

ВЫРАЩИВАНИЕ, СТРУКТУРА И СПЕКТРЫ ПРОПУСКАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$

Фещенко А.А.

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

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

В докладе рассмотрена методика роста монокристалла $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ из предварительно синтезируемых двухтемпературным методом поликристаллических слитков. С помощью микронзондового рентгеноспектрального анализа был определен состав полученных монокристаллов, а также приведено сравнение с расчетными данными. Рентгеновскими исследованиями установлено, что соединение $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ кристаллизуется в структуру шпинели и определены параметры элементарной ячейки. Определена ширина запрещенной зоны при комнатной температуре.

Монокристаллы $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ предварительно получали двухтемпературным методом из элементарных компонентов чистотой > 99.999 %. Полученные поликристаллические слитки измельчали и перегружали в двойные кварцевые ампулы, из которых внутренняя ампула заканчивалась цилиндрическим капилляром, который обеспечивал формирование монокристаллической затравки. После вакуумирования ампул к наружной ампуле снизу приваривали кварцевый стержень, служивший держателем.

Выращивание монокристаллов проводили в вертикальной однозонной печи с заданным температурным градиентом. Температуру в 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 1000 К в течение ~ 400 ч. Выращенные в таких условиях монокристаллы $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ имели диаметр ~16 и длину ~ 40 мм.

Состав монокристаллов определяли методом микронзондового рентгеноспектрального анализа на установке "Самес-СХ100". Результаты микронзондового рентгеноспектрального анализа показали, что содержание элементов в выращенных монокристаллах удовлетворительно согласуется с заданным составом в исходной шихте (таблица 1).

Таблица 1 – Элементный состав $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$

	Ag		In		S	
	Расчетный	Эксперим.	Расчетный	Эксперим.	Расчетный	Эксперим.
$\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$	5,27	5,83	36,84	36,13	57,89	58,04

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 кристаллов с последующим прессованием их в специальном держателе. Для снятия механических напряжений, возникающих при растирании кристаллов, проводили их отжиг в вакууме при 650 К в течение ~2 ч.

Рентгеновскими исследованиями установлено, что на всех снятых дифрактограммах твердого раствора $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ присутствуют индексы отражений, характерные для кубической структуры шпинели (рисунок 1).

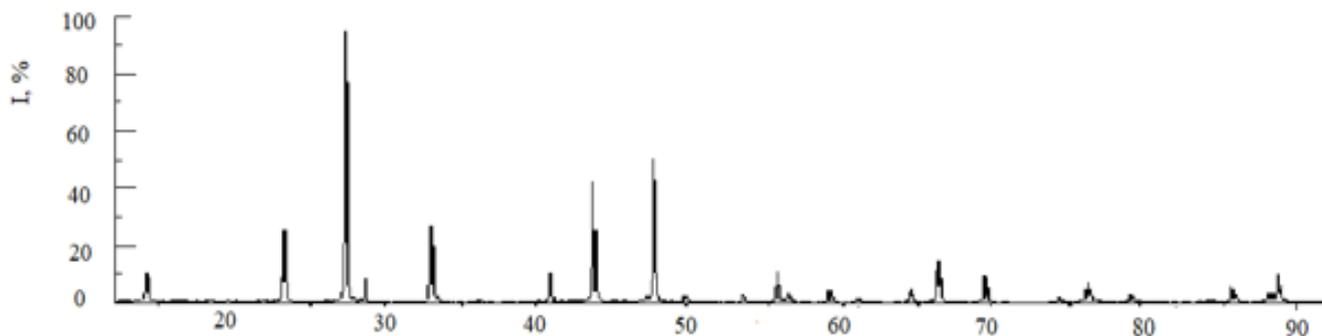


Рисунок 1 – Рентгенограмма монокристалла $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$

Разрешение высокоугловых линий на дифрактограмме свидетельствует о равновесности указанных соединений. Параметр элементарной ячейки, рассчитанный методом наименьших квадратов равен $a=10.802 \pm 0.005\text{\AA}$.

