

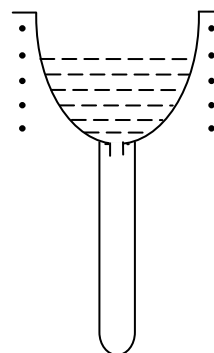
PACS 64.75.Nx

BİNAR BƏRK MƏHLULLARIN İXTİYARİ ÖLÇÜLÜ BİRCİNS
POLİKİSTAL XƏLİTƏLƏRİNİN ALINMASIV.İ.TAHİROV, Ü.V.TAHİROV, T.Q.CƏFƏROV,
A.İ.SALMANOVA, N.F.QƏHRƏMANOV
Bakı Dövlət Universiteti
n.gakhramanov@mail.ru

İşdə binar bərk məhlullardan böyük həcmli sabit tərkibli polikristal xəlitə hazırlanmasının yeni üsulu verilmişdir. Bundan ötrü xəlitəni əritmək üçün hazırlanmış kvars putanın dibində kiçik diametrik ($0,5 \pm 1$ mm) bir neçə deşik açılır. Xəlitənin həndəsi quruluşuna uyğun kvarsdan düzəldilmiş qəlibin yuxarı ucu putanın dibinə elə birləşdirilir ki, putadakı deşiklər onun içərisində qalsın və hər iki həcm hermetik əlaqələnmiş olsun. Belə "puta-qəlib" sistemi qurğuda elə bərkidilir ki, xəlitənin şablonu (qəlibi) şaquli vəziyyətdə olsun. Bərk məhlulun komponentlərinin uyğun miqdarda kütlələri putaya qoyulur və yüksək vakuum şəraitində əridilir. Ərimiş maye bircins hala gəldikdən sonra işçi həcmə təzyiqi $0,5 \pm 0,8$ atm. olan inert qaz vurulur. Qazın mayenin səthinə göstərdiyi təzyiq qüvvəsinin təsiri ilə o, deşiklərdən şırnaqla axaraq qəlibə dolur və orada böyük sürətlə kristallaşır. Qəlib, alt ucu qurğunun axar su ilə soyudulan gövdəsinə birləşdirilmiş istiliyi yaxşı keçirən qalın divarlı silindrin daxilinə geydirilir. Bu kristallaşmanın böyük sürətlə baş verməsini təmin edir. Beləliklə, hazırlanmış xəlitə boyunca tərkib eyni bir qiymətə malik olur. Üsulun tətbiqi ilə Ge-Si bərk məhlullar sistemindən daxilində 10 at.% Si olan xəlitə düzəldilmişdir. Xəlitənin müxtəlif hissələrindən götürülmüş nümunələrin sıxlığının hesablanması tərkibin xəlitə boyunca eyni olduğunu təsdiq etmişdir.

Açar sözlər: bərk məhlullar, kristallizasiya, seqreqasiya

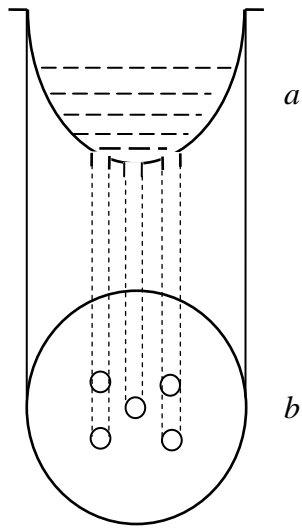
Çağdaş dövrümüzə yarımkeçirici maddələrin elm və texnikada tətbiqi bir sıra hallarda yarımkeçirici bərk məhlullardan tərkibi müntəzəm paylanmış böyük ölçülü polikristal xəlitələrin hazırlanmasını tələb edir. Buna misal olaraq Si-Ge binar bərk məhlullarının polikristal şəkildə yüksək temperatur oblastında termoelektrik generatoru kimi istifadə olunmasını göstərmək olar [1]. Onu da qeyd edək ki, termogenerator kimi Ge-Si sisteminin silisiumla zəngin oblastı istifadə edilir. Generatorun yüksək effektivliyi, bir tərəfdən, elektrik keçiriciliyinin və termoelektrik hərəkət qüvvəsinin böyük olması, digər tərəfdən isə, istilikkeçirmə əmsalının kiçik olması nəticəsində yaranır. İstilikkeçirmənin kiçik olmasının səbəbi fononların xəlitə nizamsızlığından



Səh. 1.

səpilməsidir. Doğrudur, düşünmək olar ki, xəlitə nizamsızlığından səpilmə elektrik keçiriciliyini də azaltmalıdır. Çünki, yükdaşıyıcıları da xəlitə nizamsızlığından səpilməlidir. Lakin belə səpilmə yalnız çox aşağı temperaturlarda özünü göstərə bilər. Termogeneratorun tətbiq edildiyi yüksək temperaturlarda isə bu səpilmə istilik rəqslərindən səpilmə mexanizminin fonunda nəzərə alınmayacaq dərəcədə kiçik olur. Bundan başqa, zona əritmə üsulu ilə binar bərk məhlulların böyük ölçülü yüksək keyfiyyətli qidalandırıcı xəlitələrini hazırlamaq üçün əvvəlcə onu bircins polikristal şəklində düzəltmək tələb olunur [2].

