

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение
высшего профессионального образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

Оптическое материаловедение

ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

Методические указания к лабораторным работам
для студентов направления «Фотоника и оптоинформатика»

Акрестина А.С., Кистенева М.Г., Симонова Г.В

Исследование дефектов в кристаллах = Оптическое материаловедение: Методические указания к лабораторным работам для студентов направления «Фотоника и оптоинформатика» / А.С. Акрестина, М.Г. Кистенева, Г.В. Симонова; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Кафедра электронных приборов. - Томск : ТУСУР, 2012. – 13 с.

Целью лабораторной работы является ознакомление с дефектами кристаллического строения оптических материалов и приобретение навыков определения дефектов строения кристаллов на микроскопе.

В ходе выполнения работ у студентов формируются:

- готовность формулировать цели и задачи научных исследований (ПК-10);
- способность предлагать пути решения, выбирать методику и средства проведения научных исследований (ПК-11);
- готовность вести исследования основных физико-химических свойств оптических стёкол и кристаллов, применять методики прогнозирования оптических и физико-химических параметров новых материалов (ПК-19).

Предназначено для студентов очной и заочной форм, обучающихся по направлению «Фотоника и оптоинформатика» по курсу «Оптическое материаловедение».

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

УТВЕРЖДАЮ
Зав.кафедрой ЭП
_____ С.М. Шандаров
«__» _____ 2012 г.

Оптическое материаловедение

ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

Методические указания к лабораторным работам
для студентов направления «Фотоника и оптоинформатика»

Разработчик

_____ А.С. Акрестина
_____ М.Г. Кистенева
_____ Г.В. Симонова

«__» _____ 2012 г

Содержание

| | | |
|-----|---|----|
| 1 | Введение..... | 5 |
| 2 | Теоретическая часть..... | 5 |
| 2.1 | Строение кристаллической решетки..... | 5 |
| 2.2 | Идеальное строение кристаллов..... | 6 |
| 2.3 | Реальное строение кристаллов..... | 7 |
| 2.4 | Контрольные вопросы..... | 10 |
| 3 | Экспериментальная часть..... | 11 |
| 3.1 | Металлографическое исследование кристаллов..... | 11 |
| 3.2 | Задание..... | 12 |
| 3.3 | Содержание отчета..... | 12 |
| 4 | Рекомендуемая литература..... | 12 |

1 Введение

Знание природы и распределения дефектов в кристаллах необходимо, поскольку дефекты оказывают влияние на характеристики электронных приборов, воздействуют на пластичность и прочность кристаллов, на их электронную и ионную проводимость и диффузионные свойства, а также играют существенную роль в процессе роста кристаллов.

Дефекты в реальном кристалле можно разделить на химические примеси, нестехиометрию состава и собственно дефекты решетки. Дефектами решетки являются точечные дефекты (межузельные атомы, вакансии, атомы замещения), линейные дефекты (дислокации), поверхностные дефекты (поверхность кристалла, границы зерен, границы двойников, дефекты упаковки, границы доменов, гомо- и гетеропереходы, страты роста, границы зон роста и т. д.) и объемные дефекты (включения, кластеры точечных дефектов).

Цель работы: ознакомиться с дефектами кристаллического строения оптических материалов и приобрести навыки определения дефектов строения кристаллов на микроскопе .

2 Теоретическая часть

2.1 Строение кристаллической решетки

Строение кристаллической решетки описывается элементарной ячейкой. Элементарная ячейка – это наименьший объем кристалла, дающий представление о строении всего кристалла. Характеристики ячейки – ребра a , b , c и углы между ними α , β , γ , отрезки a , b , c называются периодами решетки (рис. 1.1).

