

## ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ БОРАТА ЖЕЛЕЗА

Д.А. Винник, Л.С. Машковцева, Д.М. Галимов, В.В. Дьячук

## GROWING OF IRON BORATE SINGLE CRYSTALS

D.A. Vinnik, L.S. Mashkovtseva, D.M. Galimov, V.V. Dyachuk

Синтезированы кристаллы бората железа. Проведены исследования поверхности на электронном микроскопе и структуры методом порошковой дифрактометрии.

*Ключевые слова:* борат железа, выращивание из расплава, монокристаллы.

Single crystals of iron borate are synthesized. Investigations of their surface by SEM and structure by XRD are carried out.

*Keywords:* iron borate, flux growth, single crystals.

### Введение

Борат железа на сегодняшний день является одним из наиболее интересных и привлекательных с научной точки зрения материалов. С одной стороны, его слабые ферромагнитные свойства в купе с низкой температурой Нееля делают его удобным объектом для изучения магнитных свойств [1–6], с другой – достаточно низкая стоимость и распространенность веществ, входящих в состав исходной шихты, позволяют говорить о его потенциальной широкой применимости в создании различных магнитооптических устройств [4]. Тенденции в развитии магнитной микроэлектроники подталкивают ученых к изучению поверхностных магнитных явлений [7].

Впервые монокристаллы бората железа  $\text{FeBO}_3$  были получены и исследованы в 60-х гг. прошлого века [8, 9]. Соединение  $\text{FeBO}_3$  является слабым ферромагнетиком с температурой Нееля  $T_N \approx 348 \text{ K}$ . При этом, оно сочетает в себе

такие свойства, как магнитное упорядочивание при комнатной температуре и прозрачность в видимой области [4]. Кристалл  $\text{FeBO}_3$  имеет ромбоэдрическую структуру кальцита и принадлежит к пространственной группе симметрии  $R\bar{3}c (D_{3d}^6)$  [3, 10–12]. Получают данные монокристаллы методом спонтанной кристаллизации из раствора.

### Экспериментальная часть

Для синтеза монокристаллов бората железа были использованы оксиды железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , бора  $\text{V}_2\text{O}_3$  и свинца  $\text{PbO}$ . Кристаллы были получены методом спонтанной кристаллизации из раствора в системе  $\text{PbO}-\text{V}_2\text{O}_3$ . Выращивание проводилось на воздухе в резистивной печи в платиновых тиглях объемом 30 мл. Регулирование температуры осуществляли с помощью прецизионного ПИД-регулятора. Для измерения температуры использо-



а)



б)

Рис. 1. Снимки поверхности кристалла бората железа, сделанные с увеличением: а –  $\times 1$ , б –  $\times 5$

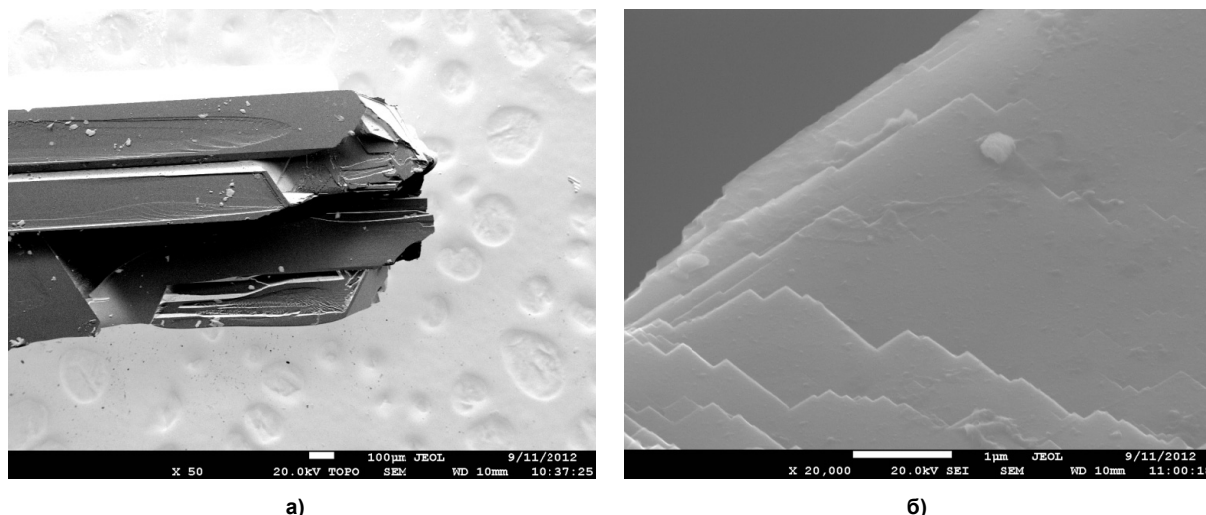


Рис. 2. Снимки поверхности кристалла бората железа, сделанные с увеличением: а –  $\times 50$ , б –  $\times 20\,000$

вали термопару ПР-30/6. Общий вес шихты составлял 20 г. Для гомогенизации раствора ростовую систему выдерживали при температуре  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 2 часов, после чего включали охлаждение со скоростью  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$ . Полученные образцы отделяли от растворителя кипячением в азотной кислоте.

