

Рекристаллизация теллура в условиях микрогравитации и свойства полученных образцов

© Р.В. Парфеньев, И.И. Фарбштейн, И.Л. Шульпина, С.В. Якимов, В.П. Шалимов*,
А.М. Турчанинов*, А.И. Иванов**, С.Ф. Савин**

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

* Научно-производственное объединение "Композит",

141070 Калининград, Московская обл., Россия

** РКК "Энергия", 141070 Калининград, Московская обл., Россия

(Поступила в Редакцию 5 августа 1999 г.)

Выполнены три эксперимента по рекристаллизации теллура в условиях микрогравитации с использованием модифицированного метода Бриджмена в печи "Кристаллизатор ЧСК-1" на борту космической станции "МИР". Исследованы особенности электрофизических свойств полученных образцов: кристаллическая структура, распределение примесей и дефектов, концентрация и подвижность носителей заряда. Проведено сопоставление с параметрами кристаллов, переплавленных аналогичным методом при нормальном уровне гравитации. Обнаружено, что рекристаллизованные в замкнутом объеме в условиях микрогравитации образцы теллура "отрываются" от стенок контейнера, касаясь его только в нескольких точках. Это приводит к таким явлениям, как рост кристалла со свободной поверхностью и глубокое переохлаждение. Исследование распределения электрически активных примесей по длине слитков указывает на присутствие в расплаве в условиях микрогравитации конвективных потоков термокапиллярного происхождения, усиливающихся при "отрыве" расплава от стенок ампулы. Учтены вклады примесей и электрически активных структурных дефектов в распределение носителей заряда. Путем частичной рекристаллизации теллура в замкнутом объеме в условиях микрогравитации выращен монокристалл, сравнимый по электрическим характеристикам с кристаллом, выращенным по методу Чохральского в нормальных условиях.

Изучение процессов массо-теплопереноса и кристаллизации при различных уровнях гравитации — от десятков g_0 в экспериментах на центрифугах и до $10^{-6}g_0$ на космических станциях и платформах — предоставило дополнительные возможности для варьирования структуры и свойств полупроводниковых материалов.

Чистый теллур (концентрация дырочных носителей заряда $p_{77\text{K}} \sim 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ при $T = 77 \text{ K}$ — примесная область проводимости $T < 200 \text{ K}$ для $E_{g\text{Te}} \cong 340 \text{ mV}$ [1]) весьма удобен для реализации таких экспериментов из-за низкой температуры плавления ($T_m = 452^\circ\text{C}$ [1]) и в силу чрезвычайной чувствительности его электрофизических свойств к структурным дефектам и механическим напряжениям, возникающим в кристалле в процессе роста [2]. Сравнительно высокая концентрация дефектов в кристаллах, выращенных в нормальных условиях, может быть причиной того, что теллур в примесной области проводимости известен исключительно как полупроводник p -типа [1].

Влияние высоких уровней гравитации на процесс кристаллизации и на содержание структурных дефектов и распределение примесей в образцах теллура было исследовано в работах [3,4] с использованием специальной печи "Meudon", помещенной в кабину центрифуги ЦФ-18, расположенной в центре подготовки космонавтов.

В августе 1996 г. в печи "Кристаллизатор ЧСК-1", установленной на борту ОКС "МИР", была выполнена программа трех экспериментов по направленной кристаллизации теллура в условиях микрогравитации. В настоящей работе излагаются результаты исследования

электрофизических свойств полученных образцов, имеющих разную кристаллическую структуру. Проводится сравнение с известными данными и результатами измерений свойств образцов, кристаллизованных как при наземной отработке полетного эксперимента [5], так и изготовленных специально. Предварительные результаты были доложены на конференциях по космическому материаловедению [6,7].

1. Эксперименты по рекристаллизации теллура в условиях микрогравитации

Направленная кристаллизация теллура проводилась методом движущегося температурного градиента в установке "Кристаллизатор ЧСК-1" [8], что обеспечивало отсутствие вибраций в отличие от режима перемещения образца, также возможного в этой установке. Циклограмма эксперимента представлена на рис. 1 и имеет три временных этапа: I — нагрев печи и расплавление слитка; II — гомогенизация расплава; III — охлаждение и затвердевание. Образец устанавливался в зоне градиента температуры ($\cong 40^\circ\text{C/cm}$ на протяжении 60 mm) так, чтобы в зависимости от задач эксперимента происходило его частичное или полное плавление. Фронт кристаллизации слитка находился в области градиента температуры и двигался со скоростью $f \cong 4 \text{ cm/hr}$ при понижении температуры нагревателей в соответствии с циклограммой рис. 1 (этап III).

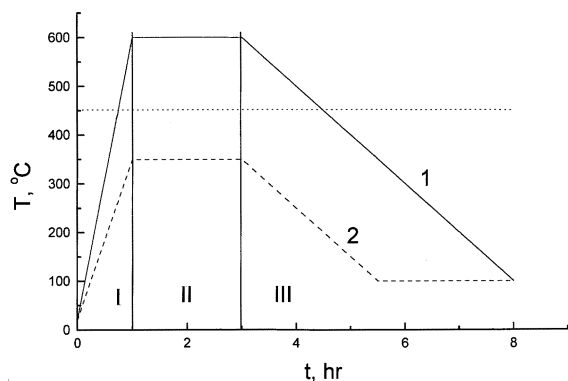


Рис. 1. Циклограмма эксперимента. 1 — температура горячей зоны, 2 — температура холодной зоны. Горизонтальная линия — температура плавления теллура (452°C). I, II, III — этапы цикла (см. текст).

