

УДК 548.4:534.8

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ КОЭФФИЦИЕНТА ТОРМОЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ В ХЛОРИСТОМ КАЛИИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 77—413° К

В. М. Андронов, А. М. Петченко, В. И. Старцев

Импульсным методом получена температурная зависимость коэффициента торможения B в кристаллах KCl и проведено ее сравнение с существующими теоретическими и экспериментальными данными. Показано, что длина дислокационного сегмента L и плотность дислокаций Λ практически не изменяются с температурой. Определена зависимость коэффициента торможения дислокаций от плотности неподвижных дислокаций в кристалле. Показано, что при малых плотностях B растет линейно с Λ . При больших плотностях скорость увеличения B уменьшается с ростом Λ . Измерения проводились при температурах 77—413° К в диапазоне частот 22,5—232,5 Мгц. Расчет и обсуждение полученных результатов проведены в рамках теории Гранато — Люкке.

Дислокация, перемещаясь в кристалле, взаимодействует с фононами, электронами, дислокациями и т. д. Благодаря этим взаимодействиям дислокация при своем движении теряет энергию. Преобладающую роль в процессах рассеяния имеет тот механизм, который обеспечивает наибольшую скорость оттока энергии от дислокации, т. е. максимальное демпфирование ее движения.

В случае больших скоростей ($V=10^3-10^5$ см/сек) торможение дислокаций имеет вязкий характер. При этом сила трения $F=BV$, действующая на единицу длины дислокации, пропорциональна скорости ее движения V ; коэффициент пропорциональности B представляет собой эффективную вязкость, включающую в себя суммарный эффект всех тормозящих сил.

Однако от величины B зависит также термоактивируемое движение дислокаций. Как показали работы [1, 2], вероятность преодоления дислокациями препятствий при помощи термических флуктуаций зависит от коэффициента торможения B , увеличиваясь при его уменьшении. Если дислокация преодолевает препятствия только при помощи механических сил, с учетом инерции дислокации, то, как показал Гранато [3], и в этом случае уменьшение коэффициента B приводит к облегчению открепления дислокаций от препятствий. Таким образом, коэффициент торможения B является важнейшим параметром динамики дислокаций.

Теория предсказывает характер зависимости коэффициента торможения B от температуры и плотности дислокаций в кристалле. Хотя для некоторых кристаллов экспериментально определены зависимости $B(T)$, однако этот вопрос ни в коем случае нельзя считать выясненным. Совершенно неясно, какой из теоретических механизмов рассеяния дислокацией энергии является правильным и неясен температурный закон изменения B . Что же касается зависимости B от плотности дислокаций, то здесь, насколько нам известно, вообще нет экспериментальных данных.

Коэффициент торможения B можно определить либо методом непосредственных измерений скорости движения дислокаций в зависимости от приложенного механического напряжения или же методом косвенных из-

мерений — из кривых зависимости скорости деформации от напряжения и зависимости поглощения ультразвука от частоты.

В настоящей работе исследована температурная зависимость и зависимость коэффициента торможения B от плотности дислокаций в щелочно-галогенидных кристаллах КСl. Так как в диэлектриках отсутствуют электроны проводимости, в кристаллах КСl можно было определить фоновое торможение дислокаций в чистом виде. Кроме того, в кристаллах КСl дислокации хорошо выявляются методом травления, что позволяло определять плотность дислокаций независимым путем [4].

Коэффициент B находился из резонансных кривых амплитудно независимого поглощения ультразвука (внутреннего трения). Измерение внутреннего трения осуществлялось импульсным эхо-методом на продольных волнах. Последние возбуждались с помощью кварцевого преобразователя X-среза, работающего как на основной частоте, так и на нечетных гармониках в случае генерации более высоких частот. Рабочий интервал частот составлял 22,5—232,5 Мгц.

