

П. П. Паль-Валь, В. Я. Платков

УДК 669.75:539.32

**ДИСЛОКАЦИОННОЕ ТЕРМОАКТИВИРОВАННОЕ
АМПЛИТУДНО-ЗАВИСИМОЕ ВНУТРЕННЕЕ
ТРЕНИЕ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СУРЬМЫ**

С целью получения значений термоактивационных параметров взаимодействия дислокаций с центрами закрепления в интервале температур 40—300 К исследованы амплитудные зависимости внутреннего трения и дефекта модуля на частоте ≈ 88 кГц. Исследования проведены на монокристаллах сурьмы различной ориентации и чистоты. Обработка результатов в рамках теоретического рассмотрения Инденбома и Чернова позволила получить зависимости энергии активации и активационного объема от амплитуды деформации, оценку энергии взаимодействия дислокации с центром закрепления, равную $\approx 0,5$ эВ; показать, что функция распределения сегментов по длинам является степенной с показателем $-5,6$; получить закон «сила — расстояние» рассматриваемого взаимодействия.

Процесс преодоления локальных центров закрепления контролирует динамику дислокаций в широкой области напряжений и температур. Этот же процесс определяет амплитудную зависимость внутреннего трения. Во многих случаях дислокация преодолевает локальные центры с помощью термических флуктуаций. Поэтому целесообразно в широком интервале температур и амплитуд колебаний исследовать амплитудную зависимость дислокационного внутреннего трения и дефекта модуля упругости. Подобные экспериментальные данные позволяют получить разностороннюю информацию о подвижности дислокаций, а также расширить представления о неупругих явлениях в кристаллах.

В различных температурных областях движение дислокаций может определяться различными механизмами. Как показано в [1], в монокристаллах сурьмы в области температур 6—40 К процесс преодоления дислокациями центров закрепления контролируется действием инерционного механизма. В настоящей работе приведены экспериментальные результаты, полученные для монокристаллов сурьмы различной чистоты в области температур 40—300 К, где преодоление дислокациями центров закрепления является термоактивированным.

Методика эксперимента. Измерения проводились методом двойного составного вибратора [2] на частоте продольных стоячих волн 88 кГц. Относительная погрешность измерений декремента затухания δ составляла ± 2 %, абсолютная погрешность измерения дефекта модуля $\Delta M/M$ при $\delta \sim 1 \cdot 10^{-4}$ составляла $\pm 3 \cdot 10^{-5}$.

Для исследований были выращены четыре цилиндрических монокристалла сурьмы различной чистоты диаметром 32 мм и длиной 115 мм. Рост монокристаллов проводился в графитовой форме в атмосфере аргона при давлении 0,13—0,15 МПа. Из этих монокристаллов с помощью электроискровой резки были вырезаны 4 серии образцов размером $4 \times 4 \times 20$ мм. Ориентация образцов выбиралась таким образом, что продольная ось совпадала с направлениями $[100]$ или $[\bar{1}10]$ гранецентрированной ромбоэдрической элементарной ячейки. Поврежденный при вырезании образца приповерхностный слой стравливался в полирующем растворе [1] на глубину 0,3 мм. Критерием чистоты образцов служило отношение электросопротивлений $R_{300}/R_{4,2}$, которое определялось после измерений внутреннего трения. Точность измерения электросопротивления составляла $\pm 0,7$ %. Средние значения $R_{300}/R_{4,2}$ для исследованных серий монокристаллических образцов составляли 900, 370, 150 и 42 соответственно для серий 1—4 [1]. Отклонение от среднего значения $R_{300}/R_{4,2}$ для 1-й и 4-й серий было наибольшим и не

превышало $\pm 25\%$. Исследования проводились в интервале температур 40—300 К. Во всем интервале температура поддерживалась с точностью не хуже 10^{-4} .

Результаты измерений. Проводились исследования амплитудных зависимостей декремента и дефекта модуля при фиксированных температурах в интервале 40—300 К на каждой из четырех серий образцов.

