

## ИЗУЧЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ И СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В ОБЛУЧЕННЫХ КРИСТАЛЛАХ LiF

*Г.А. Петченко*

*Харьковская национальная академия городского хозяйства, Харьков, Украина*

*E-mail: gdaeron@ukr.net*

Импульсным эхо-методом в частотном диапазоне 37,5...232,5 МГц исследован задемпфированный дислокационный резонанс в кристаллах LiF с остаточной деформацией 0,65 % при  $T = 300$  К в интервале доз облучения 0...1000 Р. Определены зависимости коэффициента вязкости  $B$  и средней эффективной длины дислокационного сегмента  $L$  от времени облучения.

### ВВЕДЕНИЕ

Данная статья относится к серии работ [1-5], в которых изучается процесс взаимодействия подвижных дислокаций с дефектами радиационного происхождения в кристаллах LiF. Выбор кристаллов LiF в качестве объектов исследований был случайным. С точки зрения научных исследований, эти кристаллы благодаря своей простой структуре и типу химической связи являются модельными и поэтому весьма удобны для проверки различных теорий, в частности, теории фононного торможения дислокаций [6]. В них из-за отсутствия электронной подсистемы можно исследовать эффекты фонон-дислокационного взаимодействия в чистом виде. В опытах по изучению радиационного воздействия на твердое тело кристаллам LiF также следует отдать предпочтение. Благодаря высокой температуре Дебая ( $\theta = 732$  К) [7] с их помощью можно при  $T = 300$  К достаточно корректно исследовать тонкие эффекты закрепления дислокаций радиационными дефектами, поскольку другие процессы при указанной температуре не протекают.

Опыты на кристаллах LiF интересны и в прикладном аспекте, в связи с широким применением последних в качестве элементной базы в различных акустооптических устройствах. В частности, их используют в акустических линиях задержки, в лазерной технике [8], радиобиологии и медицине [9] в качестве дозиметров излучения. Кроме того, кристаллы LiF используются в рентгеноспектральной оптике в качестве кристалл-монокроматоров [10]. Выступая в роли диспергирующих элементов, кристаллы фтористого лития позволяют с высокой разрешающей способностью изучать тонкие структуры спектров исследуемых веществ.

Следует сказать, что служебные характеристики указанных устройств в значительной мере определяются состоянием дислокационной структуры используемых в них кристаллов. Если в результате внешнего воздействия в кристаллах появятся «легкоподвижные» дислокации, устройство может полностью потерять свои служебные свойства. В связи с этим представляется важным изучение процессов гашения дислокационных эффектов, происходящих при закреплении подвижных дислокаций радиационными дефектами.

В работах [1-5] импульсным эхо-методом исследовалось влияние малых доз рентгеновского облу-

чения на частотную и амплитудную локализации дислокационного резонанса в интервале доз облучения 0...400 Р. На основе анализа частотных спектров дислокационного декремента  $\Delta_d(f)$  было установлено, что с увеличением дозы облучения указанные частотные кривые смещаются в сторону более высоких частот и меньших амплитуд. При этих условиях свободная длина дислокационного сегмента  $L$  монотонно уменьшается, а коэффициент динамического торможения дислокаций  $B$  сохраняет неизменным свое абсолютное значение.

Из-за высокой чувствительности дислокационного поглощения к изменению длины дислокационного сегмента, обусловленному увеличением концентрации радиационных дефектов в кристалле, можно было четко фиксировать смещение кривых  $\Delta_d(f)$  уже при облучении образца дозой в 100 Р.

В целом, работы [1-5] ярко продемонстрировали эффективность применения ультразвуковых методов внутреннего трения [7] для надежной регистрации начала появления на дислокациях точек закрепления радиационного происхождения.

