Записки Ленинградского орденов Ленина и Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова, т. LIV, вып. 2, 1968 г.

УДК 548.517

ФОТОГОНИОМЕТРИЯ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ, ВЫРАЩЕННЫХ ПО МЕТОДУ ЧОХРАЛЬСКОГО

М. Д. Любалин

Результаты гониометрических измерений кристаллов германия, полученных вытягиванием их расплава при различной кристаллографической ориентировке затравки, приведены в статье Г. Новака [1957]. Кроме того, в статье Г. Новака показана главенствующая морфологическая роль граней {*111*} и направлений ⟨ *110* ⟩ и ⟨ *112* ⟩, отмечено наличие ряда вициналей и отсутствие световых максимумов от форм {*100*} и {*110*}.

Обычно методом Чохральского получают округлые кристаллы, морфологические особенности которых, согласно И. И. Шафрановскому [1961], надежно обнаруживаются методом фотогониометрии.

В работе применялся фотогониометр, представлявший совмещенный вариант рефлексометра Н. Б. Горного [1951] и фотогониометра, описанного В. А. Мокиевским и Ч. Д. Джафаровым [1963]. Такая конструкция позволяла измерять большие кристаллы (40 × 40 × 150) и фиксировать световые рефлексы от их поверхности на цилиндрической и плоской кассетах.

Кристаллы выращивались на установке МК-1 в направлениях [*111*] и [*001*] в вакууме при остаточном давлении меньше 10^{-4} *мм рт. ст.* Скорости вращения кристалла и тигля с расплавом были постоянными, соответственно 30 и 10 *об/мин*, а скорость подъема затравки изменялась от 0,5 до 2,5 *мм/мин*. Температура расплава контролировалась измерением мощности, расходуемой нагревателем. Исходным материалом для выращивания монокристаллов был зонноочищенный поликристаллический германий с удельным электросопротивлением более 50 *ом·см*.

Полученные кристаллы имеют псевдопирамидально-призматический облик *, что связано с однонаправленностью преимущественного теплоотвода от поверхности раздела расплав — кристалл в сторону затравочного кристалла. Симметрия теплового потока через поверхность раздела $\infty \cdot m$. Указанная симметрия потока, лимитирующего процесс роста кристаллов по методу Чохральского, приводит к образованию ложных форм в соответствии с принципом симметрии Кюри [Шафрановский, 1954, 1959]. В выбранных нами направлениях вытягивания [*111*] и [*001*] видимая симметрия кристаллов германия, принадлежащего кубической голоэдрии, отвечает группам *3m* и *4mm* (рис. 1). Их облик отражает все изменения в условиях выращивания. Так, объем кристалла, образующийся за время одного оборота, фиксируется на его поверхности винтовой линией. С увеличением температуры расплава при неизменной скорости подъема кристалла уменьшается его поперечное

* Даже при отсутствии плоских граней на поверхности кристаллов, выращенных по методу Чохральского, возможна обычная для кристаллографической литературы терминология, причем конус и цилиндр рассматриваются как предельные пирамиды и призмы.

сечение (части *д* и *е* рис. 1, *I*). Аналогичный результат получается, когда скорость подъема возрастает при постоянной температуре (части *б* и *в*, *г*, *д* и *е* рис. 1,*II*). Рост псевдопризматических кристаллов возможен при различных соотношениях скоростей подъема затравки и температуры расплава. Однако каждой совокупности этих параметров отвечает строго определенная форма поверхности раздела. На рис. 1,*II* видно четкое морфологическое разграничение частей *а* и *б*, *в* и *г* кристалла. Мощность нагревателя при выращивании частей *б* и *г* была уменьшена на 8%, а скорости вытягивания были соот-

