

# ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛА ГЕКСАГОНАЛЬНОГО СЕЛЕНА, ПОЛУЧЕННОГО ИЗ РАСПЛАВА ПОД ДАВЛЕНИЕМ

**Н.З. ДЖАЛИЛОВ, М.И. ВЕЛИЕВ**  
*Институт Физики АН Азербайджана,  
 Баку, 370143, пр. Г.Джавида, 33*

Работа содержит результаты исследования структуры поверхности монокристалла селена, полученного из расплава под давлением. Определено, что нарушение монотонности роста при выращивании монокристалла приводит к возникновению микропор, в основном, размером 4 мкм, и их общий объем в исследованном образце составляет ~2%.

Работа содержит некоторые результаты изучения структуры поверхности монокристалла гексагонального селена с помощью растрового электронного микроскопа JSM-ИЗ в режиме вторичных и упруго отраженных электронов, микроструктурного анализатора "Этеквант", а также микролокальной деформации и упругих постоянных – модуля Юнга, динамическим резонансным методом.

Работа проведена в ИМЕТ им. А.А. Байкова АН России на монокристаллах селена, полученных в Институте Физики АН Азербайджанской республики.

На рис.1 представлена Лауэграмма монокристалла Se, полученного из расплава под давлением 4,5 Кбар со скоростью роста 10 см/сутки. Исследование на установке ДРОН-2 показало, что параметры кристаллической решетки полученных кристаллов хорошо согласуются с данными работ [1-3]. Было установлено, что направление роста монокристалла практически совпадает с осью "С" кристаллической решетки селена.



Рис.1. Лауэграмма монокристалла селена, полученного из расплава под давлением 4.5 Кбар.

От монокристалла цилиндрической формы длиной 4 см, диаметром 1 см был отрезан (методом абразивной резки) поперечный темплет в виде диска толщиной 1,5 мм. Из темплета, методом ручной шлифовки наждачной бумагой, а затем полировки алмазными пастами на стекле и на лайке (замше), был приготовлен микрошлиф для фрактографического и структурного изучения монокристалла. Шлиф после полировки имел матовый вид.

Общий объем пористости и распределение пор по размерам на данном шлифе были определены на микроструктурном анализаторе "Этеквант". Размер сканируемого поля - 0,8 x 0,8 мм. Сканирование проводилось в двух взаимно-перпендикулярных направлениях. Полученные результаты были усреднены. Распределение пористости по размерам показано на гистограмме (рис. 2). Из гистограммы видно, что максимум количества пор по размерам попадает в диапазон ~ 4 мкм. В данном случае общий объем пористости составляет ~2%.

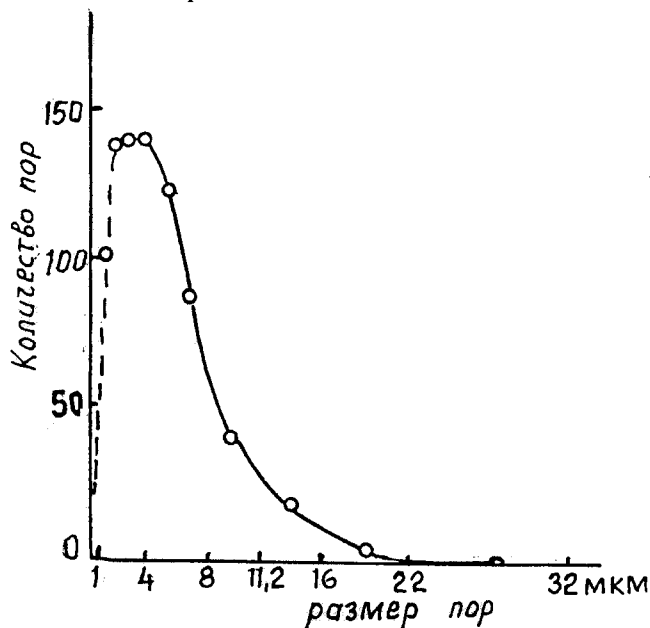


Рис. 2. Гистограмма монокристалла селена.

