

УДК 621.315.592

## ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР, ВЫРАЩЕННЫХ В УСЛОВИЯХ МИКРОГРАВИТАЦИИ

Н. Б. Брандт, А. Г. Белов, Л. И. Девяткова, Г. С. Жданов, В. В. Зубенко,  
В. Г. Караваев, В. В. Моцалков, Н. Р. Нуртдинов, Г. Н. Ронами,  
И. В. Телегина, М. В. Чукичев, Т. Д. Щербатова, А. Э. Юнович

(кафедра физики твердого тела; кафедра физики полупроводников; кафедра физики низких температур)

Результаты, полученные в настоящее время в области космического материаловедения, обширны. Их анализ связан с дальнейшим накоплением статистического материала. Но уже сейчас следует отметить как основной результат установление определенных особенностей в формировании структуры кристаллических тел в условиях невесомости. Основные достижения сводятся к следующим фактам. Получены составы с более однородной структурой, практически бездислокационные (не более  $10^2$  дислокаций на  $1 \text{ см}^2$ ), выращен ряд кристаллов значительно больших размеров, чем в земных условиях. Показано, что скорость переноса массы в условиях невесомости в 10 раз превышает теоретически ожидаемую величину.

В настоящей статье представлены результаты работ по исследованию материалов, выращенных в условиях микрогравитации ( $10^{-4}$ — $10^{-6} \text{ g}$ ).

Изучались следующие материалы:  $\text{V}_{1-x}\text{Sb}_x$  с 0,5 и 1 ат. % Sb и  $\text{PbTe}$ , выращенные на борту орбитальной станции «Салют» во время совместного полета СССР — ГДР в рамках программы «Беролина»;  $\text{PbSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$  и  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ , выращенные в совместных экспериментах СССР — ПНР по проекту «Сирена»;  $\text{PbCl}_2$ — $\text{AgCl}$  и  $\text{PbCl}_2$ — $\text{CuCl}$ , выращенные по программе «Морава» на орбитальном комплексе «Союз — Салют» с международным экипажем СССР — ЧССР, и Ge и  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$ , полученные в совместных экспериментах СССР — Франция по программе «Эльма».

Работы проводились по программе, разработанной совместно с Институтом космических исследований АН СССР.

Для изучения структуры и физических свойств перечисленных материалов использовался комплексный подход с привлечением современных прецизионных методов исследования. Фазовый состав, характер распределения примесей и пор исследовались методами оптической микроскопии, гониометрическими методами, методом электронно-растровой микроскопии, рентгеноструктурным и рентгеноспектральным методами, а также методами катодо- и фотолюминесценции. Были проведены исследования веществ путем изучения квантовых осцилляционных и оптических эффектов. Подробное описание методов излагается в работе [1].

Результаты исследований иллюстрируются рис. 1—5.

Известно, что сплавы  $\text{V}_{1-x}\text{Sb}_x$ , полученные в земных условиях, находятся в особенно жесткой связи с температурной нестабильностью и характеризуются чрезвычайной неоднородностью распределения сурьмы. Исследованные космические образцы, содержащие 0,5 ат. % Sb, представляют собой сростки монокристаллов, образующих структуру типа «хворост» (рис. 1). Образец этого же состава, выращенный в зем-

ных условиях по аналогичной программе, представляет собой единый монокристалл. Космический образец, содержащий 1 ат. % Sb, состоит из двух монокристаллов с различной ориентировкой и блочностью, достигающей  $2^\circ$ . Исследования поверхности среза образцов методом сканирующей электронной микроскопии выявили резкую сегрегацию сурьмы либо ее твердого раствора  $\text{Bi}_{20}\text{Sb}_{80}$  по диаметру образца в неомогенной части. В гомогенном участке в отдельных монокристаллах распределение сурьмы более однородно, в других — менее. Однако степень неоднородности земных образцов бо́льшая. Электрофизические измерения были проведены на отдельных монокристаллах размером



Рис. 1. Фотография травленной торцевой поверхности среза космического образца  $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$  ( $x = 0,5$  ат. %)

