

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПОТЕРЬ УЛЬТРАЗВУКА В ОБЛУЧЕННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ LiF В ИНТЕРВАЛЕ ДОЗ ОБЛУЧЕНИЯ 0...400 Р

Г.А. Петченко

Харьковская национальная академия городского хозяйства, Харьков, Украина

E-mail: gdaeron@ukr.net

Импульсным методом в интервале доз облучения 0...400 Р в области частот 37,5...232,5 МГц при комнатной температуре исследован дислокационный резонанс в монокристаллах LiF с остаточной деформацией $\varepsilon = 0,4\%$. На основе анализа полученных данных было установлено, что в условиях облучения кристаллов существенно изменяется лишь частотная и амплитудная локализации дислокационного резонанса вследствие изменения средней эффективной длины дислокационного сегмента, а величина коэффициента вязкости В остается неизменной.

ВВЕДЕНИЕ

Исследованию влияния радиационного воздействия на свойства твердых тел, как следует из обзоров [1-6], посвящено большое количество экспериментальных работ. Из их анализа видно, что изменение физических характеристик кристаллов при таком воздействии становится ощутимым в тех случаях, когда применяемая доза облучения является весьма значительной. Однако, учитывая то, что начало качественных изменений формируется на самых ранних стадиях облучения, получение сведений о начале изменений и динамике их развития представляется весьма важным как в прикладном, так и теоретическом аспектах. В частности, эти сведения могут оказаться полезными для решения технологических задач, связанных с применением ионных кристаллов в акустооптике, а также проведения теоретических оценок последствий радиационного воздействия [2].

Одними из основных методов, которые применяются для этих целей, являются акустические методы [3-5]. С их помощью авторам [3] в условиях непрерывного облучения образца в реакторе удалось не только зафиксировать начальные, но исследовать дальнейшие значительные изменения неупругих свойств чистой меди. В работе [3] установлено, что при таких радиационных воздействиях модуль упругости увеличился на несколько процентов, а величина внутреннего трения уменьшилась приблизительно в 30 раз. Обнаруженный в [3] эффект обусловлен взаимодействием радиационных дефектов с легкоподвижными дислокациями, присутствующими в кристалле до его облучения. Эти измерения показали, что исследуя подобный вид неупругости, можно одновременно получать информацию о поведении радиационных точечных дефектов и о динамических свойствах дислокаций.

В дальнейшем для исследования эффектов взаимодействия «радиационный дефект–дислокация» стали использовать более информативный метод высокочастотного резонансного поглощения ультразвука [6-8]. С его помощью можно корректно оценить длину дуги и линейное натяжение колеблющейся дислокации, а также постоянную демпфирования В, выражающую собой эффект взаимодействия дислокации с элементарными возбуждениями

кристалла, в частности, фононами. Эффективность высокочастотного импульсного эхо-метода уже была продемонстрирована при исследовании радиационных повреждений в меди [4, 6], а также выявлении влияния радиационного воздействия на поведение задемпфированного дислокационного резонанса в кристаллах KCl и LiF [7] и дисперсию скорости высокочастотного ультразвука в NaCl [8].

Заметим, что, когда чистые кристаллы LiF [7, 9, 10] облучали рентгеновскими лучами дозой около 10^3 Р при $T = 300$ К, механические свойства образцов не менялись [9, 10], однако наблюдалось заметное снижение уровня дислокационных потерь ультразвука в образцах и увеличение коэффициента вязкости В от исходного значения $1,7 \cdot 10^{-4}$ до $2,5 \cdot 10^{-4}$ Па·с после облучения [7]. Аналогичный результат в [7] был получен и для кристаллов KCl. Опытные данные [7], особенно касающиеся полученных оценок параметра В, носят предварительный характер и поэтому нуждаются в серьезной дополнительной проверке.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе исследовалось влияние дозы рентгеновского облучения в интервале 0...400 Р на частотную зависимость дислокационных потерь ультразвука в монокристаллах LiF, продеформированных до величины остаточной деформации 0,4 % в области частот 37,5...232,5 МГц при температуре $T = 300$ К. Для опытов использовались кристаллы чистотой 10^{-4} вес.% и размером $17 \times 17 \times 29$ мм, полученные путем выкалывания по плоскостям спайности $\langle 100 \rangle$. После тонкой шлифовки и последующей оптической полировки непараллельность рабочих торцов образца составляла приблизительно ± 1 мкм/см. Более подробное описание технологии эксперимента, касающееся отжига и травления образцов, а также методики выделения дислокационной части поглощения из общего измеренного затухания, приведено в работе [8]. Для введения в кристалл «свежих» дислокаций образцы предварительно деформировали сжатием вдоль направления $\langle 100 \rangle$ на испытательной машине типа «Инстрон» со скоростью деформации $\sim 10^{-5}$ с $^{-1}$. Ранее в работе [8]