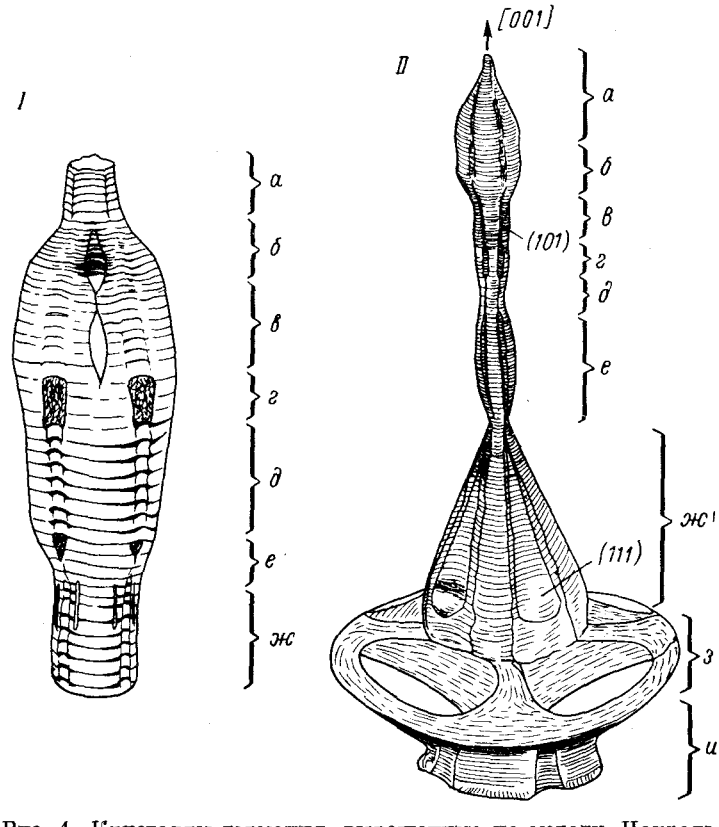


Рис. 1. Кристаллы германия, выращенные по методу Чохральского. *I* — в направлении [*111*] с видимой симметрией $3m$; *II* — в направлении [*001*] с видимой симметрией $4mm$.

ветственно увеличены в 2,5 раза. В некоторых случаях на округлой поверхности кристалла наблюдаются плоские грани (части *г* и *ж* рис. 1,*I*, *з* и *и* рис. 1,*II*).

На округлой поверхности роста *а* (рис. 1,*I*), образующей с направлением [*111*] угол приблизительно в 80°, обнаруживаются ребра, расположенные на месте граней ($22\bar{3}$), ($2\bar{3}2$) и ($\bar{3}22$) и выступающие над остальной поверхностью примерно на 0,2 *мм*. Эти ребра притуплены серией граней из поясов [$1\bar{1}0$], [$01\bar{1}$] и [$\bar{1}01$] с полярным расстоянием от (*111*) в пределах 107—110° и четким максимумом у положения граней октаэдра $\rho = 109° 28'$.

Поверхность *б* (рис. 2), нормаль к которой наклонена к [*111*] под углом ~40°, сложена двумя типами округлых граней и замыкается участками боченковидной формы со сферическими координатами, близкими к положениям граней тетрагексаэдра (*120*), (*021*), (*012*), (*102*), (*201*) и (*210*), у которых наблюдается максимум световых сигналов. Округлые грани, близкие к положению граней ромбододекаэдра (*110*), (*101*) и (*011*), отделены от остальной поверхности ребрами и простираются по долготе на 33° и по полярному

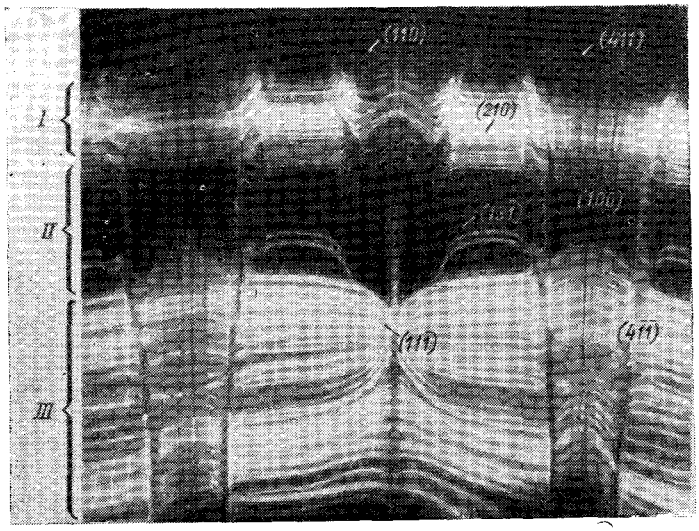


Рис. 2. Фотограмма поверхностей *б* и *в* кристалла рис. 1, *I*. Юстировка по [*111*]: *I* — сигналы, полученные от поверхности *б*; *II* — затемненное поле от ребра, образованного при переходе от поверхности *б* к поверхности *в*; *III* — рефлексы от поверхности *в*.

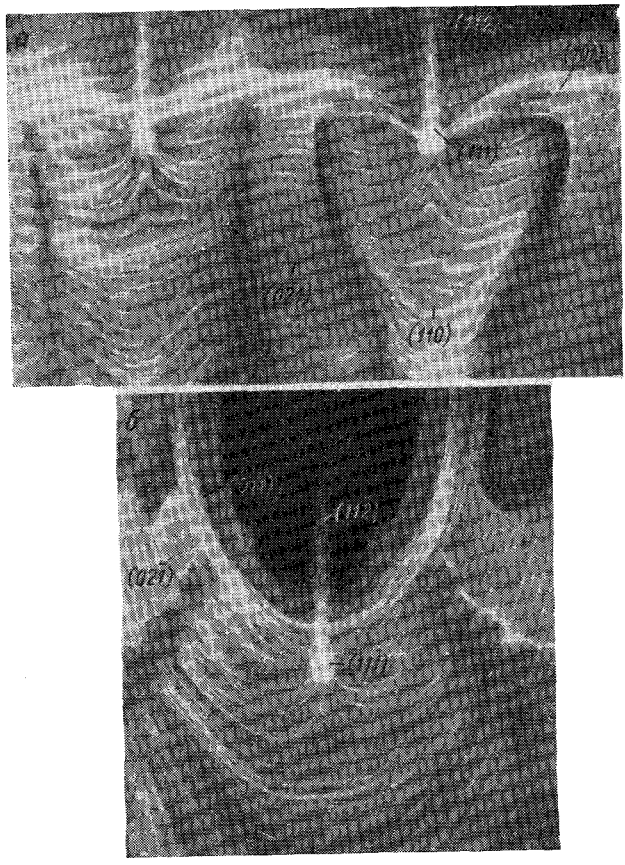


Рис. 3. Фотограмма поверхности *ж* кристалла рис. 1, *II*. Юстировка по *а* — [*001*], *б* — [*110*].

