

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОЕ И ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СИСТЕМЫ GaSb-FeGa_{1,3} <Co>

Р.Н. РАГИМОВ

*Институт Физики им. академика Г.М. Абдуллаева НАН Азербайджана,
пр. Г.Джавида 33, Баку. AZ-1143, Азербайджан
Fax: (994 12) 4470456; E-mail: rashad@physics.ab.az*

Röntgenoqrafik və elektron mikroqrafik analizlər əsasında kobalt atomları ilə aşqarlanmış GaSb-FeGa_{1,3} evtektik kompozitin mükəmməlliyi göstərilmişdir. GaSb-FeGa_{1,3} <Co> kompozitində qoşmaların sıxlığı legirlənməmiş kompozitə nisbətən iki dəfə artır.

Рентгенографическим и электронно-микроскопическим анализами установлено совершенство эвтектического композита GaSb-FeGa_{1,3}, легированного атомами кобальта. Плотность металлических включений в GaSb-FeGa_{1,3} <Co> увеличивается примерно в два раза по сравнению с нелегированным композитом.

X-ray diffraction and electron micrographic analyses showed that GaSb-FeGa_{1,3} eutectic composites doped with 0.1% Co atoms are perfective. The density of inclusion in GaSb-FeGa_{1,3} <Co> composites increased about two times than undoped samples.

1. ВВЕДЕНИЕ

Известно, что направленная кристаллизация соединений элементов III-V группы при определенных концентрациях 3d-переходных элементов приводит к образованию эвтектических композитов [1, 2]. В настоящее время эти композиты нашли широкое применение в области создания гальвано-термоманитных и тензотрических преобразователей [3, 4]. Наши предыдущие работы [2, 4] были посвящены получению и исследованию физических свойств эвтектической композиции GaSb-FeGa_{1,3}. Была показана перспективность использования этого композита в тензотриции. Кроме того, такие эвтектические композиты вызывают большой интерес с точки зрения возможности управления их параметрами при изменении плотности и размеров металлических включений. Это можно достичь в условиях микрогравитации, центрифугированием, легированием различными примесями при кристаллизации [5, 6].

Необходимо отметить, что при создании чувствительных элементов на основе таких композитов одним из важных аспектов является совершенство кристаллов. Настоящая работа посвящена микроструктурным и рентгеноструктурным исследованиям эвтектического композита GaSb-FeGa_{1,3}, легированного атомами кобальта.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Эвтектический композит GaSb-FeGa_{1,3}, легированный 0,1% Co, выращивался методом Бриджмена, подробно описанным в работах [1, 2]. Скорость передвижения фронта кристаллизации была 1мм/мин. Температура затвердевания эвтектического композита - 968±2К. Благодаря этому методу металлические включения равномерно и ориентированно распределяются в направлении кристаллизации в матрице GaSb. Во избежание вибрации, могущей привести к нарушению кристаллизации, ампула была неподвижна, а передвижение фронта кристаллизации осуществлялось подъемом печи. Фазовая граница «твердое тело-жидкость» была плоской и располагалась по всему

сечению слитка перпендикулярно направлению протяжки. Однако, как отмечено в работе [1], при добавлении в GaSb железа после кристаллизации наряду с эвтектической фазой GaSb-FeGa_{1,3} на конце слитка образуются и железосодержащие фазы. Поэтому при изготовлении образцов использовались 2/3 начальной части синтезированного слитка. Отметим, что слиток имел слабый светло-серый цвет и не реагировал с HCl, как и GaSb.