было отмечено, что при таких условиях нагружения полосы скольжения не возникают, а поверхность кристалла равномерно покрывается фигурами травления, что облегчает и делает более точным их подсчет. Измерение затухания продольного ультразвука выполняли методом наложения на последовательность затухающих эхо-сигналов калиброванной экспоненты. При этом продольная ультразвуковая волна пропусклась вдоль длинной оси кристалла, в направлении которой осуществлялось и его предварительное деформирование. Рентгенизация кристаллов LiF выполнялась на стандартной установке УРС-55 (40 кВ, 10 мА). Мощность дозы излучения, определенная с помощью дозиметра КИД-2 в месте расположения исследуемого кристалла, составляла 0,11 Р/с. Во избежание появления неоднородностей, вызванных действием внутренних механических напряжений [1], каждую из трех боковых граней, параллельных длинной оси кристалла, облучали по 20 мин, что соответствовало суммарной дозе ~ 400 Р.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования частотных зависимостей дислокационного декремента затухания ультразвука $\Delta_d(f)$ в кристаллах LiF с остаточной деформацией $\varepsilon = 0,4\%$ до облучения рентгеновскими лучами (кривая 1) и после него (кривые 2–4) при температуре 300 К приведены на рис. 1.

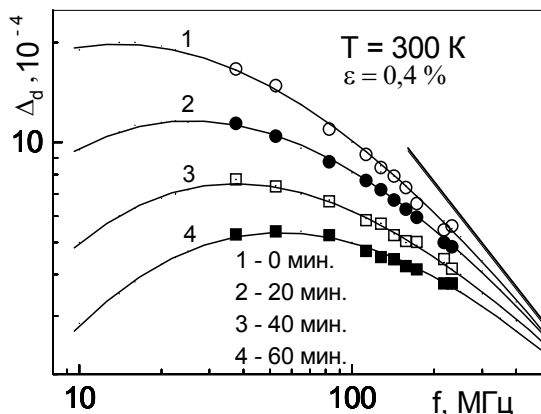


Рис. 1. Частотные зависимости дислокационных потерь ультразвука для различного времени облучения: теоретические кривые 1–4 [3] и их высокочастотные асимптоты

Можно видеть, что действие облучения сказывается в том, что резонансные кривые $\Delta_d(f)$, снижаясь по амплитуде, монотонно смещаются в область высоких частот. Характерной особенностью наблюдаемого эффекта является то, что под воздействием рентгеновского облучения, в отличие от влияния температуры [8] или деформации [11], экспериментальные кривые $\Delta_d(f)$ смещаются так, что их высокочастотные асимптоты практически совпадают между собой. Более наглядное смещение резонансного максимума по высоте и частоте продемонстрировано на рис. 2 (кривыми 1 и 2 соответственно).

Ход кривых $\Delta_m(t)$ и $f_m(t)$ показывает, что в условиях нарастания дозы облучения в исследуемом ин-

тервале величина дислокационного декремента Δ_m в максимуме резко снижается, а его резонансная частота f_m при этом возрастает.

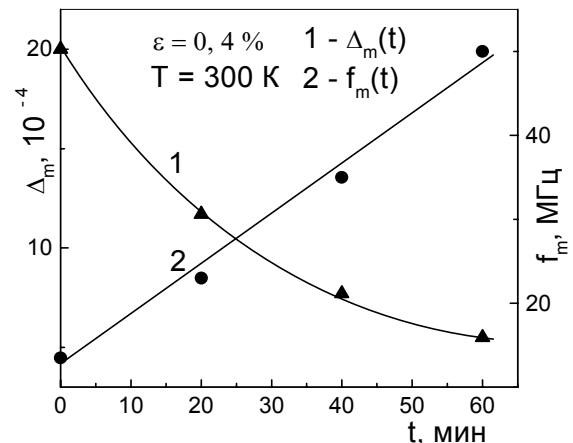


Рис. 2. Зависимости параметров резонансного максимума Δ_m и f_m от времени облучения

