

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ



Национальный исследовательский
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ФИЗИКА ТВЕРДОГО ТЕЛА

**Сборник материалов
XVI Российской научной
студенческой конференции**

Томск, 17–20 апреля 2018 г.



ТОМСК
«Издательство НТЛ»
2018

Синтез поликристаллического CdSiP_2 в градиентном температурном поле*

А.С. Курасова

Томский государственный университет, г. Томск

В последнее время ведется работа по совершенствованию ростовой технологии получения кристаллов CdSiP_2 , при этом качество кристаллов, выращиваемых различными научными группами, существенно различается [1–2]. Целью настоящей работы являлась разработка технологии синтеза кристаллов CdSiP_2 как важного этапа разработки технологии получения объемных монокристаллов. Для достижения указанной цели решалась задача выбора температурно-временных режимов синтеза путем проведения серии технологических экспериментов и исследований состава и структуры, полученных в ходе синтеза поликристаллов CdSiP_2 .

Разработанная методика синтеза CdSiP_2 включала следующие основные операции. Сначала готовилась загрузка исходных компонентов высокой чистоты, взятых в стехиометрическом соотношении. Пластина монокристаллического кремния обрабатывалась в толуоле, а затем травилась в растворе $\text{HNO}_3:\text{HF}:\text{CH}_3\text{COOH}$. Затем кремний механически измельчался до размера частиц 10–100 мкм. Кадмий травил в смеси $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}$, приготовленной в соотношении 1:6. Красный фосфор (ОСЧ) также измельчался до размера кусочков около 1 см. Общая масса загрузки составляла около 25 г. Реакционная кварцевая ампула вакуумировалась до остаточного давления 10^{-3} мм рт.ст. и помещалась в ампулу большего диаметра, которая не откачивалась для создания противодавления. Синтез проводился в горизонтальной печи, установленной под углом 8° .

В результате предварительных экспериментов и оптимизации температурно-временных режимов была разработана следующая методика синтеза CdSiP_2 . Во избежание разгерметизации кварцевой ампулы, вызванной избыточным давлением паров Р, и эффективного синтеза соединения CdSiP_2 использовался специальный профиль температуры в печи (рис. 1). Начало ампулы находилось на 23-м см печи, хвост ампулы – на 65-м см. Проводился поэтапный нагрев реакционной зоны: до температуры 1080°C – за 2,7 ч, затем до температуры синтеза ($1175\text{--}1185^\circ\text{C}$) – за 1,3 ч. Общее время нагрева до температуры синтеза не превышало 4 ч. Описанный процесс позволял получить 25 г поликристаллического CdSiP_2 (рис. 2), то есть выход синтезированного продукта составлял около 100 %.

* Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-42-700275 р_сибирь.

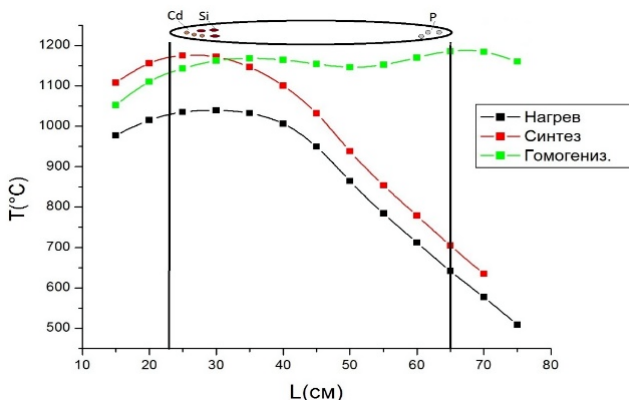


Рис. 1. Температурный профиль в печи при различных режимах, используемых в процессе синтеза