В эксперименте № 1 рекристаллизовался монокристаллический образец длиной $L = 52\text{ mm}$, выколотый вдоль оси C_3 из монокристалла теллура с концентрацией дырок $p_{77\text{K}} = 5 \cdot 10^{14}\text{ cm}^{-3}$, полученного по методу Чохральского. Контейнер с образцом устанавливался в печи таким образом, чтобы 1/3 часть образца (длиной 17 mm) находилась при температуре ниже температуры плавления и служила затравкой. Затем проводилась направленная кристаллизация расплавленной части со скоростью 4 cm/hr , так что кристаллизация заканчивалась через 55 min , когда температура горячей зоны снижалась до 460°C , а холодной зоны — до 100°C .

В эксперименте № 2 исходным образцом служил поликристаллический слиток теллура длиной $L = 43\text{ mm}$, сплавленный с затравкой длиной 22 mm , выколотой из монокристалла теллура вдоль оси C_3 и установленной параллельно оси ампулы. После прогрева печи (I и II этапы

на рис. 1) поликристаллический слиток и часть затравки расплавлялись; затем была проведена кристаллизация расплава с той же скоростью снижения температуры нагревателей, что и в первом эксперименте.

В эксперименте № 3 материалом загрузки служил слиток высококчистого теллура длиной $L = 44\text{ mm}$ с концентрацией дырок $p_{77\text{K}} \sim 10^{14}\text{ cm}^{-3}$ без затравки. Исходный образец размещался в жаровой трубе так, чтобы он был полностью расплавлен при этапах I и II, а затем произвольно кристаллизовался в условиях движущегося градиента температуры (этап III).

Фотографии образцов теллура после рекристаллизации в условиях микрогравитации приведены на рис. 2, размеры образцов — в табл. 1.

Таблица 1. Размеры образцов

Образец	Длина образца	Диаметр	Длина затравки
	$L, \text{ mm}$	$D, \text{ mm}$	$L, \text{ mm}$
№ 1	41	5.6–4.8	7
№ 2	65	5.6	22
№ 3	44	5.6	—

2. Реальная кристаллическая структура образцов после рекристаллизации в условиях микрогравитации

В образце № 1 можно выделить три участка, ориентированных вдоль оси третьего порядка C_3 (направление $[0001]$): непереплавленная часть образца, цилиндрическая рекристаллизованная часть, касающаяся стенок ампулы, и рекристаллизованная часть шестигранного сечения, не касающаяся стенок ампулы. Последняя си-

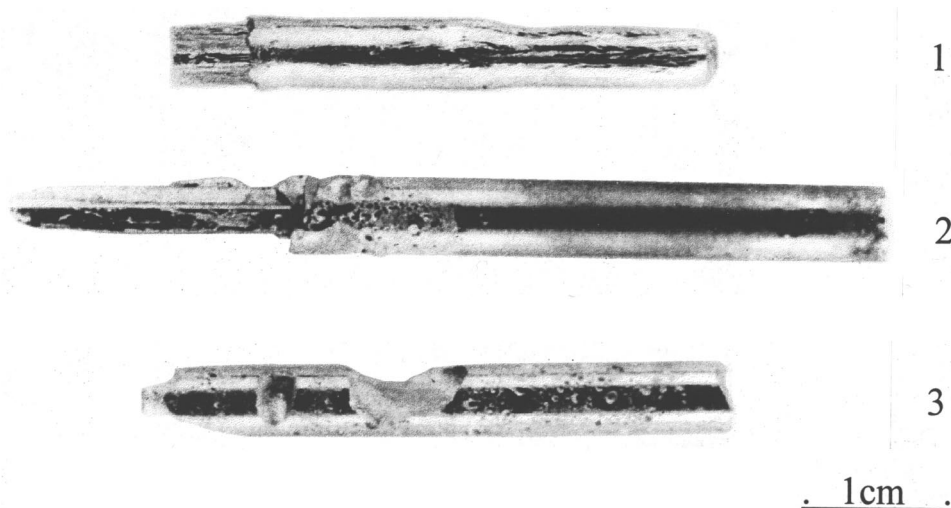


Рис. 2. Фотографии кристаллов теллура, выращенных методом направленной кристаллизации в условиях микрогравитации: 1 — образец № 1 (частичная рекристаллизация монокристалла), 2 — образец № 2 (кристаллизация на затравке), 3 — образец № 3 (кристаллизация без затравки).