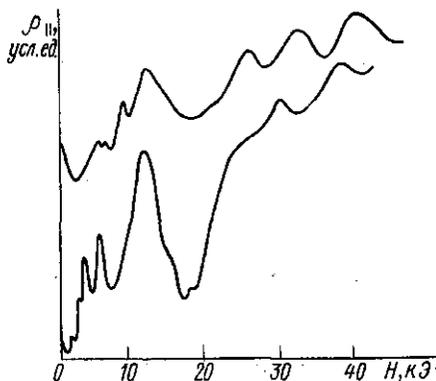


Рис. 2. Зависимость продольного магнитосопротивления от магнитного поля ( $H \parallel C_2$ ) для космического (верхняя кривая) и земного (нижняя кривая) монокристаллических образцов  $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$  ( $x = 0,5$  ат. %)

порядка 2—3 мм, которые выкальвались из общего слитка. Сравнивая данные космического и земного образцов: удельное электросопротивление  $\rho$  при комнатной и 4,2 К температуре, малые  $S_{\text{Фн}1}$  и большие  $S_{\text{Фн}2}$  сечения электронной части поверхности Ферми, малые циклотронные эффективные массы  $m_{\text{сф}}$ , температуру Дингла  $T_{\text{д}}$ , концентрацию электронов  $n$ , время свободного пробега  $\tau$  (табл. 1) и зависимость магнитосопротивления от магнитного поля (рис. 2), мы можем констатировать, что и те и другие образцы обладают в пределах ошибки (10—15%) одинаковыми электрофизическими свойствами, хорошо согласующимися с литературными данными [2] для полуметаллов  $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$ .

В образцах состава  $\text{PbTe}$  разориентировка блоков относительно направления  $[010]$  доходила до  $3^\circ$ . В оптическом микроскопе в одном из образцов наблюдался сетчатый рельеф с ячейками порядка 50 мкм, вытянутыми вдоль направления роста  $[100]$  и разделенными порами со средними размерами 5—15 мкм. В другом образце крупные ячейки достигали 200—350 мкм и содержание теллура в них составляло от 20 до 38%. В мелких ячейках наблюдалось значительное отклонение от стехиометрии, концентрация теллура изменялась от 8 до 49%. Внутри ячейки размерами  $350 \times 50$  мкм при прохождении вдоль оси concentra-

Таблица 1

Исследуемые параметры	Образец	
	космический	земной
$\rho_{300}$ , $10^{-8}$ Ом·см	122	104
$\rho_{4,2}$ , $10^{-8}$ Ом·см	5,08	4,22
$\rho_{300}/\rho_{4,2}$	24,0	24,7
$s_{bln 1}$ , $10^{-42}$ (г·с·/с) <sup>2</sup>	$1,30 \pm 0,10$	$1,29 \pm 0,04$
$s_{bln 2}$ , $10^{-42}$ (г·см/с) <sup>2</sup>	$15,4 \pm 1,0$	$13,7 \pm 0,9$
$m_{cl}$ , $10^{-2} m_0$	$1,0 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,05$
$T_D$ , К	$5 \pm 2$	$4 \pm 1$
$n$ , $10^{17}$ см <sup>-3</sup>	2,44	2,40
$\tau$ , $10^{-12}$ с	2,3	2,9

ция теллура изменялась от 34% с одного конца до 22 — в середине и 38% с противоположной стороны.

Структура образцов  $Cd_xHg_{1-x}Te$  характеризуется наличием двух типов блоков размерами порядка 1 мкм с разными составами по  $x$ :  $x=0,22-0,24$  и  $x=0,47-0,51$ . На рис. 3 приведены спектры отражения исследованных образцов. Наблюдаемая спектральная зависимость  $R(\lambda)$  имеет вид, характерный для спектра решеточного отражения твердого раствора  $Cd_xHg_{1-x}Te$  (остаточные лучи) [3, 4]. Из сравнения кривой 1 на-

