

УДК 548.0 : 537.226

© 1992

НАБЛЮДЕНИЕ СУБСТРУКТУРЫ ПОЛИСИНТЕТИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛОВ СУЛЬФИДА И СЕЛЕНИДА ЦИНКА

Б. А. Абдикамалов, М. Т. Ережепов, У. К. Ерназаров

Иложены результаты рентгенопографического и электронно-микроскопического исследований субструктуры полисинтетических кристаллов ZnS и ZnSe. Обнаружена вариация толщины структурных доменов в кристаллах ZnSe. Визуализированы структурные домены ZnS с толщиной порядка 40 Å. Показано, что при 5-процентной ориентированной пластической деформации толщина доменов увеличивается в несколько десятков раз.

Кристаллы сульфида и селенида цинка (ZnS и ZnSe), выращенные из расплава, имеют полисинтетическую структуру, состоящую из тонких слоев сфалерита. Они представляют большой интерес в качестве модельных объектов для исследования процессов перестройки кристаллической решетки при ориентированной пластической деформации. В результате этого в образцах ZnS из полисинтетического состояния и политипных модифициций образуется монокристалл сфалерита с определенной системой структурных дефектов [1-3]. Средняя толщина доменов (слоев сфалерита) в полисинтетических кристаллах ZnS равна 30-40 Å, а в ZnSe составляет порядка миллиметра [4, 5]. Работы по визуализации отдельных доменов отсутствуют. В связи с этим проводились рентгенопографическое и электронно-микроскопическое исследования субструктуры полисинтетических кристаллов сульфида и селенида цинка.

Рентгенопографические съемки проводились по методу углового сканирования на отражение по схеме, описанной [6]. Электронно-микроскопические съемки осуществлялись на микроскопе типа УЭМВ-100к при напряжениях 50 и 75 кВ. Снимались образцы в виде пластинок, полученных путем скола по плоскостям спайности (110) при помощи ультрамикротомы.

На рис. 1 представлены фотографии топограмм углового сканирования кристаллов ZnSe, полученных с одного образца с семейств плоскостей типа (315), (404) и (311). По виду топограммы, снятой с плоскостей (404), можно убедиться, что структура кристалла достаточно совершенная. Здесь не наблюдаются признаки полисинтетичности образца. На топограммах, снятых с семейств плоскостей типа (311), видны изображения отдельных структурных доменов. При внимательном рассмотрении топограмм плоскостей типа (113) и (311) можно заметить, что эта пара рентгенопографических снимков одной поверхности образца является негативной по отношению друг к другу. Это следствие того, что кристалл состоит из двух систем структурных доменов сфалерита и каждая система доменов формирует свое изображение. Отсюда следует, что отдельные домены полисинтетических кристаллов ZnSe могут быть визуализированы путем съемки топографических картин с семейств кристаллографических плоскостей, удовлетворяющих условию $h + k + l = 3n \pm 1$. Не наблюдаются признаки структурных

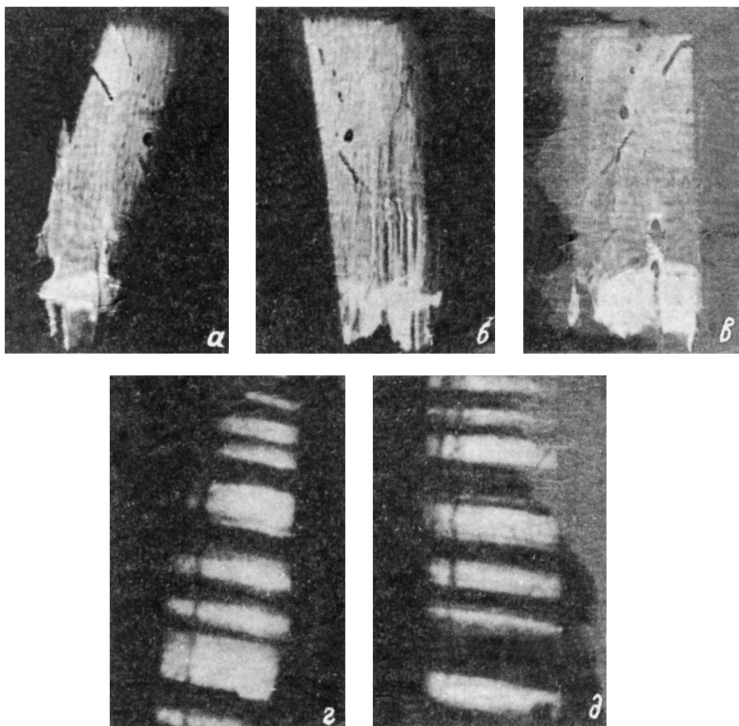


Рис. 1. Фотографии рентгеновских топограмм полисинтетических кристаллов ZnSe. Контраст обратный. Топограммы получены с плоскостей типа (315) (а), (404) (б), (513) (в) и с плоскостей типа (113) (z) и (311) (д).

доменов на топограммах углового сканирования, полученных с плоскостей, удовлетворяющих условию $\bar{h} + \bar{k} + \bar{l} = 3n$. Такие кристаллографические плоскости, как показано в работе [2], являются общими для двух систем доменов (ориентационных состояний) сфалерита. Плоскости типа $\bar{h} + \bar{k} + \bar{l} = 3n \pm 1$ ограничены ростовыми дефектами упаковки — границами между структурными доменами в исследованных объектах.

Интересно отметить, что существенной особенностью субструктуры полисинтетических кристаллов ZnSe является наличие вариации толщины доменов. Так, из рис. 1, z, д видно, что толщина изменяется приблизительно циклически от десятков микронов до долей миллиметра, причем самый толстый обмен одной системы соседствует с самым тонким доменом другой системы.