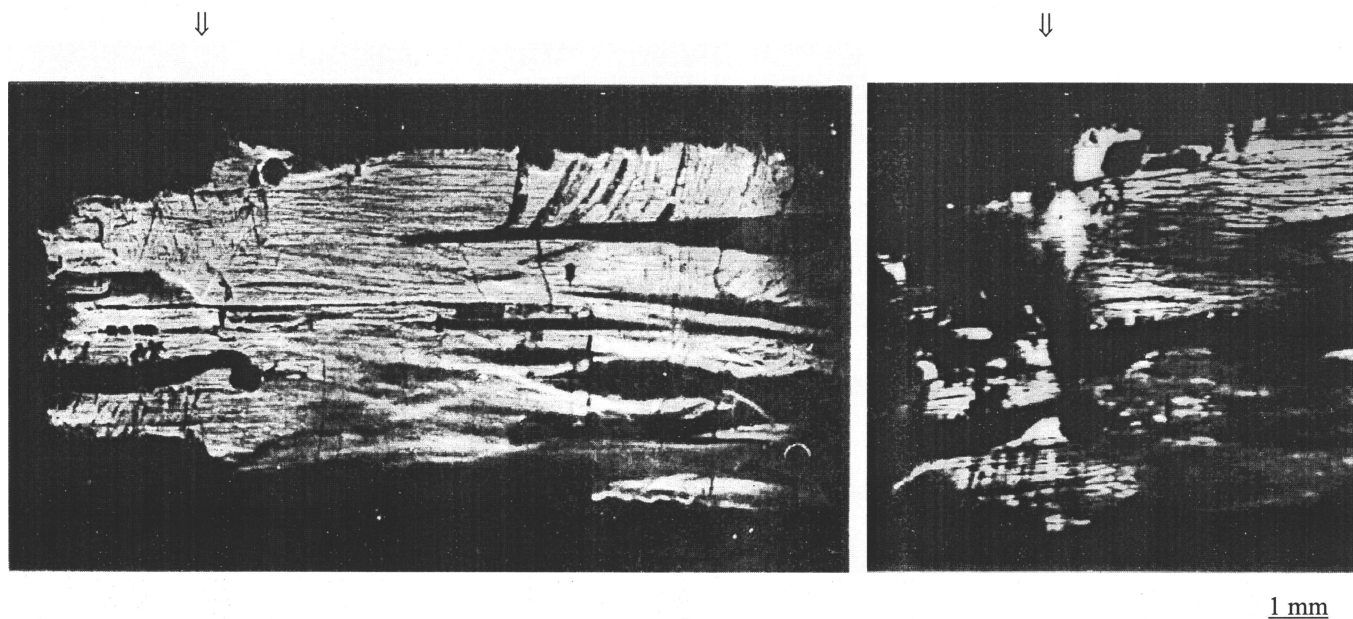


Рис. 3. Рентгенотопографические снимки поверхности, образованной сколом по плоскости $(10\bar{1}0)$ образца № 1 (CuK_α -излучение и $(20\bar{2}0)$ отражение). Справа — область предполагаемого начала рекристаллизации. Изображение получено с использованием германиевого (111) монокристаллического монохроматора. (Стрелки указывают на предполагаемую границу начала рекристаллизации).

туация возможна только в условиях микрогравитации и, по-видимому, является следствием действия градиента силы поверхностного натяжения в поле градиента температуры. Кроме того, по этой же причине нерасплавленная часть образца оказалась частично втянутой в расплав. В результате длина непереплавленной части образца после переплавки оказалась меньше $1/3$.

После измерения гальваномагнитных свойств, характеризующих распределение примесей и дефектов вдоль кристалла, образец № 1 был расколот вдоль оси C_3 по плоскости спайности $(10\bar{1}0)$. Реальная структура образца исследовалась методом обратного отражения рентгеновской дифракционной топографии в одно- и двухкристальной установке [9]. Рентгеновские топограммы представлены на рис. 3.

Поверхность скола образца № 1 в основном соответствует плоскости спайности, но, как видно на рис. 3, содержит плоские ступени. На расстоянии 9.6 mm от предполагаемой границы рекристаллизации (стрелки на рис. 3), ближе к боковым поверхностям слитка, скол имеет изогнутые скрученные границы (область справа от стрелок на рис. 3). Реальная структура первоначального монокристалла (область слева от стрелок на рис. 3) несовершенна и характеризуется наличием макронапряжений. Положение границы рекристаллизации можно определить по форме боковой поверхности слитка (рис. 2) и по распределению макронапряжений на рентгенотопограмме (см. далее). Разориентация блоков вдоль оси C_3 в переплавленной области составляет несколько угловых секунд, в то время как

разориентация вокруг оси C_3 более выражена (несколько минут).

Получение изображения поверхности скола слитка с использованием монохроматора позволяет улучшить разрешающую способность и увеличить чувствительность к макронапряжениям, порам и другим включениям. В частности, выявляются макронапряжения в области предполагаемой границы рекристаллизации. Распределение пор и включений случайно, т.е. не связано с границей рекристаллизации или осью роста, совпадающей с центральной осью образца. Область, протяженностью $\sim 6 \text{ mm}$, смежная с границей рекристаллизации, обладает наиболее совершенной реальной структурой, несмотря на присутствие некоторых кристаллических дефектов, унаследованных от затравки.

Последний участок кристаллизовался со свободной поверхностью.

В образце № 2 монокристаллическая затравка была сплавлена с поликристаллическим слитком перед экспериментом в космосе. После рекристаллизации в условиях микрогравитации оказалось, что затравка отошла от начала слитка в области сужения ампулы. Вблизи места отрыва заметны образовавшиеся раковины (рис. 3). Рентгенотопографическое исследование образца показало, что его поверхность имеет мелкозернистую мозаичную структуру. Кристаллическая ориентация зерен на поверхности образца в среднем совпадает с ориентацией затравки, размер зерен — $5\text{--}10 \mu\text{m}$. Часть зерен находится в сильно напряженном состоянии.