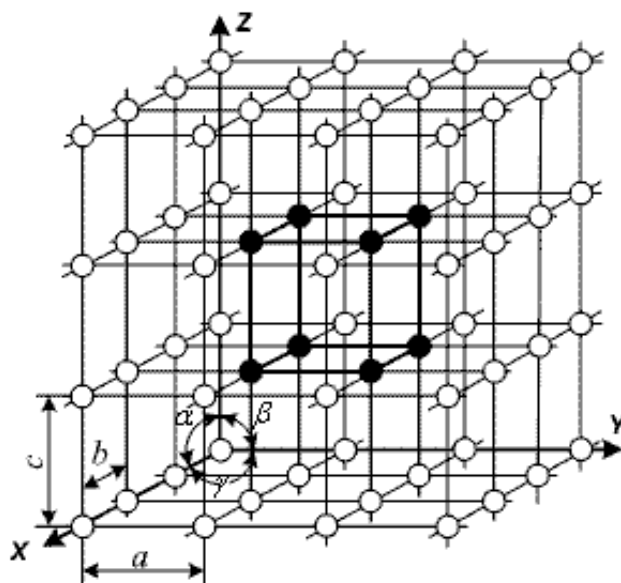


Рисунок 1.1 – Элементарная ячейка

2.2 Идеальное строение кристаллов

Однородность, закономерность и симметричность в расположении атомов определяет тип кристаллической решетки

Характеристики решетки: координационное число κ (число атомов, находящихся на равном и наименьшем расстоянии от данного атома), период, плотность упаковки, коэффициент компактности η , число атомов на ячейку n .

Характеристики решеток представлены на рисунке 1.2.

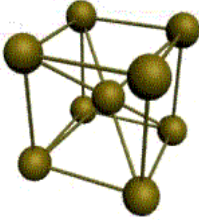
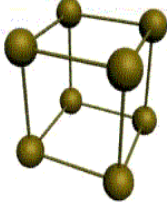
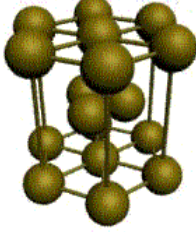
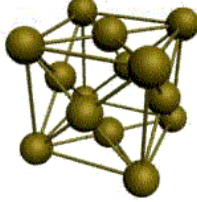
| <u>Кубическая</u> <u>решетка</u> $a=b=c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ Объемно- центрированная (ОЦК) | <u>Тетрагональная</u> <u>решетка</u> $a=b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ | <u>Гексагональная</u> <u>решетка</u> (плотноупакован- ная) ГПУ $a=b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$ | <u>Гранецентрированная</u> <u>решетка</u> (ГЦК) $a=b=c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ |
|---|---|--|--|
|  |  |  |  |
| $n=2,$ $\kappa=8$ $\eta = 68\%$ | $n=1,$ η и κ зависит от отношения a/c | $n=6,$ $\eta = 74\%,$ $\kappa = 12$ | $n = 4,$ $\eta = 74\%,$ $\kappa = 12$ |

Рисунок 1.2 – Характеристики решеток

Кристаллографические направления и плоскости в кристаллической решетке представлены на рисунке 1.3.

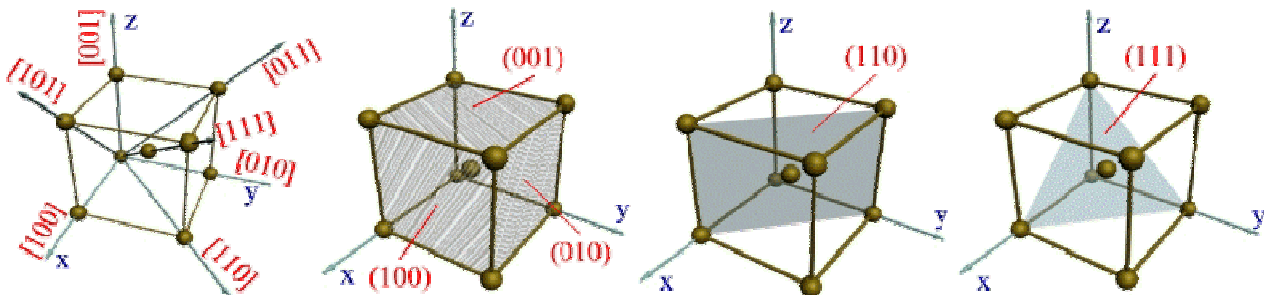


Рисунок 1.3 – Кристаллографические направления и плоскости в кристаллической решетке