Рентгеноструктурные исследования выполнялись на рентгеновском дифрактометре (XRD) с использованием CuK α -излучения. Изучение микроструктуры и определение состава эвтектического композита осуществлялось с помощью высокоразрешающего сканирующего электронного микроскопа SEM, model PhilipsTM с приставкой рентгеновского спектрометра EDX, model EDAXTM. Ускоряющее напряжение при EDX анализе было 15kV. Образцы были вырезаны в двух направлениях: параллельно и перпендикулярно направлению кристаллизации слитка.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис.1 представлены электронная микрография и результаты рентгеноспектрального анализа для композитов GaSb-FeGa_{1,3} и GaSb-FeGa_{1,3}<Co>. В обоих случаях матрица содержит Sb около 58 вес.% и Ga около 42 вес.%, а металлическая фаза состоит: в первом случае из железа-32,2 вес.%, галлия 62,2 вес.%, сурьмы 5,6 вес.%, а во втором случае - из железа 32,21 вес.%, галлия 61,80 вес.%, сурьмы - 3,43 вес.% и кобальта - 2,56 вес.%. Введенные в эвтектический композит GaSb-FeGa_{1,3} атомы Co заменяют атомы сурьмы и они, в основном, аккумулированы в металлических включениях. Как видно из рисунка 1(d) на границе между матрицей и включением обнаружено около 52,13 вес.% сурьмы, 42,59 вес.% галлия и 5,28 вес.% железа. В работе [7] EDX анализом нелегированного композита GaSb-FeGa_{1,3} показано наличие между матрицей и металлическими включениями межфазной зоны, которая состоит из Sb-32,99 вес.%, Ga- 50,56 вес.%, Fe-16,45 вес.%.