Кроме акустических методов диагностики радиационного повреждения материала давно применяются и оптические методы, связанные с изучением зависимостей коэффициента пропускания от длины волны излучения, проходящего через кристалл. По спектральным зависимостям коэффициента пропускания излучения  $\tau(\lambda)$  можно делать выводы не только о присутствии центров окраски в облучаемых кристаллах, но и определять их тип и количество [11]. Однако, несмотря на высокую информативность оптических методов, их эффективное применение становится возможным лишь начиная с определенной дозы радиации (обычно  $\sim 10^3$  Р), введенной в кристалл, что исключает изучение процесса накопления дефектов радиационного происхождения на ранних стадиях.

Учитывая сказанное, представляется весьма интересным расширить диапазон облучений, что применялся в исследованиях [5], до  $10^3$  Р с той целью, чтобы недоступный для оптического изучения интервал доз облучений (400...1000 Р) был полностью перекрыт эффективно действующим в этой области акустическим методом. Полученные в этом направлении результаты имели бы не только чисто научную, но и определенную практическую и методологическую ценность. Указанные соображения и определили цель настоящей работы.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе импульсным эхо-методом в области частот 37,5...232,5 МГц и интервале доз рентгеновского облучения 0...1000 Р была исследована частотная зависимость дислокационных потерь ультразвука в монокристаллах LiF при температуре  $T = 300$  К. Для опытов использовались образцы с геометрическими размерами  $17 \times 17 \times 29$  мм и чистой  $10^{-4}$  вес.%, полученные путем выкалывания по плоскостям спайности  $\langle 100 \rangle$ . После выкалывания образцы подвергались тонкой шлифовке и последующей полировке, так, чтобы непараллельность их рабочих поверхностей составляла приблизительно  $\pm 1$  мкм/см, что контролировалось с помощью оптиметра типа ИКВ. Для снятия внутренних напряжений, которые могли возникнуть в результате механической обработки, образцы отжигали на протяжении  $\sim 12$  ч в муфельной печи МП-2УМ при температуре  $\sim 0,8 T_{пл}$  ( $T_{пл} = 870$  °С) с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры. Для введения в кристаллы «легкоподвижных» дислокаций их предварительно деформировали до получения остаточной деформации  $\varepsilon = 0,65$  %. Выход на требуемую величину остаточной деформации обеспечивался точной регистрацией предела текучести кристаллов на ленте самописца КСП-4. Дополнительно изменение длины образца также контролировалось с помощью компаратора ИЗА-2. Деформирование образцов производилось сжатием на разрывной машине типа «Инстрон» при скорости деформации  $\sim 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ . При таком режиме деформирования, как было установлено в [12], полосы скольжения не возникают, а ямки травления равномерно покрывают протравленную поверхность кристалла. Это дает возможность с помощью программы Photoshop подсчитать число ямок травления и достаточно точно определить плотность дислокаций  $\Lambda$ . Облучение кристаллов LiF рентгеновскими лучами выполнялось на стандартной установке УРС-55 (40 кВ, 10 мА). Мощность дозы в месте расположения исследуемого кристалла, определенная с помощью дозиметра КИД-2, составляла  $\sim 0,11$  Р/с. Суммарное время облучения составило 160 мин, а суммарная доза облучения – 1055 Р.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования частотных зависимостей дислокационного декремента затухания ультразвука  $\Delta_d(f)$  в кристаллах LiF с величиной остаточной деформации 0,65 % для суммарного времени облучения 120 и 160 мин при  $T = 300$  К приведены на рис. 1 (кривая 1 и 2 соответственно).

Можно отметить, что ход резонансных кривых  $\Delta_d(f)$  качественно не отличается от соответствующих зависимостей, приведенных в работе [5] для малых доз облучений. Экспериментальные точки так же хорошо, как и в работах [1-5], описываются теоретическим частотным профилем [13], рассчитанным для случая экспоненциального распределения дислокационных петель по длинам. Из рис. 1 видно, что под действием рентгеновского облучения

резонансные кривые монотонно смещаются в область высоких частот и малых амплитуд, а их высокочастотные асимптоты практически совпадают между собой.