Пористость на шлифе монокристалла селена наблюдалась и в работе [2]. Причем, размеры некоторых пор были видны даже визуально и некоторые из них имели размеры 4 см. По-видимому, пористость является следствием большой разницы в коэффициентах объемного расширения жидкой и твердой фаз. Как показано в [4], расплавленный селен является ньютоновской (вязкой) жидкостью. При переходе аморфного (жидкого) селена в

кристаллический, плотность увеличивается от 4,3 до 4,8 г/см<sup>3</sup>, т.е. происходит фазовый переход 1-го рода, что при нарушении монотонности перехода, вследствие локальных нарушений режима в ходе роста кристалла, приводит к возникновению в кристалле селена микропор. Как показали эксперименты, учет этого условия, при выращивании более качественных кристаллов, очень важен. Изучение поверхности шлифа на растровом электронном микроскопе подтвердило, что шлиф имеет равномерно распределенную пористость. На рис.3 представлена микроструктура поверхности монокристалла селена при увеличении в 50 раз, в режиме вторичных электронов. На рисунке видны и трещины, которые возникли при приготовлении шлифа. Характер распространения трещин подтверждает хрупкость монокристалла селена. Микролокальная деформация, произведенная алмазной пирамидой индектора (прибор ПМТ-3), также подтверждает хрупкость кристалла селена (в углах отпечатков (рис.4а и 4б) видны трещины).

В работе, также, была изучена микротвердость монокристалла селена. Микротвердость дает представление о силе связи между атомами материала. Эксперименты показали, что микротвердость кристалла зависит от значения нагрузки и обладает анизотропией. При нагрузке индектора 20 г, микротвердость кристалла при комнатной температуре вдоль и перпендикулярно оси "С",

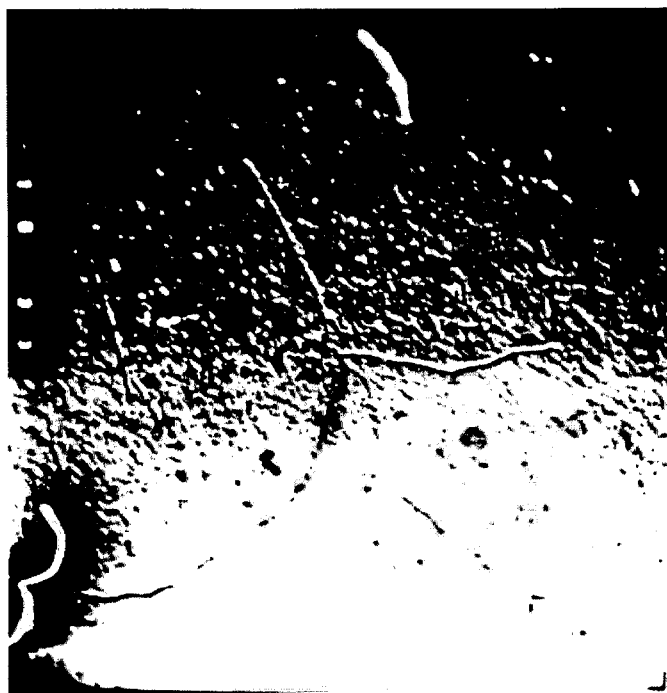
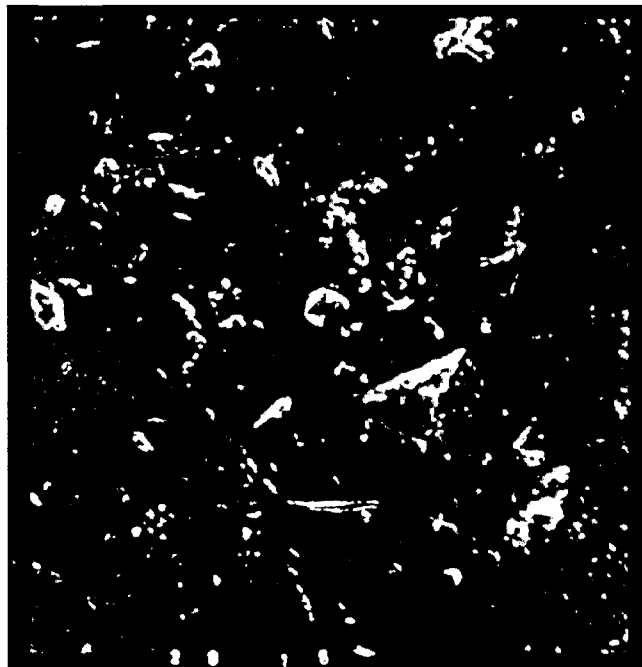


Рис. 3. Структура поверхности кристалла селена в режиме вторичных электронов на растровом электронном микроскопе (увеличение в 50 раз).