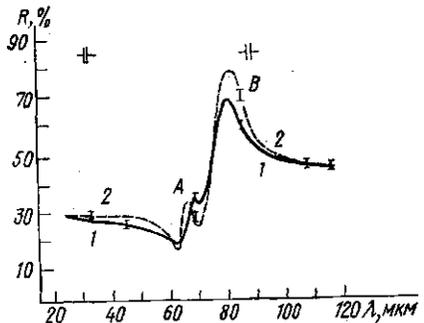


Рис. 3. Спектры ИК-отражения космического образца  $Cd_xHg_{1-x}Te$ . Максимум А — мода CdTe, максимум В — мода HgTe;  $T=300$  (1) и 85 (2) К

стоящей работы и спектра ИК-отражения при  $T=300$  К работы [4] можно заключить, что концентрация свободных носителей заряда в исследованном образце при  $T=300$  К не превышает  $3 \cdot 10^{16}$  см<sup>-3</sup> [4]. Анализ спектров ИК-отражения позволяет найти величины статической ( $\epsilon_0$ ) и высокочастотной ( $\epsilon_\infty$ ) диэлектрической проницаемости, а также значения частот продольных ( $\omega_{LO}$ ) и поперечных ( $\omega_{TO}$ ) оптических фононов для полос остаточных лучей CdTe (максимум А) и HgTe (максимум В) (см. табл. 2). Полученные результаты близки к данным работы [3]. Таким образом, насколько можно судить по спектрам отражения, исследованные образцы по своим оптическим свойствам в далекой ИК-области практически не отличаются от земных.

Все исследованные образцы состава  $PbCl_2-AgCl$  и  $PbCl_2-CuCl$  представляют собой совокупность отдельных кристаллов различных размеров. Методом электронного микронзондирования установлено различие в кристаллизации исследуемых составов. Кристаллическая матрица  $PbCl_2-AgCl$  однородна и состоит из элементов Pb и Cl в соответствии с заданной структурой. Эвтектика содержит основные элементы Ag и Cl в связанном состоянии, Pb в свободном состоянии, а также

посторонние примеси. Структуру матрицы  $PbCl_2-CuCl$  составляют элементы  $Cu$ ,  $Cl$  и  $Pb$  в количествах 3,3; 26,0 и 71,1% соответственно. Эвтектика, как и в предыдущем образце, содержит посторонние примеси, включения металлического  $Pb$  и элементы  $Cu$  и  $Cl$  в связанном состоянии. Полученные результаты свидетельствуют об определенной аномалии, обусловленной химией процессов, протекающих в космосе. Но пока еще нет достаточного количества данных, позволяющих объяснить особенности формирования структур, связанные с нестехиометричностью.

Таблица 2

Исследуемые параметры	$T = 300 \text{ K}$		$T = 85 \text{ K}$	
	$\epsilon_\infty$	$10,5 \pm 0,5$		$11,5 \pm 0,5$
$\epsilon_0$	$28 \pm 2$		$28 \pm 2$	
	$CdTe$	$HgTe$	$CdTe$	$HgTe$
$\omega_{LO}, \text{ см}^{-1}$	$157 \pm 3$	$136 \pm 3$	$157 \pm 2$	$135 \pm 3$
$\omega_{TO}, \text{ см}^{-1}$	$144 \pm 2$	$120 \pm 3$	$147 \pm 2$	$117 \pm 2$

Методом рентгеновской дифрактометрии были исследованы параметр решетки и коэффициент теплового расширения монокристаллов  $Ge$  в интервале температур от комнатных до гелиевых. Вид полученной зависимости для космических образцов аналогичен зависимости для исследованных земных образцов с характерным уменьшением  $\alpha$  в области комнатных температур и последующим возрастанием при снижении температуры до гелиевых. Фазовых переходов в исследованном образце не обнаружено. Поверхность эпитаксиального слоя германия изучалась методом интерференционной микроскопии. Структура поверхности космических образцов характеризуется наличием как довольно больших областей совершенного материала, так и областей с большой плотностью дефектов. Отличительной особенностью областей совершенного материала является высокая плотность трехгранных пирамид роста с видимыми ступенями роста на поверхности граней, свидетельствующими о наличии слоевого механизма роста (рис. 4). Обычные размеры ребер от вершины пирамид до пересечения с гранями других пирамид составляют 500 мкм, а их высота — 20 мкм. Высота пирамидок, представляющих собой последнюю ступень роста, равна 3—4 мкм. В вершинах пирамид часто наблюдаются маленькие пирамиды, высота их порядка 1 мкм. Слои пирамиды разделены ступеньками высотой 0,2—0,5 мкм. В сравнении с космическими структура поверхности земных образцов более дефектна. Количество центров кристаллизации заметно меньше.