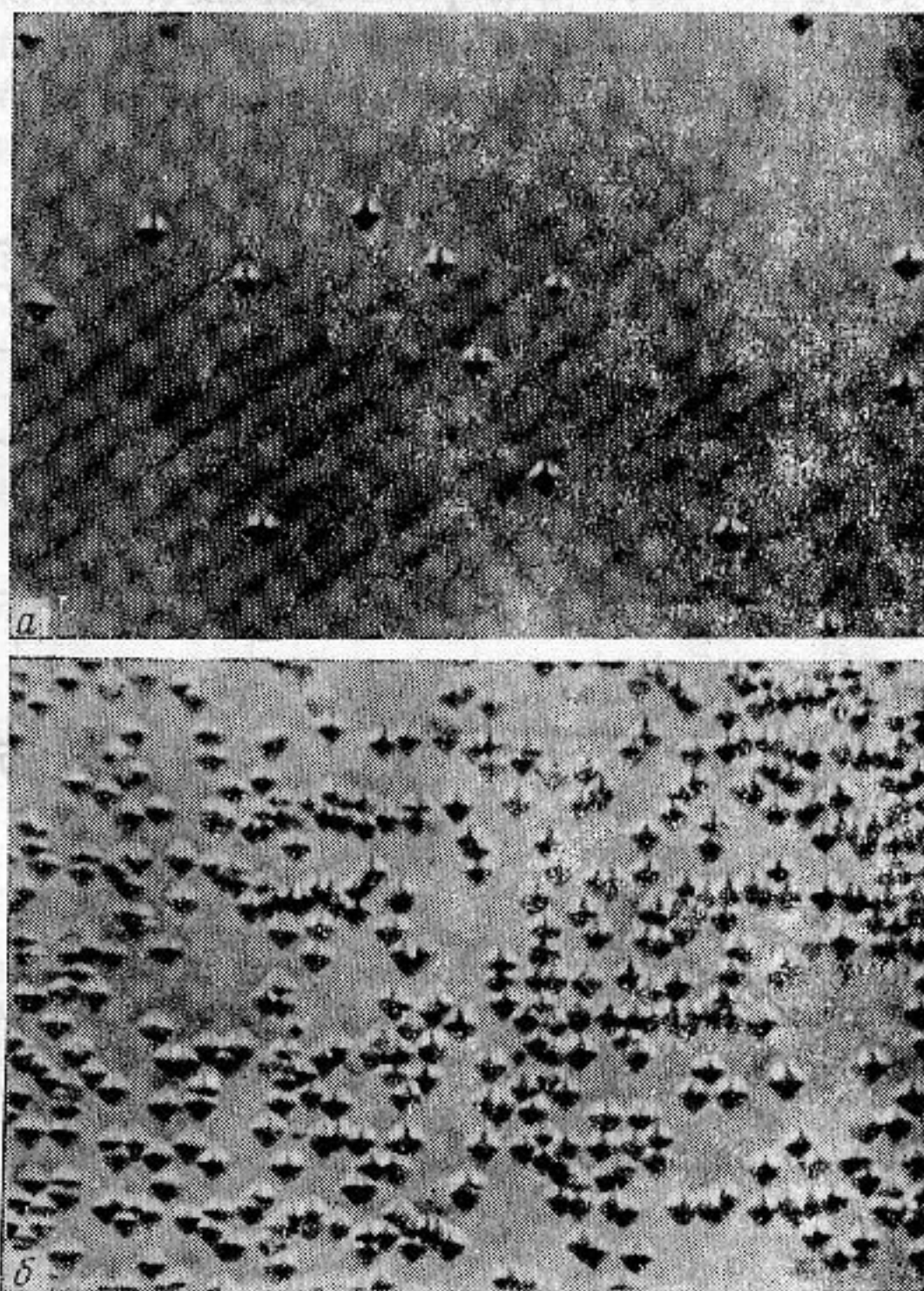
Экспериментальное исследование проводилось на монокристаллах КСl чистотой 10^{-4} вес.%, выращенных по методу Киропулоса. Предел текучести τ при комнатной температуре составлял ≈ 40 г/мм². Образцы размером $18 \times 18 \times 30$ мм³ получались выкалыванием из одного кристалла, затем их подвергали шлифовке и оптической полировке. После такой обработки непараллельность рабочих граней образца не превышала $\sim 0,5$ мк.

Для снятия внутренних напряжений, получающихся в результате механической обработки, образцы подвергались отжигу в течение 15 час при 630°C с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры.

Отожженные образцы подвергались пластической деформации сжатия до появления остаточной деформации $\mathcal{E} = 0,9\%$. Для хорошо отожженных недеформированных (а) и деформированных (б) до $0,9\%$ образцов плотность дислокаций составляла $1,2 \cdot 10^4$ см⁻² и $1,4 \cdot 10^6$ см⁻². Соответствующие микрофотографии представлены на фиг. 1. Измерение затухания ультразвука проводилось для направления $\langle 100 \rangle$ после снятия нагрузки.