расстоянию около 15°. На фотограмме также хорошо видны сигналы от неразмытых по долготе участков штриховки, соответствующих непрерывной зоне тригон-триоктаэдров с полярным расстоянием, лежащим между 32 и 40°. Округлые грани, близкие к положениям граней тетрагон-триоктаэдра (*411*), (*114*) и (*141*), размыты по долготе на 41° и по полярному расстоянию на 12°. Плоских участков на них нет, а световые сигналы так же, как и на гранях, близких к положению ромбододекаэдра, преломляются у ребра.

Довольно резкий переход от поверхности *б* к поверхности *в* на фотограмме почти полностью затемнен. Проявлена лишь зона тетрагон-триоктаэдра до положения граней ($31\bar{1}$), ($\bar{1}13$), ($13\bar{1}$), ($3\bar{1}1$) ($1\bar{1}3$) и ($\bar{1}31$). Серия сигналов от боченковидной поверхности *в* изогнута в направлении граней октаэдра с $\rho = 70°\ 32'$, а на округлых гранях, лежащих в зоне тетрагон-триоктаэдра между (*111*) и ($2\bar{1}1$), (*111*) и ($\bar{1}12$), (*111*) и ($\bar{1}2\bar{1}$), они преломляются. Когда полярное расстояние становится больше $70°\ 32'$, появляется непритупленное ребро на месте зоны тетрагон-триоктаэдра между гранями ($11\bar{1}$) и ($\bar{1}12$), ($\bar{1}11$) и ($12\bar{1}$), ($1\bar{1}1$) и ($\bar{2}11$). При увеличении ρ до 75° ребро исчезает.

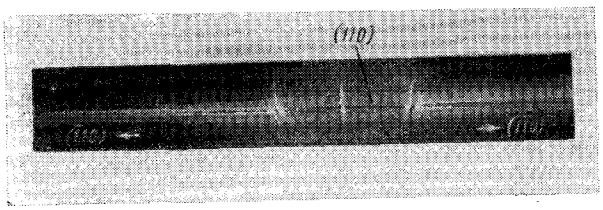


Рис. 4. Фотограмма поверхности кристалла *в* рис. 1, *II*. Юстировка по [*010*].

Сигнал от штриховой поверхности (рис. 3, *а*), близкой к положению грани октаэдра (*111*), указывает на наличие целой серии граней тетрагон-триоктаэдров от (*113*) до (*111*) (см. рис. 1, *II*, часть *ж*). От зон тригон-триоктаэдров между (*111*) и (*101*) получен сплошной световой сигнал. При юстировке по [*110*] хорошо виден четкий сигнал от зоны тригон-триоктаэдров между ($01\bar{1}$) и ($11\bar{1}$), лежащих на округлой ромбододекаэдрической грани (*110*) (рис. 3, *б*).

Непрерывная зона сигналов от положений тетрагексаэдров между ($\bar{1}10$) и ($1\bar{1}0$) получена при фотогониометрировании части *в* кристалла, изображенного на рис. 1,*II* (рис. 4). Положению граней ромбододекаэдра отвечают ребра, притупленные серией граней тригон-триоктаэдров из зоны между (*111*) и ($11\bar{1}$) с полярным расстоянием 88—92° относительно [*001*]. Гониометрическими измерениями сигналы от таких поверхностей зафиксировать не удается. Они расположены вкрест основным сигналам и занимают незначительную часть общего поля рефлексов.

Приведенные выше данные показывают, что для морфологической характеристики полученных методом Чохральского кристаллов германия недостаточно указать направление вытягивания и охарактеризовать форму фронта кристаллизации. Необходимость получения и детального анализа совокупных морфологических данных требуют применения фотогониометрической методики.

ЛИТЕРАТУРА

Горный Н. Б. Определение ориентировки металлических монокристаллов. ЗВМО, ч. 80, вып. 4, 1951.

Мокиевский В. А., Джафаров Ч. Д. Перспективы фотогониометрического исследования кристаллов со сложной поверхностью. ЗВМО, ч. 92, вып. 1, 1963.

Новак Г. К кристаллографии германия. Журн. техн. физ., т. 27, вып. 8, 1957.

Шафрановский И. И. Внешняя форма кристаллов и симметрия питающей среды. ЗВМО, ч. 83, вып. 3, 1954.

Шафрановский И. И. Ложные формы кристаллов и их минерагенетическое значение. ЗВМО, ч. 88, вып. 1, 1959.

Шафрановский И. И. Кристаллы минералов. Кривогранные, скелетные и зернистые формы. Госгеолиздат, 1961.