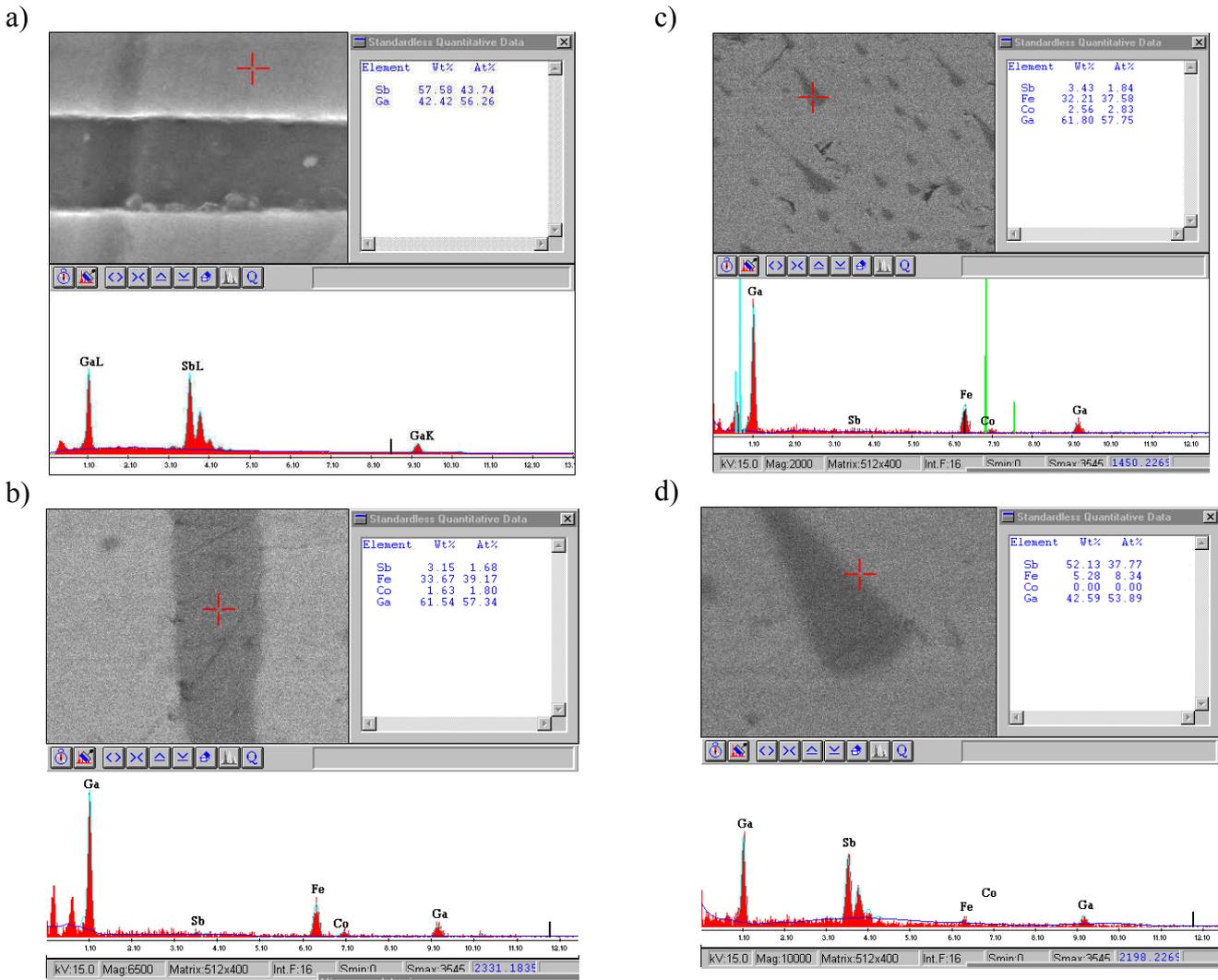


Рис. 1. Электронная микрография и рентгеноспектральный анализ эвтектического композита GaSb-FeGa_{1.3}<Co>; матрицы (а), включений при поперечном (б) и продольном срезах (с) и на границы матрица – включение (д).

Поперечные срезы, перпендикулярные направлению кристаллизации слитка, содержат ланцообразные включения, а при продольном срезе металлические включения имеют гвоздеобразные формы. Эти включения благодаря выбранной технологии синтеза композита ориентированы параллельно друг другу. Их длина в два раза короче (20÷50μм) по сравнению с включениями в нелегированном композите (20÷150μм). Плотность металлических включений в случае композита GaSb-FeGa_{1.3} - 3,3x10⁵ мм⁻³, а в случае GaSb-FeGa_{1.3}<Co> - 6x10⁵ мм⁻³.

На рис.2 приведена рентгенограмма эвтектического композита GaSb-FeGa_{1.3}<Co>. Запись проводилась в области углов 2θ=20÷80град. Значения межплоскостных расстояний, определенные по формуле Вульфа – Брэгга, представлены в таблице.

Из рисунка видно, что наиболее сильные интерференционные линии, соответствуют углам 25,13; 41,78; 44; 44,52; 49,43 град., а слабые линии - 29; 36,16; 60,59; 66,70; 76,43 град.

Расчеты показывают (таблица), что интерференционные линии - углы 25,13; 29; 41,78; 49,43; 60,59; 76,43 град. соответствуют плоскостям (111), (200), (220), (311) (400) и (422) для антимонида галлия

(кубическая решетка) [8], остальные линии - другим фазам.

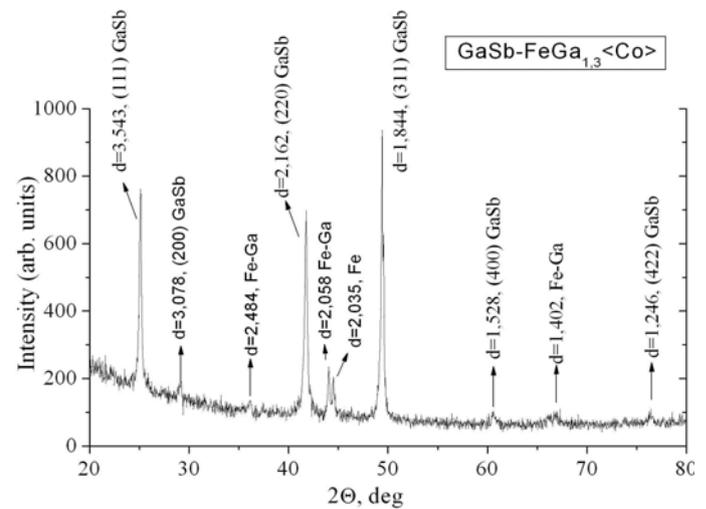


Рис.2. Дифрактограмма композита GaSb-FeGa_{1.3}<Co>.

Отметим, что система Fe-Ga изучена в литературе недостаточно. В последние годы в работах [9-11] для соединения FeGa₃ исследованы зонная структура и термоэлектрические свойства. Авторы [9] провели также и рентгеноструктурные и рентгеноспектральные анализы соединения FeGa₃ и показали, что образцы однофазные. В таблице для сравнения приведены наши данные и взятые из работы [9]. Как видно слабые интерференционные линии, соответствующие углам

36,16; 44; 66,70; 44,52 град. на рис.2 близки к интерференционным линиям для системы Fe-Ga.

Четкость пиков на дифрактограмме, а также параллельность ориентированных металлических включений указывают на совершенство исследуемого эвтектического композита GaSb-FeGa_{1,3} легированными атомами Со.