Необходимая деформация осуществлялась с помощью специально сконструированного деформирующего устройства, обеспечивающего сохранение плоскопараллельности образца во время деформирования.

Измерения проводились в интервале температур $77-413^\circ\text{K}$ с помощью криостатной установки, которая позволяла плавно изменять температуру в указанном интервале и обеспечивать выдержку при любой температуре в течение необходимого для измерений времени.

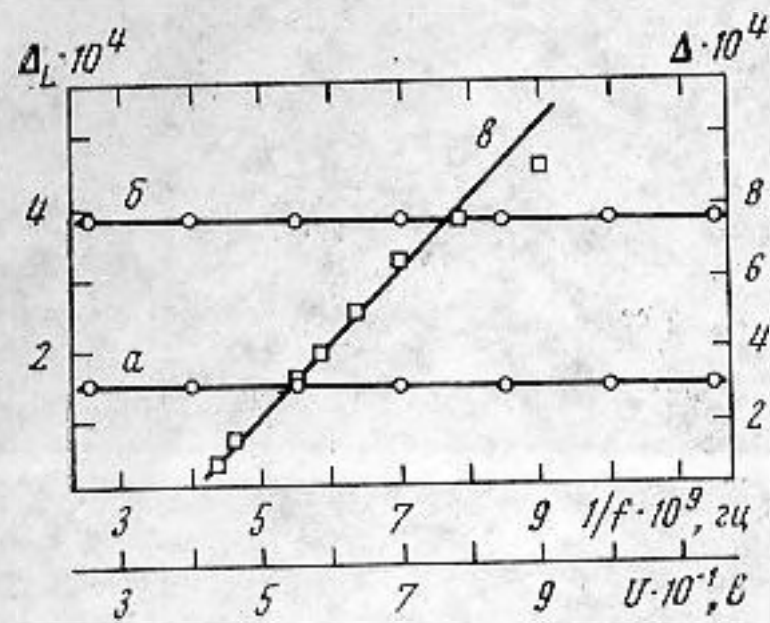


Фиг. 1. Ямки травления в монокристаллах КСl: а — недеформированный кристалл, б — деформация $0,9\%$, $\times 200$

Температура измерялась с помощью тщательно проградуированной медь-константановой дифференциальной термопары, один конец которой приклеивался непосредственно к поверхностям образца, а другой находился при температуре тающего льда.

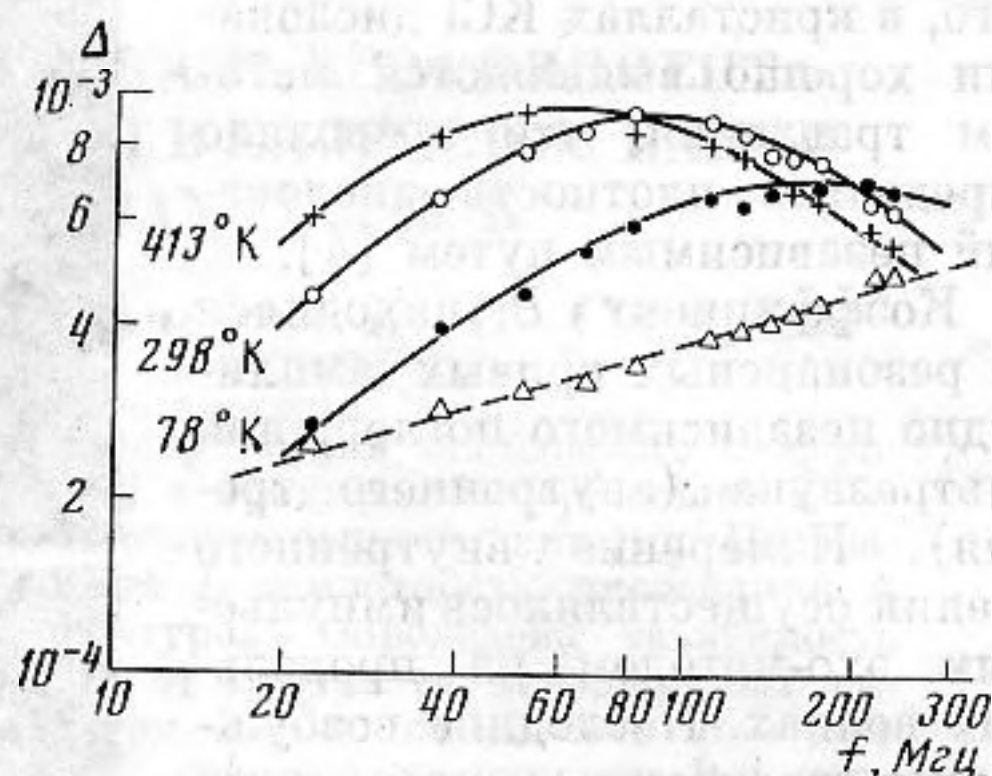
В качестве материалов контактной прослойки использовались жидкость ГКЖ и силиконовое масло ВКЖ-94 для низких и высоких температур указанного интервала соответственно.