Образцы состава  $Ga_xIn_{1-x}P$  представляли собой нелегированные эпитаксиальные слои, выращенные методом жидкофазной транспортной эпитаксии на монокристаллической подложке  $GaP$ . Толщина эпитаксиального слоя в космическом образце втрое превышает толщину слоя в образце, выращенном в земных условиях, и составляет 700—750 мкм. Эпитаксиальный слой состоит из отдельных монокристалликов. В непосредственной близости к границе с подложкой в некоторых кристалликах наблюдаются закономерные ориентации относительно исходного кристалла. Выросшие кристаллики повторяют ориентировку

либо являются двойниками основного монокристалла-подложки. Плоскостью двойникования при этом является кристаллографическая плоскость (111). Иными словами, выросшие кристаллики либо повторяют полярность оси [111] подложки, либо меняют полярность этой оси на противоположную. Отклонения ориентировок от строго указанных соотношений в пределах  $0,3-1^\circ$ . С удалением от границы эти ориентационные соотношения для выросших кристалликов не соблюдаются. В полученных нами спектрах фотолюминесценции образцов  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$  при малых уровнях возбуждения наблюдались ли-

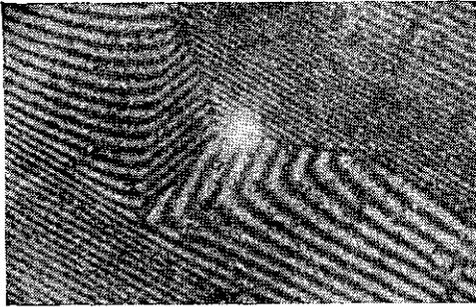


Рис. 4. Интерферограмма участка с пирамидой роста в космическом образце германия

нии, обусловленные рекомбинацией на донорно-акцепторных парах  $S-C$  и рекомбинацией дырка — донор  $S$ .

При больших уровнях возбуждения возникали линии, обусловленные рекомбинацией экситонов, связанных на нейтральном доноре  $S$  и изоэлектронной ловушке  $N$ . В спектрах катодолуминесценции эти линии можно было наблюдать одновременно (см. рис. 5, где представлены спектры фото- и катодолуминесценции; идентификация линий проведена по данным [5]).

Сопоставление спектрального положения линий с приведенными в литературе зависимостями спектрального положения максимума от параметра твердого раствора  $x$  ( $4,4$  мэВ/% для линии  $A_0$  и  $1,6$  мэВ/% для остальных линий) показывает, что для образца, выращенного в условиях микрогравитации, значение  $x$  монотонно меняется от  $0,87$  у подложки  $\text{GaP}$  до  $0,92$  в наиболее удаленной от подложки точке эпитаксиального слоя; при этом основное изменение  $x$ , равное  $0,03$ , происходит на первых  $300$  мкм. Полученное значение  $x=0,87\pm 0,02$  с точностью до ошибки эксперимента совпадает с расчетным значением  $x=0,85$ .

Интенсивность люминесценции образца, выращенного в условиях микрогравитации, при всех условиях возбуждения в три и более раз превышает интенсивность люминесценции образцов, выращенных в аналогичных земных условиях. Это свидетельствует о большем совершенстве этого образца с точки зрения излучательной рекомбинации.

