

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
PRIRODOSLOVNO MATEMATIČKI FAKULTET
FIZIČKI ODSJEK

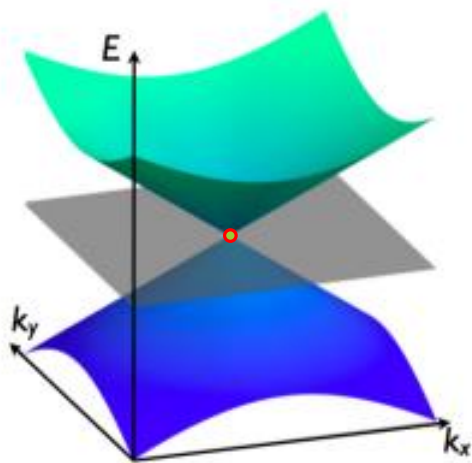
Uspostava procesa sinteze monokristala topoloških polumetala WC i ZrTe

Student: Petar Sačer

Mentor: izv. prof. dr. sc. Mario Novak, Zavod za eksperimentalnu fiziku

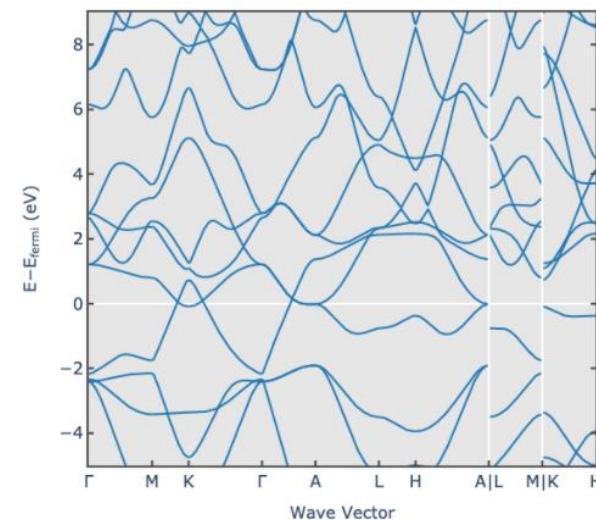
Naziv kolegija: Samostalni seminar iz istraživanja u fizici

Topološki polumetali



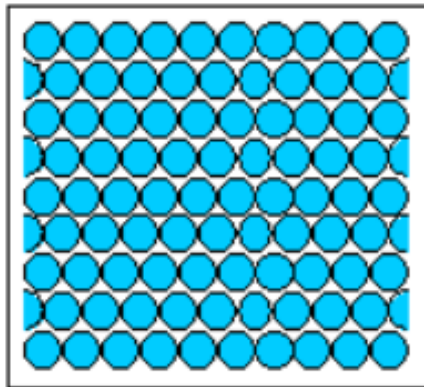
Shematski prikaz dodira valentne i vodljive vrpce, Armitage i sur. (2018).

- Dodir energijskih vrpca - Fermijeva točka
- Točke dodira zaštićene simetrijama, perturbacija ne stvara procijep
- Niskoenergetska pobuđenja -> Weylovi bezmaseni fermioni
- Vodljivi, bezmaseni - budućnost elektronike



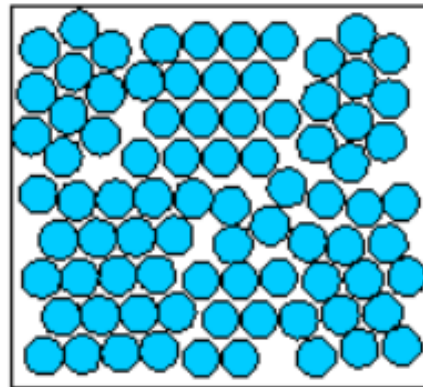
Energijske vrpce ZrTe,
preuzeto s:
<https://materialsproject.org/materials/mp-1539/>

Monokristali



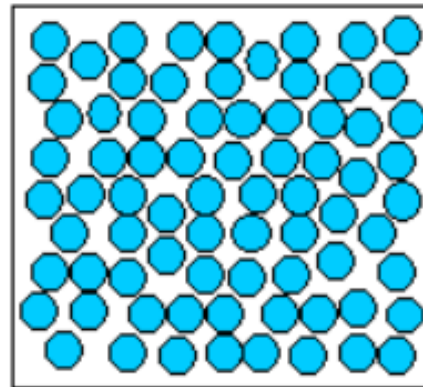
Single crystal

Periodic across the whole volume.



