

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЗОНАНСНЫХ ПОТЕРЬ УЛЬТРАЗВУКА В ДЕФОРМИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 77...300 К

А.М. Петченко, Г.А. Петченко

*Харьковская национальная академия городского хозяйства,
г. Харьков, Украина; E-mail: am_petchenko@ukr.net*

Исследован задемпфированный дислокационный резонанс в монокристаллах КВг, предварительно продеформированных до 1 %. Измерения частотной зависимости дислокационного декремента затухания ультразвука проводились в частотном диапазоне 7,5...217,5 МГц и интервале температур 77...300 К. Из анализа частотных спектров определен температурный ход коэффициента фононной вязкости B , который хорошо согласуется как с теорией, так и экспериментальными литературными данными. Обнаружено и проанализировано влияние температурных изменений длины дислокационного сегмента на параметры резонансного максимума и динамическое торможение дислокаций фононами.

ВВЕДЕНИЕ

Для экспериментального изучения механизмов фононного торможения дислокаций в кристаллах наиболее часто, как отмечалось в обзорах [1, 2], используют достаточно информативный и весьма надежный метод высокочастотного внутреннего трения. В соответствии с теорией [3] коэффициент динамического торможения дислокаций фононами B определяется из анализа параметров дислокационного резонанса, частотная локализация которого существенно зависит от степени деформации и температуры испытаний образца.

В результате проведенных указанным методом опытов на ряде ионных кристаллов [4-10] было установлено, что понижение температуры [4-8] от 300 до 77 К всегда приводит к перемещению резонансного максимума в область более высоких частот, а непрерывное увеличение деформации при фиксированной (комнатной) температуре [9, 10] смещает параметры резонанса (частоту и декремент в максимуме) немонотонным образом, по типу кривой с максимумом. Другими словами, при начальных небольших деформациях, когда в кристалле работают только первичные плоскости скольжения, дислокационные резонансные кривые, увеличиваясь по высоте, смещаются в область низких частот. При дальнейшем нагружении вследствие взаимодействия дислокаций первичных плоскостей скольжения с возникшими во вторичных плоскостях дислокациями "леса" наблюдается эффект инверсии. Теперь резонансный максимум после остановки начинает снижаться по высоте и перемещается в сторону высоких частот.

Учитывая это, представляется важным проследить за тем, как скажется на эффекте температурного смещения резонансного максимума различная предварительная деформация образца.

Необходимость в получении такого рода информации продиктована как научными, так и практическими потребностями.

Сведения о резонансном поглощении ультразвука в кристаллах, содержащих открепленные от атомов примеси дислокации, крайне важны для выяснения природы фононных механизмов, контролирующих их подвижность в условиях варьирования температуры и изменении состояния параметров дислокационной структуры образца.

Наряду с этим информация об акустических свойствах кристаллов является актуальной и в практическом аспекте в связи с широким их использованием в акустоэлектронике в качестве элементной базы различных оптических устройств. Указанные элементы конструкций часто работают в экстремальных условиях, испытывая радиационные, механические и другие воздействия. Эти факторы могут повлиять на состояние дислокационной структуры кристалла и тем самым существенно изменить его упругопластические, прочностные, демпфирующие, сцинтилляционные и другие служебные характеристики.

Наблюдения за поведением эффекта температурного смещения резонанса представляются интересными и в плане совершенствования и развития передовых экспериментальных технологий. В результате чего можно, в частности, уточнить границу применимости импульсного эхо-метода, используемого для изучения проблемы динамики дислокаций.

Следует отметить, что начало такого рода исследования уже частично было положено в недавней работе [11] на кристаллах КВг, предварительно продеформированных до деформации 0,5 %. Авторами [11] деформация в 0,5 % намеренно выбиралась именно такой величины, чтобы максимально обеспечить смещение резонансного максимума (при комнатной температуре) в область более низких частот.

