

05;12

Микротвердость кристаллов галлия, образовавшихся при центрифугировании

© В.Н. Гурин, Л.И. Деркаченко, С.П. Никаноров,
М.М. Корсукова, И.Н. Зимкин

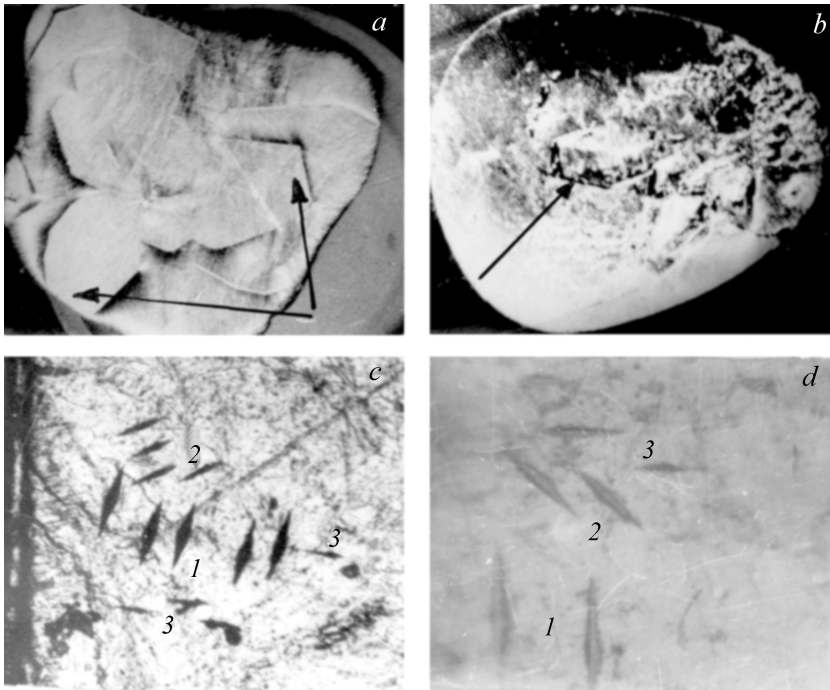
Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
E-mail: vladimir.gurin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 29 декабря 2002 г.

Впервые получены грани кристаллов галлия при кристаллизации из жидкого состояния в обычных условиях и при центрифугировании с ускорением 15 000 g. Установлено изменение периода решетки, значительное увеличение микротвердости кристаллов галлия, полученных центрифугированием из жидкого состояния, а также сильная полярная анизотропия обычных и центрифугированных образцов.

Ранее нами было установлено незначительное изменение периодов решетки галлия после центрифугирования его расплава при различных ускорениях $(1.3, 6.2 \text{ и } 11.8) \cdot 10^3 \text{ g}$ [1]. При этом период a с увеличением ускорения уменьшался, а периоды b и c увеличивались, т.е. наблюдалось некоторое искажение решетки галлия после центрифугирования по сравнению с исходным галлием. Такое искажение, как можно предположить, вызывает большое изменение (увеличение) микротвердости. Однако сложность оценки степени изменения микротвердости при этом заключалась в том, что все измерения проводились на сколах, которые нельзя было отнести к каким-либо граням или привязать к определенным кристаллографическим направлениям, так как не было монокристаллов галлия.

В настоящей работе были получены грани кристаллов галлия, образовавшиеся в собственном расплаве при обычных условиях и при центрифугировании. Как видно из рисунка, a , образовалось несколько сросшихся в виде тройников кристаллов галлия, нарастающих слоями перпендикулярно третьей кристаллографической оси (т.е. перпендикулярно плоскости рисунка). В огранке этих кристаллов имеются ребра вертикальных граней пинакоидов и призм, растущих вдоль оси z и секущих одну или обе горизонтальные кристаллографические оси (x и y).



Кристаллографические плоскости кристаллов галлия, полученные при обычных условиях и при центрифугировании. Вид граней кристаллов галлия — ромбической дипирамиды (показано стрелкой) при обычных условиях (*a*, нат. вел.) и при центрифугировании — в центре слитка видны образовавшиеся грани усеченной дипирамиды (*b*, $\times 1.5$). Отпечатки пирамиды Кнупа на гранях ромбической дипирамиды галлия, образовавшейся в обычных условиях (*c*, $\times 80$) и при центрифугировании (*d*, $\times 230$). Отпечатки получены в трех направлениях (азимут): 0° (*1*), 45° (*2*) и 90° (*3*).

На центрифугированном образце (*b*) видны грани ромбической усеченной дипирамиды.