На фиг. 2, а, б приведена зависимость декремента затухания от амплитуды напряжения, приложенного к кварцу, которая изменялась в пределах



Фиг. 2

Фиг. 2. Амплитудная зависимость декремента затухания в кристаллах КСl при комнатной температуре и частоте 52,5 Мгц: а — недеформированный кристалл, б — деформация 0,9%, в — помпощение, обусловленное дислокациями в функции от величины, обратной частоте



Фиг. 3

Фиг. 3. Зависимость декремента затухания ультразвука от частоты в кристаллах КСl

от 25 до 115 в. Как видно, с ростом амплитуды напряжения величина декремента остается постоянной. Заметим, что для $\mathcal{E} = 1,7\%$ при тех же условиях опыта амплитудная зависимость декремента также не была обнаружена.

Для частот f , значительно превышающих резонансную частоту f_p , зависимость декремента затухания от частоты описывается формулой

$$(1) \quad \Delta = \frac{4\Omega G b^2 \Lambda}{\pi^2 V f}$$

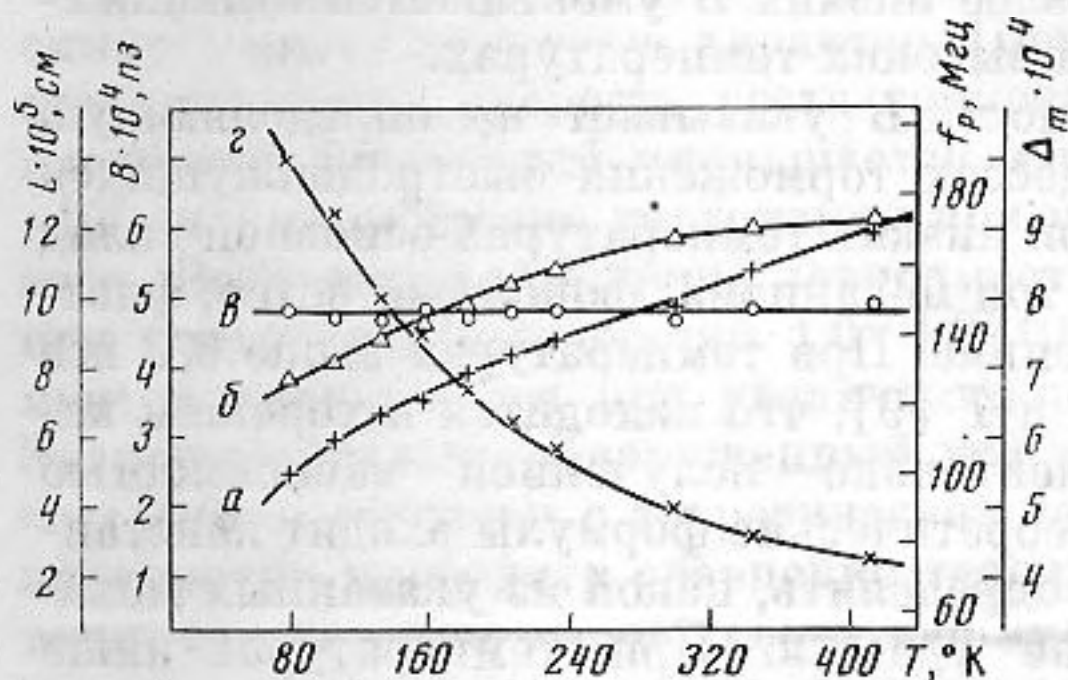
где Δ — декремент затухания, Ω — ориентационный фактор, G — модуль сдвига, b — величина вектора Бюргерса, Λ — плотность дислокаций. При высоких частотах декремент становится нечувствительным к распределению дислокаций по длинам, но зависит от плотности дислокаций и величины постоянной демпфирования [5]. Для этой области частот все экспериментальные кривые перестраивались в координатах $\Delta_L = \varphi(1/f)$ (фиг. 2, в). Из наклона прямолинейных участков полученных зависимостей определялся по формуле (1) коэффициент торможения V . Изменение декремента Δ_L , обусловленное дислокациями, определялось как разность кривых для деформированного и недеформированного (фиг. 3) кристаллов КСl. Для температур 77–100° К, когда резонанс смещался в область более высоких частот и экспериментальных точек для нисходящей ветви становилось недостаточно, константу торможения V мы определяли из выражений (2) и (3), описывающих восходящую часть резонансной кривой и положение максимума [5] соответственно, т. е.