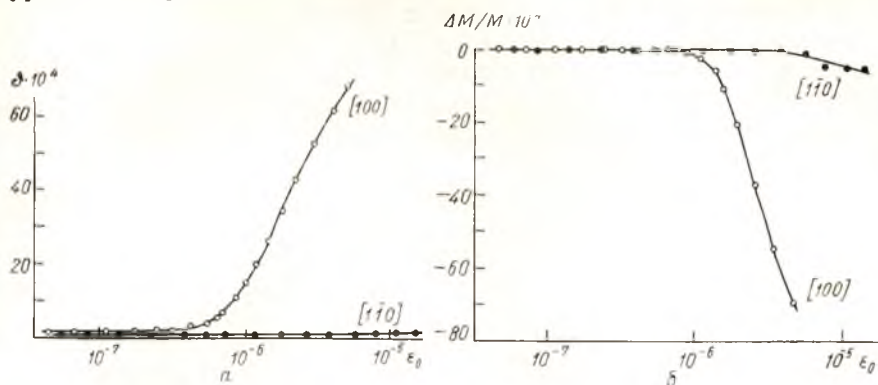


Рис. 1. Амплитудные зависимости декремента (а) и дефекта модуля (б) в монокристаллах сурьмы с $R_{300}/R_{4,2}=150$ ориентации $[100]$ (○) и $[\bar{1}\bar{1}0]$ (●). $T=300$ К

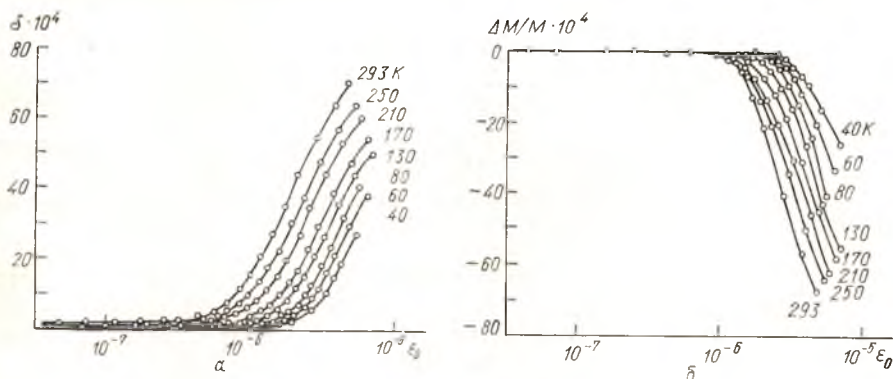


Рис. 2. Влияние температуры на амплитудные зависимости декремента (а) и дефекта модуля (б) в монокристаллах сурьмы с $R_{300}/R_{4,2}=150$

Результаты, полученные для разных серий, были качественно подобными, поэтому в настоящей работе исходные кривые амплитудных зависимостей приведены для одной серии с $R_{300}/R_{4,2}=150$.

Было установлено, что в монокристаллах ориентации $[\bar{1}\bar{1}0]$ амплитудные зависимости декремента и дефекта модуля во всем исследованном интервале амплитуд деформации ϵ_0 и температур практически отсутствовали. Это согласуется с результатами, полученными в мегагерцевой области частот для тех же монокристаллов при 300 К [3]. В отличие от этих результатов в монокристаллах сурьмы ориентации $[100]$ наблюдалась хорошо выраженная амплитудная зависимость δ и $\Delta M/M$ (рис. 1).

На рис. 2 приведены амплитудные зависимости декремента и дефекта модуля, измеренные в интервале 40—293 К для монокристаллов ориентации $[100]$. По мере понижения температуры кривые $\delta(\epsilon_0)$ и $\Delta M/M(\epsilon_0)$ монотонно смещались в сторону больших значений ϵ_0 . Аналогичное смещение кривых при понижении температуры наблюдалось и для других образцов, но интервал амплитуд, в котором происходило смещение зависимостей $\delta(\epsilon_0)$ и $\Delta M/M(\epsilon_0)$, был иным*.

* Экспериментальные данные по влиянию температуры на амплитудно-зависимое внутреннее трение для образцов с $R_{300}/R_{4,2}$, равным 42 и 900, приведены в [1].