Анализируя экспериментальные данные (см. рис. 1), можно отметить, что вид частотных кривых $\Delta_d(f)$ для дислокационного декремента носит характер задемпфированного резонанса [12]. Полученные экспериментальные точки хорошо укладываются на теоретический частотный профиль, рассчитанный в [13] для случая экспоненциального закона распределения дислокационных петель по длинам. При сопоставлении измеренных кривых $\Delta_d(f)$ с теоретическим профилем привязка последнего велась преимущественно с ориентацией на те экспериментальные точки, которые лежали на нисходящей ветви экспериментальной кривой и в области резонанса. Для обработки приведенных на рис. 1 и 2 экспериментальных данных в работе была использована дислокационная теория резонансного внутреннего трения [12], согласно которой уравнения, описывающие положение резонансного максимума и его нисходящей ветви, имеют вид:

$$\Delta_m = 2,2\Omega \Delta_0 \Lambda L^2; \quad (1)$$

$$f_m = \frac{0,084\pi C}{2BL^2}; \quad (2)$$

$$\Delta_\infty = \frac{4\Omega G b^2 \Lambda}{\pi^2 B f}, \quad (3)$$

где Δ_∞ – значение декремента для частот $f \gg f_m$; Ω – ориентационный фактор, учитывающий, что приведенное сдвиговое напряжение в плоскости скольжения меньше приложенного напряжения; L – средняя эффективная длина дислокационного сегмента; $\Delta_0 = (8Gb^2)/(\pi^3 C)$, C – эффективное натяжение изогнутой дислокации ($C = 2 \cdot Gb^2/\pi(1-\nu)$); Λ – плотность дислокаций; ν – коэффициент Пуассона; G – модуль сдвига действующей системы скольжения; b – величина вектора Бюргерса; B – константа динамического торможения дислокаций.

Как видно из формулы (3), для расчета зависимости B от времени облучения необходимо знать

плотность дислокаций в кристалле, семейство резонансных кривых $\Delta_d(f)$ для разных доз облучений, а также значения других физических характеристик – Ω , G и b . Плотность подвижных дислокаций была определена методом избирательного травления [8, 11] и для нашего значения предварительной деформации составила $\Lambda = 14,5 \cdot 10^9 \text{ м}^{-2}$. Чтобы значение Λ в нашем эксперименте наверняка оставалось неизменным, все опыты проводились в амплитудно-независимой области (что гарантирует невозможность деформирования кристалла ультразвуком [12]) и условиях, исключающих появление тепловых градиентов на образце. В данной работе для расчета коэффициента демпфирования во всем интервале доз облучения были использованы значения $G_{110} = 3,533 \cdot 10^{10} \text{ Па}$; $\Omega = 0,311$; $b = 2,85 \cdot 10^{-10} \text{ м}$, взятые из нашей недавней работы [14].

Результаты вычислений по формуле (3) абсолютных значений V приведены на кривой 2 рис. 3.

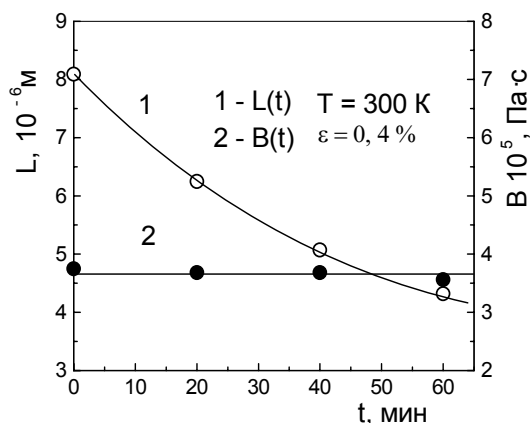


Рис. 3. Зависимости средней эффективной длины дислокационного сегмента L и коэффициента динамического торможения дислокаций V от времени облучения

Как и ожидалось, найденные значения коэффициента вязкости V , полученные на образце до и после облучения при неизменных температуре и плотности дислокаций, являются практически одинаковыми. Среднее значение параметра V , найденное по данным рис. 3, составляет $3,65 \cdot 10^{-5} \text{ Па·с}$. Оценка же величины V , выполненная авторами [7] на необлученном кристалле при $T = 300 \text{ К}$, является завышенной приблизительно в 5 раз по сравнению с данными настоящей работы. Вероятно, такое расхождение данных связано с использованием в [7] завышенного значения $\Lambda = 2,8 \cdot 10^{10} \text{ м}^{-2}$, найденного авторами на образцах с остаточной деформацией $\varepsilon = 0,1 \%$. Однако, как показывают опыты [11], при такой малой деформации в кристаллах LiF в основном происходят процессы открепления от примесей старых «ростовых» дислокаций, а новые дислокации присутствуют пока в малом количестве. Остается неясным, за счет чего в [7] могла увеличиться величина V после облучения, если вышеупомянутая величина Λ в образце до и после его рентгенизации была одинаковой. Попытка авторов [7] объяснить возрастание V в результате возможного изменения фоннного распределения вблизи радиационных дефектов,

