

## ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ДИСЛОКАЦИЙ С ЦЕНТРАМИ ЗАКРЕПЛЕНИЯ В КРИСТАЛЛАХ КВr

В. Я. Платков

В широкой области амплитуд изучаются изменение модуля Юнга в процессе ультразвуковых колебаний образца и последующий возврат модуля при снижении амплитуды колебаний. Измерения проводились методом двойного составного осциллятора на частотах 77.7 и 102 кГц. Результаты, представленные в координатах Гранато—Люкке, описываются двумя отрезками прямых с разным наклоном. Это связывается с действием двух механизмов появления дефекта модуля Юнга в амплитудно-зависимой области: механизм отрыва дислокаций от центров закрепления и механизм смещения подвижных центров вдоль линии дислокации. Измерения критической амплитуды показали, что понижение температуры до 77° К сопровождается увеличением ее. С привлечением теорий Алефельда и Джамафуйи и Бауэра оценена величина среднего расстояния между центрами закрепления дислокаций  $L = 0.4$  мк, коэффициент диффузии подвижных центров закрепления вдоль линии дислокации  $D^p = 2 \cdot 10^{-10}$  см<sup>2</sup>/сек., свободная энергия связи центров закрепления с дислокацией  $F_b \approx 0.1$  эв.

Характер изменения модулей упругости и внутреннего трения в амплитудно-зависимой области обусловлен взаимодействием дислокаций с центрами закрепления. Наблюдаемая в этой области амплитудная зависимость модуля Юнга и декремента затухания, от времени связана с изменением состояния закрепляющей атмосферы дислокаций [1-3], причем при переходе из одного состояния в другое изменяется среднеэффективное расстояние между центрами закрепления дислокаций.

В настоящей работе изучаются временные зависимости модуля Юнга в кристаллах КВr с целью получения сведений о кинетике перехода закрепляющей атмосферы из равновесного состояния в неравновесное, а также из неравновесного состояния в равновесное при ее взаимодействии с дислокациями, о характере этого взаимодействия и о свойствах закрепляющей атмосферы, а также выясняется, насколько имеющиеся в настоящее время теории хорошо описывают опытные данные.

Измерения проводились резонансным методом двойного составного осциллятора на частотах 77.7 и 102 кГц [3-4]. Образцы приготавливались из монокристаллов КВr, выращенных из сырья марки «ОСЧ для акустических монокристаллов» без введения примеси (предел текучести  $\tau = 100$  г/мм<sup>2</sup>), с введением в расплав 0.01 вес. % ВаBr<sub>2</sub> ( $\tau = 600$  г/мм<sup>2</sup>) и с введением в расплав 0.01 вес. % MgBr<sub>2</sub> ( $\tau = 180$  г/мм<sup>2</sup>). При измерении температурной зависимости критической амплитуды скорость охлаждения образца составляла 0.5 град./мин.

Поведение модуля Юнга и внутреннего трения в амплитудно-зависимой области в настоящее время анализируется с привлечением теории Гранато—Люкке [5], поэтому для выяснения механизма, ответственного за появление временной зависимости модуля Юнга, целесообразно построить график Гранато—Люкке по данным, полученным в широкой области амплитуд и для разных моментов времени после начала возбу-

ждения в образце ультразвуковых колебаний. С этой целью проводились измерения временных зависимостей модуля Юнга при различных амплитудах деформации. Результаты приведены на рис. 1. Графики

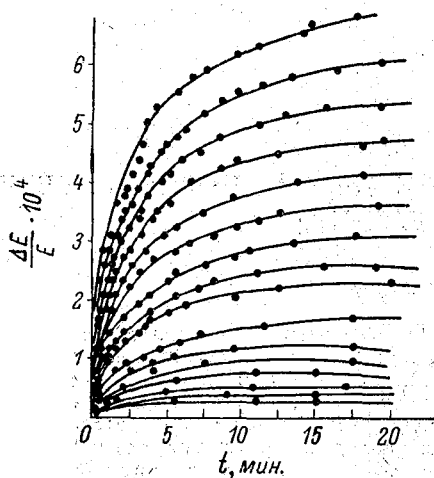


Рис. 1. Влияние амплитуды деформации на временные зависимости модуля Юнга.