Bu cür xəlitələrin hazırlanmasının ən optimal üsulu [3]-də verilmişdir. Bu üsul kiçikölçülü xəlitələrin düzəldilməsində uğurla həyata keçirilir. Lakin böyükölçülü xəlitələrin düzəldilməsi üçün o, yararlı deyil. Hazırkı işdə təklif edilən üsul bu çatışmazlığı aradan qaldırmağa imkan verir.

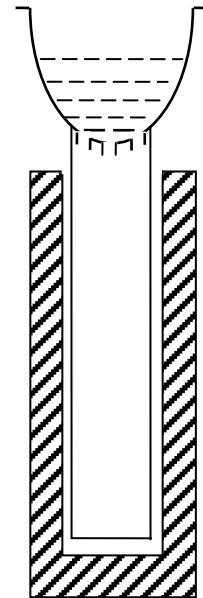


Şək. 2.

Qazın mayenin səthinə göstərdiyi təzyiqli qüvvəsinin təsiri ilə ərinti şırnaq şəkilli axınla qəlibə dolur. Burada ərinti böyük sürətlə soyudulduğu üçün bərk məhlulun komponentləri seçilib ayrılmağa macal tapmır. Ona görə hazırlanmış xəlitənin oxuna perpendikulyar kəsiklərində onun tərkibi eyni olur. Ərinti mümkün qədər kiçik müddətdə putadan qəlibə dolmalıdır ki, soyuq qaz kütləsi konveksiya nəticəsində onu bərkitməyə (dondurmağa) macal tapmasın. Böyük həcmli xəlitə üçün burada göstərilən sxemlə buna nail olmaq mümkün deyil. Bunun üçün tələb olunan vaxt ərzində putadakı ərintinin bir hissəsi bərkilyəcək. Putanın dibindəki deşiyin diametrini böyütməklə də buna nail olmaq mümkün deyil. Deşiyi çox böyütmək olmaz, çünki deşik böyük olduqda oturacağı deşik diametrinə bərabər olan silindrik maye sütununun yaratdığı ağırlıq qüvvəsi səthigərilmə

[3]-də təklif olunan üsulun çatışmayan cəhətini göstərmək üçün onun mahiyyətini yada salaq. Əvvəlcə yüksək təmizliyə malik olan kvars şüşəsindən xəlitə üçün qəlib düzəldilir (qəlibi adi şüşədən də düzəltmək olar, bu şərtlə ki, bərk məhlulun likvidus əyrisinə təfəvüt edən temperaturlar şüşənin yumşalma hüdudundan aşağıda olsun). Xəlitənin ərintisini əldə etmək üçün nəzərdə tutulan putanın dibində onun tam mərkəzində diametri $0,5 \div 1$ mm olan deşik açılır.

Hazırlanmış qəlib putanın altına şaquli vəziyyətdə elə qaynaq edilir ki, onun həcmi putanın daxili ilə hermetik birləşsin (şəkil 1). Yüksək vakuum alındıqdan sonra putaya qoyulmuş maddə əridilir və o bircins hala gəldikdən sonra sistemə təmizlənmiş inert qaz buraxılır.



Şək. 3.

qüvvəsinə üstün gəlir və ərinti vaxtından əvvəl axıb qəlibə dolar. Bu işə prosesin pozulması deməkdir.