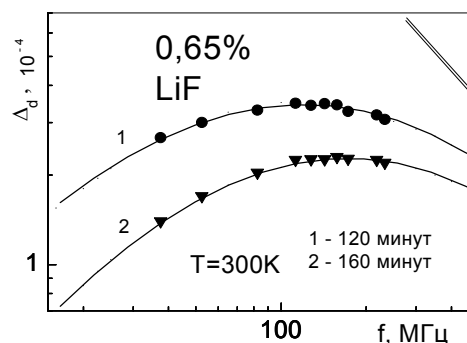


Рис. 1. Частотные зависимости дислокационного декремента затухания ультразвука от времени облучения: точки ●, ▼ – данные эксперимента для 120 и 160 мин облучения соответственно; 1, 2 – теоретические кривые [13], прямые линии – их высокочастотные асимптоты

При анализе зависимостей параметров резонансного максимума от времени облучения среднюю эффективную длину дислокационного сегмента удобно выразить через время облучения. В соответствии с [14] выражения для резонансной частоты  $f_m^t$ , декремента в максимуме  $\Delta_m^t$  и средней эффективной длины дислокационной петли  $L_t$  как функций времени записываются в виде:

$$\begin{aligned} f_m^t &= f_m^{t=0} (1 + \beta t)^2; \\ \Delta_m^t &= \frac{\Delta_m^{t=0}}{(1 + \beta t)^2}; \\ L_t &= \frac{L_{t=0}}{1 + \beta t}, \end{aligned} \quad (1)$$

где  $f_m^t$ ,  $\Delta_m^t$ ,  $L_t$  – соответственно резонансная частота, декремент в максимуме и средняя эффективная длина дислокационной петли для кристалла, облученного за промежуток времени  $t$ ,  $f_m^{t=0}$ ,  $\Delta_m^{t=0}$ ;  $L_{t=0}$  – те же самые параметры, только для необлученного кристалла, а  $\beta = \frac{P \cdot L_{t=0}}{\Lambda}$ , где  $P$  – общее

количество центров блокировки, которые достигают дислокационной сетки в единицу времени;  $\Lambda$  – плотность дислокаций (неизменная в ходе эксперимента). В обзоре [7] также широко используются вышеуказанные формулы, хотя и отмечается, что концентрация  $c(t) = \beta t$  центров закрепления, которые добавляются за время облучения к петле длиной  $L_{t=0}$ , в общем, не является строго линейной функцией времени, и упомянутые выкладки можно использовать только в качестве первого приближения. Дж.М. Сивертсен [15] на основе обработки своих экспериментальных данных по NaCl предположил, что более точным приближением может яв-

ляться  $c(t) = \beta t^{2/3}$ , однако сам он не приводит никакого объяснения этому факту.

Таким образом, с использованием данных настоящей работы, приведенных на рис. 1, а также аналогичных зависимостей, взятых из [5] и формул (1), были построены зависимости  $\Delta_m(t)$  и  $f_m(t)$  (рис. 2).

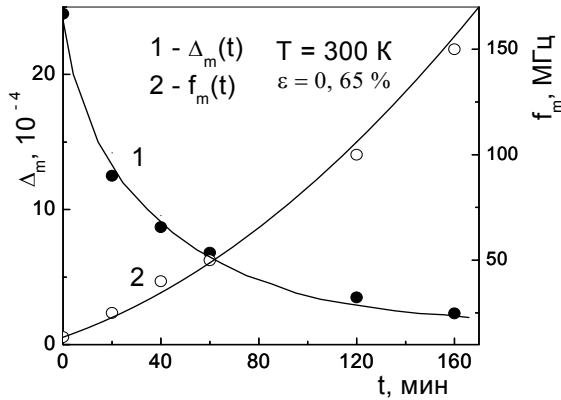


Рис. 2. Зависимости параметров резонансного максимума  $\Delta_m$  (кривая 1) и  $f_m$  (кривая 2) от времени облучения: точки  $\bullet$ ,  $\circ$  – экспериментальные данные; сплошные линии – теоретические кривые, рассчитанные по формулам (1)