Во всех опытах максимальное значение амплитуды деформации выбрано таким образом, чтобы воздействие ультразвука не вызывало необратимых изменений дислокационной структуры в образце. Все описанные в настоящей работе зависимости были обратимыми: кривые, полученные при увеличении амплитуды, совпадали с кривыми, полученными при понижении амплитуд и температур.

Обсуждение результатов. Наличие амплитудных зависимостей δ и $\Delta M/M$ в монокристаллах ориентации $[100]$ связано с тем, что в образцах этой ориентации звуковая волна давала сдвиговую компоненту напряжения в базисной плоскости скольжения (111) . В монокристаллах ориентации $[\bar{1}\bar{1}0]$, в которых амплитудные зависимости отсутствовали,

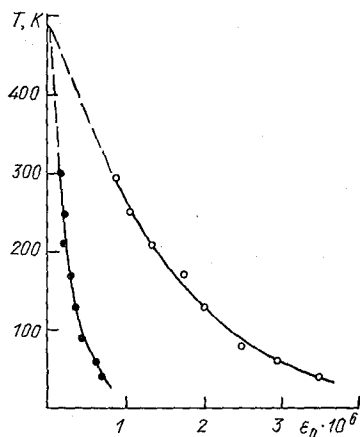


Рис. 3. Зависимости энергии активации от амплитуды деформации для монокристаллов сурьмы с $R_{300}/R_{4,2}$ равным 150 (O) и 900 (●) для $\delta_H = \text{const} = 1 \cdot 10^{-3}$

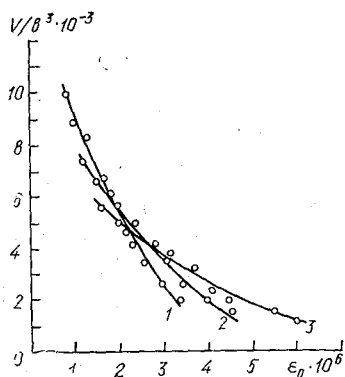


Рис. 4. Зависимости активационного объема от амплитуды деформации для $\delta_H = \text{const}$ и равного $1 \cdot 10^{-3}$ (1); $2 \cdot 10^{-3}$ (2); $3 \cdot 10^{-3}$ (3) с $R_{300}/R_{4,2} = 150$

ли, волновой вектор звуковой волны лежал в плоскости (111) и сдвиговая компонента напряжения в ней была равна нулю. Полученная ориентационная зависимость гистерезисных потерь свидетельствует о том, что основной вклад в амплитудные зависимости декремента и дефекта модуля обусловлен откреплением дислокаций, лежащих в базисной плоскости скольжения. Амплитудные зависимости декремента и дефекта модуля обусловлены отрывом дислокаций от локальных центров закрепления. Смещенные зависимости $\delta(\epsilon_0)$ и $\Delta M/M(\epsilon_0)$ при изменении температуры, показанное на рис. 2, свидетельствует о термоактивированном характере преодоления дислокациями центров закрепления.

Приведенные результаты позволяют получить количественную информацию о термоактивационных параметрах процесса преодоления дислокацией центра закрепления.

Согласно [4] амплитудно-зависимая часть декремента затухания является функцией только одного параметра L_{\min} , который представляет собой минимальную суммарную длину двух соседних сегментов, инициирующую распространение отрывов вдоль дислокационной петли при данном уровне внешнего напряжения и данной температуре. Из этого следует, что кривые $\delta(\epsilon_0)$, измеренные при разных температурах, должны совмещаться при изменении масштаба напряжения. Как видно из рис. 2, а, зависимости $\delta(\lg \epsilon_0)$, полученные при разных температурах, действительно могут быть так совмещены, что можно рассматривать как свидетельство справедливости описания [4]. Далее, так как сечению $\delta_H = \text{const}$ (δ_H — амплитудно-зависимая часть декремента) соответствует условие $L_{\min} = \text{const}$, то зависимость $T(\epsilon_0)$ для такого сечения фактически представляет собой зависимость энергии активации (в единицах $k \ln(\xi v_0/v)$, где k — константа Больцмана, v_0 — частота попыток, v — частота переменного напряжения, $\xi \approx 1$) от амплитуды внешнего напряжения. Нормировка ϵ_0 на значение ϵ_0 при 40 К приводит к совпа-

дению кривых $T(\varepsilon_0)$ для всех сечений $\delta_H = \text{const}$, как и предполагает теория [4].