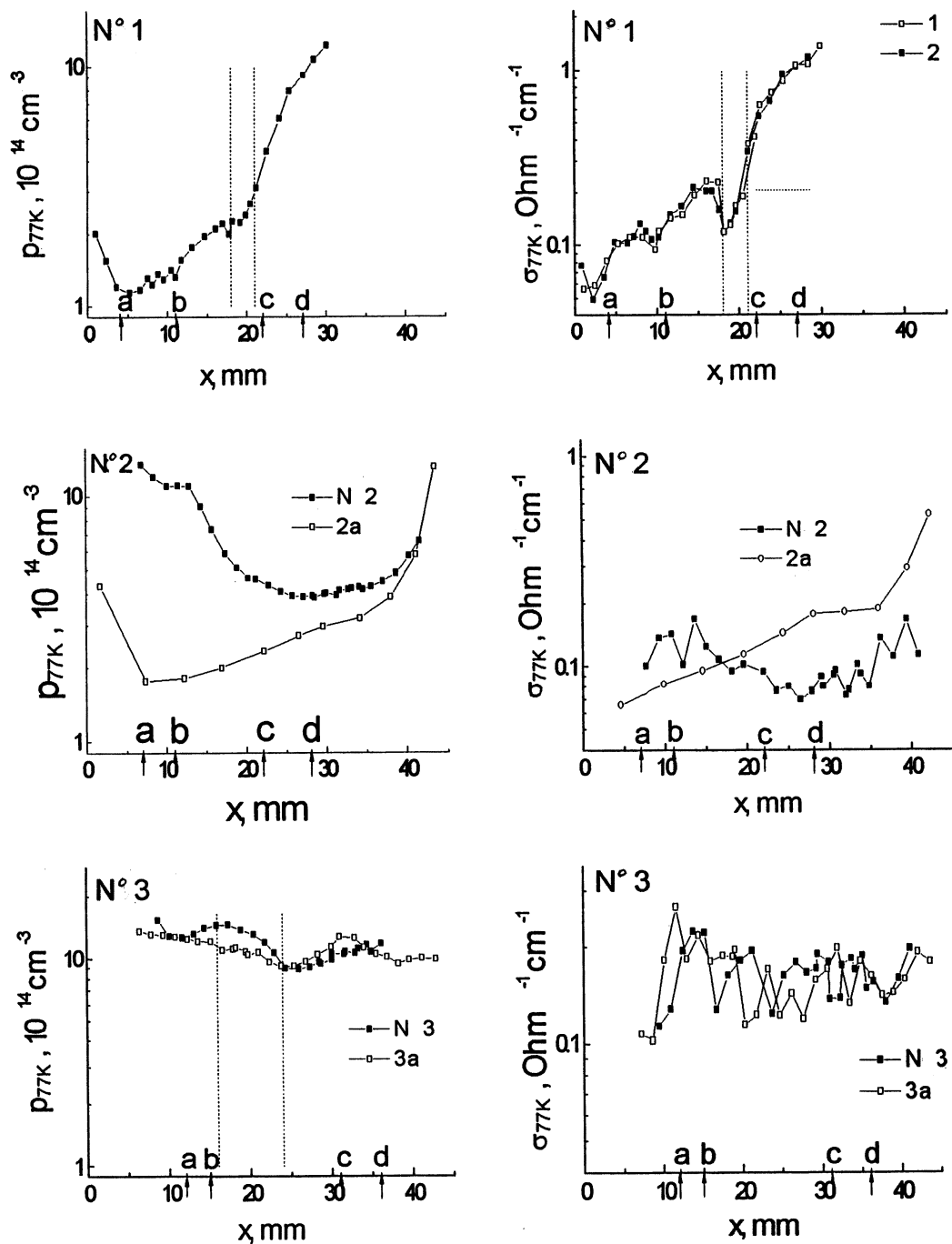


Рис. 4. Распределение концентрации дырок p_{77K} и проводимости σ_{77K} по длине выращенных на ОКС "Мир" образцов. № 1 (1 — до травления, 2 — после), № 2 и 3. 2a и 3a — земные аналоги образцов № 2 и 3. Вертикальные линии указывают положение начала кристаллизации "с отрывом" (образец № 1) и положение поры в образце № 3.

При выращивании образца № 3 поликристаллический слиток без затравки был полностью переплавлен в условиях микрогравитации. Рекристаллизованный слиток имеет цилиндрическую форму с двумя большими кавернами и множеством маленьких следов от пузырей на поверхности (рис. 2).

После измерения гальваномагнитных свойств образец № 3 был разрезан поперек продольной оси на три

примерно равные части. Рентгенотопографический анализ поперечных сечений показал существенное различие в размерах кристаллических блоков в этих сечениях. В первой части кристалла, которая при затвердевании находилась в области с более низкой температурой, имеются большие блоки (0.6–1.0 mm) и раковины сложной формы. Распределение блоков не является центрально симметричным относительно продольной оси слитка.

Большие блоки имеют фрагментарную структуру и сильно напряжены. В плоскости второго сечения слитков обла- дает однородной мелкозернистой структурой; размеры зерен изменяются от 5 до 50 μm . Ориентация зерен хаотична. Эти факты указывают на то, что расплав перед затвердеванием фактически находился в переохлажден- ном состоянии, причем за область второго сечения затвердевал в условиях гомогенной спонтанной кристал- лизации.

3. Электрические свойства образцов

Электрические характеристики образцов, выращенных в условиях микрогравитации, — проводимость и эффект Холла в слабом магнитном поле, были измерены в диапазоне температур 1.45–300 К. При 290 и 77.4 К было изучено распределение этих параметров по дли- не образцов. По измеренным величинам определялись концентрация дырок $p = A/(R\sigma)$ (для температуры жидкого азота $A(77\text{ К}) = 1.18$, для температуры жидкого гелия $A(4.2\text{ К}) = 1.93$) и их холловская подвижность $R\sigma$.

На рис. 4 представлены данные о распределении про- водимости σ и концентрации дырок p при 77 К по длине выращенных на ОКС "Мир" образцов в сопоставлении с параметрами образцов, выращенных на Земле методом Бриджмена по той же циклограмме ("земные аналоги" 2а с затравкой и образец 3а). На рис. 5 приведены ре- зультаты расчета холловской подвижности $(R\sigma)_{77\text{ К}}$ по длине "космических" образцов. Для сравнения здесь же представлены величины подвижности дырок в исходном монокристалле, выращенном методом Чохральского, и в земных аналогах 2а и 3а.