вызванных облучением, является необоснованной. Согласно теории фоннного торможения дислокаций [15] для изменения абсолютной величины коэффициента торможения V требуется изменение температуры, а она в указанных опытах была фиксированной. По мнению авторов [6], единственным параметром, который меняется в течение облучения, является длина дислокационного сегмента L вследствие его блокирования теми дефектами, которые наиболее подвижны при температуре облучения.

Для выяснения механизма, контролирующего эффект смещения дислокационного резонанса по высоте и частоте, в настоящей работе изучалось поведение дислокационного параметра L в кристаллах LiF под воздействием различных доз облучения. Расчет величин L производился по формуле (2) с подстановкой значений для коэффициента Пуассона $\nu = 0,27$, найденного из соотношения $\nu = C_{12}/C_{11} + C_{12}$ [14], и величины $C = 2,5 \cdot 10^9 \text{ Н}$, рассчитанной с учетом значения $Gb^2 = 2,87 \cdot 10^{10} \text{ Па·м}^2$. Кроме этого, использовались данные для резонансной частоты f_m и константы демпфирования V , приведенные на рис. 2 и 3 соответственно.

В результате произведенных расчетов был установлен график зависимости длины дислокационного сегмента L от времени облучения (см. рис. 3, кривая 1). Видно, что с ростом дозы облучения длина дислокационного сегмента L монотонно убывает от исходного значения $8,1 \cdot 10^{-7} \text{ м}$ (для необлученного кристалла) до значения $4,3 \cdot 10^{-7} \text{ м}$, полученного после его рентгенизации в течение 1 ч. (см. эти значения в разд. Выводы).

Из анализа уравнений (1) и (2) видно, что сокращение длины дуги L должно на опыте проявляться в сдвиге резонансного максимума к высоким частотам и уменьшении его амплитуды. Кроме того, высокочастотная асимптота максимума в соответствии с (3) должна быть одинаковой для всех стадий облучения. Это связано с тем, что в уравнении (3) значение Δ_∞ зависит не от длины дислокационной петли L , а от плотности дислокаций Λ , которая не меняется при таких дозах облучения.

Экспериментальные данные, приведенные на рис. 1, убедительно свидетельствуют в пользу того, что предсказания теории [12] выполняются. Небольшое несовпадение высокочастотных асимптот при смещении резонансных кривых $\Delta_d(f)$ связано с допускаемой погрешностью измерений.

Наблюдаемый в данной работе эффект укорочения свободной длины дислокационной петли под действием облучения согласуется с выводами работы [6] относительно закрепляющего действия радиационных дефектов на дислокации в кристаллах.

Следует отметить, что для более детального объяснения указанного эффекта желательно проведение дополнительных исследований в этом направлении, которые бы позволили расширить существующие представления о природе и количестве оседающих на дислокациях радиационных дефектов. Кроме того, для обобщения результатов настоящей работы и работы [14] требуются дополнительные исследования зависимости $V(t)$ для образцов LiF с иной плотностью дислокационной структуры.

ВЫВОДЫ

1. Исследовано воздействие рентгеновского облучения дозами 0...400 Р на локализацию частотных спектров дислокационного поглощения ультразвука в монокристаллах LiF в области частот 37,5...232,5 МГц при $T = 300$ К. Установлено, что резонансные кривые $\Delta_d(f)$, снижаясь по амплитуде, монотонно смещаются в область высоких частот.

3. Показано, что при этих условиях величина дислокационного декремента Δ_m в максимуме резко снижается, а его резонансная частота f_m при этом возрастает приблизительно в 4 раза.

3. Установлена независимость коэффициента динамической вязкости B от дозы облучения в исследованном интервале доз облучения.

4. Определена зависимость длины дислокационного сегмента L от времени облучения. Показано, что с ростом дозы облучения длина дислокационного сегмента L , вследствие ее закрепления радиационными дефектами, монотонно убывает от исходного значения $8,1 \cdot 10^{-7}$ м (для необлученного кристалла) до значения $4,3 \cdot 10^{-7}$ м, полученного после его рентгенизации в течение 1 ч.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. А.А. Воробьев. *Механические и тепловые свойства щелочно-галогидных монокристаллов*. М.: «Высшая школа», 1968, 270 с.