Целью же настоящей работы является изучение поведения резонансного максимума на образцах КВг с остаточной деформацией в 1 %. Эта деформация позволяет реализовать теперь другой предельный случай – оказывать при $T = 300$ К противоположное влияние на локализацию резонанса, прояв-

ляющуюся в снижении его амплитуды и повышении резонансной частоты максимума.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе, как и в [8, 11], исследования затухания дислокационного резонанса проводились на монокристаллах КВг в области частот 7,5...217,5 МГц и интервале температур 77...300 К. Для большей сопоставимости результатов в опытах использовались образцы той же серии, что и в работах [8, 11]. С целью введения легкоподвижных дислокаций, образцы предварительно деформировали до $\epsilon = 1\%$ вдоль кристаллографического направления $\langle 100 \rangle$, совпадающим с направлением их прозвучивания. Особенности технологии приготовления образцов, режима температурного отжига, а также методик избирательного травления и металлографического исследования их поверхностей достаточно подробно описаны в работах [8, 10, 11].

Исследования частотной зависимости дислокационного поглощения ультразвука проводились на оригинальной многофункциональной установке, которая позволяла измерять скорость и поглощение ультразвука в широком частотном диапазоне с использованием волн разной поляризации и амплитуды. С ее помощью акустические измерения можно проводить различными методами в широком интервале температур с одновременной записью кривой нагружения образца. В данной работе для измерения указанных акустических характеристик использовались прецизионные методы: импульсной интерференции и калиброванной экспоненты соответственно.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования частотных зависимостей дислокационного декремента $\Delta_d(f)$ затухания ультразвука в кристаллах КВг с остаточной деформацией $\epsilon = 1\%$ при температурах 77...300 К приведены на рис. 1.

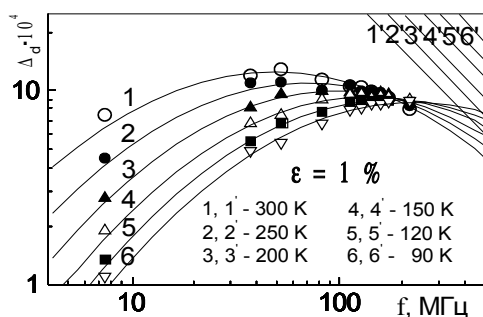


Рис. 1. Частотная зависимость дислокационных потерь ультразвука при температурах 77...300 К: теоретические кривые 1-6 [3] и их высокочастотные асимптоты 1'-6'

В результате сравнения этих данных с аналогичными результатами для других деформаций [8, 11] удалось установить, что все экспериментальные кривые $\Delta_d(f)$ одинаково хорошо описываются теоретическим частотным профилем, рассчитанным для хаотического распределения дислокационных сегментов по длинам [3]. Сохраняется для сравниваемых кривых и тенденция смещения резонансного максимума с температурой. Что же касается амплитудной и частотной локализации экспериментальных кривых для образцов с разной плотностью дислокаций, то она заметно отличается. Как было установлено в [10], предварительное деформирование образцов приводит к немонотонному смещению резонанса. В соответствии с этим исходная частотная позиция дислокационного резонанса при комнатной температуре для образцов с деформациями 0,23% [8], 0,5% [11] и $\epsilon = 1\%$ была разной и соответствовала частотам 16, 12,3 и 43 МГц соответственно.

При снижении температуры испытаний образца в данной работе, как и в [8, 11], также наблюдается эффект смещения резонансного максимума в область высоких частот. Однако величина температурного смещения частотного резонанса, обнаруженного в настоящей работе, оказалась меньшей, чем для образцов с меньшей предварительной деформацией [8, 11]. Видно, что резонансный максимум при низких температурах переместился так, что его нисходящая ветвь уже стала покидать пределы рабочего диапазона измеряемых частот (см. рис. 1, кривая 6). Полученные данные, приведенные на этом рисунке, позволяют проследить за температурными изменениями параметров резонанса и за значениями дислокационного декремента Δ_m и резонансной частоты f_m в максимуме. Можно видеть, что при понижении температуры образца эти величины монотонно изменяются, причем в противоположных по знаку направлениях. При снижении температуры умеренное уменьшение величины Δ_m сопровождается достаточно быстрым увеличением резонансной частоты f_m .