В работе использовали центрифугу типа К24Д (длина плеча 70 mm) и металлический галлий (99.99997%). Температура внутри центрифуги составляла -10°C , нагревание расплава галлия перед помещением его в полиэтиленовую пробирку довели до 90°C , центрифугирова-

ние длилось 30 min при ускорении 15 000 g. Определение периодов решетки галлиевых образцов проводили на рентгеновской установке ДРОН-2 (Fe K_α , $\lambda = 1.93597 \text{ \AA}$). Микротвердость (H_K , МПа) измеряли при $T = 20^\circ\text{C}$ пирамидой Кнупа на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке $P = 98.1 \text{ mN}$ (погрешность измерения составляла 7%).

После центрифугирования галлий закристаллизовался в одной пробирке полностью, а в другой (уравновешивающей первую пробирку в роторе) он оставался практически жидким (кроме тонкого слоя, в котором он соприкасался с пробиркой). Это может быть связано с последовательностью заполнения пробирок перед их уравновешиванием: при последовательном заполнении второй пробирки температура расплава была существенно ниже (примерно на $10\text{--}15^\circ\text{C}$). Отсюда, быстрее закристаллизоваться он может во второй пробирке, а в первой остаться в жидком виде в сильно переохлажденном состоянии.

Рентгеновские исследования показали, что по сравнению с исходными образцами (приведены в круглых скобках) периоды решетки (nm) центрифугированного галлия изменились ($a = 0.4491$ (0.4535); $b = 0.4517$ (0.4516); $c = 0.7689$ (0.7645)); точность измерения составляла $\pm 0.0003 \text{ nm}$). При этом изменение как бы „искажает“ кристаллическую структуру галлия: период a уменьшается, а периоды b и c увеличиваются по сравнению с нецентрифугированным образцом. Как отмечалось в [1], такое искажение приводит, по-видимому, к напряженной кристаллической структуре и это сильно увеличивает микротвердость.

В настоящей работе впервые была установлена и измерена полярная анизотропия микротвердости монокристаллов галлия на гранях ромбической дипирамиды (111), достигавшая весьма значительных величин. Так, у нецентрифугированных образцов галлия в направлении 0° (азимут) $H_K = 98 \text{ МПа}$, в направлении 45° $H_K = 189 \text{ МПа}$, а в направлении 90° $H_K = 254 \text{ МПа}$. На центрифугированных образцах эти значения были существенно выше: соответственно 172, 256 и 326 (на другой части кристалла при 90° были получены значения 577) МПа. На рисунке, c и d приведены фотографии обоих образцов с отпечатками пирамиды Кнупа. На нецентрифугированном образце (c) азимут (0°) при получении отпечатков отсчитывали относительно ребра /100/ дипирамиды. У центрифугированного образца (d) отпечатки получены на грани дипирамиды, растущей в направлении III кристаллографической оси, ограниченной у вершин пинакоидом (001). Направление общего

ребра между пинакоидом и дипирамидой служило нулевым азимутом при получении отпечатков.

Как следует из данных измерений, в обоих случаях наблюдается очень высокая полярная анизотропия микротвердости. В то же время получается однозначный результат — во всех случаях центрифугирования затвердевшие слитки или кристаллические образования (как, например, кристаллизовавшиеся в последнем случае при 15 000 g) обладают более высокой микротвердостью по сравнению с подобными нецентрифугированными образцами. Это можно объяснить деформацией кристаллической структуры галлия, затвердевающего при центрифугировании, что подтверждается изменением его периодов решетки, хотя и незначительным. Однако таких изменений, по-видимому, достаточно, чтобы произошло значительное увеличение микротвердости. Это, в свою очередь, может быть связано с возникновением механических напряжений в образце вследствие деформации решетки галлия. Предполагаемые исследования плотности дислокаций и напряженного состояния кристаллического галлия помогут более однозначно ответить на вопрос о причинах существенного увеличения микротвердости галлия, кристаллизующегося под воздействием ускорения.

Таким образом, можно заключить, что кристаллический галлий, полученный при обычных условиях и при центрифугировании, обладает высокой полярной анизотропией микротвердости. При этом микротвердость центрифугированного галлия существенно выше, чем у полученного в обычных условиях, что можно объяснить небольшим искажением кристаллической структуры, наступающим в результате центрифугирования.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 01–03–32822).

Список литературы

- [1] Гурин В.Н., Деркаченко Л.И., Зимкин И.Н., Корсукова М.М., Никаноров С.П. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. В. 4. С. 78–80.