

# Warunki wzrostu, struktura i morfologia kryształów dwuwolframianów potasowych ziem rzadkich

P. Iwanowski, V. Domukhovski, R. Diduszko, M. Berkowski

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

e-mail: [iwanowski@ifpan.edu.pl](mailto:iwanowski@ifpan.edu.pl)

Przeprowadzono badania wpływu warunków wzrostu na jakość i morfologię kryształów dwuwolframianów potasowych ziem rzadkich erbu  $\text{KEr}(\text{WO}_4)_2$  (KEW) i samaru  $\text{KSm}(\text{WO}_4)_2$  (KSW). Monokryształy otrzymywano z roztworu wysokotemperaturowego na zarodku. Roztwór przygotowywano przez stopienie  $\text{WO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$  oraz  $\text{Er}_2\text{O}_3$  lub  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  zmieszanych w odpowiednich proporcjach molowych. Topnik,  $\text{K}_2\text{W}_2\text{O}_7$ , stanowił 75% mol. roztworu. Charakteryzuje go dobra rozpuszczalność krystalizowanego materiału i duże jej zmiany w funkcji temperatury. Ponadto nie wprowadza on dodatkowych zanieczyszczeń ponieważ stanowiące go tlenki są składnikami kryształu.

Procesy krystalizacji prowadzono w tyglu platynowym 50x50mm, w dwu-strefowym piecu o grzaniu oporowym i konstrukcji zapewniającej niskie wartości gradientów temperatury. W trakcie badań ustalono, że mierzona na powierzchni roztworu temperatura nasycenia wynosi  $860^\circ\text{C}$  dla KEW oraz  $920^\circ\text{C}$  dla KSW. Przed rozpoczęciem procesu wzrostu kryształu roztwór homogenizowano przez co najmniej 32h w temperaturze wyższej o około  $30^\circ\text{C}$  od temperatury nasycenia. Prędkość obrotowa zarodka wynosiła początkowo 40 - 50 rpm., a w miarę powiększania się wymiarów rosnącego kryształu była stopniowo obniżana do około 20 rpm. Zmianę przesylenia roztworu uzyskiwano przez obniżanie temperatury. Początkowo obniżano temperaturę z prędkością  $0.05^\circ\text{C}/\text{h}$ , zwiększając następnie prędkość studzenia tak aby uzyskać monotoniczny wzrost wymiarów rosnącego kryształu. Stosowano prędkość wyciągania od 1.2 do 1.5 mm/dobę.

Duży wpływ na wzrost i morfologię rosnącego monokryształu ma orientacja zarodka. Dla monokryształów KEW używano zarodków o orientacji  $\langle 001 \rangle$ . Dla takiej orientacji zarodka uzyskano wzrost kryształu w głąb roztworu pozwalający na zatrzymanie wyciągania zarodka. Natomiast w przypadku KSW pomimo stosowania zarodków o różnej orientacji wzrost kryształu w głąb roztworu był ograniczony do 4-5 mm. Najlepszej jakości kryształy KSW otrzymano na zarodkach o orientacji  $\langle 010 \rangle$ .

Badania strukturalne zostały przeprowadzone na dyfraktometrze rentgenowskim Simens D5000 z detektorem scyntylacyjnym. Badania prowadzone były w temperaturze pokojowej. Źródłem promieniowania o długości fali  $1,54056 \text{ \AA}$  była lampa  $\text{CuK}_\alpha$  z filtrem niklowym. Pomiaru dyfrakcyjne wykonane zostały w zakresie kątów  $20^\circ < 2\theta < 144^\circ$  z krokiem  $0,02^\circ$  i czasem uśredniania 10s/krok. Otrzymane dyfraktogramy zostały poddane analizie metodą Rietveld'a przy użyciu programu DBWS-9807. Monokryształy KEW i KSW krystalizują w układzie jednoskośnym i należą do grupy przestrzennej  $C2/c$  ( $C_{2h}^6$ ).