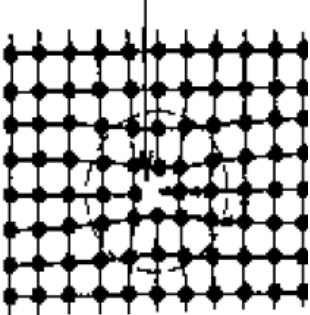
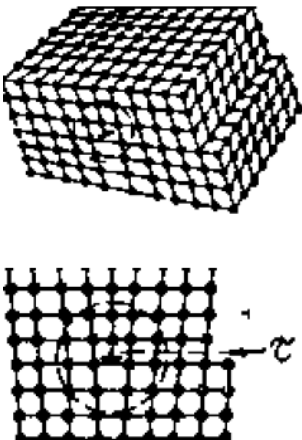
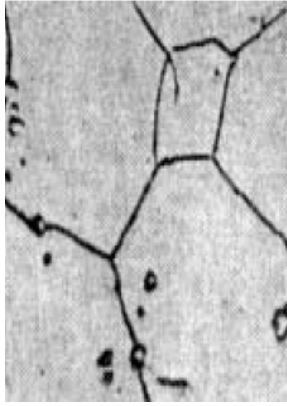
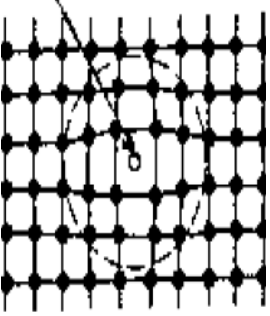
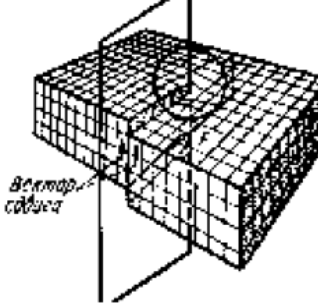
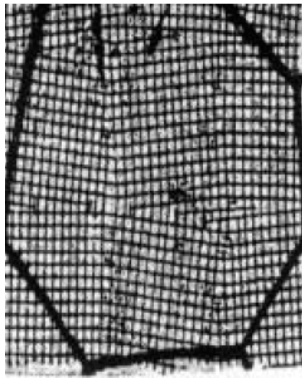
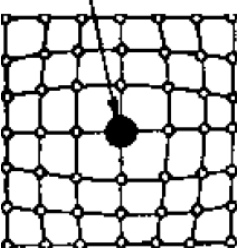
2.3 Реальное строение кристаллов

В решетке имеются нарушения строения – структурные несовершенства (дефекты).

Точечные дефекты – малы во всех направлениях.

Линейные дефекты – дислокации – малые размеры в двух измерениях и большая протяженность в третьем.

Поверхностные дефекты – малы в одном измерении.

| Точечные дефекты | Линейные дефекты | Поверхностные дефекты |
|---|---|--|
| <p>1. Вакансии</p>  | <p>1. Краевая (линейная) дислокация</p>  | <p>1. Границы зерен, большие угловые границы</p>  |
| <p>2. Межузельные атомы (дефекты Френкеля)</p>  | <p>2. Винтовая дислокация линия вокруг которой атомные плоскости изогнуты по спирали</p>  | <p>2. Границы субзерен мало угловые границы</p>  |
| <p>3. Примесные атомы замещения</p>  | | |

Под структурными дефектами подразумеваются небольшие области в кристалле, где нарушена правильность (периодичность) в расположении атомов кристаллической решетки. Структурные дефекты могут возникать в результате

наличия в кристаллической решетке смещенных или инородных атомов, нарушения в структуре плотно упакованных плоскостей кристаллов, отсутствие атомов в узлах кристаллической решетки (вакансий), наличие двойников и, особенно, дислокаций.

Дислокация – наиболее распространенное структурное линейное несовершенство, образующее внутри кристалла границу зоны сдвига. Дислокации образуются в процессе роста кристаллов, при значительных напряжениях, или при наличии больших температурных градиентов. Во всех этих случаях происходит пластическая деформация кристаллов, которая на микроскопическом уровне означает скольжение кристаллических плоскостей друг относительно друга. Скольжение происходит вдоль определенных «плоскостей скольжения» и определенных «линий скольжения».

Два наиболее простейших типа дислокаций – краевая дислокация и винтовая дислокация. В первом случае это линия, являющаяся краем «лишней» полуплоскости. Направление скольжения перпендикулярно краевой дислокации. Винтовая дислокация – это ось спирали. Она направлена параллельно направлению скольжения. Реальные дислокации в кристаллах в большинстве случаев представляют собой комбинацию из краевой и винтовой дислокаций.