$$(2) \quad \Delta = \frac{2\Omega \Delta_0 \Lambda L^2 V f}{\pi C},$$

$$(3) \quad f_p = \frac{\pi C}{2BL^2},$$

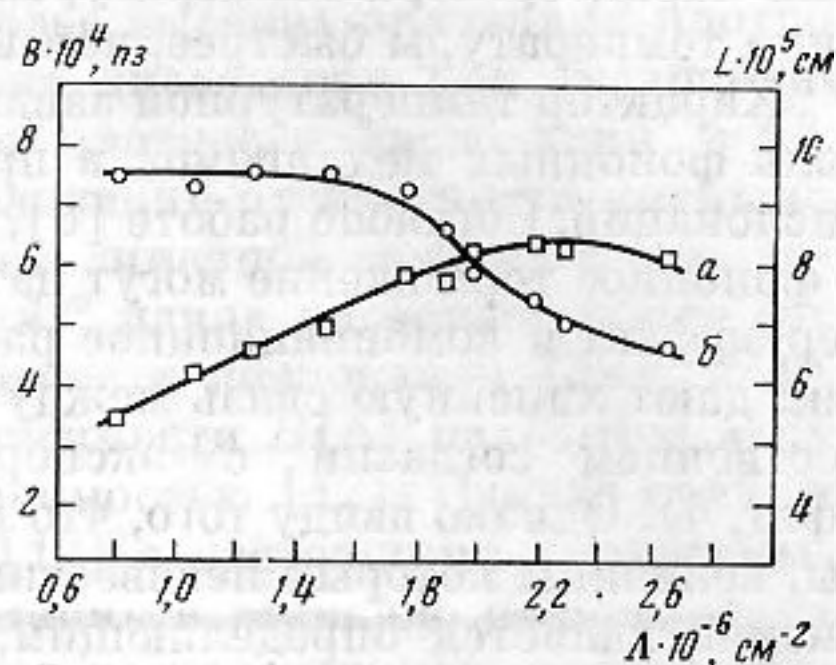
где $\Delta_0 = \frac{8Gb^2}{\pi^3 C}$, C — линейное натяжение. Длину дислокационного сегмента L во всех случаях определяли из соотношения (3).

На фиг. 3 (штриховая кривая) представлена частотная зависимость декремента затухания при комнатной температуре для недеформированных кристаллов. Как видно из полученной зависимости, декремент растет линейно с частотой и резонанса не наблюдается.



Фиг. 4

Фиг. 4. Зависимость от температуры: a — коэффициента торможения дислокаций, b — величины декремента в максимуме резонансной кривой, z — длины дислокационного сегмента, z — резонансной частоты



Фиг. 5

Фиг. 5. Зависимость коэффициента торможения дислокации (a) и длины дислокационного сегмента (b) от плотности дислокаций

Меркулов, изучая поглощение ультразвука в некоторых щелочно-галогидных кристаллах, установил квадратичную зависимость коэффициента затухания от частоты, но также не обнаружил резонансного максимума [6]. Меркулов предположил, что в результате отжига произошло сильное закрепление дислокационных сегментов, подвижность их стала ограниченной и вклад дислокационных потерь в суммарное затухание ультразвуковых волн в основном определяется фонон-фононным механизмом, обусловленным непосредственным взаимодействием ультразвуковой волны с тепловыми колебаниями решетки [7]. Введение в кристалл легкоподвижных дислокаций (лишенных атмосфер Коттрелла) с помощью пластической деформации привело к появлению резонансного максимума.