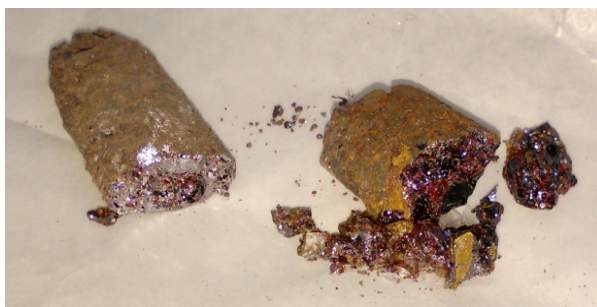


Рис. 2. Синтезированный поликристаллический CdSiP_2

Для подтверждения фазового состава синтезированного материала проводился рентгенофазовый анализ на дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu, Япония). Как видно на рис. 3, полученная дифрактограмма с хорошей точностью совпадает с эталонной для CdSiP_2 (по данным [3]). Из проведенных измерений можно сделать вывод, что в результате синтеза получен однофазный поликристаллический продукт состава CdSiP_2 .

Для подтверждения фазового состава синтезированного материала проводился рентгенофазовый анализ на дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu, Япония). Как видно на рис. 3, полученная дифрактограмма с хорошей точностью совпадает с эталонной для CdSiP_2 (по данным [3]). Из проведенных измерений можно сделать вывод, что в результате синтеза получен однофазный поликристаллический продукт состава CdSiP_2 .

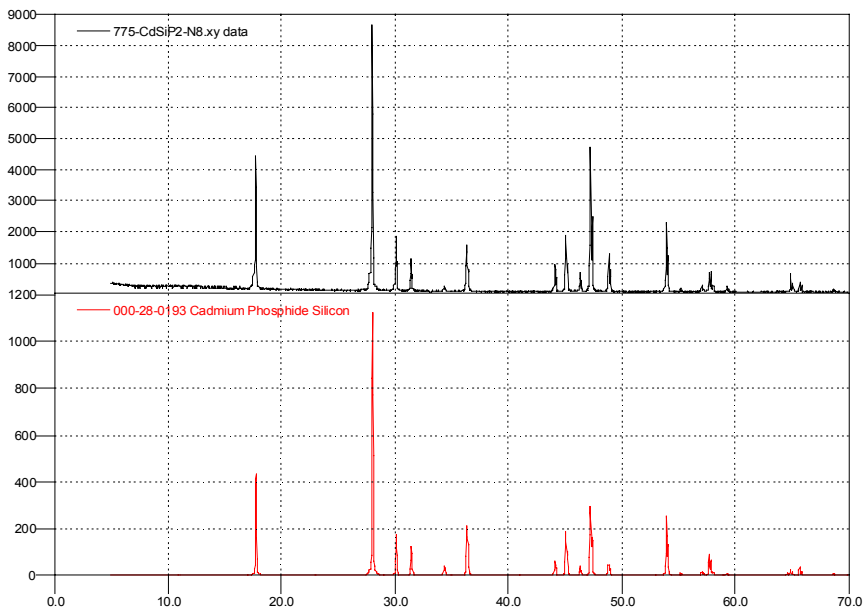


Рис. 3. Дифрактограмма синтезированного CdSiP_2

Таким образом, найдены температурно-временные условия, обеспечивающие безопасное протекание реакции синтеза соединения CdSiP_2 из исходных компонентов. При этом процесс синтеза занимает существенно меньше времени, чем в ранее предложенных технологиях (30 ч и 2–3 сут соответственно) [1, 2].

ЛИТЕРАТУРА

1. Zawilski K.T., Schunneman P.G., Pollak T.C., et al. // J. Cryst. Growth. – 2010. – V. 312. – P. 1127–1132.
2. Fan L., Zhu S., Zhao B., et al. // J. Cryst. Growth. – 2012. – V. 338. – P. 228–231.
3. Powder Diffraction File, release 2010, International Centre for Diffraction Data, Pennsylvania, USA.

Курасова А.С. Synthesis of polycrystalline CdSiP_2 in a gradient temperature field

Курасова Анна Сергеевна, студентка; anyutakurasova@mail.ru