Polycrystal

Periodic across each grain.



Amorphous solid

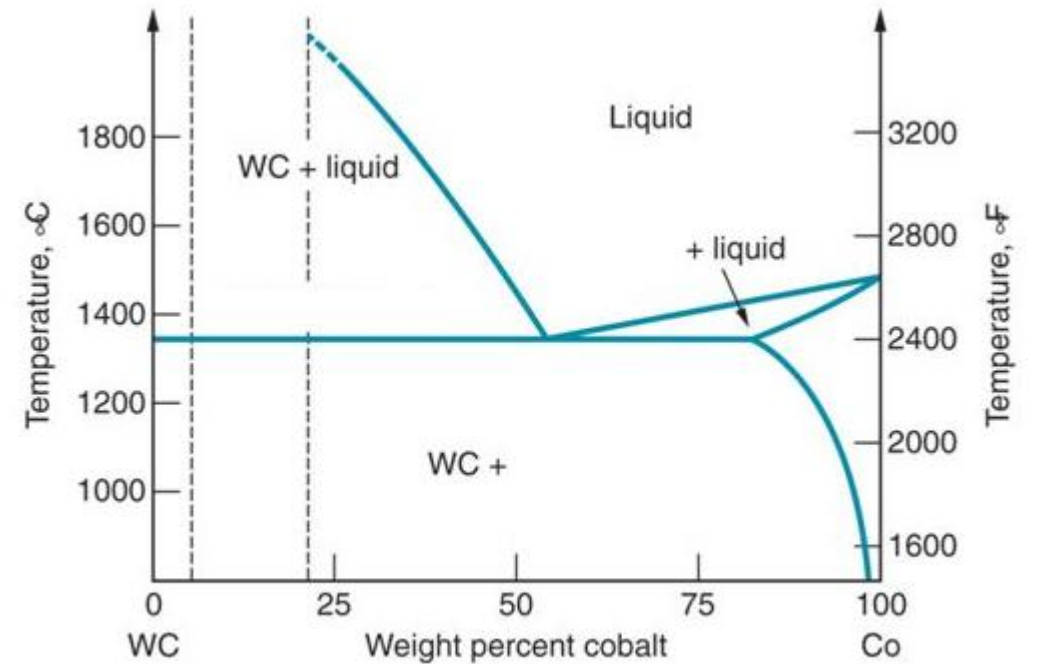
Not periodic.

- Pravilni
- Pogodni za eksperimentalna mjerenja
- Teže ih je sintetizirati

Prikaz kristalnih uređenja materijala, preuzeto s:
<https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/atomic-scale-structure/intro.php>

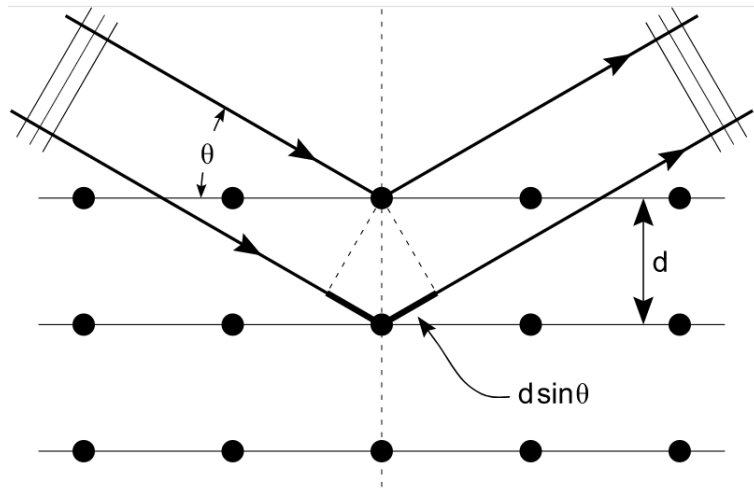
Mehanizmi rasta:

- Proučiti fazni dijagram
- Supersaturacija „otopine“
- Nukleacija (posljedica fluktuacija)
- Kristalizacija



Fazni dijagram WC:Co sustava, preuzet i adaptiran s: <https://tinyurl.com/4fnx38uu>

XRD analiza



Uvjet konstruktivne interferencije

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

- Elektroni iz izvora upadaju na bakrenu pločicu
- Zakočno zračenje (bremsstrahlung)
- Ozračivanje uzorka, $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ (Cu, $K\alpha$)

IZVOR UZORAK DETEKTOR



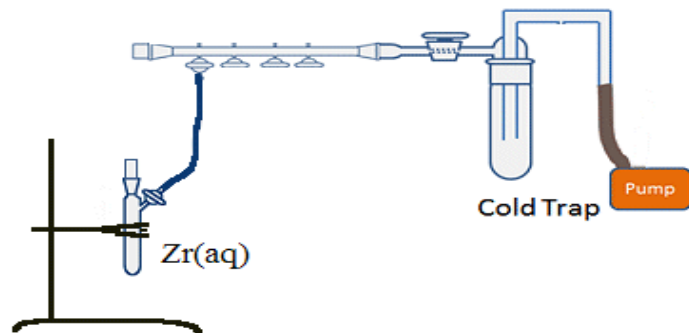
Standardni XRD uređaj

Direktna sinteza sustava ZrTe

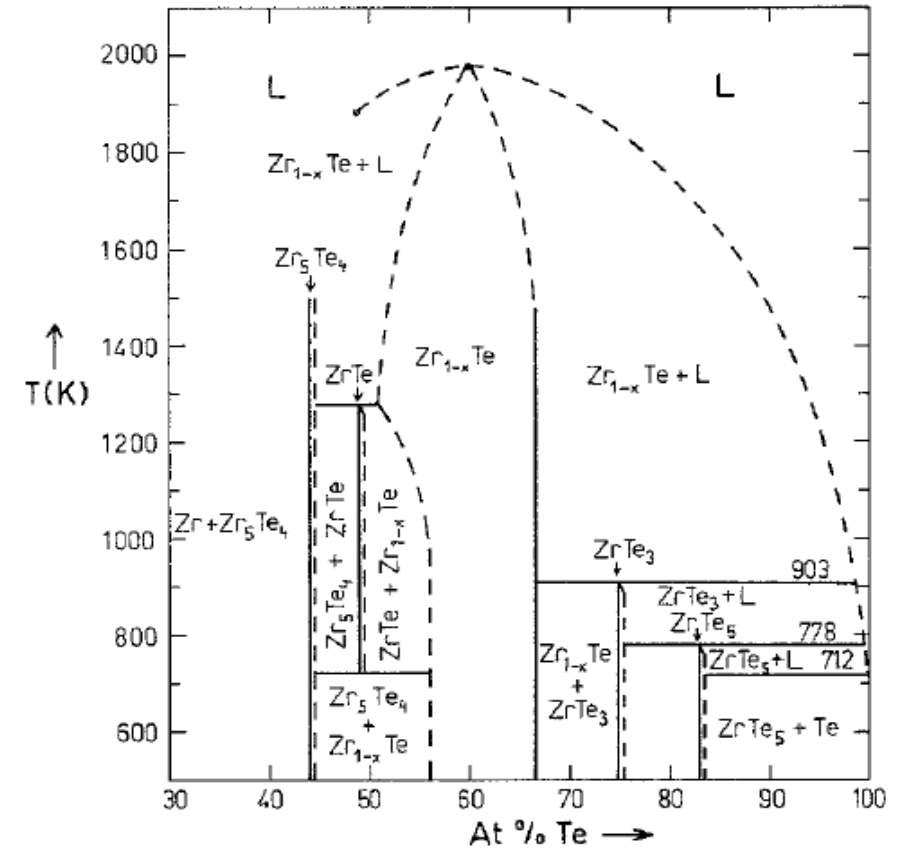
Priprema prahova:

Telurij (Te) – prah

Cirkonij (Zr) – vakuumska destilacija otopine



Eksperimentalni postav za vakuumsku destilaciju, preuzeto i adaptirano s: <https://tinyurl.com/ymnccet6>



Fazni dijagram ZrTe sustava, Sodeck i sur. (1979).