Типичные кривые частотной зависимости Δ для трех температур приведены на фиг. 3 (сплошные линии). Кривые для других температур имеют аналогичный вид и поэтому не приводятся. Из фиг. 3 видно, что высота и частотное положение максимума изменяются при изменении температуры. Поведение максимума иллюстрируется кривыми, приведенными на фиг. 4, b , z . Для температурного интервала 300—413° К высота резонансного максимума Δ_m остается постоянной, однако при понижении температуры величина Δ_m несколько уменьшается. При повышении температуры резонансная частота f_p монотонно понижается, достигая 75 Мгц при $T = 413^\circ$ К. Согласно формуле (3), положение резонансного максимума определяется соотношением величины собственной резонансной частоты дислокационного отрезка и коэффициента торможения.

Как уже указывалось выше, для расчета величины B и L нужно знать плотность дислокаций Λ . Поэтому необходимо определить Λ во время температурных измерений. С этой целью ставился опыт, заключающийся

в том, что измерялась плотность дислокаций в деформированном кристалле до температурно-частотных измерений декремента и после них. В результате этого были получены значения $\Lambda_1 = 1,7 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ и $\Lambda_2 = 1,5 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ соответственно. Полученные значения находятся в пределах разброса и потому можно говорить, что плотность дислокаций Λ в процессе температурных измерений остается практически постоянной.

Из полученных резонансных кривых фиг. 3 были определены константа торможения B и длина дислокационного сегмента L , соответствующие температурные зависимости которых представлены на фиг. 4, а, в.

Как видно из фиг. 4, константа торможения B уменьшается с понижением температуры. Начиная с $T = 120^\circ \text{ К}$ и выше зависимость имеет линейный характер. При температурах более низких B уменьшается с понижением температуры быстрее, чем при высоких температурах.

Характер температурной зависимости B указывает на определяющую роль фононных механизмов в процессах торможения быстро движущихся дислокаций. Согласно работе [8], при низких температурах основной вклад в фононное торможение могут дать три механизма: фононный ветер, флаттер-эффект и комбинационное рассеяние. При температурах выше $\theta/2$ все они дают линейную связь между B и T [9], что находится в хорошем качественном согласии с экспериментально полученной зависимостью (фиг. 4). Однако ввиду того, что в теоретические формулы входят константы, величины которых неизвестны, определить, какой из указанных механизмов является определяющим, не удастся. При температурах ниже $\theta/2$ перечисленные выше механизмы дают более резкую температурную зависимость типа $B \sim T^n$, где $n \approx 5$. Действительно, как показывает опыт, ниже 120° К экспериментальная кривая показывает более резкое падение B при понижении температуры, чем это наблюдалось при более высоких температурах. Однако для выяснения точного закона B от T необходимо провести измерения в более широкой области температур.

Частотно-температурные измерения декремента позволяют определить L при различных температурах. Как видно из фиг. 4, L не изменяется при изменении температуры. Согласно Уилксу [10], в мегагерцевом диапазоне частот период приложенного напряжения слишком мал для того, чтобы дислокация могла увеличить свою длину путем отрыва от точек закрепления при помощи тепловой активации. Наши данные хорошо согласуются с выводами Уилкса, так как длина дислокационного сегмента, плотность дислокаций и высота резонансного пика с повышением температуры не изменяются и все измерения проводились в амплитудно-независимой области.

Предположение о том, что длина дислокационного сегмента не зависит от температуры, еще ранее было высказано Алерсом и Томпсоном [11] для объяснения одновременного уменьшения модуля и увеличения декремента с температурой для мегагерцевого частотного диапазона в меди.

Торможение дислокаций может быть также связано своим возникновением еще одному эффекту — взаимодействию движущейся дислокации с закрепленными дислокациями, вблизи которых она пробегает. В результате этого взаимодействия движущаяся дислокация смещает дислокационные сегменты закрепленных дислокаций и совершает работу, теряя часть своей кинетической энергии, т. е. испытывает торможение. Этот эффект был рассчитан Нациком и Миненко [12], которые показали, что коэффициент торможения B_D , обусловленный взаимодействием дислокация — дислокация, равен

$$(4) \quad B_D \sim \frac{\Lambda L^2 B}{\beta^2},$$

где β — численный коэффициент, не сильно отличающийся от 1, B — коэффициент торможения бесдислокационного (практически мало дислокационного) кристалла.