а)



б)

Рис. 4. Изображения структуры поверхности после локальной деформации, полученное в режиме упруго отраженных электронов на растровом микроскопе: 4 а – увеличение в 300 раз; 4 б – увеличение в 500 раз.

соответственно, оказалась равной 55 и 75 Кг/мм. Это показывает, что при направлении || оси "С" происходит разрушение сил связи между цепочками вандерваальсовского (молекулярного) характера, а при направлении  $\perp$  оси "С" - между атомами цепочки - ковалентного характера.

Следует отметить, что коэффициент анизотропии микротвердости монокристаллов селена, полученных из расплава под давлением, отличается от коэффициента анизотропии микротвердости кристаллов, полученных из паровой фазы и из расплава при обычных условиях [3],

что показывает, что межцепочечная сила связи в монокристаллах селена зависит от условия их получения.

Упругие постоянные материала также дают сведения о силе связи между его атомами. Нами определены упругие постоянные, в частности модули Юнга, монокристаллов селена динамическим резонансным методом. При этом, измерялась резонансная частота изгиба  $f_{изг.}$ , которая связана с частотой продольной  $f_{прод.}$  и крутильной  $f_{крут.}$  следующим образом:

$$f_{\text{прод.}} = \frac{l}{d} \cdot 0.561f_{\text{изг.}}, \quad f_{\text{крут.}} = 0.6f_{\text{прод.}}$$

где  $l$  - длина,  $d$  - диаметр образца.

Вычисление модуля Юнга проводилось по формуле:

$$E = \frac{4l^2 \rho f^2}{g}$$

где  $\rho$  - плотность,  $g$  - ускорение свободного падения тела. Вместо  $f$  подставляются соответствующие частоты.

Размеры измеряемого образца были:  $l=8.42$  мм,  $d=9.90$  мм, а плотность -  $\rho=4,75$  г/см<sup>3</sup>. Резонансная частота  $f_{\text{изг.}}$  оказалось равной 1214 Гц. Вычисления, по приведенным формулам давали значения модуля Юнга:  $E_{\text{изг.}}=8.98$ ,  $E_{\text{прод.}}=1.97$ ,  $E_{\text{крут.}}=0.70$  в единицах  $10^9$  Н/м<sup>2</sup>. Эти значения несколько отличаются от найденных в [6] значений модуля Юнга для монокристаллов селена, полученных при обычных условиях и измеренных по иной методике. Это различие можно объяснить условиями получения и измерения модуля Юнга монокристалла селена.

[1] *Н.З.Джалилов, Н.Т. Гасанов.* Высокочистые вещества, 1987, 2, с. 209-211.  
 [2] *D.E. Harrison, W.A. Tilla.* J.Appl.Phys., 1965, 36, 5, 1680.  
 [3] *Н.З. Джалилов.* "Получение и исследование физических свойств монокристаллов гексагонального селена", Канд. диссертация, 1968 г, Баку.

[4] *J.E. Rialland, J.C. Perren.* Phys. Appl., 1976, 11, 2, 263-269.  
 [5] *В.Ю. Кришунас, М.П. Мупалкевичюс.* Лит. физ. сб., 1966, 6, 1, 98.

N.Z. Cəlilova, M.İ. Vəliyev

### TƏZYİQ ALTINDA MAYE HALDAN ALINAN HEKSAQONAL SELEN MONOKRİSTALI SƏTHİNİN QURULUŞUNUN ÖYRƏNİLMƏSİ

Maye halda olan Selandən təzyiqlə altından alınan monokristalın səthinin quruluşu tədqiq edilmiş və alınan nəticələr işə daxil edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, monokristalın yetişdirilməsi zamanı böyümədə monotonluğun pozulması, ümumi həcmnin ~2 %-ni təşkil edən, ölçüsü 4 mkm olan boşluqların əmələ gəlməsinə səbəb olmuşdur.

N.Z. Jalilov, M.N. Veliyev

### THE STUDY OF THE SURFACE STRUCTURE OF THE HEXAGONAL SELENIUM MONOCRYSTAL, OBTAINED FROM MELTING PHASE UNDER PRESSURE

The paper contains the results of the investigation of the surface structure of the selenium monocrystals, which has been obtained from melting phase under pressure. It is shown, that the violation of the monotonously in the growing of monocrystal leads to the appearing of the micropores mainly with the size 4 μm and his total volume in the investigating sample about 2%.