Значения  $\varepsilon \cdot 10^6$  снизу вверх: 1, 1.2, 1.7, 2.3, 2.8, 3.4, 4.2, 4.7, 4.9, 5.2, 5.7, 6.2, 6.5, 6.9, 7.3, 8.

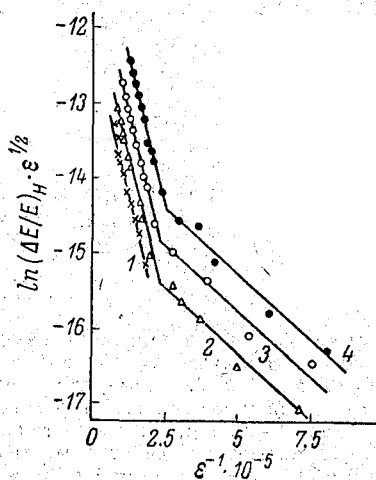


Рис. 2. Графики Гранато—Люкке для различных моментов времени после начала колебаний образца.

Время, мн.: 1 — 0.5, 2 — 1, 3 — 3, 4 — 20.

Гранато—Люкке (рис. 2) строились по значениям дефекта модуля Юнга, полученным при различных амплитудах, но относящимся к одному и тому же моменту времени после начала возбуждения колебаний. Видно, что для каждого момента времени график состоит из двух отрезков прямых, причем отрезки, относящиеся к разным временам

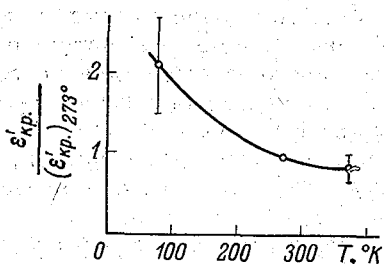


Рис. 3. Температурная зависимость  $\varepsilon'_{кр}$ .

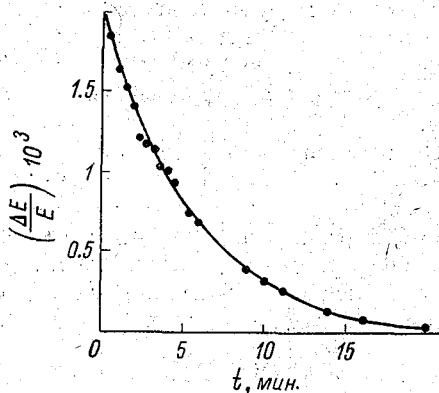


Рис. 4. Возврат модуля Юнга после колебаний образца с амплитудой  $\varepsilon > \varepsilon'_k$ .

возбуждения, параллельны и чем больше время возбуждения, тем сильнее они смещены в сторону меньших значений  $\varepsilon$ .

Изменение модуля Юнга во время возбуждения в образце ультразвуковых колебаний наблюдается, если амплитуда колебаний превосходит критическую величину ( $\varepsilon'_k$ ). На рис. 3 показана температурная зависимость  $\varepsilon'_k$  (в качестве  $\varepsilon'_k$  принималась амплитуда, при которой появлялся дефект модуля Юнга  $\frac{\Delta E}{E}$ , равный  $2 \cdot 10^{-5}$ ). Видно, что с понижением температуры  $\varepsilon'_k$  увеличивается.

После предварительного возбуждения в образце колебаний с амплитудой  $\epsilon > \epsilon_{кр}$ , переход к амplitудам, меньшим критической, сопровождается возвратом модуля Юнга до своего исходного значения. Это показано на рис. 4.