Автор выражает благодарность к.ф.м.н К.Г. Гусейнову и к.г.м.н. А.Дж. Халилову за обсуждение полученных результатов.

Таблица.

2θ degree	I, %	d, Å	hkl	о а, Å	2θ degree Fe-Ga [*]	о d, Å	I, %
25.13	68	3.543	111	6.137, GaSb	24,5	3,63	12
29	8	3.078	200	6.157, GaSb	32	2.796	14.8
36.16	6	2.48		Fe-Ga	34.5	2.599	22.2
41.78	67	2.162	220	6.115, GaSb	40	2.254	26
44	18	2.058		Fe-Ga	43	2.103	100
44.515	13	2.035	110	2.88, Fe-Ga	46	1.973	40.7
49.43	100	1.844	311	6.114, GaSb	50	1.824	7.4
60.59	6	1.528	400	6.112, GaSb	57	1.615	14.8
66.7	4	1.402		Fe-Ga	67	1.397	7.4
76.43	6	1.246	422	6.104, GaSb	76.5	1.245	14.8

[*] – данные для FeGa₃ взято из работ [9]

[1]. *A.Müller, M.Wilhem, Uber Den Gerichteten Einbau von Schwermetallphasen in A³B⁵-verbindungen (die eutektika GaSb-CrSb, GaSb-FeGa_{1,3}, GaSb-CoGa_{1,3}, InAs-CrAs, und InAs-FeAs). // J.Phys.Chem.Solids, 1965, v.26, no12, p.2029-2035.*

[2]. *M.I.Aliyev, A.A.Khalilova, D.H.Arasly, R.N.Rahimov, M.Tanoglu, L.Ozyuzer, Features of electron and phonon processes in GaSb-FeSb_{1,3}. // J.Phys.D: Appl. Phys. 2003, v.36, p.2627-2633*

[3]. *Р.Н. Рагимов, И.Х. Мамедов, Д.Г. Араслы, А.А. Халилова, Р.М. Джаббаров, Детектор теплового излучения на основе эвтектики InSb-FeSb. // Прикладная физика, 2006, №5, с.86-89.*

[4]. *M.I. Aliyev, A.A. Khalilova, D.H. Arasly, R.N. Rahimov, M. Tanoglu, L. Ozyuzer Strain gauges of GaSb-FeGa_{1,3} eutectic composites // Appl.Phys.:A, 2004, 79, no 8, 2075-2079.*

[5]. *W.R.Wilcox, L.L.Regel Convection and segregation during vertical Bridgman growth with centrifugation. // Acta Astronautica 1996, 38, 511-516.*

[6]. *M.I. Aliyev, A.A. Khalilova, D.H. Arasly, R.N. Rahimov, M. Tanoglu, L. Ozyuzer The microstructure and strain characteristics of GaSb-FeGa_{1,3} doped with Co atoms. // Fizika, 2007, №1-2, s.337-339.*

[7]. *M.I. Əliyev, D.H. Arasly, R.N. Rəhimov, A.Ə. Xəlilova InSb-MnSb və GaSb-FeGa evtektik kompozitin elektrik keçiriciliyində fazalar arası zonaların təsiri. // Fizika, 2007, c13, s8-11.*

[8]. *Л. Муркин Справочник по рентгеноструктурному анализу кристаллов. М. ГИТТЛ, 1965.; Минералы (справочник) т.1. ред. Ф.В. Чухров., Изд. АН СССР, М-1960.*

[9]. *Y. Amagai, A. Yamamoto, C.H. Lee Thermoelectric properties of intermetallic compounds: FeGa₃ and RuGa₃. / Materials Research Society, Symp.Proc., 2004, v.793, S8.38.1- S8.38.6.*

[10]. *C.S. Lue, W.J. Lai, Y.K. Kuo Electrical and thermoelectric properties of the intermetallic FeGa₃ // Journal of Alloys and Compounds, 2005, v.392, no1-2, p.72-75.*

[11]. *Y. Imai, A. Watanabe, Electronic structures of semiconducting FeGa₃, RuGa₃, OsGa₃, and RuIn₃ with the CoGa₃- or the FeGa₃-type structure. // Intermetallics 2006, v.14, no7, p.722-728.*