

## ВЫРАЩИВАНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ В ОПТИЧЕСКИ ПОЛИРОВАННЫХ ФОРМАХ

Ю. В. ШАРВИН, В. Ф. ГАНТМАХЕР

Институт физических проблем АН СССР

(Получено 18 января 1963 г.)

Описана методика выращивания из расплава металлических монокристаллов в разборных полированных стеклянных или кварцевых формах, которая дает возможность изготовлять образцы заданной кристаллической ориентации (с точностью до  $0,5^\circ$ ) и правильной геометрической формы (с точностью до  $0,01$  мм).

В тех случаях, когда металлический образец должен иметь точные размеры и ровную «зеркальную» поверхность и в то же время должен представлять собой монокристалл с возможно меньшим количеством дефектов решетки, механическая обработка, а также и другие методы резки и полировки металлов не приводят к удовлетворительным результатам. В особенности это относится к таким мягким, легко деформируемым металлам, как олово, индий, свинец и т. п. При исследовании электронных свойств металлов при низких температурах [1—4], где указанные требования были весьма существенны, в ИФП применялась излагаемая ниже методика изготовления монокристаллических образцов. При разработке этой методики был использован ряд ставших классическими приемов, примененных в работах [5, 6] при выращивании ориентированных монокристаллов висмута в разборных формах из кварца и стеатита (см. также [7]).

Монокристаллы выращивались в разборных формах из стекла или оптического кварца. Одна из таких форм показана на рис. 1. Применение кварца было вызвано желанием уменьшить опасность растрескивания и вероятность загрязнения металла при соприкосновении с горячими стенками формы. (Надо отметить, впрочем, что достоверных указаний на загрязнение легкоплавких металлов при плавке в стекле мы не имеем.) Части формы скреплялись между собой при помощи притертых конусов 1, которые обеспечивали точность сборки. Пластины 2 имели оптически полированную поверхность, а прокладки 3 были оставлены матовыми во избежание образования оптического контакта между ними и пластинами 2. В конусообразное отверстие 4 в нижней части формы вставлялся притертый капилляр с заранее приготовленной затравкой (см. ниже). В верхней части формы имелся литник для заливки расплавленного металла. Полость образца соединялась с полостями затравки и литника короткими каналами сечением  $\sim 0,5$  мм<sup>2</sup>.

Формы, типа изображенной на рис. 1, были применены для выращивания дисков  $\phi$  от 18 до 50 мм. Если нужно было получить образец более тонкий, чем толщина боковых прокладок, в полость формы вставлялся дополнительный вкладыш в виде плоского полированного диска. Подобные же формы были изготовлены для получения четырехугольных пластинок  $13 \times 6 \times 1$  мм<sup>3</sup> [2] и сфер  $\phi$  12 мм.

Чтобы избежать прилипания металла к форме, ее поверхность обрабатывалась следующим образом: форма погружалась в бензин с примесью небольшого количества вакуумной замазки ( $1 \div 2$  г на 1 л) и медленно из него вынималась. После высыхания бензина на поверхности оставалась органическая пленка толщиной в несколько молекулярных слоев. Затем поверхность покрывалась едва заметным слоем газовой сажи, который благодаря наличию подложки более прочно прилипал к стеклу.

После сборки формы и установки в ней нужной затравки она вставлялась в коробочку из медной фольги толщиной 0,1 мм и помещалась между двумя стальными шлифованными пластинами толщиной 5 мм. В фольге и пла-

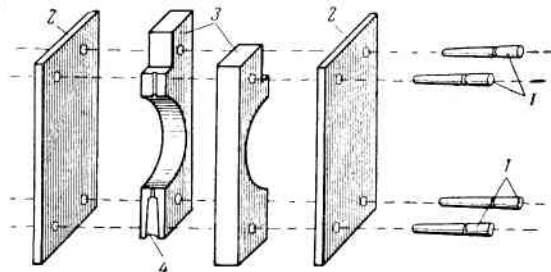


Рис. 1. Стеклянная форма для отливки образцов  $\phi$  35 мм и толщиной 10 мм

стинах имелись отверстия для выступающих концов конусов. Затем форма с пластинами помещалась между двумя двухсекционными плоскими печками, намотанными на слюде. Образовавшийся пакет стягивался винтами при помощи двух стальных пластин толщиной 3 мм и подвешивался в вертикальном положении (затравкой вниз) под вакуумным колпаком (рис. 2). Экран из медной фольги и массивные стальные пластины служили для создания вертикального градиента температуры при кристаллизации. На стальных пластинах имелись две термопары: одна в нижней, другая в верхней части пакета. Кроме того, в литник вставлялись два кварцевых капилляра-пробирки; внутри одной помещался миниатюрный нагреватель, внутри другой — термопара.

Процесс изготовления образца протекает следующим образом (для конкретности остановимся на изготовлении образца из олова).

1) Нагрев формы при помощи боковых печек до  $300 \div 350^\circ \text{C}$  и прогрев ее при этой температуре и давлении  $\sim 10^{-5}$  тор в течение 1  $\div$  2 ч для удаления газа с поверхности формы. Выделение газа на последующих стадиях процесса может привести к образованию раковин на поверхности образца.

2) Охлаждение формы до  $240 \div 250^\circ \text{C}$ , т. е. до температуры, близкой к точке плавления олова ( $232^\circ \text{C}$ ).

3) Включение печки 2 и заливка металла в форму. Количество металла берется с таким расчетом, чтобы в литнике оставался столб металла высотой 2  $\div$  3 см для создания гидростатического давления, необходимого для продавливания металла сквозь узкий канал в полость образца.