Процесс возврата хорошо описывается экспоненциальной зависимостью  $\frac{\Delta E}{E}$  от  $t$ , что видно из рис. 5, на котором результаты, представленные в координатах  $\ln \frac{E - E_{max}}{E_{min} - E_{max}} \sim t$  укладываются на прямую. То, что прямая отсекает отрезок на оси ординат, означает, что в первый момент уменьшения амплитуды ультразвуковых колебаний часть дефекта модуля Юнга, соответствующая отрезку, отсекаемому на оси ординат, исчезает мгновенно, а остальная часть — экспоненциально во времени. Характеристическое время возврата  $\tau$ , полученное из наклона прямой на рис. 5, равно  $2 \div 6$  мин. Зависимость  $\tau$  от амплитуды предварительного возбуждения и от вида примеси не наблюдалась. Возможно, это связано с большим разбросом значений  $\tau$ .

То, что результаты, представленные в координатах Гранато—Люкке, не укладываются на одну прямую, можно объяснить тем, что в разных областях амплитуд действуют разные механизмы. Такими механизмами могут быть механизмы отрыва дислокации от центров закрепления и механизм, приводящий к появлению временных зависимостей модуля Юнга.

Временная зависимость модуля Юнга наблюдается, начиная с самых малых значений амплитуд деформации, показанных на рис. 2. Значит, механизм, приводящий к появлению временной зависимости, ответствен за отрезок прямой с малым наклоном. При переходе к более высоким амплитудам наряду с этим механизмом начинает действовать механизм отрыва дислокации, что приводит к резкому увеличению наклона второго отрезка. Если выполняется такая последовательность работы механизмов, то точка пересечения прямых на рис. 2 соответствует критической амплитуде начала отрыва ( $\epsilon''_{кр}$ ). Отношение  $\epsilon''_{кр}$  к критической амплитуде начала временной зависимости модуля Юнга  $\epsilon'_{кр}$  в наших опытах равняется  $\frac{\epsilon''_{кр}}{\epsilon'_{кр}} = 3$ .

Появление временной зависимости модуля Юнга невозможно объяснить изменением температуры образца вследствие диссипации энергии упругих колебаний. Это показывает следующая оценка: за один цикл в единице объема рассеивается энергия  $\Delta \epsilon^2 E$ , а за  $t$  сек. при колебаниях частотой  $\nu$  рассеивается  $t\nu \Delta \epsilon^2 E$  и температура возрастет на  $\frac{t\nu \Delta \epsilon^2 E}{\rho C_p}$ , где  $\rho$  — плотность,  $C_p$  — удельная теплоемкость,  $\Delta$  — декремент. При этом модуль Юнга изменится на величину

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{t\nu \Delta \epsilon^2 E}{\rho C_p} \left[ \frac{\Delta E}{E} \right]_T,$$

где  $\left[ \frac{\Delta E}{E} \right]_T$  — относительное изменение модуля Юнга при изменении температуры на  $1^\circ$  в области  $0^\circ \text{C}$ . Из измерений температурной зависимости было получено значение  $\left[ \frac{\Delta E}{E} \right]_T = 3.5 \cdot 10^{-4} \text{ град.}^{-1}$ . Таким образом

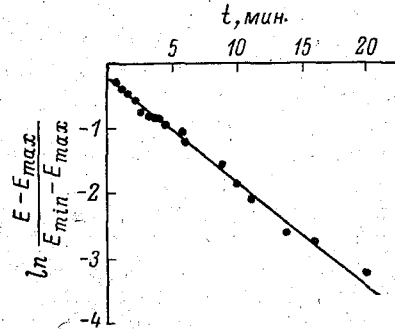


Рис. 5. Возврат модуля Юнга, представленный в полулогарифмических координатах.

$E_{min}$  — значение модуля в начале возврата,  $E_{max}$  — в конце возврата,  $E$  — текущее значение модуля.