После проведения измерений образцы были обра- ботаны полирующим травителем состава 1 вес.ч. CrO_3 + 1 вес.ч. HCl + 3 вес.ч. H_2O в течение 2 min. Повторные измерения показали, что электрические свойства образ- цов практически не изменились (см., например, значения для электропроводности на рис. 4). Это означает, что

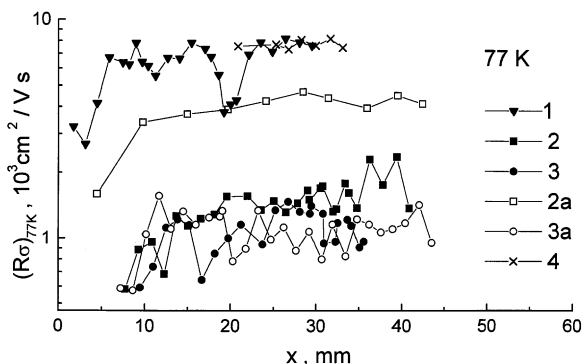


Рис. 5. Изменение холловской подвижности $(R\sigma)_{77\text{ К}}$ вдоль рекристаллизованных частей образцов № 1 (1), № 2 (2), № 3 (3), выращенных в космосе, и образцов, кристаллизованных методами Чохральского (4) и Бриджмена 2а [4] и 3а в земных условиях.

Таблица 2. Характеристики образцов (усредненные значения)

Образец	Длина рекри- сталлиза- ционной части	$\sigma(290\text{ К})$	$R\sigma(77\text{ К})$	$p(77.4\text{ К})$
	mm	$\text{Ohm}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$	$\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$	10^{14} cm^{-3}
№ 1	34	2.57	6140	2.59
			8155 (max)	1.13 (min)
Cz	65	2.70	7677	1.13
			8060 (max)	1.11 (min)
№ 2	43	2.43	1423	5.96
			2351 (max)	3.87 (min)
2a	45	-	3833	4.00
			4669 (max)	1.76 (min)
№ 3	44	1.79	1076	11.7
			1464 (max)	8.92 (min)
3a	48.5	-	1.075	11.1
			1.557 (max)	9.20 (min)

Примечание. Положение точек со значениями "min" и "max" соответствуют графикам рис. 3 и 4. Cz — монокристалл, выращенный по методу Чохральского на Земле.

поверхность образцов не была загрязнена во время переплавки и не содержала дополнительных дефектов, возникающих в обычных условиях вследствие разности коэффициентов термического расширения теллура и ма- териала контейнера. Последнее обстоятельство связано с уменьшением в условиях микрогравитации контакта расплава со стенками ампулы.

В табл. 2 приведены усредненные значения параметров исследованных космических образцов и их земных анало- гов и данные, характеризующие исходный монокристалл теллура, выращенный из чистого материала методом Чохральского, включая максимальные значения подвиж- ности и минимальные значения концентрации дырок.

4. Обсуждение результатов

1) После переплавки в условиях микрогравитации кон- центрация дырочных носителей заряда при 77.4 К ($p_{77\text{ К}}$), а также величина их холловской подвижности $(R\sigma)_{77\text{ К}}$ и характер распределения этих параметров вдоль кристал- лов оказались различными для образцов, рекристаллизо- ванных по различным программам.

Величина $(R\sigma)_{77\text{ К}}$ у образца № 1, выращенного в замкнутом объеме в условиях микрогравитации, соот- ветствует значениям $(R\sigma)_{77\text{ К}}$ для монокристаллов тел- лура, выращенных методом Чохральского (со свободной поверхностью) в земных условиях. Значительное умень- шение подвижности, обнаруженное в областях образца на расстояниях приблизительно 5 и 22 mm от начала рекристаллизации (рис. 5), соответствует нарушению структуры в областях с изменяющимся поперечным сечением (рис. 3). Более низкие значения подвижности для образцов № 2 и 3 связаны с влиянием рассеяния дырок на структурных дефектах и на границах зерен

в поликристаллических образцах. В этих же образцах наблюдается увеличение средней концентрации дырок p_{77K} из-за электрически активных дефектов.

2) Во всех слитках после направленной рекристаллизации в условиях микрогравитации наблюдается возрастание концентрации дырок p_{77K} к концу слитка, что характерно для процесса оттеснения примеси с коэффициентом распределения $k < 1$ при направленной кристаллизации и обычно описывается законом Scheil'a, справедливым при $k_0 = \text{const}$ и при плоском фронте кристаллизации [10]. Для теллура легирующей примесью является Sb, равновесный коэффициент распределения которой $k_0(\text{Sb}) = 0.003$ [3]. Однако характер изменения концентрации дырок, особенно в начальной части, как космических образцов № 1 и 2, так и земного аналога 2а не соответствует предсказаниям теории. Такое поведение концентрации дырок в начале слитка может быть объяснено явлением уменьшения в процессе направленной кристаллизации количества структурных дефектов, играющих в теллуре не только роль рассеивающих центров, но и акцепторов [4]. Поэтому при анализе характера распределения акцепторов по длине исследуемых слитков нами, как и в случае направленной кристаллизации при повышенном уровне гравитации, использовалось выражение [4]

$$C = kC_0 \left(1 - \frac{V(x)}{V_0}\right)^{k-1} + C_{\text{def}}^0 \exp\left(\frac{x}{x_{0\text{def}}}\right). \quad (1)$$

Здесь k — эффективный коэффициент распределения примеси, V_0 — весь объем рекристаллизованной части образца, $V(x)$ — объем, закристаллизовавшийся на расстоянии x , C_0 — начальная концентрация примеси в расплаве, $x_{0\text{def}}$ — длина релаксации концентрации дефектов, изменяющейся от начального значения $C_{0\text{def}}$. Результаты такого анализа представлены линиями на рис. 6 и в табл. 3.