Проведенный нами эксперимент четко подтверждает наличие эффектов смещения резонансных частотных кривых — сначала вызванных деформацией образца [9, 10] при постоянной (комнатной) температуре, а затем — его охлаждением до азотной температуры [8-10]. Можно ожидать, что при деформациях кристалла, превышающих $\epsilon > 1\%$, резонансный максимум, монотонно снижаясь по амплитуде, покинет рабочую область измеряемых частот и его наблюдение станет затруднительным.

Проводя теоретическую обработку полученных экспериментальных результатов (см. рис. 1), можно найти оценки коэффициента демпфирования B для разных температур [3].

Согласно указанной теории [3] наиболее предпочтительным для этих целей является соотношение (1), описывающее нисходящую ветвь резонансной кривой $\Delta_d(f)$, в котором величина Δ_∞ не зависит от

средней эффективной длины дислокационного сегмента L :

$$B = \frac{4\Omega G b^2 \Lambda}{\pi^2 \Delta_\infty f}, \quad (1)$$

где Ω – ориентационный фактор; b – значение модуля вектора Бюргера; G – модуль сдвига в действующей системе скольжения; Λ – плотность дислокаций; Δ_∞ – значение декремента на нисходящей ветви зависимости $\Delta_d(f)$.

Для корректного применения формул (1), в настоящей работе в соответствии с рекомендациями [1, 2], привязка теоретического частотного профиля к опытным данным проводилась исключительно с ориентацией на экспериментальные точки, лежащие в области резонанса и на его нисходящей ветви.

Как видно из формулы (1), для расчета зависимости $B(T)$ необходимо знать плотность дислокаций, семейство резонансных кривых $\Delta_d(f)$ для разных температур испытаний, а также температурные изменения других физических характеристик – $\Omega(T)$, $G(T)$, $b(T)$. Заметим, что плотность подвижных дислокаций в образцах КВт в настоящей работе была определена методом избирательного травления и составила $\Lambda = 13 \cdot 10^9 \text{ м}^{-2}$. Чтобы значение Λ оставалось неизменным в течение температурно-частотных измерений, все опыты проводились в амплитудно-независимой области и условиях, исключающих появление тепловых градиентов на образце.

Температурные зависимости $\Omega(T)$, $G(T)$ и $b(T)$ были взяты из нашей ранней работы [8].

Результаты расчетов коэффициента торможения B для области температур интервала 77...300 К приведены на рис. 2.

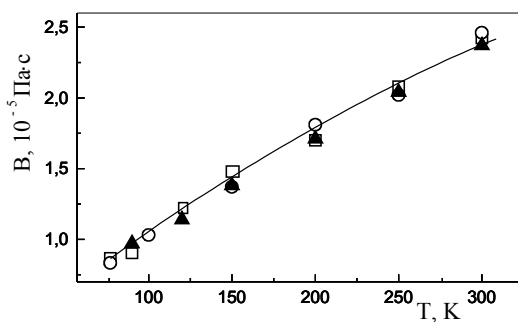


Рис. 2. Температурный ход коэффициента фоновонного торможения дислокаций B : данные из [8] для

$\varepsilon = 0,23\%$ (светлые квадраты); данные из [11] для $\varepsilon = 0,5\%$ (светлые кружки); данные настоящей работы (темные треугольники)

С целью проверки сопоставимости этих данных, приведены результаты работ [8-11] по измерению коэффициента вязкости B , полученные на образцах с другой предварительной деформацией. Можно ви-

деть, что указанные температурные зависимости $B(T)$ с точностью до погрешности эксперимента практически совпадают между собой. Анализ полученных результатов показывает, что повышение степени предварительной деформации кристаллов КВт от 0,23 до 1% существенно влияет на уровень поглощения ультразвука и на частотную локализацию затупированного дислокационного резонанса. Вместе с тем, учет его смещения по частоте и амплитуде практически не сказывается на абсолютной величине и температурном ходе фоновонного динамического торможения дислокаций $B(T)$. Этот результат подтверждает мнение авторов [12] о том, что константа затупирования B является фундаментальной характеристикой кристалла и не зависит от параметров его дислокационной структуры – плотности дислокаций Λ и длины сегмента L .