Hazırkı işdə təklif edilən üsul göstərilən çatışmazlıqları aradan qaldırmağa imkan verir. Bunun üçün düzəldilməsi lazım gələn xəlitənin ölçüsündən asılı olaraq, putanın dibində çoxsaylı deşiklər açılır. Deşiklərin diametrlərinin ölçüləri $0,5 \div 1$ mm tərtibində götürülür. Şəkil 2-də dibində 5 deşik olan belə bir kvarts putanın qarşından və üstədən görünüşünün proyeksiyaları verilmişdir. Şəkil 2a-da deşiyin iki cütü üst-üstə düşdüyü üçün üç deşik görünür. Şəkil 2b-də isə onların hamısı aydın görünür. Putanın dibi müəyyən qədər girdə düzəldilir ki, prosesin sonunda onun içərisində ərinti qalmasın. Belə putanın dibinə hazırlanmış qəlib hermetik şəkildə qaynaq edilir (şəkil 3). Qəlibin aşağı ucu (dibi), xəlitənin tətbiq edilmə məqsədindən asılı olaraq, müxtəlif şəkildə düzəldilə bilər. Təcrübənin aparılma ardıcılığı belədir. Xəlitənin qəlibi putaya qaynaq edildikdən sonra o, vakuum qurğusunda elə yerləşdirilir ki, ona birləşdirilmiş qəlib şaquli vəziyyətdə dayanmış olsun. Bundan sonra putaya, xəlitənin tərkibinə uyğun olaraq təmiz komponentlərin mikroanalitik tərəzidə çəkilmiş kütlələri yerləşdirilir. İşçi həcmdə yüksək vakuum (10^{-4} - 10^{-5} tor) yaradılır və qızdırıcı qoşulur. Temperatur elə tənzim edilir ki, əvvəlcə ərimə nöqtəsi daha kiçik olan komponent (bizim halımızda germanium) əriməyə başlasın. Temperaturu daha da yüksəltmək olar. Lakin əksər halda buna ehtiyac qalmır. Çünki hər iki komponent maye halda da məhlul yaratdığı üçün ikinci komponent (hazırkı işdə silisium) qısa bir zamanda birinci komponentin mayesində həll olaraq ona qarışır. Putada temperatur bərk məhlulun verilmiş tərkibində hal diaqramına görə likvidus əyrisinə uyğun gələn qiymətdən 15-20 dərəcə artıq olmalıdır ki, sistemə təsirsiz qaz buraxıldıqda ondakı ərinmiş kütlə bərkiməsin. Ərintinin bircins hala gəlməsinə və temperatur rejiminin düzgün seçilməsinə əmin olduqdan sonra sistemə təmizlənmiş təsirsiz qaz buraxılır. Qazın təzyiqinin 0,5-0,8 atm. intervalında olması kifayətdir. Sistemdə vakuum yaradılan zaman putanın dibinə hermetik birləşdirilmiş qəlibin daxilində də vakuum şəraiti yaranır. Ona görə də sistemə qaz buraxdıqda onun maye səthinə göstərdiyi təzyiq qüvvəsinin təsiri ilə ərinti putanın dibindəki deşiklərdən şırnaqla axaraq qəlibin içərisinə daxil olur. Qəlibə tökülən maye kütləsinin böyük sürətlə kristallaşmasını təmin etmək üçün qəlib istiliyi yaxşı keçirən maddədən (latun, paslanmayan dəmir, mis) düzəldilmiş qalın divarlı içi boş silindrin içərisinə geydirilir (bax: şəkil 3). Silindrin qapalı olan alt oturacağı qurğunun axar su ilə soyudulan gövdəsi ilə təmasda olur. Bu işə qəlibə tökülən maye kütləsinin daha da sürətlə kristallaşmasına səbəb olur. Proses sona çatdıqdan sonra qızdırıcı söndürülür və o, tədricən otaq temperaturuna qədər soyuyur. Puta xəlitə ilə birlikdə qurğudan çıxarılır. Xəlitənin borusu putaya yaxın yerdən elə kəsilir ki, onu (putanı) təkrar istifadə etmək mümkün olsun. İçərisində xəlitə olan kvarts boru ehtiyatla sındırılaraq xəlitə ondan çıxarılır və nəzərdə tutulan məqsəd üçün istifadə edilir. Təsvir olunan rejimdə hazırlanmış xəlitə boyunca tərkibin inteqral qiyməti sabit qalır. Diametri 2 sm olan bu cür hazırlanmış 90 at.% Ge + 10 at.% Si tərkibli xəlitə boyunca sıxlığın paylanması

şəkil 4-də göstərilmişdir. Sıxlığı ölçmək üçün xəlitənin müxtəlif hissələrindən diskşəkilli nümunələr kəsilir.

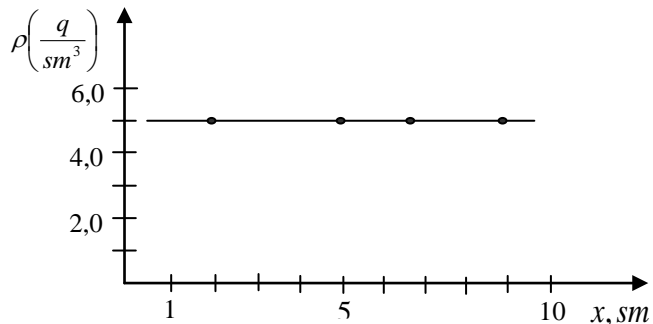
Hər bir nümunə mikroanalitik tərəzinin köməkliyi ilə əvvəl havada, sonra isə distillə edilmiş suda çəkilir. Suda çəkmək üçün nümunə 20 mkm diametrlili məftilə tərəzinin bir gözündən asılaraq suyun içərisinə daxil edilir. Nümunənin sıxlığı (d) düsturla belə təyin edilir:

$$d = \frac{m_1(d_1 - d_2)}{m_1 - m_2} + d_2$$

Burada m_1 və m_2 nümunənin uyğun olaraq havadakı və sudakı kütləsi, d_1 -suyun, d_2 -havanın sıxlığıdır (havanın və suyun temperaturu nəzərə alınır).