При химическом травлении выход дислокаций на исследуемую поверхность выявляется в виде дислокационной ямки травления, форма которой определяется ориентацией поверхности. На плоскости (111) дислокационные ямки в светлом поле микроскопа выявляются в виде темных равносторонних или равнобедренных треугольников (рис. 1.4).

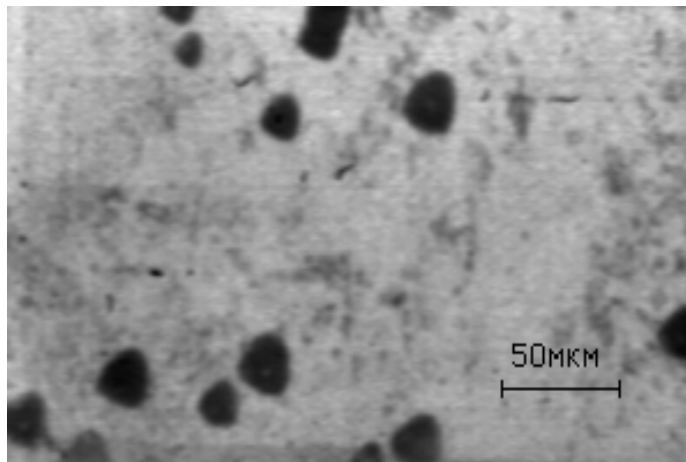


Рисунок 1.4 – Дислокационные ямки травления на поверхности германия, параллельной кристаллографической плоскости (111)

Для флюорита ориентации (111) наблюдаются в виде ярко выраженных треугольников (рис. 1.5).

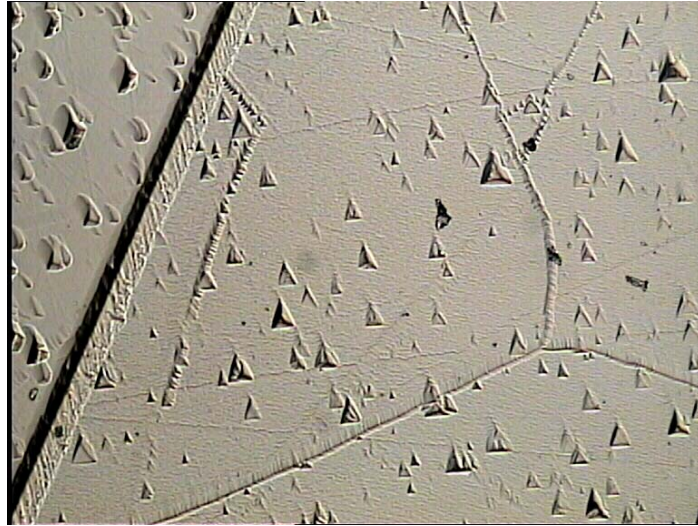


Рисунок 1.5 – Дислокационные ямки травления на поверхности флюорита, параллельной кристаллографической плоскости

Полоса скольжения – линия пересечения системы плоскостей, по которым произошло скольжение с исследуемой поверхностью кристалла. При избирательном химическом травлении полоса скольжения выявляется в виде прямолинейной цепочки дислокационных ямок травления, ориентированных вдоль $\langle 110 \rangle$ на плоскости шлифа (111) (Рис. 2.4).

Во флюорите пространственное расположение ансамбля краевых дислокаций ограничено системой скольжений $[110] (001)$.

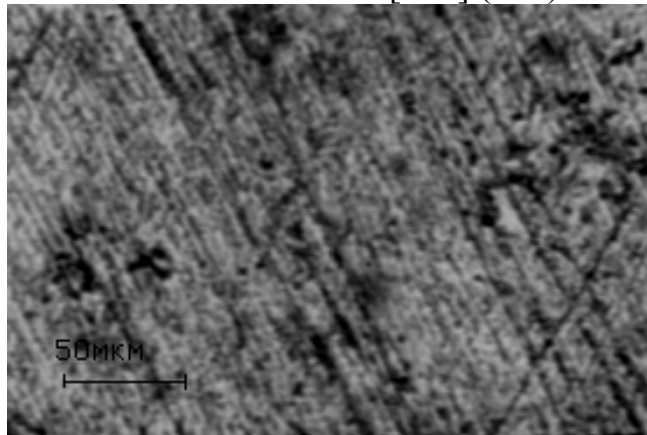


Рисунок 1.6 – Линии скольжения в германии, выращенном методом направленной кристаллизации

Малоугловая граница - переходная область между соседними частями кристалла, разориентированными друг относительно друга на угол от нескольких секунд до нескольких десятков минут, состоящая из одного или нескольких рядов дислокаций. При избирательном травлении германия малоугловая граница выявляется в виде цепочки дислокационных ямок травления, ориентированных вдоль $\langle 112 \rangle$ на плоскости шлифа (111).