Первый член в (1) справедлив для случая полного перемешивания расплава во время затвердевания. В условиях микрогравитации гравитационный механизм перемешивания по существу отсутствует и на первый план выступает значительно более слабый диффузионный механизм массопереноса, для которого характерно постоянство концентрации примеси в основной части

Таблица 3. Значения параметров в уравнении (1) для различных образцов

Образец	k	C_0	$C_{0\text{def}}$	X_0	V_0	L
		10^{14} cm^{-3}	10^{14} cm^{-3}	mm	mm^3	mm
№ 1, часть (ab)	0.2	5	2	4	726	34
№ 1, часть (cd)	0.45	7.8	—	—	—	—
№ 2	0.8	4	60	4	1058	43
2а	0.42	3.5	6	2.2	1083	44
№ 3	0.55	11	80	4	1083	44
3а	0.95	7	10	25	1194	48.5

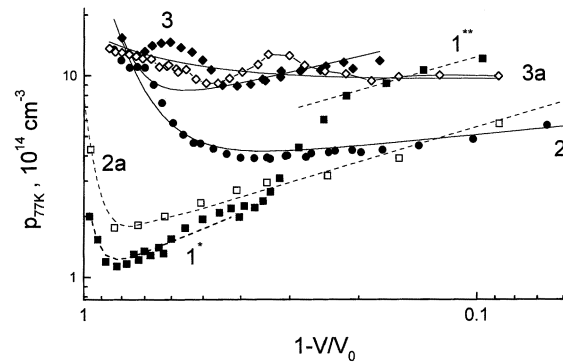


Рис. 6. Изменение концентрации дырок p_{77K} по длине в масштабе $(1 - V/V_0)$ для образцов, выращенных на ОКС "Мир" в условиях микрогравитации. Кривые 1* и 1** — образец № 1, кривая 2 — образец № 2, кривая 3 — образец № 3; для земных аналогов кривая 2а и 3а. Точки соответствуют данным измерений, а линии — расчету по уравнению (1) с параметрами, указанными в табл. 3.

слитка [11]. Однако оттеснение примеси, наблюдаемое экспериментально, указывает на то, что в условиях эффекта "отрыва" усиливается термо-капиллярная конвекция (конвекция Марангони). При этом можно использовать закон Scheil'a, если вместо равновесного коэффициента распределения k_0 ввести эффективный коэффициент k [12], зависящий от условий конвекции, скорости роста и коэффициента диффузии примеси в расплаве [13]

$$k = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp(-f\delta/D)}, \quad (2)$$

где f — скорость роста, δ — толщина обогащенного слоя у границы раздела твердое–жидкость, D — коэффициент диффузии примеси в расплаве. При большой скорости роста k стремится к единице, а при малой — к равновесному значению k_0 .

Численный анализ показал, что при "умеренном" перемешивании, соответствующем при использованной нами геометрии нормальным условиям, $k(g_0) = 0.1 - 0.9$. При "слабом" перемешивании, что соответствует конвекции Марангони при достижении эффекта "отрыва", значение эффективного коэффициента k ($g = 0$) может приближаться к единице. Действительно, как следует из сравнения данных о распределении примеси для образцов № 2 и 2а, оттеснение примеси во время направленной кристаллизации в земных условиях происходит с $k = 0.42$, а в условиях микрогравитации — менее интенсивно с $k = 0.8$. Слабая конвекция также приводит к усилению роли связи между структурными элементами цепочек теллура вблизи границы раздела твердой и жидкой фаз и, следовательно, к большему числу структурных центров кристаллизации, что приводит к более высокому значению $C_{0\text{def}}$.

Отметим, что вблизи точки плавления жидкий теллур содержит структурные цепочки, которые формируют так называемую сеть [14], что приводит к увеличению вязкости и аномальному поведению плотности расплава от температуры [15].

В случае образца № 1, в котором число дефектов значительно ниже, условия перемешивания различны для части 1*, касающейся стенок ампулы, и части 1**, рекристаллизованной при наличии свободной поверхности (рис. 6). Это может привести к изменению эффективного коэффициента распределения k как за счет усиления термокапиллярных потоков в расплаве, приводящих к появлению потока жидкости вдоль границы роста кристалла и увеличению δ , так и за счет изменения скорости роста вследствие изменения теплового режима. Применение формулы (1) в этом случае позволило описать экспериментальные результаты (линии на рис. 6) при увеличении k от 0.2 для части 1* до $k = 0.45$ в части 1**. Тем самым объясняется обнаруженное в части 1** кристалла более быстрое возрастание концентрации дырок p_{77K} , чем в части 1*. Аномальное увеличение концентрации p_{77K} можно объяснить увеличением коэффициента k в результате изменения условий роста кристалла вследствие отрыва от стенок ампулы за счет усиления термокапиллярных потоков в расплаве, приводящего к появлению потока жидкости вдоль границы роста кристалла и увеличению δ .