[4]-də $Ge - Si$ sistemi üçün sıxlığın tərkibindən asılılığı 0,3% dəqiqliklə təyin edilmişdir. Daxilində 10 at.% Si olan tərkib üçün

alınan qiymət $d = 5,0440 \frac{q}{sm^3}$ -dur. Şəkil 4-dən alınan qiymət təcrübənin xətası daxilində həmin qiymətlə eynidir.



Şəkil 4.

ƏDƏBİYYAT

1. Abeles B., Cohen R.J. Термо-электрический генератор на основе сплавов $Ge - Si$ (Thermoelectric generators on $Ge - Si$ alloys). J.Appl.Phys, 35, 1964, p.247.
2. Tahirov V.İ., Qəhrəmanov N.F. və b. Zona əritmə yolu ilə qidalandırıcı xəlitənin hazırlanması üsulu. Müəlliflik şəhadətnaməsi. Az. Respub. Stand. Metrologiya və patent üzrə Dövlət Agent. Patent idarəsi №a2003, 0078. 22.04.2003.
3. Таиров С.И. Выращивание монокристаллов твердых растворов германий-кремний и исследование их электрических свойств. Кандидатская диссертация. Баку, 1967, 120 с.
4. Dismukes J.P., Ekstrom L., Paff R.J. Lattice parameter and density of $Ge - Si$ alloys. J.Phys. Chem.68, 10, 1964, p.3021-3027.

ПОЛУЧЕНИЕ ОДНОРОДНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛИТКОВ БИНАРНЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ЛЮБЫХ РАЗМЕРОВ

В.И.ТАГИРОВ, У.В.ТАГИРОВ, Т.Г.ДЖАФАРОВ,
А.И.САЛМАНОВА, Н.Ф.ГАХРАМАНОВ

РЕЗЮМЕ

В работе предложен новый метод получения однородных поликристаллических слитков бинарных твердых растворов больших размеров. На дне тигля, предназначенного для расплавления материала, делается несколько малых отверстий с диаметрами $0,5 \div 1$ мм. Верхний конец кварцевого шаблона, приготовленного в форме требуемого слитка, приваривается ко дну тигля с таким расчетом, чтобы он охватывал все отверстия и гер-

метически сообщая объемы тигля и шаблона. При установлении тигля на рабочей установке шаблон должен стоять в вертикальном положении. Соответствующие количества чистых компонент твердого раствора загружаются в тигель и плавятся при высоком вакууме. Затем в рабочий объем напускается очищенный инертный газ (гелий) до $(0,5 \div 0,8)$ атмосферного давления. Под давлением газа расплав тонкими струями течет в шаблон и быстро кристаллизуется. Шаблон вдевается в толстостенный цилиндр, изготовленный из материала с большой теплопроводностью. Нижнее закрытое основание цилиндра находится в контакте с основанием установки, которое охлаждается проточной водой. Это ускоряет охлаждения слитка. Приготовленный таким образом поликристаллический слиток по всей длине имеет одинаковый состав. Применением предложенного метода получены однородные слитки сплавов $Ge - Si$, содержащих 10 ат.% Si . Однородность проверялась измерением плотности в различных участках слитка.

Ключевые слова: твердые растворы, кристаллизация, сегрегация

A NEW METHOD OF MAKING HOMOGENEOUS ALLOYS OF BINARY SOLID SOLUTIONS WITH ARBITRARY DIMENSIONS

V.I.TAHIROV, U.V.TAHIROV, T.G.JAFAROV,
A.I.SALMANOVA, N.F.GAKHRAMANOV

SUMMARY

A new method of making homogeneous polycrystalline alloys has been worked out. Several narrow holes ($d = 0,5 \div 1 mm$) are made at the bottom of the crucible. A stencil made of fused quartz is connected with the crucible bottom hermetically by welding. To take an alloy one has to put the necessary amounts of the components into the crucible and melt it at high vacuum. When the melt becomes homogeneous one lets an inert gas (helium) go into the plant (camera). Under the pressure of the gas the melt streams into the stencil through the holes at the crucible and it freezes there quickly. To cool the melt quickly the stencil is put into a hollow cylinder with thick walls. The base of the cylinder is connected to the frame work of the plant which is cooled by running water. Alloys made in this way have the same content along all its length. The method applied to $Ge - Si$ solid solutions. The density investigation proved them to be homogeneous.

Key words: solid solutions, crystallization, segregation

Redaksiyaya daxil oldu: 01.02.2013-cü il

Çapa imzalandı: 06.03.2013-cü il