Структурные домены полисинтетических кристаллов ZnS не могут быть выявлены рентгенографически из-за малости их толщины. Поэтому здесь для визуализации субструктуры должна быть использована просвечивающая электронная микроскопия, позволяющая получить дифракционный контраст с различных систем доменов, имеющих в данном случае микроскопические размеры в одном направлении.

На рис. 2 представлены фотографии темнопольных электронно-микроскопических картин, полученных при дифракции электронов в плоскостях типа (311). Видны изображения отдельных доменов; судя по изображениям, толщина доменов вдоль направления особой оси [111] равна ~ 40 Å. Из полученных картин можно убедиться, что некоторые структурные домены сфалерита имеют ограниченные размеры вдоль направления типа [112]. Толщина некоторых доменов уменьшается в их краях до пределов разрешения микроскопа. В образцах ZnS, пластически деформированных на 4–6% по схеме, изложенной в работе [2], толщина доменов достигает 200–250 Å (рис. 2, б). Это, как следует из

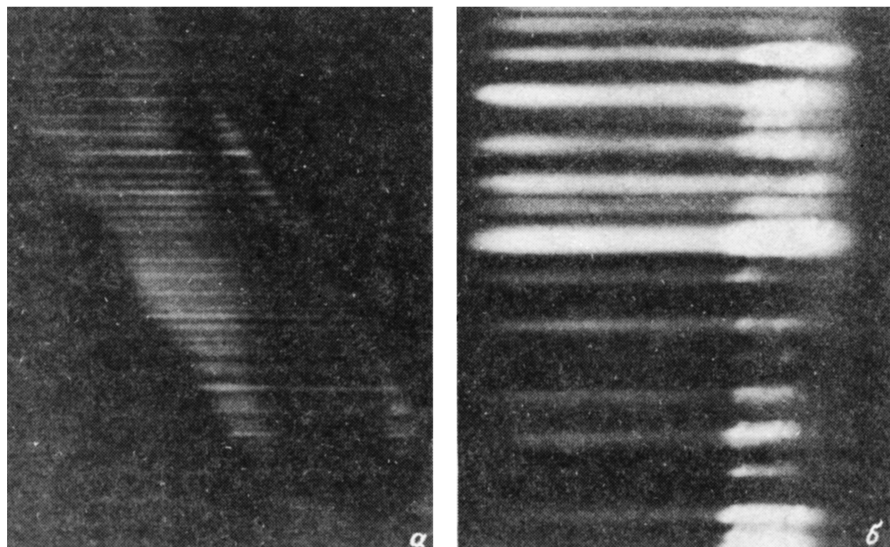


Рис. 2. Фотографии электронно-микроскопических изображений исходного (а) и деформированного на 5% (б) кристаллов ZnS

[^{2,3}], является результатом того, что ориентированная пластическая деформация в полисинтетических кристаллах ZnS сопровождается раздвойниванием и соответственно исчезновением одной системы структурных доменов за счет другой.

Большой интерес представляет вид светлополюсных картин исследованных кристаллов. На них также видны изображения отдельных доменов. Такая ситуация связана, вероятно, с наличием значительных полей напряжений около ростовых дефектов упаковки кристаллов ZnS и ZnSe.

На рис. 3 представлена фотография электронно-микроскопического изображения одного из наиболее тонких доменов полисинтетического кристалла ZnSe, имеющего толщину ~ 0.2 мкм. Такая величина, по-видимому, является характерной для образцов селенида цинка, полученных из расплава при температурах выше температуры фазового перехода вюрцит—сфалерит.

Следует отметить, что электронно-микроскопические изображения образцов ZnS и ZnSe получились с крайних участков исследованных тонких кристаллов, имеющих ширину, равную приблизительно 1500 Å.

Таким образом, комплексное использование рентгеновской топографии и электронной микроскопии позволило визуализировать отдельные домены полисинтетических кристаллов ZnS и ZnSe.

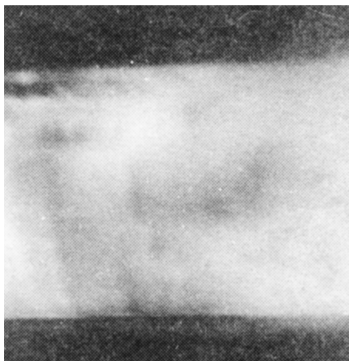


Рис. 3. Фотография электронно-микроскопического изображения полисинтетического образца ZnSe.

Список литературы

- [1] Абдикамалов Б. А., Кулаков М. П., Шехтман В. Ш., Шмурак С. З. // ФТТ. 1975. Т. 17. № 5. С. 3463—3466.
- [2] Шехтман В. Ш., Шмытько И. М., Аристов В. В., Абдикамалов Б. А. // ФТТ. 1976. Т. 18. № 5. С. 1358—1361.

- [3] Шмытько И. М., Матвеева Л. А., Бредихин С. И., Шехтман В. Ш., Шмурак С. З. // ФТТ. 1984. Т. 26. № 7. С. 2033—2042.
- [4] Абдикамалов Б. А., Ерназаров У. К., Киятов К. К. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 6. С. 1821—1822.
- [5] Кулаков М. П., Кулаковский В. Д., Фадеев А. В. // Изв. АН СССР. Сер. неорган. материалы. 1976. Т. 12. № 10. С. 1867—1868.
- [6] Шулаков Е. В., Аристов В. В. Аппаратура и методы рентгеновского анализа. Л., 1978. Т. 21. С. 151—161.

Нукусский государственный университет
им. Т. Г. Шевченко

Поступило в Редакцию
17 июня 1991 г.

В окончательной редакции
18 октября 1991 г.