Концентрационный профиль образца № 3 формально также можно сопоставить с соотношением (1), параметры которого приведены в табл. 3. Однако в целом измеряемая концентрация дырок p_{77K} по всей длине образца № 3 меняется слабо и наблюдаемая зависимость может быть вызвана не учтенными в расчетах дефектами, связанными с наличием пор. Земной аналог, переплавленный по той же программе, также оказался однородным по концентрации (рис. 4). Этот факт подтверждает сделанное ранее заключение, что образец № 3 был сильно переохлажден и кристаллизовался спонтанно с образованием множества дефектов, в том числе и электрически активных.

3) Измерения электрических свойств в широком интервале температур 1.6–100 К в наиболее совершенных образцах № 1 и 2 выявили существенную зависимость величины подвижности дырок в рекристаллизованных в условиях микрогравитации образцах от температуры и условий кристаллизации (рис. 7). Для образца № 1 ниже 77 К подвижность дырок в части (cd) оказывается больше, чем в части (ab), максимальное различие наблюдается в диапазоне температуры 10–20 К. Такое поведение может быть связано с различным содержанием нейтральных дефектов в двух частях образца № 1 определяющих не зависящий от температуры вклад в рассеяние дырок [2]. К концу кристалла концентрация таких дефектов уменьшается и в результате при $T \approx 77$ К $R\sigma(cd) > R\sigma(ab)$. При понижении температуры до 1.5 К доминирующим механизмом рассеяния дырок становится рассеяние на заряженных дефектах. Поскольку концентрация электрически активных примесей в части (cd)

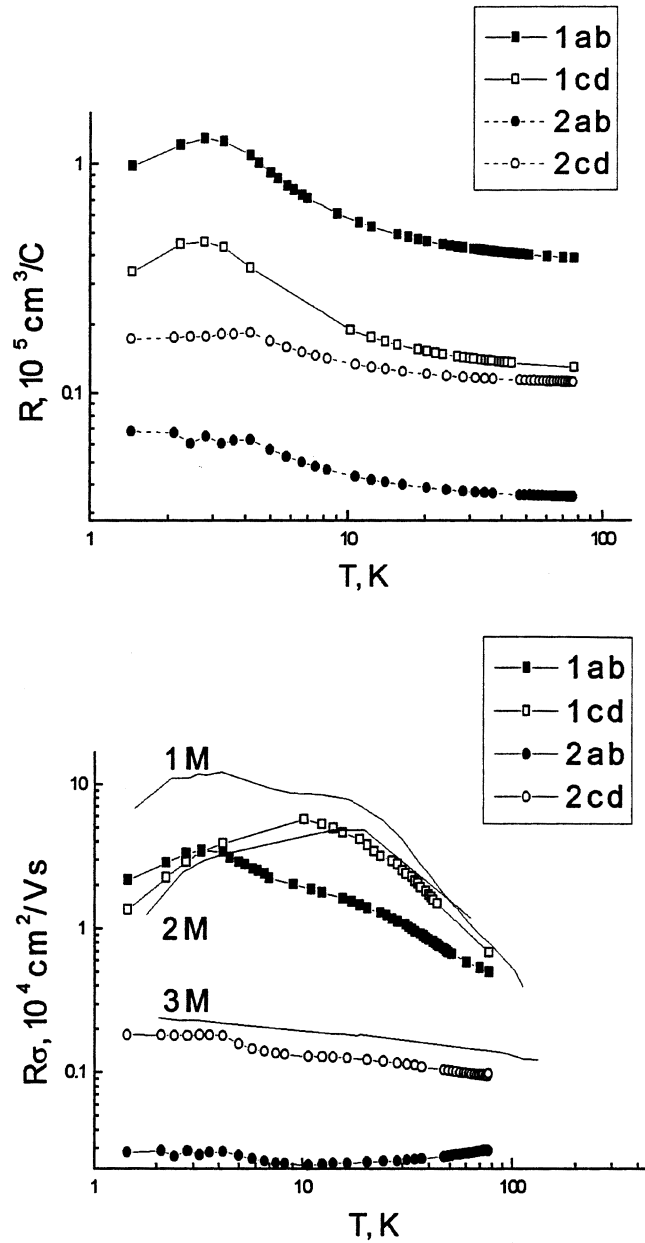


Рис. 7. Температурная зависимость коэффициента Холла R и подвижности дырок $R\sigma$ на различных участках образцов № 1 и 2, выращенных по ОКС "Мир", сопоставленные с параметрами монокристаллов теллура, выращенных методом Чохральского (1М, 2М) и методом зоной плавки (3М) в земных условиях [16].

больше, чем в части (ab), то подвижность дырок в этой части $R\sigma(cd)$ при $T < 4$ К становится меньше, чем $R\sigma(ab)$ (рис. 7).

Вклад в подвижность не зависящего от температуры рассеяния дырок на структурных дефектах [2] подтверждается сильным различием величин подвижности дырок в образцах № 1 и 2 и характером их температурной зависимости. Эти данные коррелируют с большим количеством блочных границ в части 1 ab. Подвижность

в образце № 3, имеющем наибольшее число дефектов роста, самая низкая и почти не зависит от температуры (см. табл. 2).

Температурная зависимость подвижности дырок в образцах № 1 и 2 качественно совпадает с зависимостями, полученными ранее для образцов с аналогичной структурой и концентрацией примеси, выращенных в нормальных условиях [16] (рис. 7).