В результате двух серий экспериментов с соотношениями «кристалл – раствор» 1:1 и 1:2,5 были получены темные непрозрачные кристаллы. В первом случае кристаллы достигали размеров 0,5 мм. Это можно объяснить недостаточно высокой начальной температурой, что не обеспечивало эффективного перемешивание питающего раствора при данном содержании оксида бора. В результате второй серии экспериментов были получены кристаллы в виде пластинок толщиной 0,1–0,2 мм, длиной до 20 мм. Концентрация  $\text{FeBO}_3$  в растворе составляла 30 мол. %. На рис. 1 приведены фотографии, сделанные с помощью оптического микроскопа Nikon с различным увеличением.

Снимки поверхностей образцов, сделанные с помощью электронного микроскопа Jeol JSM7001F, приведены на рис. 2. Дефектность структуры, обусловленная захватом растворителя между растущими вдоль базисной плоскости пластинами, объясняется высокими скоростями роста кристаллов. Структура полученных кристаллов была проанализирована дифрактометром ДРОН-3М и с базой данных ICSD. Исследование, проведенное в диапазоне углов  $2\theta$  от  $15$  до  $90^{\circ}$ , подтвердило, что полученные кристаллы являются боратами железа  $\text{FeBO}_3$ .

#### Заключение

Для успешного синтеза бората железа при относительно невысоких температурах (до  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) при выращивании из раствора оптимальным является смещение соотношения компонен-

тов растворителя системы  $\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3$  в сторону менее вязкого оксида свинца. При выращивании на затравку данный состав растворителя также создаст лучшее перемешивание питающего раствора и тем самым обеспечит лучшее качество кристаллов.

#### Литература

1. Соколов, Б.Ю. Влияние неоднородных механических напряжений на доменную структуру бората железа / Б.Ю. Соколов // *Физика твердого тела*. – 2005. – Т. 47. – Вып. 6. – С. 1644–1650.
2. Фотоманнитные явления в слабом ферромагнитном борате железа / М.З Шарипов, Б.Ю. Соколов, Д.Э. Хайнитов и др. // *Фазовые переходы, упорядоченные состояния и новые материалы*. – 2012. – № 1. – С. 25–28.
3. Transformation of the Magnetic Structure of  $\text{FeBO}_3$  under High Pressures / V.P. Glazkov, S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko et al. // *JETP Letters*. – 2002. – Vol. 76, No. 4. – P. 215–217.
4. Sokolov, B.Yu. Effect of Low-Symmetry Mechanical Stresses on the Magnetic Properties of Iron Borate / B.Yu. Sokolov // *Technical Physics*. – 2006. – Vol. 51, No. 5. – P. 589–594.
5. Намагничивание аксиально-напряженного монокристалла бората железа / М.Б. Стругацкий, С.В. Ягунов, И.А. Наухацкий, Н.С. Непевная // *Ученые записки Таврического национального университета им. В.И. Вернадского. Серия «Физика»*. – 2007. – Т. 20 (59), № 1. – С. 74–77.
6. Glazkov, V.P. Pressure-induced changes in magnetic structure of  $\text{FeBO}_3$  / V.P. Glazkov, S.E. Kichanov, D.P. Kozlenko et al. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2003. – March. – P. 543–544.
7. Ader, J.-P. On the theory of surface magnetic first-order phase transition / J.-P. Ader, A.I. Buzdin // *Physics Letters A*. – 2003. – Is. 3–4. – P. 360–366.
8. Bernal, I. New transition metal borates with the

---

*calcite structure / I. Bernal, C.W. Struck, J.G. White // Acta Crystallographica. – 1963. – Vol. 16, No. 8. – P. 849–850.*

9. *White, J.G. Fe<sub>3</sub>BO<sub>6</sub>, a borate isostructural with the mineral norbergite / J.G. White, A. Miller, R.E. Nielsen // Acta Crystallographica. – 1965. – Vol. 19, No. 6. – P. 1060–1061.*

10. *Болотин, Д.Д. Сравнительный анализ кристалломагнитной структуры бората железа и гематита / Д.Д. Болотин, Е.М. Максимова, М.Б. Стругацкий // Ученые записки Таврического национального университета им. В.И. Вернадско-*

*го. Серия «Физико-математические науки». – 2010. – Т. 23 (62), № 3. – С. 149–155.*

11. *Транспортные и оптические свойства бората железа при высоких давлениях / И.А.Троян, М.И. Еремец, А.Г. Гаврилюк и др. // Письма в ЖЭТФ. – Т. 78. – Вып. 1. – С. 16–20.*

12. *Максимова, Е.М. Рентгеноструктурное исследование легированных кристаллов бората железа / Е.М. Максимова // Ученые записки Таврического национального университета им. В.И. Вернадского. Серия «Физика». – 2007. – Т. 20 (59), № 1. – С. 105–107.*

**Поступила в редакцию 10 октября 2012 г.**