

# Caracterización estructural de una aleación de Ge-In crecida en el cosmos

O. Calzadilla, J. Fuentes, I. Shulpina y L. Sarokin  
Facultad de Física, Universidad de La Habana

## INTRODUCCIÓN

---

Los trabajos de obtención de cristales con impurezas controladas desde el fundido en el cosmos ha permitido esclarecer cómo influye la difusión y la convección en estos procesos. Para poder precisar las características de los materiales obtenidos se utilizan técnicas, que permitan analizar la estructura de los mismos; por ello es necesario un análisis de la morfología externa e interna de los cristales, que permita establecer una comparación entre los crecimientos realizados en condiciones terrestres (en presencia de gravedad) y en condiciones cósmicas (en condiciones de microgravedad).

Por ello, con frecuencia se combinan las técnicas de microscopía óptica con técnicas de difracción que den información de la perfección cristalina microscópicamente, tales como topografía de rayos X, microscopía electrónica, etcétera. Otras mediciones que se realizan son las de resistividad eléctrica cuando las impurezas que se han introducido se pueden considerar como ionizadas; por ejemplo los casos de Ge con impurezas de Ga, Sb, B, Sn, etcétera [1,2,3].

El presente trabajo aborda el estudio morfológico de los cristales de Ge con alta concentración de indio obtenidos durante el vuelo conjunto Cuba-U.R.R.S. en el experimento "Caribe", con el fin de conocer el grado de perfección cristalina.

Para ello se hace un estudio por microscopía óptica, medición de resistividad y topografía de rayos X de diferentes partes de los cristales crecidos en tierra y en el cosmos.

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

Para la ejecución del experimento los cristales de Ge dopados con indio crecidos en tierra inicialmente por el método de Czochralski fueron encapsulados en ampulas de cuarzo debidamente grafitadas y recrecidos tanto en el cosmos como en tierra.

La preparación de los monocristales, el encapsulado y las condiciones del crecimiento se reportan en [4].

### *Cortes del cristal*

El cristal cósmico y su análogo fueron cortados como se muestra en la figura 1.

Todas las muestras fueron pulidas mecánica y químicamente.

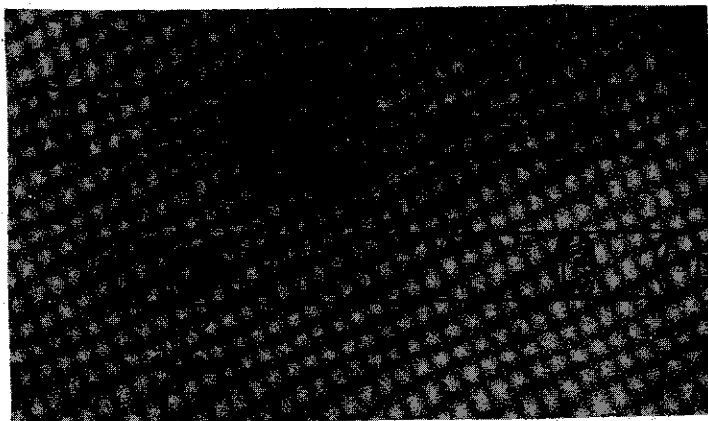


Figura 1.

Cortes efectuados en los cristales:  
a) Cristal cósmico, b) Cortes del  
cristal análogo.

### *Característica de la superficie*

*Cristal cósmico.* En la parte inicial de la zona recristalizada se encontró un aumento del diámetro del cristal, en la superficie aparecieron dos cavernas de dimensiones considerables y abundantes huecos pequeños. Estas cavernas y huecos denotan que el cristal en esta región hizo contacto con las paredes del ampula.

Al avanzar el frente de cristalización se produjo una disminución del diámetro del cristal formándose un cuello, cesaron los huecos y en la superficie sólo se vieron unas crestas pequeñas perpendiculares a la dirección

del crecimiento, denotándose de esta forma que el contacto con las paredes solamente se efectúa a través de estas.

Una muestra típica de la región donde disminuye el diámetro del cristal es la muestra 4. Al final del cristal el diámetro aumenta, muestra 6.

Al efectuar el corte del cristal a lo largo del eje de crecimiento se encontró una burbuja gaseosa cercana a la frontera de recristalización.

*Cristal análogo.* En el cristal crecido en tierra se encontró una disminución del diámetro al inicio de la zona de recristalización y pérdida de la simetría cilíndrica, la sección transversal adquirió forma elíptica, típica de cristalización dirigida en crecimientos horizontales.

En la superficie del cristal aparecieron poros característicos del contacto cristal-ámpula. Las crestas no fueron encontradas.

#### *Perfección cristalina*

Un análisis por microscopía óptica en las muestras 2 y 21 revelaron que "las semillas" en ambos crecimientos presentaban fronteras de ángulos pequeños y alta concentración de dislocaciones como se muestra en la figura 2.

El estudio de las muestras 4, 6, 22 y 23 por microscopía óptica muestra una pérdida gradual de la monocristalidad en la medida que aumenta la longitud del lingote crecido. Esto se corrobora por los topogramas obtenidos para las muestras 4 y 22, figura 3, siendo más marcada la pérdida de la monocristalidad en la muestra 22, crecida en tierra.