Для оценки по виду $R\sigma(T)$ не зависящего от температуры вклада структурных дефектов в рассеяние, как и в работе [2], было использовано правило Матиссена. Концентрация дефектов n_0 рассчитывалась по известной формуле для времени релаксации носителя заряда $\tau = um^*/e$ (u — омическая подвижность) при рассеянии на нейтральных дефектах типа атома водорода в среде с диэлектрической проницаемостью ε_0 [17]

$$\frac{1}{\tau} = \frac{20\varepsilon_0\hbar^3}{m^*2e^2} N_0. \quad (3)$$

Используя для величин ε_0 и m усредненные значения $\varepsilon_0 = 33.82$ и $m^*/m_0 = 0.156$, имеем для участка (ab) образца № 1 $N_0 = 3.8 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, а для участка (cd) — $N_0 = 6.145 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Это свидетельствует о том, что участок (cd), который кристаллизовался, не касаясь стенок, содержит существенно меньше дефектов, чем участок (ab). Для участка (ab) образца № 2 $N_0 = 2.4 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$, а для участка (cd) — $N_0 = 5.0 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$, т.е. больше, чем для образца № 1. Для образца № 3 $N_0 = 2.0 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Эта величина еще больше, чем в образце № 2, что естественно связать с поликристаллической структурой образца № 3.

Проведены эксперименты по рекристаллизации трех различных образцов чистого Te по методу Бриджмена в условиях микрогравитации. Результаты исследования их электрических свойств в широком интервале температур сопоставлены с известными данными и дополнительными экспериментами для образцов, полученных по аналогичным программам на Земле. Направленный рост кристалла теллура в условиях микрогравитации методом частичной рекристаллизации монокристаллического образца показал, что полученные по этой технологии кристаллы по своим электрическим свойствам не уступают кристаллам, выращенным методом Чохральского в земных условиях. Обнаружено, что появление блочной структуры, размер, ориентация и число блоков зависят от условий кристаллизации расплава, имеющего и не имеющего контакта со стенкой ампулы. Наибольшая подвижность дырок наблюдалась в той части кристалла, которая формировалась в условиях свободной поверхности. Возможность такой кристаллизации возникает при микрогравитации и является следствием "эффекта отрыва" расплава от стенок ампулы. Оценено количество нейтральных дефектов, снижающих величину подвижности дырок и характеризующих совершенство кристалла, выращенного по разным программам.

Обнаружено, что полная переплавка образца теллура в условиях микрогравитации без затравки сопровождается

сильным переохлаждением с образованием микрокристаллического слитка. Это явление открывает возможность для получения образцов теллура со свойствами, соответствующими микрокристаллической системе из анизотропных структурных элементов.

Исключительная чувствительность электрических свойств теллура при низких температурах к присутствию структурных дефектов позволила оценить распределение по длине слитков примесей и электрически активных дефектов, не контролируемых другими методами, на уровне $10^{-6} \text{ at.}\%$ и число нейтральных дефектов, измеряя гальваномагнитные свойства образцов при низких температурах.

Авторы выражают благодарность Л.Л. Регель за организацию и участие в проведении программы наземной отработки экспериментов, включая выращивание сплава на основе теллура при повышенной гравитации.

Список литературы

- [1] P. Grosse. Die Festkörpereigenschaften von Tellur. Springer Tracts Modern Physics 48 (1969).
- [2] Р.В. Парфеньев, И.И. Фарбштейн, С.С. Шалыт. ФТТ 2, 11, 2923 (1960).
- [3] L.L. Regel, A.M. Turchaninov, R.V. Parfeniev, I.I. Farbshtein, N.K. Shulga, S.V. Nikitin, S.V. Yakimov. J. Phys. III France 2 373 (1992).
- [4] I.I. Farbshtein, R.V. Parfeniev, N.K. Shulga, L.L. Regel. Material Processing in High Gravity / Ed. by L.L. Regel, W.R. Wilcox. Plenum Press. N.Y. (1994). P. 81–88.
- [5] L.L. Regel, I.V. Vidensky, A.V. Mikhailov, A.M. Turchaninov, R.V. Parfeniev, I.I. Farbshtein, N.K. Shulga, B.T. Melekh. IAF'86. Preprint IAF-86-283.
- [6] R.V. Parfeniev, I.I. Farbshtein, S.V. Yakimov, V.P. Shalimov, A.M. Turchaninov. Joint Xth European and VIth Russian Symposium Physical Sciences in Microgravity. St.Petersburg, Russia, 15–20 June 1997, Abstracts N 98 (1997).
- [7] R.V. Parfeniev, L. Regel, W.R. Wilcox. IAA-97 Proceedings, IAA. 12.01.08 (1997).
- [8] Регель Л.Л. Космическое материаловедение. Часть II. Итоги науки и техники. Серия: исследование космического пространства. Т. 29. Изд-во ВИНТИ, М., (1987). С. 146.
- [9] А.Р. Лэнг. В кн.: Диффракционные и микроскопические методы в материаловедении. Металлургия, М. (1984). С. 364–446.
- [10] E. Scheil, Z. Metallk. 34, 70 (1942).
- [11] W.A. Tiller, K.A. Jackson, J.W. Rutter, B. Chalmers. Acta Met. 1, 428 (1953).
- [12] В.С. Авдеевский, С.Д. Гришин, Л.В. Лесков. В кн.: Научные чтения по авиации и космонавтике 1980 г. Наука, М. (1981). С. 15–24.
- [13] J.A. Burton, R.C. Prim. W.P. Slichter. J. Chem. Phys. 21, 11, 1987 (1953).
- [14] B. Cabane, J. Friedel. J. Phys. 32, 73 (1971).
- [15] А.Р. Регель, В.М. Глазов. Физические свойства электронных расплавов. Наука, М. (1980). 296 с.
- [16] И.И. Фарбштейн, А.М. Погарский, С.С. Шалыт. ФТТ 7, 8, 2383 (1965).
- [17] C. Erginsoy. Phys. Rev. 79, 1013 (1950).