

KİMYA

УДК 546.661.682.24

ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃

Г.А.ГУСЕЙНОВА, З.И.ИСМАИЛОВ
Бакинский Государственный Университет
zakir.51@mail.ru

Соединения β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃ получены прямым ампульным методом из элементов (Te, Eu, In). Монокристаллы соединения были получены посредством газотранспортной реакции. Йод был использован в качестве переносчика. Вес образца составлял 2-4 г, а объем переносчика 2,6 г/см³. Взятие йода в меньших количествах бывает неэффективным. Было выбрано оптимальное условие получения монокристалла β -EuIn₂Te₄. Рентгенографическое исследование показало, что β -EuIn₂Te₄ кристаллизуется в ромбической сингонии, где элементарные параметры ячейки составляют $a = 11,72 \text{ \AA}$, $b = 11,36 \text{ \AA}$, $c = 6,92 \text{ \AA}$.

Ключевые слова: монокристалл, ампула, односекционная печь.

В промышленности и исследовательских лабораториях кристаллы выращивают из паров, растворов, расплавов, из твердой фазы и другими способами, например, синтезируют путем химических реакций, при высоких давлениях, осуществляют электролитическую кристаллизацию, кристаллизацию из гелей и др. Основными методами получения совершенных кристаллов большого диаметра являются методы выращивания из расплава, из растворов и из паровой (газовой) фазы.

Соединения β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃ получены прямым ампульным методом из элементов (1). Ампулы для синтеза из элементов толстостенного кварца подвергали травлению, а затем отжигали при 6000К в вакуумной печи. Синтез осуществляли в односекционных печах при 1100 ОК для β -EuIn₂Te₄ и при 1000 ОК для EuInTe₃. Расплавы выдерживали при этих температурах в течение 5 ч, подвергая интенсивному перемешиванию, а затем температуру медленно опускали до 600 ОК. Для гомогенизации сплавы отжигали при указанных температурах в течение 240 ч. Однофазность и однородность полученных поликристаллов соединений

β -EuIn₂Te₄ (темно-фиолетового цвета) и EuInTe₃ (черно-фиолетового цвета) контролировали методами дифференциально-термического (ДТА), рентгенофазового (РФА) анализов.

Методом химических транспортных реакций выращены монокристаллы соединений β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃. Установлен оптимальный режим роста монокристаллов ($T_1=1050, T_2=980, c_1=5$). Рентгенографическое исследование показало, что β -EuIn₂Te₄ кристаллизуется в ромбической сингонии с параметрами элементарной ячейки $a=11,72 \text{ \AA}$, $b=11,36 \text{ \AA}$, $c=6,92 \text{ \AA}$.

Для исследования рентгеноструктурных и физико-химических свойств из предварительно синтезированных поликристаллических теллуридов были выращены монокристаллы методом химических газотранспортных реакций (ХТР).

Установлено, что при транспортировке этих соединений происходят некоторые физико-химические процессы (2,3).

Как известно, в основе метода химических газотранспортных реакций лежит гетерогенная химическая реакция, при которой взаимодействие веществ в твердом и в жидком состояниях происходит по обратной реакции с каким-либо газообразным веществом.

При ХТР только газообразные малоустойчивые составы, которые при переносе в другую часть контейнера при измерении условий равновесия разлагаются с выделением монокристаллов исследуемого соединения.

Для получения монокристаллов соединений β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃ использовали кварцевый контейнер длиной 160мм и диаметром 16-20 мм и электронагревательные системы. Приготовленные ампулы очищались хромовой смесью и промывались дистиллированной водой. Навеска вещества составляла 2-4 г, концентрация йода транспортера 2,6 г/см³. Установлено, что меньшие концентрации йода малоэффективны.

Оптимальный режим для получения монокристаллов β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃ установили по результатам термического исследования поликристаллических образцов. Оптимальный режим, выбранный в результате многочисленных опытов, приведены в таблице.

Таблица

Режим выращивания монокристаллов соединений β -EuIn₂Te₄ и EuInTe₃

Соединение	Температура зон, К		Концентрация йода, мг/см ³	Время роста, ч	Размеры монокристаллов, мм
	T ₁	T ₂			
β -EuIn ₂ Te ₄	1050	980	5	80	1,5x 1,0x0,6
EuInTe ₃	1070	1050	2,6	100	1,0x1,0x0,2

ЛИТЕРАТУРА

1. Алиев О.М., Гусейнова Г.А. Фазовые равновесия в системах Eu и Yb. Неорг. материалы 1985, т.21, №9, с.1476-1478.
2. Алиев О.М., Курбанов Т.Х., и др. Получение халькогаллатов и халькоиндатов Eu и H. Изв.АН СССР.Неорганич.материалы.1976, т.12., №11, с.1946.
3. Шефер.Г. Химические транспортные реакции. М. Мир, 1961, с. 194.

β -EuIn₂Te₄ və EuInTe₃ BİRLƏŞMƏLƏRİNİN MONOKRİSTALLARININ ALINMASI

H.Ə HÜSEYNOVA, Z.İ.İSMAYILOV

XULASƏ

β -EuIn₂Te₄ və EuInTe₃ birləşmələri birbaşa ampula metodu ilə elementlərindən (Te, Eu, In) sintez edilmişdir. Alınan birləşmələrin kimyəvi qazdaşıyıcı reaksiya vasitəsilə monokristalları alınmışdır. Daşıyıcı kimi yoddan istifadə edilmişdir. Nümunənin miqdarı 2-4q, daşıyıcının miqdarı isə 2,6q/sm³ götürülmüşdür. Yodun az miqdarda götürülməsi effektivdir. β -EuIn₂Te₄ monokristallarının alınması üçün optimal şərait seçilmişdir. Rentgenoqrafik tədqiqatlar göstərir ki, β -EuIn₂Te₄ elementar qəfəs parametrləri olan $a=11,72 \text{ \AA}$, $b=11,36 \text{ \AA}$, $c=6,92 \text{ \AA}$ rombik sinqoniyada kristallaşır.

Açar sözlər: monokristal, ampula, birseksiyalı soba.

SINGLE-CRYSTALS OF EuIn₂Te₄ β and EuInTe₃ COMPOUNDS

H.A.HUSEYNOVA, Z.I.ISMAYILOV

SUMMARY

Single crystals of β -EuIn₂Te₄ and EuInTe₃ compounds have been received by the method of chemical transport reactions. The optimal growth of the single crystals ($T_1=1050 \text{ K}$ $T_2=980 \text{ K}$, $c_1 = 5$) is set. The X-ray analysis showed that β -EuIn₂Te₄ crystallizes in the orthorhombic system with the cell parameters of $a=11,72 \text{ \AA}$, $b=11,36 \text{ \AA}$, $c=6,92 \text{ \AA}$.

Key words: monocrystals, ampoule, furnace section.

Поступила в редакцию: 25.12.2012 г.

Подписано к печати: 14.02.2013 г.