Из рис. 2 видно, что увеличение времени облучения приводит к уменьшению величины дислокационного декремента  $\Delta_m$  и увеличению резонансной частоты  $f_m$ . Качественно это можно объяснить тем, что увеличение дозы облучения приводит к сокращению средней эффективной длины дислокационной петли, колеблющейся в поле УЗ-волны. При этом петли заматают меньшие площади, и дислокационное поглощение ультразвука снижается, а их резонансный отклик на ультразвуковое возбуждение приходится на более высокие частоты. Из рис. 2 также видно, что экспериментальные точки хорошо описываются теоретическими кривыми, каждая из которых согласована с экспериментальными данными в одной точке. Для более наглядной иллюстрации эффекта смещения резонансного максимума с облучением необходимо построить зависимость  $L(t)$ .

Для получения информации по зависимостям средней эффективной длины дислокационного сегмента  $L$  и коэффициента динамического торможения дислокаций  $B$  от дозы облучения в диапазоне 0...1000 Р данные, приведенные на рис. 1-2, были обработаны в рамках дислокационной теории [16] с использованием уравнений, описывающих положение резонансного максимума и нисходящей ветви зависимости  $\Delta_d(f)$ :

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

$$f_m = \frac{0,084\pi C}{2BL^2}; \quad (3)$$

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

где  $\Delta_\infty$  – значение декремента для частот  $f \gg f_m$ ;  $\Omega$  – 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 ( $C = 2Gb^2/\pi(1-\nu)$ );  $\Lambda$  – плотность дислокаций;  $\nu = C_{12}/(C_{11}+C_{12})$  – коэффициент Пуассона;  $G$  – модуль сдвига действующей системы скольжения;  $b$  – величина вектора Бюргерса. Используя вычисленные автором [5] значения величин:  $\Omega = 0,311$ ;  $C = 2,5 \cdot 10^9$  Н;  $\Lambda = 1,74 \cdot 10^{10}$  м<sup>-2</sup>;  $\nu = 0,27$ ;  $G = 3,533 \cdot 10^{10}$  Па;  $b = 2,85 \cdot 10^{-10}$  м и  $Gb^2 = 28,7 \cdot 10^{-10}$  Па·м<sup>2</sup>, в настоящей работе по формулам (2)–(4) были определены значения величин  $L$  и  $B$  при изменении доз рентгеновского облучения.

Ход экспериментальных кривых для средней эффективной длины дислокационного сегмента  $L$  и абсолютных значений величины  $B$ , полученных при монотонном увеличении времени облучения, представлены на рис. 3 кривыми 1 и 2 соответственно.

Из этого рисунка видно, что кривая 1, характеризующая изменение со временем облучения средней эффективной длины дислокационного сегмента, плавно убывает по закону  $L_t = L_{t=0}/(1 + \beta t)$ . Точки для  $L(t)$ , полученные путем расчета по формулам (2) и (3) с учетом результатов, приведенных на рис. 2, хорошо согласуются как между собой, так и с теоретической кривой 1. Поведение кривой  $L(t)$  вполне объясняет причину смещения резонансного максимума с облучением, наблюдаемого в экспериментах.

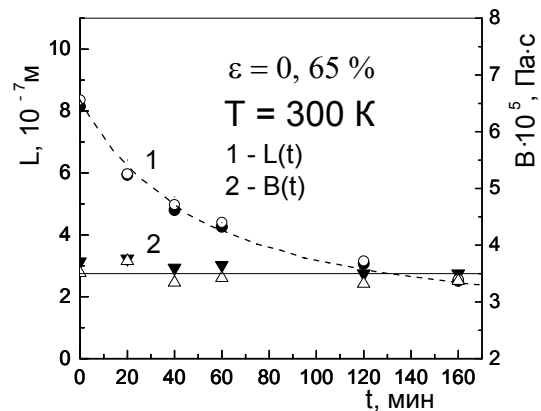


Рис. 3. Зависимости средней эффективной длины дислокационного сегмента 1 и коэффициента динамического торможения дислокаций 2 от времени облучения.