Direktna sinteza sustava ZrTe

Priprema u gloveboxu

- Vaganje u omjeru 1:1
- Homogenizacija u tarioniku
- Stavljanje u lončić za topljenje
- Vakuumiranje i sinteza u peći na 850 °C, tjedan dana
- Brzo hlađenje (*eng.* quenching)



Peć za sintezu i uzorak



Lončić s uzorkom u kvarcnoj cijevi u gloveboxu

Rezultati direktne sinteze sustava ZrTe

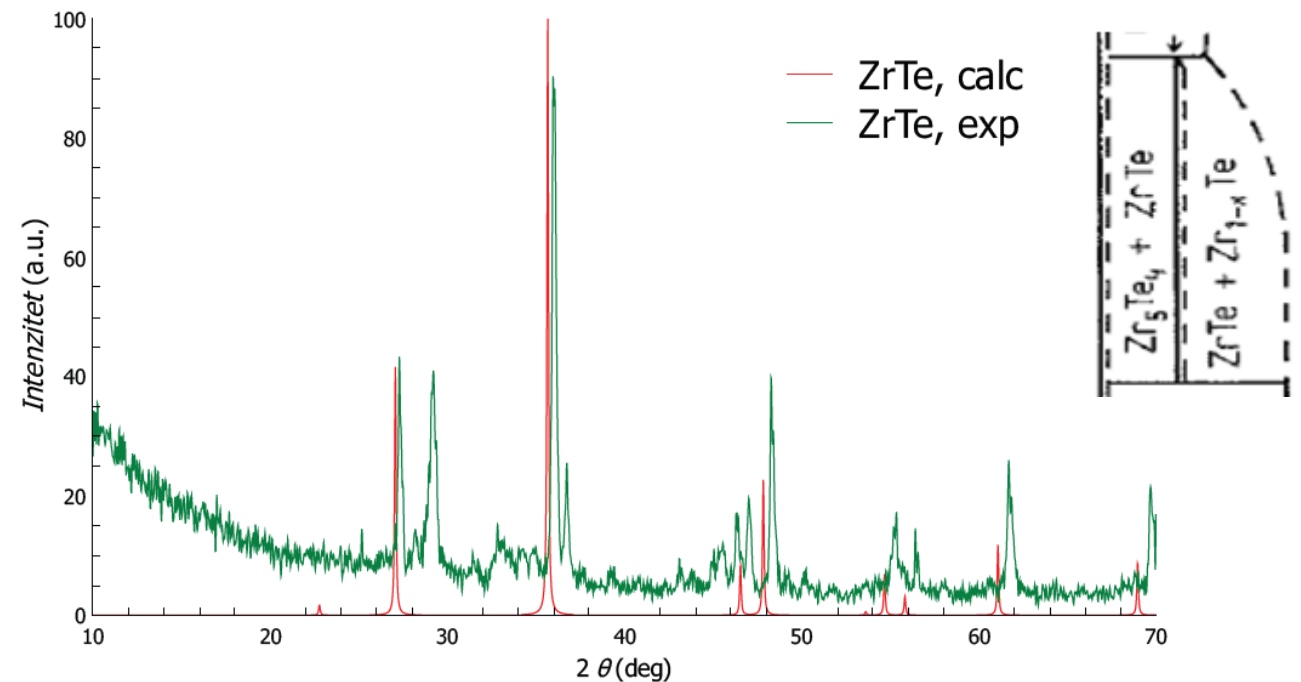


ZrTe prah

- XRD analiza ZrTe praha – naznaka heksagonalne strukture