В настоящей работе были проведены опыты по выявлению влияния плотности дислокаций Λ на коэффициент торможения B . Измерялась частотная зависимость декремента при $T=293^\circ\text{K}$ на деформированных образцах при различной величине остаточной деформации. Коэффициент торможения B и длина дислокационного сегмента L определялись из резонансных кривых, так как было описано выше. Было установлено, что деформация влияет как на частотное положение, так и на высоту резонансного максимума. С ростом деформации поглощение растет, проходит через максимум и затем уменьшается. На фиг. 5, а приведена зависимость B от Λ .

При изменении плотности дислокаций от $0,8 \cdot 10^6$ до $1,8 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ зависимость имеет линейный характер. При более высоких значениях плотности дислокаций скорость роста торможения дислокации при увеличении плотности дислокаций уменьшается и при плотности дислокаций $\approx 2,5 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ торможение дислокаций при увеличении их плотности уменьшается. Вероятно, отклонение зависимости от линейной связано с тем, что при плотностях дислокаций $1,6-1,8 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ длина дислокационных сегментов уменьшается при увеличении плотности дислокаций (фиг. 5, б). Экспериментально обнаруженный ход зависимости $B(\Lambda)$ находится в качественном согласии с теоретической зависимостью [12]. Однако вряд ли правомочно проводить сравнение теории [12] с настоящими экспериментами, так как при выводе своих формул Нацик и Миненко предполагали, что торможение дислокации осуществляется на расстояниях, значительно больших, чем среднее расстояние между барьерами. Экспериментальное определение B проводилось в условиях очень малых перемещений дислокаций. Хотя основное заключение теории [12] о влиянии неподвижных дислокаций на торможение движущейся дислокации, вероятно, применимо и в случае движения дислокации при внутреннем трении, величина вклада в торможение, вносимого взаимодействием движущейся дислокации с неподвижными дислокациями в случае внутреннего трения, может быть иной, чем при перемещении дислокаций на большие расстояния.

ЛИТЕРАТУРА

1. V. L. Indenbom, Yu. Z. Estrin. Breakaway of Dislocation from Point Defect Treated as a Stochastic Problem. Phys. Stat. Sol. (a), 1971, 4, K37-K39.
2. В. Д. Нацик. Теория разупрочнения металлов при сверхпроводящем переходе. ЖЭТФ, 1971, 61, 6(12), 2540-2553.
3. A. V. Granato. Dislocation Inertial Effects in the Plasticity of Superconductors. Phys. Rev. B., 1971, 4, 7, 2196-2201.
4. С. В. Лубенец, Н. Ф. Костин. Избирательное травление галогенидов калия. Кристаллография, 1962, 7, 2, 328-330.
5. А. Гранато, К. Люкке. В кн.: Физическая акустика. Под ред. У. Мэзона. М., «Мир», 1969, 4А, 261.
6. Л. Г. Меркулов. Поглощение ультразвуковых волн в некоторых щелочно-галлоидных кристаллах. Акуст. ж., 1959, 5, 4, 432-439.
7. У. Мэзон. Физическая акустика. М., «Мир», 1969, 3Б.
8. В. И. Альшиц, А. Г. Мальшук. О фононной компоненте динамического торможения дислокаций. ЖЭТФ, 1972, 63, 5(11), 1849-1857.
9. В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом. Динамическое торможение дислокаций. Тезисы докл. совещ. «Динамика дислокаций». Харьков, ФТИНТ АН УССР, 1973, стр. 42-43.
10. J. Wilks. The Dependence of Internal Friction on Frequency. Phil. Mag., 1959, 4, 48, 1379-1381.
11. Г. Аалерс, Д. Томпсон. В сб.: Ультразвуковые методы исследования дислокаций. Под ред. Л. Г. Меркулова. М., Изд-во иностр. лит., 1963, 235-266.
12. В. Д. Нацик, Е. В. Миненко. Влияние дислокационной структуры кристалла на динамическое торможение подвижных дислокаций. Физ. тв. тела, 1970, 12, 7, 2099-2104.

Харьковский государственный университет им. А. М. Горького
Физико-технический институт низких температур
Академии наук УССР

Поступила
1 октября 1973 г.
После исправления
23 декабря 1974 г.