4) Кристаллизация. После окончания заливки вакуумный насос отключается, под колпак напускается теплообменный газ (гелий при давлении  $\sim 0,1$  тор), выключаются нижние секции боковых нагревателей и включается нагреватель, расположенный внутри литника (мощность  $\sim 2$  вт). Последний необходим для того, чтобы предотвратить преждевременное застывание металла в литнике. Регулируя ток через боковые нагреватели, можно постепенно понижать температуру, все время поддерживая температурный градиент. Кристаллизация занимает около 1 ч.

5. После остывания форма осторожно разбирается и образец бритвой отрезается от литника и затравки.

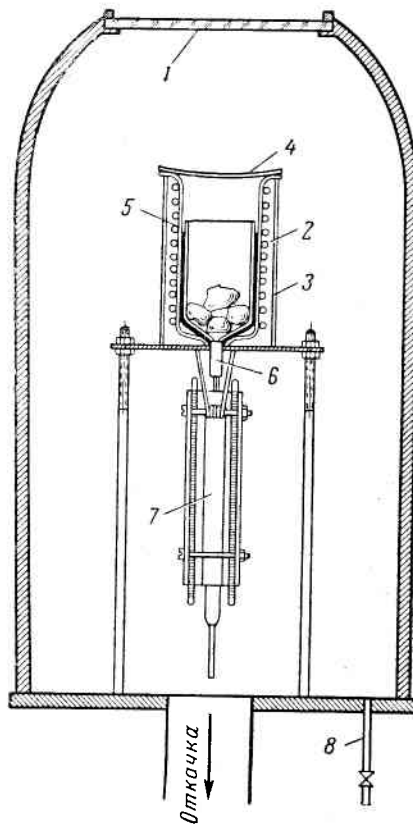


Рис. 2. Схема вакуумной установки: 1 — стеклянное окошко в колпаке для визуального наблюдения; 2 — печь для расплавления металла, намотанная на кварцевой трубке; 3 — кварцевая трубка, предохраняющая расплавляемый металл от загрязнения испаряющимся материалом спирали; 4 — стеклянная крышка; 5 — воронка; 6 — медная трубка, нагреваемая печкой 2; 7 — форма и плоские печки, собранные в пакет; 8 — трубка для напуска газообразного гелия

Затравки для выращивания ориентированных монокристаллов готовились способом, весьма близким к примененному в работе [5]. В законченном капилляре выращивался монокристалл случайной ориентации (рис. 3, а), затем тонкая часть капилляра, имевшая слегка коническую форму, обламывалась и снималась (рис. 3, б). Свободная от стекла часть кристалла травилась для определения ориентации<sup>1</sup>, а затем сгибалась

<sup>1</sup> При травлении необходимо тщательно следить, чтобы жидкость не попала внутрь оставшейся части капилляра во избежание разрыва столбика жидкого металла при переплавке.

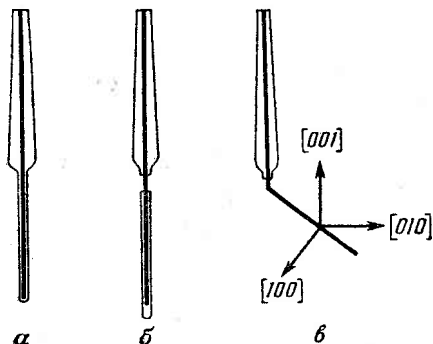


Рис. 3. Изготовление затравки с кристаллической осью  $[001]$  вдоль оси капилляра

у шейки так, чтобы нужная кристаллографическая ось в травленной части кристалла была направлена параллельно оси толстостенной части капилляра (рис. 3, в). В согнутом виде капилляр размещался на мелком кварцевом песке, насыпанном на стальной пластинке, вдоль которой создавался такой градиент температуры, чтобы весь металл внутри капилляра и часть свободно лежащей металлической палочки, включая место сгиба, расплавились. Весь процесс производился на воздухе, поэтому на свободной поверхности металла образовывалась корка окислов, не

дававшая ему возможности растечься. Граница расплавленной части металла определялась визуально. Затем нагрев уменьшался таким образом, чтобы металл затвердевал, начиная с нерасплавленного конца.

Описанным способом мы выращивали монокристаллы Sn и In. М. С. Хайкин и Р. Т. Мина получали, помимо Sn и In, такие монокристаллы Pb и Bi.

Достигнутая точность получения нужной кристаллографической ориентации составляла около  $0,5^\circ$ . Размеры образцов, отливаемых в одной форме, воспроизводятся с точностью не хуже  $0,01$  мм. Вес оловянных сферических образцов  $\phi 12$  мм (около 8 г) варьировался в пределах 5 мг.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. В. Шарвин, Ж. эксперим. и теор. физ., 1957, 33, 1341.
2. М. С. Хайкин, Ж. эксперим. и теор. физ., 1959, 37, 1473.
3. Ю. В. Шарвин, В. Ф. Гантмахер, Ж. эксперим. и теор. физ., 1960, 38, 1456.
4. М. С. Хайкин, Ж. эксперим. и теор. физ., 1961, 41, 1773.
5. П. Л. Капица, Proc. Roy. Soc. A, 1928, 119, 358.
6. Л. В. Шубников, де Гааз, ЖРФО, 1930, 62, 529.
7. В. Д. Кузнецов, Кристаллы и кристаллизация, 1953, Гостехиздат.