Пунктирная кривая 1 – расчет по формуле (1), экспериментальные точки рассчитаны по теории [16]:  $\bullet$  – расчет  $L$  через  $B$  и  $f_m$  по формуле (3);  $\circ$  – расчет  $L$  через  $\Delta_m$  по формуле (2);  $\blacktriangledown$  – расчет  $B$  по нисходящей ветви (4); расчет  $B$  через параметры резонанса  $\Delta_m$  и  $f_m$  по формулам (2) и (3) соответственно

Для дополнительной проверки возможностей теории [16] расчет коэффициента динамического торможения дислокаций  $B$  также проводился двумя

независимыми способами: по нисходящей ветви – по формуле (4) и по параметрам резонанса – по формулам (2) и (3). Результаты проведенных расчетов указанными методами продемонстрированы кривой 2 на рис. 3. Простой анализ приведенных данных позволяет сделать вывод, что оба способа обработки данных позволяют получать в рамках теории [16] практически одинаковые результаты. Из рис. 3 также видно, что коэффициент демпфирования дислокаций  $B$  не зависит от времени облучения в интервале применяемых доз 0...1000 Р. А это означает, что уровень динамического торможения дислокаций в кристаллах LiF обусловлен лишь их взаимодействием с фононами [6] и не зависит от структурного состояния образца. В данных исследованиях, проводимых при постоянной температуре, плотность фононного газа в кристалле не менялась и, следовательно, величина  $B$  должна оставаться неизменной. Ранее полученные результаты на ряде кристаллов [12, 17-20], подтверждающие независимость параметра  $B$  от механической обработки образца, а также при варьировании плотности дислокаций в кристалле, свидетельствуют о том же.

### ВЫВОДЫ

Импульсным эхо-методом в частотном диапазоне 37,5...232,5 МГц на кристаллах LiF с величиной остаточной деформации 0,65% при  $T = 300$  К в условиях изменения дозы рентгеновского облучения в интервале 0...1000 Р изучено поведение частотных спектров дислокационного поглощения ультразвука  $\Delta_d(f)$ .

Показано, что с увеличением дозы облучения резонансный максимум кривой  $\Delta_d(f)$ , уменьшаясь по амплитуде, смещается в область более высоких частот. Полученные результаты подтвердили справедливость теоретических предсказаний относительно того, что частота  $f_m$  и максимальный декремент  $\Delta_m$  изменяются со временем облучения как  $(1 + \beta t)^2$  и  $(1 + \beta t)^{-2}$  соответственно.

В рамках дислокационной теории рассчитаны зависимости длины дислокационного сегмента  $L$  и коэффициента динамического торможения дислокаций  $B$  от времени облучения. Показано, что длина дислокационного сегмента монотонно убывает с дозой облучения по закону  $L_t = L_{t=0} / (1 + \beta t)$ , что отражает процессы закрепления подвижных дислокаций в кристаллах радиационными дефектами.

Кроме этого было установлено, что абсолютное значение коэффициента торможения дислокаций  $B$  не зависит от времени облучения кристаллов LiF.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Г.А. Петченко. Исследование дислокационных потерь ультразвука в облученных монокристаллах LiF в интервале доз облучения 0...400 Р // *ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2012, №2, с. 36-39.
2. G.A. Petchenko, A.M. Petchenko. The study of the dislocation resonance in LiF crystals under the in-

fluence of the low-dose X-irradiation // *Functional Materials*. 2010, №4 (17), p. 421-424.

3. G.O. Petchenko. Acoustic Studies of the Effect of X-ray Irradiation on the Dynamic Drag of Dislocation in LiF Crystals // *Ukr. Journ. Phys.* 2011, № 4 (56), p. 339-343.