2. А.А. Ботаки, А.А. Воробьев, В.Л. Ульянов. *Радиационная физика ионных кристаллов*. М.: «Атомиздат», 1980, 208 с.

3. Д. Томпсон, В. Парэ. Использование явлений неупругости при исследовании радиационных повреждений и диффузии точечных дефектов // *Физическая акустика*. М.: «Мир», 1969, т. 3, ч. А, с. 206-216.

4. G.A. Alers, D.O. Thompson. Dislocation contribution to the modulus and damping in copper at megacycle frequencies // *J. Appl. Phys.* 1961, v. 32, №2, p. 283-293.

5. А. Сосин. Блокировка облучением и термическая разблокировка дислокаций // *Внутреннее трение и дефекты в металлах*. М.: «Металлургия», 1965, с. 206-216.

6. Р.М. Штерн, А.В. Гранато. Задемпфированный дислокационный резонанс в меди // *Внутреннее трение и дефекты в металлах*. М.: «Металлургия», 1965, с. 149-191.

7. T. Suzuki, A. Ikushima, and M. Aoki. Acoustic attenuation studies of the frictional force on a fast moving dislocation // *Acta met.* 1964, v. 12, №11, p. 1231-1240.

8. А.М. Петченко. Взаимодействие дислокаций с фононами в кристаллах LiF // *Кристаллография*. 1992, т. 37, №2, с. 458-462.

9. Г.Г. Кнаб, А.А. Урусовская. Изучение механизма примесного и радиационного упрочнения кристаллов LiF методом термостимулированной эмиссии электронов // *Кристаллография*. 1971, т. 16, в. 2, с. 382-387.

10. Г.Г. Кнаб, А.А. Урусовская. Механические и эмиссионные свойства LiF с индием, введенным путем диффузии // *Кристаллография*. 1972, т. 17, в. 4, с. 828-832.

11. А.М. Петченко, Г.А. Петченко. Особенности поглощения ультразвука в кристаллах LiF при варьировании плотности дислокаций // *Вісник ХНУ. Серія «Фізика»*. 2009, №865, в. 12, с. 39-44.

12. А. Гранато, К. Люкке. Струнная модель дислокации и дислокационное поглощение ультразвука // *Физическая акустика*. М.: «Мир», 1969, т. 4, ч. А, с. 261-321.

13. O.S. Oen, D.K. Holmes, M.T. Robinson. US AEC Report NORNL-3017, 3, 1960.

14. Г.О. Петченко. Акустичні дослідження впливу рентгенівського опромінення на динамічне гальмування дислокацій у кристалах LiF // *УФЖ*. 2011, т. 56, №4, с. 340-345.

15. В.И. Альшиц, В.Л. Инденбом. Динамическое торможение дислокаций // *УФН*. 1975, т. 115, №1, с. 3-39.

Статья поступила в редакцию 06.02.2012 г.

ДОСЛІДЖЕННЯ ДИСЛОКАЦІЙНИХ ВТРАТ УЛЬТРАЗВУКУ В ОПРОМІНЕНИХ МОНОКРИСТАЛАХ LiF В ІНТЕРВАЛІ ДОЗ ОПРОМІНЕННЯ 0...400 Р

Г.О. Петченко

Імпульсним методом в інтервалі доз опромінення 0...400 Р в області частот 37,5...232,5 МГц при кімнатній температурі досліджено дислокаційний резонанс у монокристалах LiF із залишковою деформацією $\epsilon = 0,4$ %. На основі аналізу отриманих даних було встановлено, що в умовах опромінення кристалів істотно змінюється лише частота і амплітудна локалізація дислокаційного резонансу через змінення середньої ефективної довжини дислокаційного сегмента, але величина коефіцієнта в'язкості B залишається незмінною.

THE INVESTIGATION OF THE DISLOCATIONS RESONANT LOSSES OF ULTRASONIC SOUND IN IRRADIATED LiF SINGLE CRYSTALS IN THE INTERVAL OF IRRADIATION DOSES 0...400 R

G.A. Petchenko

The dislocation resonance has been studied in LiF crystals with residual deformations $\epsilon = 0,4$ % in the interval of irradiation doses 0...400 R in the range of frequencies of 37,5...232,5 MHz at a room temperature using the pulsed technique. Basing on the analysis of the obtained results were determined that the damping factor B is not change in the conditions of crystals irradiation but the frequency and amplitude localization of the dislocation resonance are changed noticeably in these conditions because of change of average effective length of dislocation segment.