при возбуждении в образце ультразвуковых колебаний частотой  $10^5$  гц, амплитудой  $\varepsilon = 5 \cdot 10^{-6}$  при  $\Delta = 10^{-4}$ , в течение  $t = 10^3$  сек. в результате нагрева образца за счет диссипации энергии упругих колебаний модуль Юнга изменится на величину  $\frac{\Delta E}{E} = 2.5 \cdot 10^{-6}$ . В то же время опыт показывает, что при тех же значениях  $\varepsilon$  и  $\Delta$  модуль Юнга изменяется на величину  $\frac{\Delta E}{E} = 3 \cdot 10^{-4}$ .

Кроме того, был поставлен контрольный опыт: с помощью термопары, укрепленной посредине образца (т. е. в точке, где амплитуда напряжения максимальна, но отсутствуют смещения), контролировалась температура образца в процессе возбуждения в нем ультразвуковых колебаний. При этом оказалось, что температура оставалась неизменной в пределах погрешности измерения ( $\pm 0.25^\circ \text{C}$ ). Таким образом, изменение модуля Юнга не связано с изменением температуры образца и, следовательно, связано с изменением неупругой части деформации.

Появление временных зависимостей модуля Юнга в области частот  $\sim 10^5$  гц и деформаций, при которых нет размножения дислокаций, можно объяснить только изменением функции распределения точек закрепления вдоль линии дислокации. Однако график Гранато—Люкке не отражает такого изменения. С другой стороны, Алефельд [6] показал, что изменение функции распределения может происходить ввиду следующих обстоятельств: если часть центров закрепления может диффундировать вдоль линии дислокации, то стремление к увеличению конфигурационной энтропии приводит к перераспределению подвижных центров закрепления (ПЦЗ), причем ПЦЗ располагаются вблизи неподвижных центров так, что с одной стороны к ним примыкает длинный дислокационный сегмент, а с другой — короткий. При приложении внешнего напряжения сила, действующая на ПЦЗ со стороны длинного сегмента, больше, чем со стороны короткого, а компонента результирующей силы, параллельная линии дислокации, направлена в сторону меньшего сегмента. Следует отметить, что в случае осциллирующего напряжения меняется абсолютная величина этой компоненты, но она действует всегда в сторону короткого сегмента. Компонента результирующей силы, нормальная к дислокационной линии, меняется как по величине, так и по знаку, и ее среднее по времени значение равно нулю. Параллельная же компонента имеет конечное значение, среднее по времени, ее действие смещает подвижные центры закрепления, т. е. изменяет функцию распределения центров закрепления вдоль линии дислокации и, следовательно, изменяется модуль Юнга и динамические потери. Такое рассмотрение показывает [7], что изменение во времени модуля Юнга имеет место при

$$\varepsilon > \left(\frac{b}{L}\right)^{3/2} \frac{(kT E_L b)^{1/2}}{3Gb^3}, \quad (1)$$

где  $b$  — вектор Бюргерса,  $E_L$  — натяжение вдоль линии дислокации,  $L$  — среднее расстояние между центрами закрепления,  $G$  — модуль сдвига.

Правая часть этого неравенства представляет собой критическую амплитуду начала временной зависимости модуля Юнга, поэтому, приравняв ее  $\varepsilon_k$  и полагая  $kT = 0.025$  эв,  $\varepsilon_k = 5 \cdot 10^{-7}$ ,  $b = 4.65 \cdot 10^{-8}$  см, получим среднее расстояние между точками закрепления  $L = 0.4$  мк.

Расхождение наблюдаемой зависимости  $\varepsilon_k$  от  $T$  и зависимости, которая следует из уравнения (1), вероятно, связано с тем, что при понижении температуры часть ПЦЗ становится неподвижной. В работе [8] проведено аналогичное рассмотрение изменения функции распределения и связанного с ней декремента, но учтено также изменение

колебательной энтропии при смещении ПЦЗ вдоль линии дислокации. Так как изменение функции распределения должно приводить к изменению как декремента, так и модуля Юнга, то можно воспользоваться выражением для коэффициента канальной диффузии ПЦЗ вдоль линии дислокации [9]

$$D^p = \frac{2L^2}{\tau}, \quad (2)$$

где  $\tau$  — характеристическое время возврата функции распределения к своему исходному значению. Используя значение  $L$ , найденное независимым путем для тех же кристаллов [4], и  $\tau$ , определенное из процесса возврата модуля Юнга, получаем:  $D^p = 2 \cdot 10^{-10}$  см<sup>2</sup>/сек. Сравнение с коэффициентами диффузии точечных дефектов, приведенными в работе [10], показывает, что, как и следовало ожидать, коэффициент канальной диффузии центров закрепления вдоль линии дислокации на несколько порядков больше коэффициентов объемной диффузии в этом кристалле.