4. G.A. Petchenko. Dynamic damping of dislocations in the irradiated LiF crystals // *Functional Materials*. 2012, №4 (19), p. 473-477.

5. Г.А. Петченко. Влияние малых доз рентгеновского облучения на параметры дислокационного резонанса и величину коэффициента вязкости  $B$  в монокристаллах LiF // *Вісник ХНУ. Серія «Фізика»*. 2012, №1019, в. 16, с. 57-60.

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

7. Р. Труэлл, Ч. Эльбаум, Б.Чик. *Ультразвуковые методы в физике твердого тела*. М.: «Мир», 1972, 307 с.

8. В.В. Анциферов. Мощные одночастотные перестраиваемые твердотельные лазеры // *Журнал технической физики*. 1998, т. 68, №10, с. 74-79.

9. И.М. Неклюдов, А.К. Малик, А.А. Пархоменко, А.В. Рудницкий. Ионизационные механизмы генерации радиационных дефектов в кристаллах LiF при облучении высокоэнергетическими электронами // *ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2009, №2 (93), с. 52-56.

10. М.И. Мазурицкий. *Рентгеноспектральная оптика*. Ростов-на-Дону: РГУ, 2005, 91 с.

11. A. Smakula. Über Erregung und Entfärbung lichtelektrisch leitender Alkalihalogenide // *Z. Physik*. 1930, v. 59, №9-10, p. 603-614.

12. 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.

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

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

15. Дж.М. Сивертсен. Внутреннее трение и модуль упругости кристаллов NaCl после гамма-облучения // *Внутреннее трение и дефекты в металлах*. М.: «Металлургия», 1965, с. 222-229.

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

17. Н.П. Кобелев, Я.М. Сойфер, В.И. Альшиц. О соотношении между вязкой и релаксационной компонентами дислокационного затухания высокочастотного ультразвука в меди // *ФТТ*. 1979, №4 (21), с. 1172-1179.

18. G.A. Petchenko. Phonon damping of dislocations in potassium bromide crystals at different dislocation density values // *Functional Materials*. 2000, №4 (7), p. 785-789.

19. O.M. Petchenko, G.O. Petchenko. Phonon Drag of Dislocations in KCl crystals with Various Dislocation Structure States // *Ukr. Journ. Phys.* 2010, №6 (55), p. 716-721.

20. А.М. Петченко, В.И. Мозговой, А.А. Урусовская. Вязкое торможение дислокаций в монокристаллах NaCl при температурах 77-300 К // *ФТТ.* 1988, №10 (30), с. 2992-2995.

*Статья поступила в редакцию 14.12.2012 г.*

## **ВИВЧЕННЯ ДИНАМІЧНИХ І СТРУКТУРНИХ ХАРАКТЕРИСТИК В ОПРОМІНЕНИХ КРИСТАЛАХ LiF**

*Г.О. Петченко*

Імпульсним луна-методом у частотному діапазоні 37,5...232,5 МГц досліджено задемпфований дислокаційний резонанс у кристалах LiF із залишковою деформацією 0,65 % при  $T = 300$  К в інтервалі доз опромінення 0...1000 Р. Визначено залежності коефіцієнта в'язкості  $B$  і середньої ефективної довжини дислокаційного сегмента  $L$  від часу опромінення.

## **THE STUDY OF THE DYNAMIC AND STRUCTURE CHARACTERISTICS IN IRRADIATED LiF CRYSTALS**

*G.A. Petchenko*

The damped dislocation resonance has been studied in LiF crystals deformed to the value of the residual deformation 0,65 % at  $T = 300$  K in the interval of irradiation doses 0...1000 R using the pulsed echo technique in the frequencies range 37,5...232,5 MHz. The time irradiation dependences of dislocation damping factor  $B$  and the average effective length of the dislocation segment  $L$  were determined.