В экспериментах с  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$  трудности получения данных материалов в земных условиях связаны с очень сильной конвекцией, влияющей на процессы структурообразования на границе раздела фаз. Не-

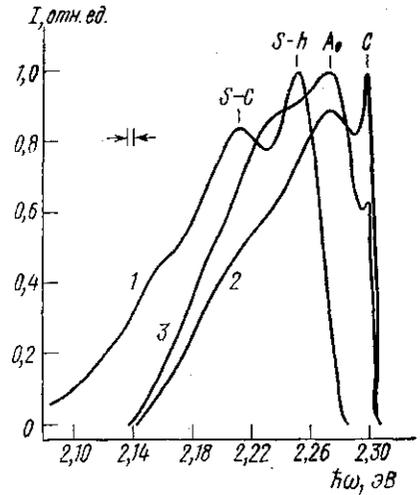


Рис. 5. Спектры фото- (ФЛ) и катодолуминесценции (КЛ) космического образца  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$ : 1 — ФЛ,  $70$  К, плотность поверхностного возбуждения  $W \approx 50$  Вт/см<sup>2</sup>; 2 — ФЛ,  $70$  К,  $W \approx 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>; 3 — КЛ,  $8$  К,  $E_p = 40$  кэВ,  $j = 2$  А/см<sup>2</sup>

значительные изменения состава жидкой фазы в этом случае вызывают особо сильные изменения состава твердой фазы. Эксперимент в космосе был рассчитан на подавление конвекционной составляющей в образовании дефектов кристаллической структуры  $Ga_xIn_{1-x}P$ , и его результаты, очевидно, можно считать достаточно успешными.

Приведенные результаты можно рассматривать как первые итоги исследований, которые в дальнейшем должны послужить основанием для постановки новых экспериментов с целью формирования наших представлений о процессах структурообразования в космосе. Все имеющиеся в настоящее время данные в этой области являются уникальными и, несомненно, послужат как совершенствованию технологических приемов получения новых материалов в земных условиях, так и развитию космического материаловедения, способствующего получению совершенных структур материалов, которые не могут быть выращены на Земле.

Авторы приносят благодарность сотрудникам Института космических исследований проф. А. С. Охотину, И. А. Зубрицкому, Г. Е. Игнатьеву, И. П. Казакову за любезно предоставленные образцы и полезные обсуждения.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Брандт Н. Б., Белов А. Г. и др. Деп. ВИНТИ, № 4481 — 81 Деп.  
[2] Акимов Б. А., Чудинов С. М., Мошалков В. В. Физ. низ. температур, 1978, № 1, с. 3. [3] Bears T., Sorger F. Sol. State Comm., 1972, 10, p. 875.  
[4] Белов А. Г., Рашевская Е. П. В кн.: Мат. IV Всесоюз. симпоз. по полупроводникам с узкой запрещ. зоной и полуметаллам. Львов, 1975, ч. IV, с. 67.  
[5] Marriette H., Chevallier J. J. Appl. Phys., 1977, 48, N 3, p. 1200.

Поступила в редакцию  
30.11.81

ВЕСТН. МОСК. УН-ТА. СЕР. 3. ФИЗИКА. АСТРОНОМИЯ, 1983, т. 24, № 1

УДК 621.372

### СВОЙСТВА МНОГОСЛОЙНОГО ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОГО ПОГЛОТИТЕЛЯ ПРИ НАКЛОННОМ ПАДЕНИИ ИЗЛУЧЕНИЯ

А. Н. Баскаков, А. В. Тихонравов

(кафедра математики)

Многослойный интерференционный поглотитель (МИП) [1—5] представляет собой резонансную структуру типа Фабри — Перо, в которой обеспечивается практически полное поглощение (преобразование) энергии падающей волны в тонком слое чувствительного к излучению вещества, в обычных условиях практически прозрачного для излучения. В последнее время МИП интенсивно исследуется в качестве входного элемента приемников и преобразователей волновых (например, оптических) излучений. Имеются достаточно подробные расчеты основных характеристик МИП при нормальном падении излучения [2—3]. Однако, поскольку работа МИП, как и других многослойных интерференционных структур, существенно зависит от угла падения излучения, необходимо подробно исследовать угловые характеристики МИП. Режим наклонного падения особенно интересен в связи с возможностью плавной перестройки резонансной частоты поглощения, а также в связи с вопросом о степени подавления внешних шумов приемника с МИП на входе.