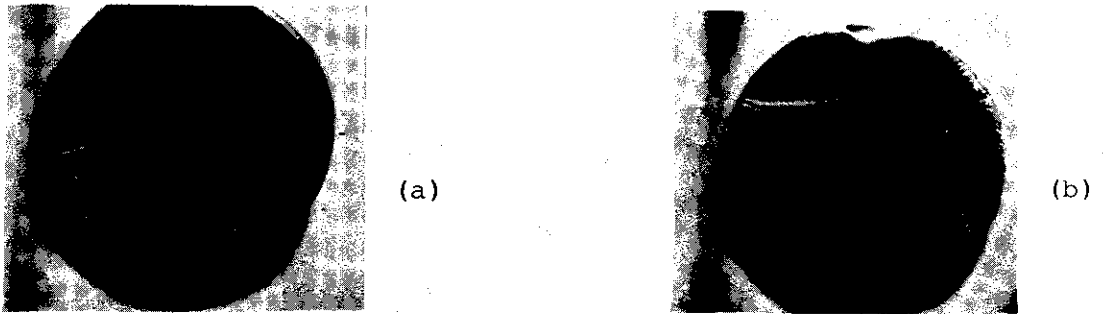


Figura 2. Microscopía óptica de muestras cortadas perpendicular a la dirección del crecimiento en la región de las semillas: a) Muestra 2, b) Muestra 21.

tud del lingote crecido. Esto se corrobora por los topogramas obtenidos para las muestras 4 y 22, figura 3, siendo más marcada la pérdida de la monocristalidad en la muestra 22, crecida en tierra.

La parte del lingote que mayor interés presenta en este estudio es donde se encuentra la frontera de recristalización, es decir, la parte que se encuentra entre la oblea 2 y 4, para el cristal cósmico y la que se encuentra entre la 21 y 22, para el cristal análogo, como se muestra en la figura 1, estas láminas fueron cortadas con la orientación (110) paralela a la dirección del crecimiento.



(a)



(b)

Figura 3. Topogramas obtenidos por el método de 2-cristales con radiación de Cu. a) Muestra 4, b) Muestra 22.

Topogramas obtenidos por el método de 2-cristales para las láminas 3-2, 3-3 y 3-4 muestras altas tensiones alrededor de la burbuja muy cercano a la frontera de recristalización y a continuación de esta zona de tensiones la aparición de bloques tanto en el seno del cristal como en los bordes, estos bloques se hacen más extensos en la medida que aumenta la longitud del cristal.



Figura 4.

Topograma obtenido por el método de 2-cristales de la muestra 3-2 (radiación Cu).

## DISCUSIÓN

---

De las muestras analizadas tanto por microscopía óptica como por difracción de rayos X se puede concluir que el cristal crecido en el cosmos es más perfecto que el crecido en tierra.

Tanto los cristales crecidos en tierra como en el cosmos presentan una alta densidad de dislocaciones ( $>10^8$  disloc/cm<sup>2</sup>) por las figuras que aparecen en los topogramas. Estas dislocaciones influyeron en la pérdida de la monocristalinidad siendo este efecto más acentuado en el cristal análogo.

El tiempo de recristalización en nuestro caso fue suficiente como para que coalescieran las pequeñas burbujas contenidas en el cristal primario.

Cuando el material se fundió, estas moléculas migraron a la zona más fría (frontera de recristalización) y allí se reagruparon. La formación de la burbuja cercana a la zona de recristalización provocó un aumento del diámetro del cristal fundido y por ello no se encuentra "el cuello" (disminución del diámetro) que había aparecido en otros trabajos [5], hasta que el frente de recristalización no avanza y sobrepasa la burbuja.

Las crestas perpendiculares a la dirección del crecimiento son muestra de que el cristal creció haciendo contacto con el cuarzo del ánupula solamente en estas regiones, mientras que el cristal análogo se mantuvo durante todo el crecimiento en contacto con las paredes del ánupula.

Por medio de la topografía de rayos X se determinó que la zona cercana a la burbuja está altamente tensionada, esto corrobora la hipótesis de la formación de la burbuja durante el proceso de cristalización dirigida en el cosmos. Además, estas tensiones provocan deformaciones de red cristalina y que átomos de indio se queden atrapados y como consecuencia inmediata la pérdida de la monocristalinidad en el lingote, apareciendo los bloques que se pueden observar en los topogramas y en las fotografías ópticas.

El frente de cristalización no pudo ser detectado tanto en el cristal cósmico como en el análogo.

## BIBLIOGRAFÍA

---

- [1] Griopov, V.T. y otros  
Experimentos Tecnológicos en la Aparatura "Kristal" en la Estación "Saliut-6". Hidrodinámica de Editorial "Nauka", Moscú. 1982 (ruso).
- [2] Yue, J.T. y F.W.Voltmer  
Influence of gravity-free solidification on solute microsegregation. J. Cryst.. Growth 29 (1975) 329-341 (inglés).
- [3] Witt, A.F., H.C.Gatos y otros  
Experimental Approach to the Quantitative Determination of Dopant Segregation During Crystal Groth on a Microscale: Ga Doped Ge. J. Electrochem. Soc.: SOLID-STATE SCIENCE AND TECHNOLOGY. Vol. 120, No.8 (1973) 1119-1123 (inglés).

[4] Calzadilla, O., J.Fuentes y otros.

Influencia de la microgravitación en la estructura y distribución del elemento indio en una aleación de Ge-In. Ciencias Técnicas, Físicas y Matemáticas. No.4 (1984) 17-21 (español).

[5] Witt, A.F., H.C.Gatos y otros

Crystal Growth and Steady-State segregation under Zero Gravity: InSb. J. Electrchem. Soc.: SOLID-STATE SCIENCE AND TECHNOLOGY. Vol. 122, No.2 (1975) 276-283 (inglés).