При анализе температурного смещения частотных спектров $\Delta_d(f)$, полученных в [10], выяснилось, что в образцах с остаточной деформацией 0,5% резонансная частота максимума f_m при снижении температуры от 300 до 77 К переместилась с 12,3 до 68 МГц, т.е. возросла в 5,53 раза. В то же время аналогичная приведенная характеристика для образца, продеформированного до 1%, возросла лишь в 4,93 раза. С целью выяснения причин, приведших к снижению указанного эффекта смещения частотных спектров, в настоящей работе была произведена теоретическая оценка [3] параметра L по формуле

$$L = \sqrt{\frac{0,084 \cdot G \cdot b^2}{B \cdot f_m \cdot (1 - \nu)}} \quad (2),$$

где ν – коэффициент Пуассона, определяемый через модули упругости c_{11} , c_{12} , как $\nu = c_{12}/(c_{11} + c_{12})$.

Используя данные для величин f_m и B , приведенные на рис. 1, 2, а также заимствуя из работ [8, 10] значения остальных параметров, входящих в (2), нами была определена средняя эффективная длина дислокационного сегмента $L_{300} = 1,03 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ и $L_{77} = 0,76 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ для образца с остаточной деформацией 0,5% при комнатной и азотной температурах соответственно, а также $L_{300} = 0,88 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ и $L_{77} = 0,65 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ для кристаллов с $\varepsilon = 0,23\%$ при тех же температурах. Простой расчет показывает, что укорочение длины дислокационного сегмента при понижении температуры для отмеченных образцов является одинаковым и равен 1,35. Для кристаллов с $\varepsilon = 1\%$ такие оценки составляют $L_{300} = 0,55 \cdot 10^{-6} \text{ м}$ и $L_{77} = 0,44 \cdot 10^{-6} \text{ м}$, а их отношение несколько меньше и равно 1,24.

Из сравнения приведенных результатов видно и то, что длина дислокационного сегмента L_{300} для образцов с деформацией 0,5% в 1,86 раза больше таковой, рассчитанной для образцов с $\varepsilon = 1\%$. Вследствие этого дислокационный резонанс при $T = 300 \text{ К}$ для кристаллов с $\varepsilon = 1\%$ лежит в более высокочастотной области, чем таковой для образца с $\varepsilon = 0,5\%$.

Причина наблюдавшегося в данной работе и в [5-8, 10] уменьшения эффективной длины дислокационного сегмента L с понижением температуры связывается со следующими обстоятельствами.

В предварительно деформированном кристалле дислокация, открепленная от примесных атомов, совершает относительно определенного положения равновесия вынужденные колебания в поле ультразвуковой волны. Сила взаимодействия дислокации с атомами примеси из-за высоких тепловых флуктуаций, отвечающих комнатной температуре, является недостаточной для ее закрепления.

При понижении температуры от 300 до 77 К плотность фононного газа в кристалле уменьшается, а из-за увеличения модуля сдвига G (кривая 1, рис. 3), энергия взаимодействия дислокации с примесными атомами возрастает, что делает потенциальные стопоры (атомы примеси) реальными точками закрепления.