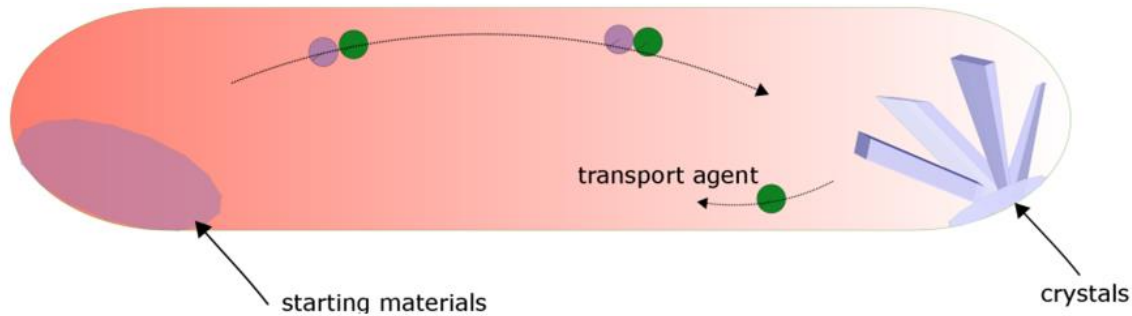
Nepodudaranje karakterističnih vrhova:

1. Prisutnost zaostalih reaktanata
2. Prisutnost druge faze Zr_5Te_4 te $Zr_{1-x}Te$



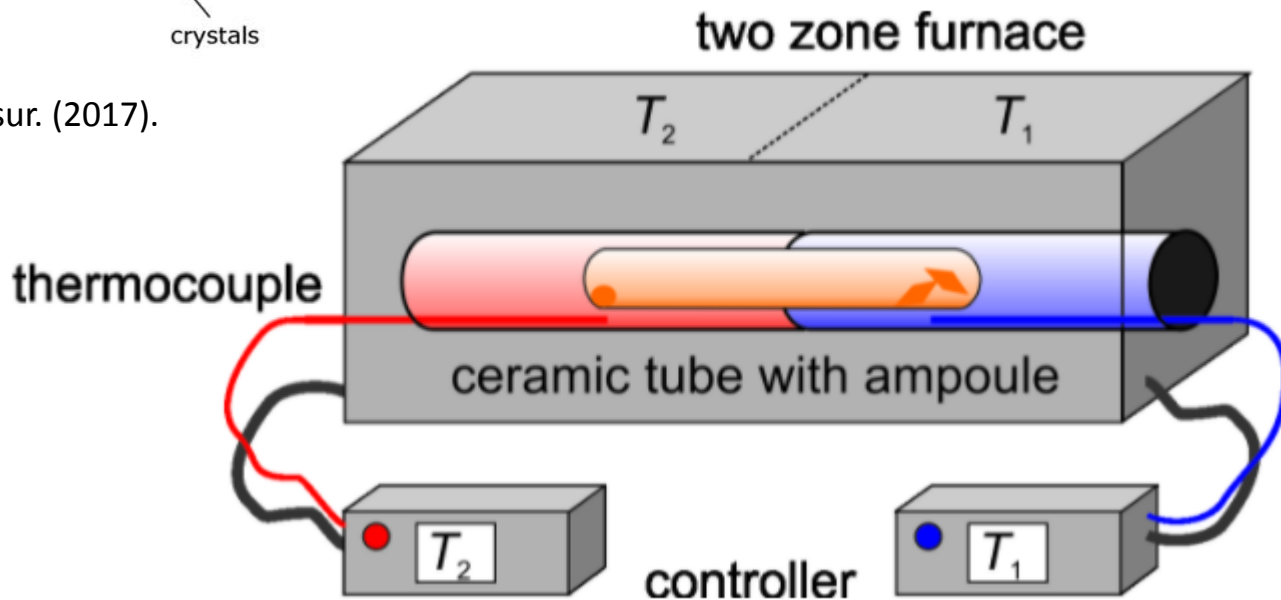
XRD graf ZrTe praha dobivenog direktnom sintezom i dio faznog dijagrama ZrTe sustava

Sinteza CVT (*eng.* Chemical vapour transport) metodom



Shematski prikaz prijenosa i kristalizacije, Yan I sur. (2017).