Спектров пропускания в области края собственного поглощения монокристаллов $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$ регистрировали на спектрофотометре "Proscan MC -121" при $T = 300\text{ K}$. По спектрам пропускания рассчитывали коэффициент поглощения по формуле 1, учитывающей многократное внутреннее отражение в плоскопараллельном образце.

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \left\{ \frac{(1-R)^2}{2T} + \sqrt{\left[\frac{(1-R)^2}{2T} \right]^2 + R^2} \right\}, \quad (1)$$

Ширину запрещенной зоны определяли путем экстраполяции прямолинейного участков зависимости $(\alpha \cdot \hbar\omega)^2$ до пересечения с осью абсцисс (рисунок 2). Ширина запрещенной зоны для указанного монокристалла равна $E_g = 1,88\text{ eV}$.

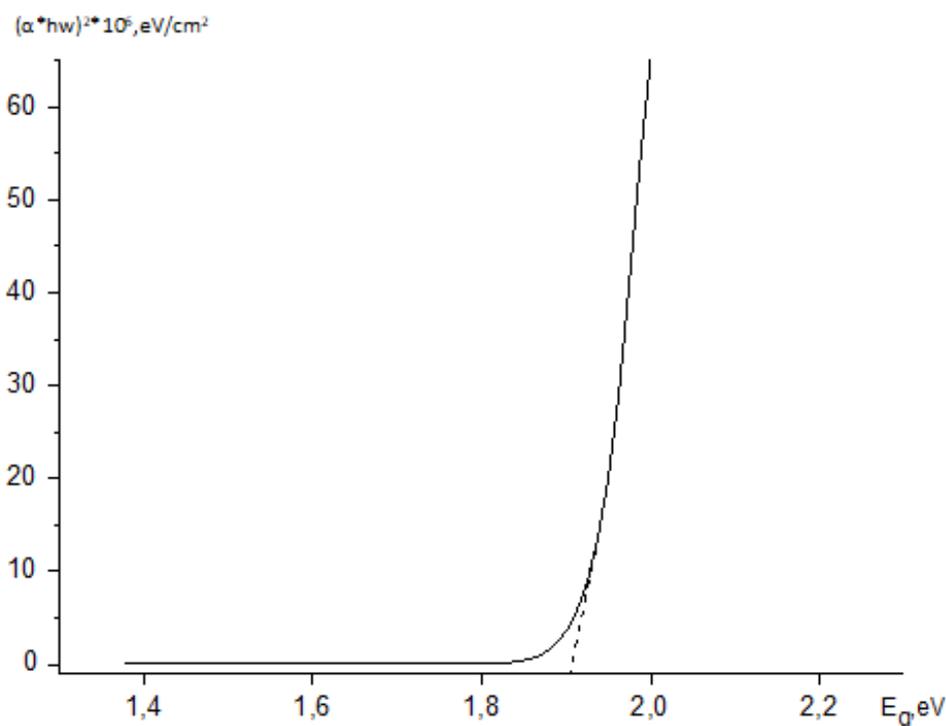


Рисунок 2 – Спектральная зависимость $(\alpha \cdot \hbar\omega)^2$ от энергии фотона $\hbar\omega$ монокристалла $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$

В результате исследований, методом Бриджмена, были выращены монокристаллы соединения $\text{AgIn}_7\text{S}_{11}$. С помощью микрорентгеноспектрального анализа был определён состав полученного образца, установлено, что данные удовлетворительно согласуется с заданным составом в исходной шихте. Рентгеноструктурный анализ показал, что полученное соединение кристаллизуется в кубическую структуру шпинели, а параметры элементарной ячейки составляют $a=10.802 \pm 0.005\text{\AA}$. Была определена ширины запрещенной зоны, которая равна $E_g = 1,88\text{ eV}$.