Дислокации распределены в материале не равномерно. Характер этого распределения определяется условиями роста кристалла и взаимодействием дислокаций через упругие поля, создаваемые самими дислокациями.

Граница блоков с малым углом разориентации представлена на рис.1.7.

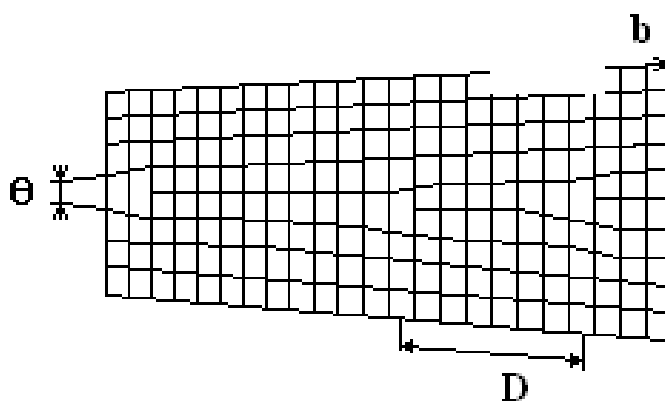


Рисунок 1.7 – Граница блоков с малым углом разориентации

В частности, согласно современным представлениям, один из основных механизмов происхождения кристаллических блоков состоит в изменении пространственного расположения дислокаций при отжиге кристаллов. Например, взаимодействие краевых дислокаций посредством упругих полей приводит к тому, что они «выстраиваются» одна над другой в «дислокационную стенку», которая перпендикулярна плоскости скольжения. Такой процесс носит название «полигонизации», при этом оказываются, что образующиеся дислокационные стенки служат границами между кристаллическими блоками.

Угол разориентации блоков определяется плотностью дислокаций в стенке согласно формуле:

$$\sin \theta = \frac{b}{D}, \quad (1.1)$$

где θ – угол разориентации между блоками, b – длина вектора Бюргерса, D – расстояние между соседними дислокациями.

Страты роста, границы зерен и дислокационные стенки

Страты роста (известные также как «полосы роста», «секторное разделение на зоны» или «зонная структура») являются общими дефектами, встречающимися в минералах и кристаллах, выращенных из расплава или раствора. Границы зерен роста и дислокационные стенки, как правило, встречаются в кристаллах, выращенных из раствора. Страты роста в кристаллах проявляются в виде непрерывных линий, идущих перпендикулярно направлению роста. Они образуются вследствие периодического накопления примесей или нестехиометрического материала, вызванного колебаниями микроскопической скорости роста или толщины диффузионного слоя, что обусловлено неустойчивостью конвекции из-за флуктуаций температуры.

2.4 Контрольные вопросы

1. Что называют дислокациями?
2. Что такое кристаллическая решетка?

3. Основные типы кристаллических решеток.
4. Параметры кристаллической решетки.
5. Что такое координационное число?
6. Кристаллографические плоскости и их индексификация.
7. Классификация дефектов кристаллического строения.

3 Экспериментальная часть

3.1 Металлографическое исследование кристаллов

Для большинства кристаллических материалов применяется металлографический метод исследования поверхности. Этот метод позволяет определять плотность дефектов в образце, а также определять кристаллографическую ориентацию образца. Метод заключается в травлении поверхности образца специально подобранным химическим травителем с последующим наблюдением фигур травления на металлографическом микроскопе.

При использовании селективных травителей процесс травления происходит с различными скоростями по разным кристаллографическим плоскостям.

Образующиеся при этом фигуры травления позволяют сделать заключение о кристаллографической ориентации плоскостей. В кристаллах с кубической элементарной ячейкой (германий, кремний, флюорит) для основных кристаллографических плоскостей (100), (110), (111) они будут иметь вид, изображенный на рис.1.8.