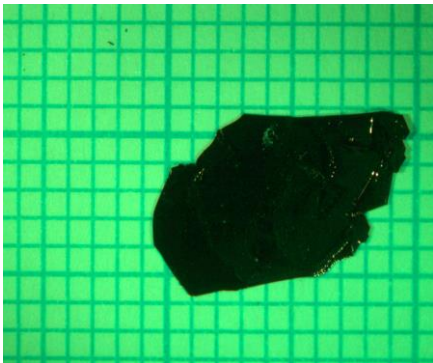
Transport elemenata odvija se pomoću joda ili klora te se prenose na hladniji dio epruvete gdje nastaju kristali



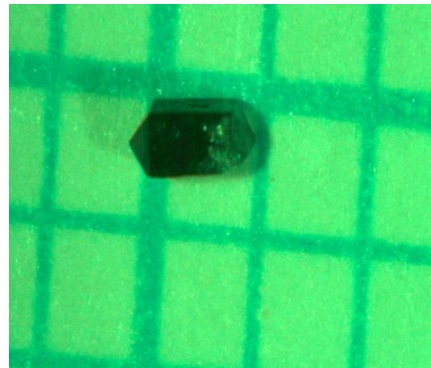
Peć za sintezu CVT metodom, preuzeto i adaptirano s: <https://tinyurl.com/3v7dcfrk>

Sinteza ZrTe CVT metodom i rezultati

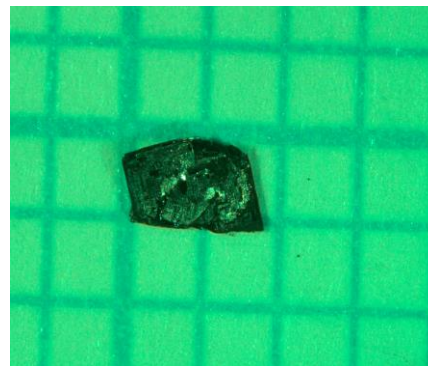
- Pomiješani prahovi unutar gloveboxa ZrTe + ZrCl₄, 1g i 0.25g
- Stavljeni u zarcnjenu epruvetu, vakuumirana i zatvorena plamenom



ZrTe₂



ZrSiO₄



Zr_xSi_yTe_z



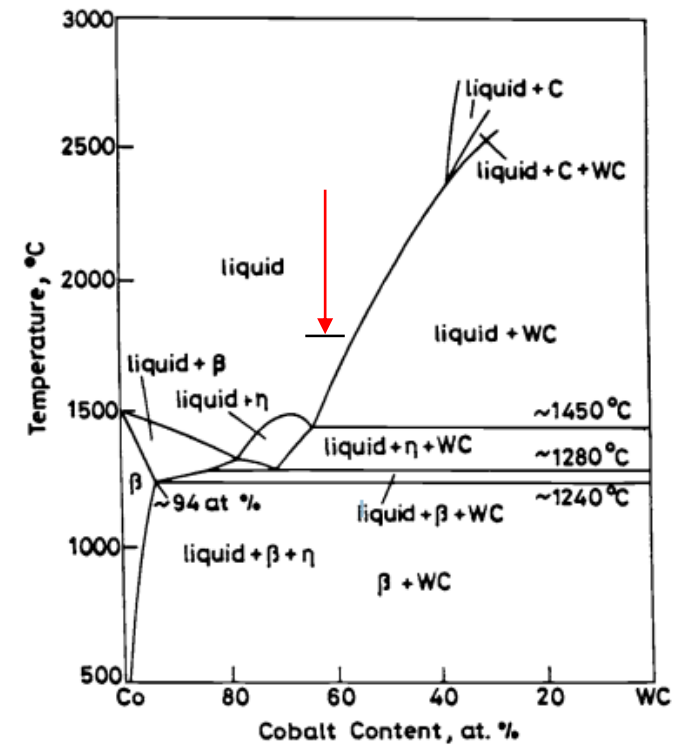
Peć za CVT sintezu

Sinteza WC korištenjem kobalta kao flux (otapalo)

- Vaganje prahova u omjeru W : C : Co = 1:1:5
- Sinteza u ugljičnom lončiću za sintezu
- Stavljanje u modificiranu peć na visokotemperaturnu sintezu

Svojstva fluxa:

