутствуют индексы отражений, характерные для гексагональной структуры. Параметры элементарной ячейки, рассчитанные методом наименьших квадратов, равны $a = 3.935 \pm 0.005 \text{ \AA}$, $c = 38.35 \pm 0.01 \text{ \AA}$.

Список использованных источников:

- [1] Torres T. Magnetic and structural characterization of the semiconductor FeIn_2S_4 / T. Torres, V. Sagredo, L. M. de Chalbaud, G. Attolini, F. Bolzoni // *Physica B*. 2006. – V. 384, № 1 – 2. – P. 100 – 1002.
- [2] Нифтиев Н. Н. Оптические свойства монокристаллов MnGa_2S_4 / Н. Н. Нифтиев, О. Б. Тагиев, А. Г. Рустамов // ФТП. – 1990. – Т. 24, № 5. – С. 758 – 760.
- [3] Боднарь И. В. Четверные твердые растворы $(\text{FeIn}_2\text{S}_4)_x(\text{MnIn}_2\text{S}_4)_{1-x}$ / И. В. Боднарь, В. Ю. Рудь, Ю. В. Рудь, Д. В. Ложкин // ФТП. – 2011. – Т. 45, № 7. – С. 941-946.