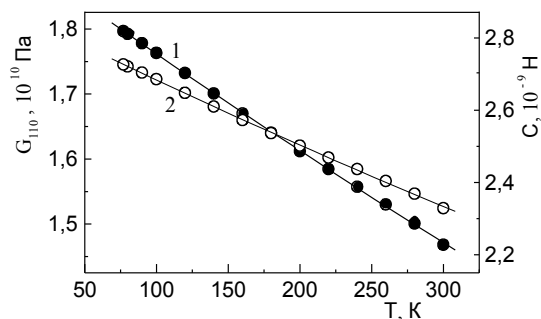


Рис. 3. Зависимость модуля сдвига (1) и силы линейного натяжения (2) от температуры в КВг

Вследствие этого уменьшается эффективная длина дислокационного сегмента L , что проявляется в эксперименте на смещении резонансного максимума по амплитуде и частоте (см. рис. 1). Кроме того, наблюдающийся рост величины G при снижении температуры вызывает увеличение силы линейного натяжения дислокаций C , поскольку $C \sim Gb^2$. Температурные изменения величины C приведены также на рис. 3. При заданном уровне внешних напряжений уменьшается кривизна, а также амплитуда колебаний дислокационного сегмента, что приводит к уменьшению площади, “заметаемой” дислокацией при своем колебательном движении. Следствием этого является уменьшение дислокационного декремента затухания Δ_d при снижении температуры (см. рис. 1). Заметим, что все описанные процессы имеют обратимый характер. При повышении температуры от 77 до 300 К они протекают в обратном направлении.

В рамках этого качественного анализа представляется возможным объяснить и обнаруженное в настоящей работе температурное смещение параметров f_m и L , которое оказалось меньшим, чем на образцах, продеформированных до меньших деформаций [8, 10].

В кристалле, предварительно продеформированном до 1 %, кроме дислокаций первичных плоскостей скольжения возникают дислокации “леса”, движущиеся во вторичных плоскостях. В результате взаимодействия в местах их пересечений, возникают сильные центры закрепления, приводящие к ограничению подвижности первичных дислокаций и укорочению их эффективной длины.

В кристаллах с $\epsilon = 1$ % при понижении температуры от 300 до 77 К эффект закрепления дислокации слабыми стопорами также проявляется, хотя в присутствии вышеуказанных сильных стопоров он менее заметен. Из приведенных выше данных видно, что если соотношение L_{300} / L_{77} для образцов, продеформированных до 1 %, составляет 1,24, то для кристаллов с деформацией $\epsilon = 0,5$ % оно равно 1,36.

Таким образом, в данной работе удалось выявить одновременное влияние сильных и слабых стопоров на температурные изменения длины дислокационного сегмента L . Наряду с этим исследовано также влияние параметров дислокационной структуры на локализацию частотных акустических потерь и на температурный ход константы динамического торможения дислокаций V . Неплохое наложение на одну кривую $V(T)$ опытных данных, полученных на образцах с разной плотностью дислокаций Λ , свидетельствует в пользу того, что установленная в [9] независимость $V(\Lambda)$ при $T=300$ К, вероятно, будет реализовываться и при более низких температурах.

Однако для проверки такого предположения требуется проведение дополнительных исследований.

