

Struktura i właściwości nadprzewodzące kryształów FeSe_{1-x} i $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$ w zależności od metod syntezy, stechiometrii i warunków wzrostu

D. Gawryluk, J. Fink-Finowicki, A. Wiśniewski, R. Puźniak, V. Domukhovski,
R. Diduszko, M. Berkowski

Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk, Al. Lotników 32/46, 02-668 Warszawa

Przeprowadzono syntezy nadprzewodzących chalcogenków żelaza dla układów typu: FeSe_{1-x} dla $x = 0-0.15$ oraz $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$ dla $x = 0.3-0.55$ z różnych materiałów wyjściowych, zarówno z FeSe i Fe , jak i z poszczególnych pierwiastków. Otrzymane materiały scharakteryzowano metodami dyfrakcji rentgenowskiej. Właściwości nadprzewodzące określono z pomiarów namagnesowania w funkcji temperatury.

Nadprzewodzącą fazę selenku żelaza uzyskano zarówno na drodze reakcji w ciele stałym w zamkniętej, odpompowanej ampule kwarcowej, jak i przez syntezę, a następnie przetopienie mieszaniny materiałów wyjściowych w podwójnej ampule. Najwyższe wartości temperatury krytycznej dla selenku żelaza $T_c = 8.2-8.7$ K uzyskano przez krystalizację z fazy ciekłej próbek o składzie wyjściowym zbliżonym do stechiometrycznego, z nadmiarem żelaza poniżej 1% mol. W próbkach z nadwyżką żelaza obserwowano pewien wkład do namagnesowania od fazy magnetycznej, tym większy im większa była ta nadwyżka. Wartości stałych sieci a i c fazy tetragonalnej i objętość komórki elementarnej dla próbek wytworzonych w różnych warunkach wykazywały znaczący rozrzut, przy czym dla próbek o najlepszych parametrach nadprzewodzących zawierały się w wąskich granicach, a zbliżony do optymalnego stosunek c/a wynosił 1.469. Zawartość fazy tetragonalnej w próbkach przetapianych, oceniana metodami rentgenowskimi, wynosiła około 80%. W próbkach przygotowywanych ze składów zawierających nadwyżkę selenu, zawartość fazy tetragonalnej maleje a wzrasta udział fazy heksagonalnej. Pod względem właściwości nadprzewodzących próbki syntetyzowane bez przetapiania, pomimo wysokiej zawartości fazy tetragonalnej, są znacząco gorsze od pozostałych.

Procesy krystalizacji $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$ prowadzone były metodą Bridgema w podwójnych odpompowanych ampulach. W procesach krystalizacji stosowano wartości pionowego gradientu temperatury od 0.5 do 1.2 °C/mm w obszarze ampuly wypełnionej przez krystalizowany materiał. Temperaturę, w której rozpoczynano proces krystalizacji, dobierano w zakresie od 950 °C do 1085 °C, a prędkość studzenia w trakcie krystalizacji wynosiła od 0.5 do 3 °C/h. Przy za małym pionowym gradiencie temperatury zbyt duża prędkość wzrostu kryształu powoduje zerwanie krystalizacji już w części stożkowej i dalszy wzrost w postaci bloków krystalicznych, o niewielkich wymiarach, zorientowanych pod różnymi kątami. Zwiększenie pionowego gradientu temperatury oraz zmniejszenie prędkości studzenia obniża prędkość wzrostu i poprawia jakość kryształu. Zawartość fazy tetragonalnej w próbkach wynosiła ponad 90%. Najwyższe wartości temperatury krytycznej $T_c = 14.3-14.6$ K uzyskano dla składów $\text{FeSe}_x\text{Te}_{1-x}$ w pobliżu $x = 0.5$. Wraz ze zmniejszaniem wartości x wzrasta objętość komórki elementarnej, a temperatura krytyczna maleje do około 12.6 K dla $x = 0.3$.