Для сопоставления параметров термоактивированного взаимодействия дислокаций с центрами закрепления в кристаллах с различными средними расстояниями между центрами закрепления были получены зависимости $T(\varepsilon_0)$ для всех исследованных серий образцов. При переходе от кристаллов с большими значениями $R_{300}/R_{4,2}$ к меньшим кривые $T(\varepsilon_0)$, построенные для одного и того же значения $\delta_H = \text{const}$, смещались в область больших значений ε_0 . Для примера на рис. 3 приведены зависимости $T(\varepsilon_0)$ для сечения $\delta_H = \text{const} = 1 \cdot 10^{-3}$ образцов с $R_{300}/R_{4,2} = 150$ и 900. Экстраполяция кривых $T(\varepsilon_0)$ для сечений $\delta_H = \text{const}$ на нулевое значение ε_0 дает энергию связи дислокации с центром закрепления $H_0 \sim T_0$, где T_0 — значение T при $\varepsilon_0 = 0$. Величина T_0 оказалась одинаковой для всех четырех серий образцов и равной ≈ 490 К. (Если принять $v \approx 10^{10}$ с⁻¹, то $H_0 \approx 0,5$ эВ.) Равные значения T_0 для всех серий образцов свидетельствуют о том, что, по крайней мере, слабыми центрами закрепления во всех кристаллах были одни и те же примесные атомы. Так как согласно спектральному анализу основной примесью в исследованных кристаллах был висмут, то следует считать, что слабыми локальными центрами закрепления являются атомы висмута.

Производная энергии активации по напряжению представляет собой активационный объем V .

На рис. 4 показаны зависимости активационного объема от ε_0 для трех сечений $\delta_H = \text{const}$. Зависимости $V(\varepsilon_0)$, так же как и зависимости $H(\varepsilon_0)$, являются усредненными характеристиками для ансамблей отрывающихся дислокаций, длина которых лежит в пределах $L_N < L < L_{\min}$ (L_N — расстояние между сильными, т. е. непреодолимыми, центрами закрепления). Поэтому величина активационного объема должна зависеть от L_{\min} и, следовательно, от уровня сечения $\delta_H = \text{const}$. Этим объясняется тот факт, что кривые на рис. 4 пересекаются, а не являются продолжением друг друга. Как следует из рис. 4, активационный объем в монокристаллах сурьмы изменялся в пределах от $9,9 \cdot 10^3 b^3$ до $1,1 \times 10^3 b^3$ при изменении амплитуды деформации в интервале $0,9 \cdot 10^{-6} — 6,1 \cdot 10^{-6}$ (b — вектор Бюргерса).

Из рис. 3 видно, что с увеличением чистоты образцов интервал значений V смещается в область больших величин активационных объемов. Так, в образцах с $R_{300}/R_{4,2} = 900$ максимальное значение активационного объема в ~ 5 раз превосходило максимальное значение V в образцах с $R_{300}/R_{4,2} = 150$.

По зависимости активационного объема от приведенной амплитуды деформации был установлен силовой закон взаимодействия дислокаций с центрами закрепления в сурьме. На рис. 5 наряду с экспериментальными точками показаны различные теоретические кривые «сила — расстояние» [4]. Видно, что экспериментальные данные лучше всего согласуются с теоретической кривой взаимодействия винтовых дислокаций с тетрагональными точечными дефектами.

