

6. Krystalizacja przez sublimację. Hodowla monokryształów ze stopu

Wstęp

Jednym ze sposobów otrzymywania monokryształów jest wzrost kryształu (fazy stałej) z prawie czystego składnika obecnego w fazie o innym stanie skupienia. W ten sposób można hodować monokryształy przez krzepnięcie stopionego składnika (ciecz → ciało stałe) lub przez resublimację substancji obecnej w fazie gazowej (gaz → ciało stałe). Metody hodowli monokryształów ze stopu odgrywają ważną rolę w produkcji półprzewodników i są opisane w literaturze. Najbardziej znane to metoda topienia strefowego oraz metoda Czochralskiego. Ta ostatnia polega na powolnym wyciąganiu obracanego monokryształu ze stopu. Są to jednocześnie najlepsze współcześnie znane metody otrzymywania ultra-czystych materiałów (np. półprzewodnikowego krzemu). Wykonanie monokryształów powyższymi metodami wymaga zastosowania specjalistycznej aparatury. Tym niemniej, nawet w prostych warunkach laboratoryjnych można, stosując odpowiednio wolne oziębianie, otrzymać kryształy o zadowalającej wielkości.

Wzrost monokryształów ze składnika obecnego w postaci pary ma również duże znaczenie w technice, zwłaszcza w próżniowym osadzaniu metali na powierzchniach. Czasem odbywa się to z rozkładem termicznym lotnego prekursora substancji osadzonej (metoda CVD ang. *chemical vapour deposition*). Można też prowadzić osadzanie warstw na kryształach innych substancji o podobnej strukturze krystalicznej – tzw. wzrost epitaksjalny.

W trakcie ćwiczeń wykonamy najprostszą wersję otrzymywania monokryształów ze składnika obecnego w fazie gazowej przez sublimację – resublimację.

Materiały i sprzęt

4 parowniczeki, 2 bagietki szklane, 4 zlewki 50–100 cm³, 4 saszki jakościowe siarka cz. (kwiat siarczany) ok. 100 g, bezwodnik ftalowy ok. 10 g, jod ok. 10 g.

Wykonanie

1) Otrzymywanie kryształów siarki ze stopu.

W parowniczkę ogrzać sproszkowaną siarkę do stopienia. Nie należy zbyt przegrzewać temperatury topnienia! Odstawiamy palnik i czekamy do uformowania na powierzchni „skorupy” kryształów. Następnie przebijamy tę warstwę bagietką i **szybko** wylewamy stopioną siarkę z parowniczki. Po usunięciu wierzchniej „pokrywy” obserwujemy stosunkowo dobrze uformowane monokryształy wyrastające z dna parowniczki.

2) Zastosowanie sublimacji do hodowli monokryształów.

- Bezwodnik ftalowy umieszczamy na dnie zlewki, którą przykrywamy przekłutą w wielu miejscach bibułą filtracyjną. Całość nakrywamy odwróconą drugą zlewką. Ogrzewamy dolną zlewkę od dołu na płytce za pomocą palnika gazowego. Po pewnym czasie zaobserwujemy kryształy bezwodnika ftalowego.
- Powtórzyć doświadczenie używając stałego jodu.

Zadania

Opisać wygląd zewnętrzny, pokrój (patrz ćwiczenie laboratoryjne nr 5), łupliwość oraz wymiary otrzymanych kryształów. Dla kryształów przezroczystych zbadać ich właściwości optyczne w mikroskopie polaryzacyjnym. Sprawdzić zgodność symetrii kryształu z klasą krystalograficzną, wyprowadzoną z grupy przestrzennej kryształu. (najpierw należy znaleźć w literaturze odpowiednie dane dla: siarki rombowej i jednoskośnej, jodu oraz bezwodnika ftalowego).

Literatura

Z. Kosturkiewicz, „**Metody krystalografii**”, Wydawnictwo naukowe UAM, Poznań 2000, str. 190-192