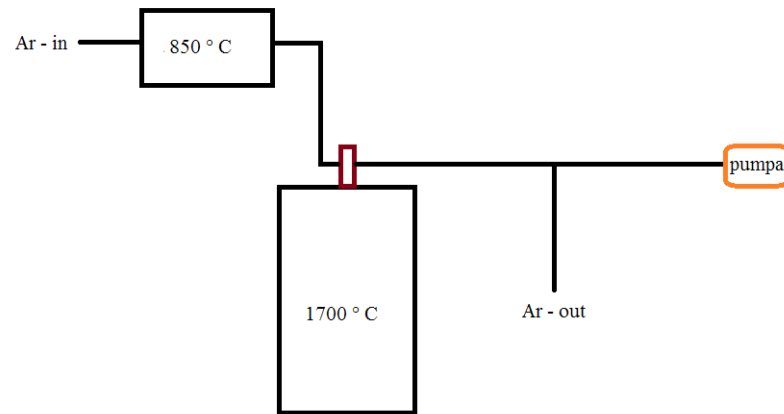
- inertan s elementima u reakciji
- snižava talište
- mala viskoznost



Fazni dijagram WC : Co sustava, Gietzelt i sur. (2012).

Sinteza WC korištenjem kobalta kao flux (otapalo)

- Priprema peći za sintezu



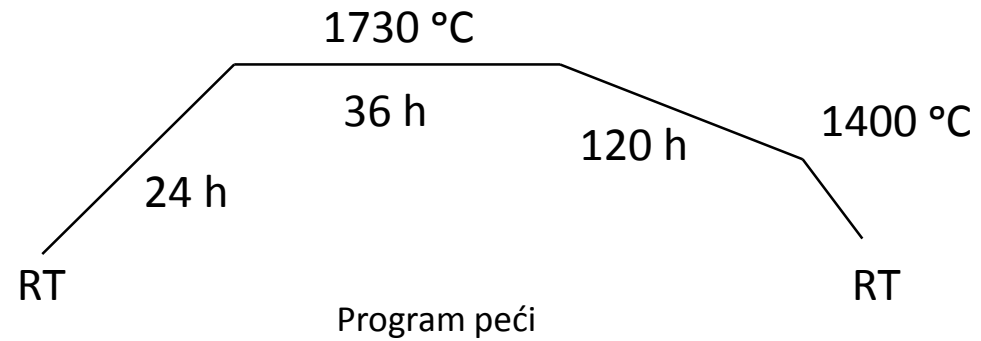
Shematski prikaz peći za sintezu i eksperimentalna realizacija