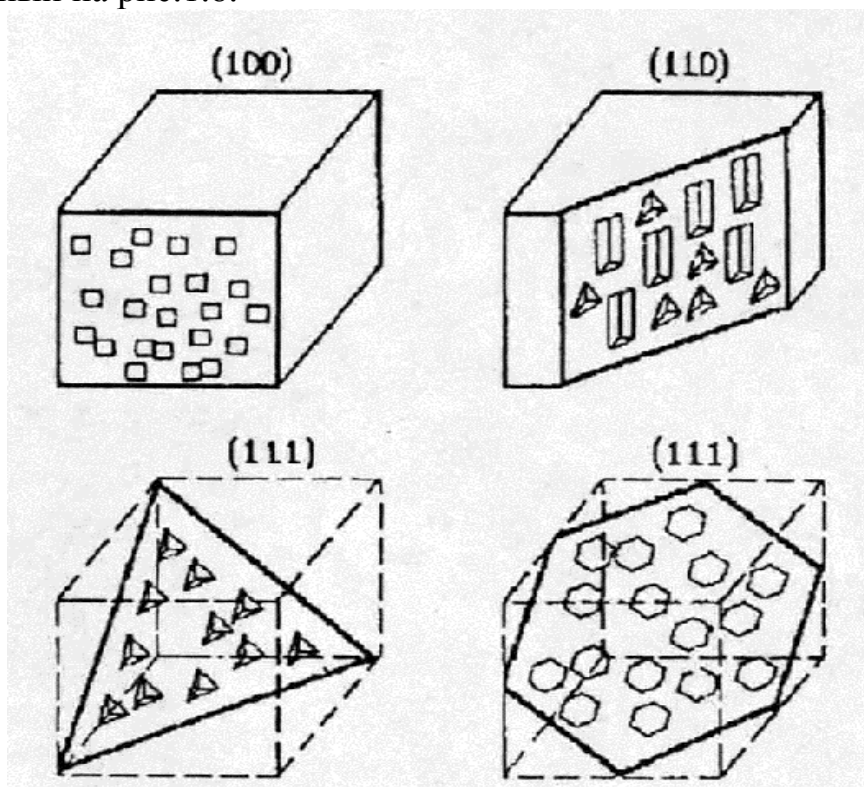


Рисунок 1.8 – Фигуры травления на основных кристаллографических плоскостях кубической решетки

Число ямок травления рассматривается как мера плотности дислокаций. Расчет средней плотности ямок травления N_D производится по формуле:

$$N_D = \frac{n_{cp}}{S}, \quad (1.2)$$

где n_{cp} – среднее количество дислокационных ямок в поле зрения микроскопа;
 S – площадь поля зрения, см².

3.2 Задание

1. Ознакомиться с методическим указанием к выполнению данной лабораторной работы, получить допуск у преподавателя к её выполнению.

2. Исследовать полученные у преподавателя образцы на предмет наличия малоугловых границ между кристаллическими блоками и на предмет существования в них структурных дефектов (ПК-10, ПК-11, ПК-19).

3. Полученные значения подтвердить у преподавателя.

3.3 Содержание отчета

1. Титульный лист.

2. Введение (ПК-10).

3. Результаты исследования образца, выводы (ПК-11, ПК-19).

4. Список используемой литературы.

4 Рекомендуемая литература

1. Егоров-Тсменко Ю.К. Кристаллография и кристаллохимия. - М. 2005 – 589 с.

2. Оптическое материаловедение. Часть 1: Оптические свойства и дефекты кристаллов и стекол. Учебное пособие по выполнению лабораторного практикума / Н.В. Никоноров, А.К. Пржеvusский, В.А. Асеев и др. - СПб: СПбГУ ИТМО, 2005. – 73 с.

3. Розин К.М. Практическая кристаллография. Учебное пособие для вузов. – Издательство: МИСиС, 2005. – 488 с.

4. Меланхолин Н.М. Методы исследования оптических свойств кристаллов. - М.: Наука, 1970. - 232 с

Учебное пособие

Акрестина А.С., Кистенева М.Г., Симонова Г.В.

Исследование дефектов в кристаллах

Методические указания к лабораторной работе
по дисциплине «Оптическое материаловедение»

Усл. печ. л. Препринт
Томский государственный университет
систем управления и радиоэлектроники
634050, г.Томск, пр.Ленина, 40