Описанная выше последовательность работы механизма появления временных зависимостей и механизма отрыва дислокаций от центров закрепления согласуется с теоретическим рассмотрением временных зависимостей [9]. Такое рассмотрение дает выражение, связывающее критическое напряжение, необходимое для начала временной зависимости  $\sigma_k''$ , и критическое напряжение отрыва дислокаций от центров закрепления  $\sigma_k'$

$$\frac{\sigma_k''}{\sigma_k'} \approx \left( \frac{2F_b}{kT} \right)^{1/2}. \quad (3)$$

Так как в данном случае мы имеем выражение для отношения критических напряжений, то оно будет одинаковым как для декремента, так и для модуля Юнга. Поэтому, учитывая, что  $\sigma = \epsilon E$ ,  $\frac{\epsilon_k''}{\epsilon_k} = 3$  и  $kT = 0.025$  эв, можно оценить свободную энергию связи центров закрепления с дислокацией:  $F_b \approx 0.1$  эв, что хорошо согласуется с теоретическими оценками энергии взаимодействия дислокаций с точечными дефектами в щелочно-галогидных кристаллах [11].

Поведение дефекта модуля Юнга в области амплитуд, больших  $\epsilon_k''$ , объясняется следующим: действие амплитуды  $\epsilon > \epsilon_k'$  приводит к тому, что в отдельных местах дислокационной сетки происходит отрыв дислокаций от центров закрепления. На участках дислокации, где центры закрепления расположены гуще, возникающие напряжения не могут сразу оторвать дислокацию от центров закрепления, поэтому вначале происходит смещение ПЦЗ, в результате этого большие сегменты увеличиваются за счет малых до величины, при которой происходит отрыв дислокации от центров закрепления, т. е. будет меняться общая длина дислокационных линий, на которых произошел отрыв.

В заключение считаю приятным долгом выразить благодарность В. И. Старцеву за постоянный интерес к работе и ценные дискуссии.

#### Литература

- [1] R. H. Chambers, R. Smoluchowski. Phys. Rev., 117, 725, 1960.
- [2] N. F. Fiore, Ch. L. Bauer. J. Appl. Phys., 35, 2242, 1964.
- [3] В. Я. Платков, В. И. Старцев. ФТТ, 8, 1994, 1966.
- [4] В. Я. Платков, В. П. Ефименко, В. И. Старцев. ФТТ, 9, 2799, 1967.

- [5] A. Granato, K. Lücke. *J. Appl. Phys.*, **27**, 583, 1966 (перев. в сб. «Ультразвуковые методы исследования дислокаций». ИЛ, М., 1963).
- [6] G. Alefeld. *Phys. Rev. Lett.*, **13**, 395, 1964.
- [7] G. Alefeld. *Phil. Mag.*, **11**, 809, 1965.
- [8] Ch. L. Bauer. *Phil. Mag.*, **11**, 827, 1965.
- [9] K. Yamafuji, Ch. L. Bauer. *J. Appl. Phys.*, **36**, 3288, 1965.
- [10] P. Süptitz, J. Teltov. *Phys. Stat. Sol.*, **23**, 9, 1967.
- [11] Ван Бюрен. Дефекты в кристаллах. ИЛ, М., 1962.

Физико-технический институт  
низких температур АН УССР  
Харьков

Поступило в Редакцию  
28 мая 1968 г.  
В окончательной редакции  
14 октября 1968 г.