Rezultati sinteze WC sustava

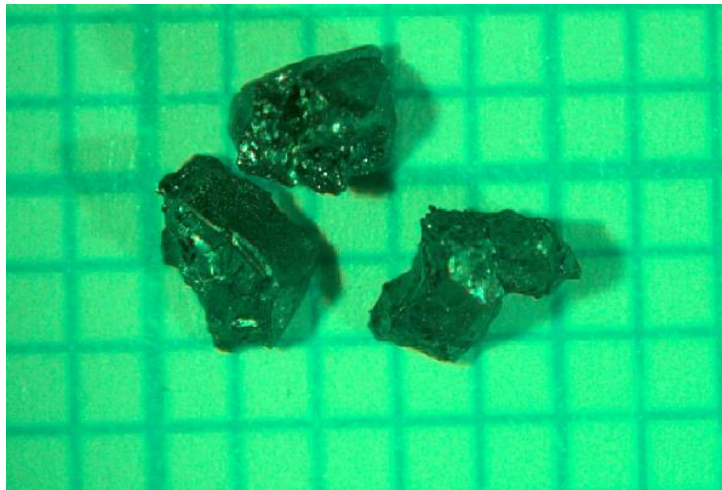


Cijev od alumine Al_2O_3



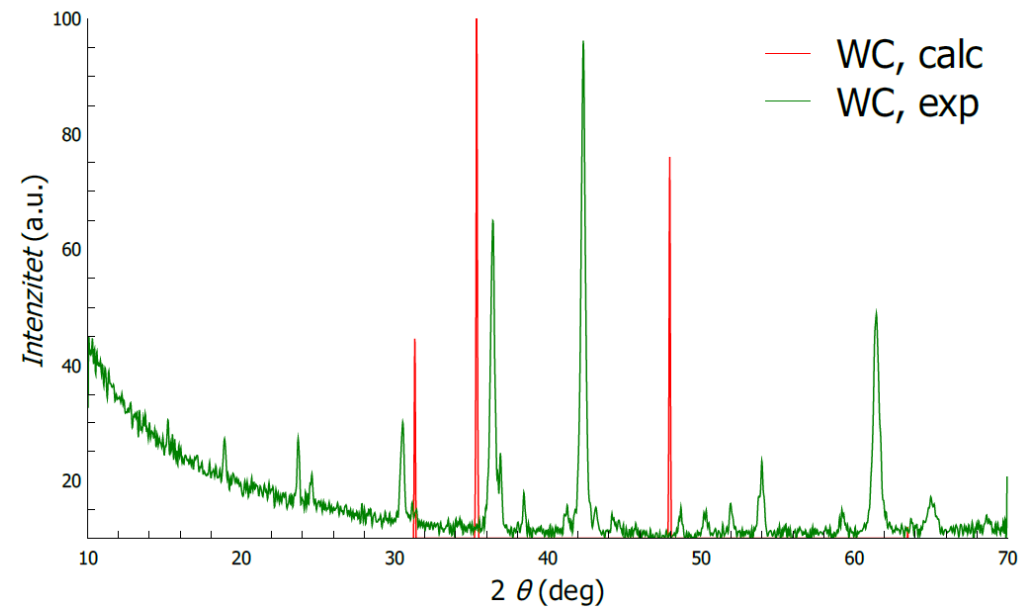
- Zbog propusnosti cijevi od alumine - CoAl_2O_4 (kobaltovo modriilo)
- Izgorio lončić za sintezu od ugljika i aluminiya unutar cijevi
- Neuspješna sinteza

Rezultati sinteze WC sustava



Kristali dobiveni WC sintezom

- Nepravilnog oblika
- Velikog otpora (mjeren unimetrom)
- Odstupanje XRD spektralnih linija od heksagonalne strukture – podudarnost s CoO



XRD graf kristala dobivenih sintezom WC sustava

Rezultati sinteze WC sustava

Drugi pokušaj – kraće vrijeme sinteze

- Mali trokutsati kristali
- Kobalt otopljen u toploj konc. HCl
- Vodljivi
- Odgovaraju heksagonalnoj strukturi
- Nedostaje XRD za potvrdu



Kristali dobiveni 2. sintezom WC – a

ZAKLJUČAK

Cirkonij telurid (ZrTe)

Direktna sinteza:

- Uski fazni dijagram – otežana sinteza
- Reaktivnost Zr i Te, nekoliko neuspjelih sinteza
- Monokristale moguće sintetizirati iz kvalitetnog praha
- Monokristali još nisu zabilježeni u literaturi

Cirkonij telurid (ZrTe)

CVT sinteza:

- Nastala su 3 nusprodukta
- ZrTe_2 zanimljiv termoelektričnih i električnih svojstava, lak način za dobivanje ditelurida
- Prednost: dobar način za sintezu većih kristala

ZAKLJUČAK

Wolframov karbid (WC)

Sinteza s fluxom (kobaltom):

- Dugotrajna priprema peći i sustava za sintezu
- Prva sinteza neuspješna zbog propusnosti cijevi od alumine
- Druga uspješna ali kraća, kristali maleni

Literatura:

- [1.] Armitage i sur. (2018). Weyl and Dirac semimetals in three-dimensional solids. *Reviews of Modern Physics*, 90(1).
- [2.] Sodeck i sur. (1979). Transition metal-chalcogen systems, VI: The zirconium-tellurium phase diagram. *Monatshefte Für Chemie*, 110(1), 1–8.
- [3.] Yan I sur. (2017). Flux growth in a horizontal configuration: An analog to vapor transport growth. *Physical Review Materials*, 1(2), 1–11.
- [4.] Gietzelt i sur. (2012). Mechanical Micromachining by Drilling, Milling and Slotting. *Micromachining Techniques for Fabrication of Micro and Nano Structures*.

HVALA NA PAŽNJI!