ВЫВОДЫ

1. Акустическим импульсным эхо-методом исследован задемпфированный дислокационный резонанс в предварительно продеформированных до 1 % кристаллах КВг в интервале температур 77...300 К и области частот 7,5...217,5 МГц.
2. Показано, что повышение степени предварительной деформации кристаллов КВг от 0,23 до 1 % и изменение температуры существенно влияют на параметры резонанса, однако его локализация при частотно-температурных измерениях практически не сказывается на абсолютной величине и температурном ходе фононного динамического торможения дислокаций $V(T)$.
3. В работе выявлено одновременное влияние сильных и слабых стопоров на температурные изменения эффективной длины дислокационного сегмента L . Показано, что в присутствии сильных центров закрепления, возникших в результате взаимодействия дислокаций различных плоскостей скольжения, роль слабых стопоров в ограничении подвижности дислокаций, колеблющихся в ультразвуковом поле, становится менее заметной.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.И. Альшиц, В.Л. Инденбом. Динамическое торможение дислокаций //УФН. 1975, т. 115, № 1, с. 3–39.
2. В.И. Альшиц, А.М. Петченко. О температурном ходе динамического торможения дислокаций //Механизмы внутреннего трения в твердых телах. М.: “Наука”, 1976, с. 29–33.
3. А. Гранато, К. Люкке. Струнная модель дислокации и дислокационное поглощение ультразвука //Физическая акустика. М.: “Мир”, 1969, т. 4, ч. А, с. 261–321.
4. А.М. Петченко, В.И.Мозговой, А.А. Урусовская. Вязкое торможение дислокаций в монокристаллах NaCl //ФТТ. 1988, т.30, №10, с. 2992–2995.
5. А.М. Петченко, Д.Л. Строилова, А.А. Урусовская. Температурная зависимость коэффициента демпфирования дислокаций в монокристаллах CsJ //ФТТ.1988, т. 30, № 11, с. 3455–3460.
6. А.М. Петченко. Взаимодействие дислокаций с фононами в кристаллах LiF //Кристаллография. 1992, т. 37, № 2, с. 458–462.
7. А.М. Petchenko. Dislocation damping with phonons in KCl crystals //Functional Materials. 2000, v. 7, № 1, p. 94–97.
8. В.П. Мацокин, Г.А. Петченко. Вязкое торможение дислокаций в кристаллах KBr при температурах 77-300 К //ФНТ. 2000, т. 26, № 7, с. 705–710.
9. А.М. Петченко, В.И. Мозговой, А.Ф. Сиренко. Вязкое торможение дислокаций деформированных монокристаллов NaCl //ФТТ. 1989, т. 31, № 6, с. 320–322.
10. G.A. Petchenko. Phonon damping of dislocations in potassium bromide crystals at different dislocation density values //Functional Materials. 2000, v. 7, № 4(2), p. 785–789.
11. А.М. Petchenko, G.A. Petchenko. Dynamic damping of dislocations with phonons in KBr single crystals //Functional Materials. 2006, v. 13, № 3, p. 403–405.
12. Н.П. Кобелев, Я.М. Соيفер, В.И. Альшиц. О соотношении между вязкой и релаксационной компонентами дислокационного затухания высокочастотного ультразвука в меди //ФТТ. 1979, т. 21, № 4, с. 1172–1179.

ДОСЛІДЖЕННЯ РЕЗОНАНСНИХ ВТРАТ УЛЬТРАЗВУКУ В ДЕФОРМОВАНИХ МОНОКРИСТАЛАХ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 77...300 К

О.М. Петченко, Г.О. Петченко

Досліджено задемпфований дислокаційний резонанс в монокристалах KBr, попередньо продеформованих до 1%. Вимірювання частотної залежності дислокаційного декременту поглинання ультразвуку здійснювалися в частотному діапазоні 7,5...217,5 МГц і інтервалі температур 77-300 К. Із аналізу частотних спектрів визначено температурний хід коефіцієнта фононної в'язкості B , який добре узгоджується як з теорією, так і з експериментальними літературними даними. Виявлено і проаналізовано вплив температурних змін довжини дислокаційного сегменту на параметри резонансного максимуму і динамічне гальмування дислокацій фононами.

RESEARCH OF RESONANT LOSSES OF ULTRASONIC SOUND In the DEFORMED SINGLE CRYSTALS In TEMPERATURE RANGE 77...300 K

A.M. Petchenko, G.A. Petchenko

The damped dislocation resonance in preliminary deformed up to 1 % single crystals KBr was investigated. The measurements of a frequency dependence of a dislocation damping decrement of ultrasonic sound were conducted in range of frequencies 7,5...17,5 MHz and temperature range 77-300 K. From the analysis of frequency spectrums the temperature course of a coefficient of phonon viscosity B was determined, which is agreed both with the theory and experimental literary data. The influencing temperature changes of length of a dislocation segment on parameters of a resonant maximum and dynamic drag of dislocations by phonons was revealed and analyzed.