Из данных по амплитудной зависимости внутреннего трения при различных температурах может быть получена функция распределения дислокационных сегментов по длинам, которая описывается [4]:

$$N(L) = \text{const} \left\{ \tau_0^3 \frac{d}{d\tau_0} [\tau_0^2 \delta_H^{-1}(\tau_0)] \right\}, \quad (1)$$

где $\tau_0 = G\varepsilon_0$, G — модуль сдвига. Используя это соотношение, можно восстановить функцию распределения $N(L)$. На рис. 6 представлена в относительных единицах зависимость $\lg N(L)$ от $\lg L$ для образцов с $R_{300}/R_{4,2} = 150$. То, что экспериментальные точки укладываются на прямую, свидетельствует о степенном виде функции распределения. Наклон этой прямой дает показатель степени равный $-5,6$. Аналогичные данные о функции распределения $N(L)$ получены также для других серий

образцов. Если распределение по длинам (при больших длинах) описывается степенной зависимостью с показателем n , то декремент должен определяться выражением [5]:

$$\delta_H = [\lambda L_c^2 / (n - 2)] (L_{\min} / L_c)^{-n+4}, \quad (2)$$

где λ — плотность дислокаций, L_c — средняя длина дислокационных сегментов. Согласно [4], степенная зависимость декремента от L_{\min} означает степенную зависимость δ_H от приложенного напряжения. Это должно приводить к разделению переменных в температурной и амплитудной зависимостях логарифма декремента, т. е. параллельному смещению кривых $\delta_H(T)$ в полулогарифмических координатах при изменении амплитуды приложенного напряжения. Однако экспериментальные

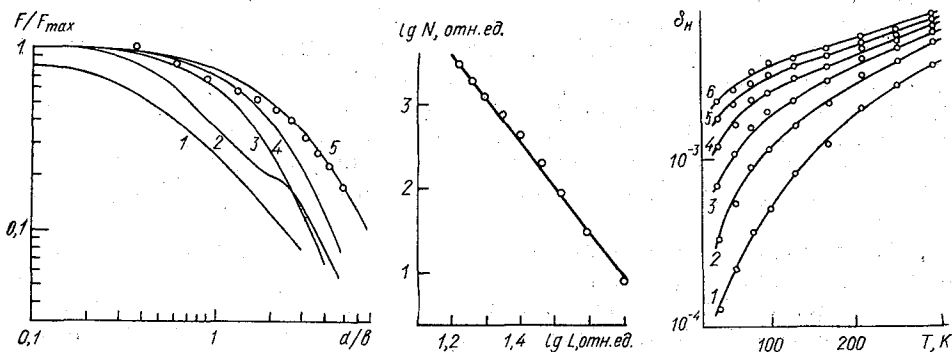


Рис. 5. Силовой закон взаимодействия дислокации с центром закрепления в сурьме (○). Сплошными линиями 1—5 показаны теоретические законы «сила — расстояние», цитируемые по [4]

Рис. 6. Функция распределения длин дислокационных сегментов в монокристаллах сурьмы

Рис. 7. Температурная зависимость декремента при $\varepsilon_0 = \text{const}$ и равного $1,8 \cdot 10^{-6}$ (1); $2,4 \cdot 10^{-6}$ (2); $3 \cdot 10^{-6}$ (3); $3,6 \cdot 10^{-6}$ (4); $4,2 \cdot 10^{-6}$ (5); $4,8 \cdot 10^{-6}$ (6)

данные не согласуются с этим предсказанием теории (рис. 7), что свидетельствует о некоторой противоречивости ее выводов и об известной неопределенности при восстановлении функции распределения длин дислокационных сегментов описанным методом.

Таким образом, приведенные в настоящей работе экспериментальные результаты, свидетельствуя о справедливости теоретического описания основных черт термоактивированного дислокационного гистерезиса [4], позволили получить такие важные характеристики взаимодействия дислокаций с центрами закрепления, как энергию связи, активационные объемы, форму силового барьера, функцию распределения длин дислокационных сегментов.

1. Паль-Валь П. П., Платков В. Я., Старцев В. И. Аномалия внутреннего трения в сурьме вследствие перехода дислокаций в недемпфированное состояние.— ФНТ, 1981, 7, № 3, с. 361—370.
2. Schwarz R. B. Simple system using one-crystal composite oscillation for internal friction and modulus measurements.— Rev. Sci. Instrum., 1977, 48, N 2, p. 111—115.
3. Паль-Валь П. П., Платков В. Я. Изменение низкотемпературного дислокационного внутреннего трения в сурьме под действием ультразвуковых колебаний высокой амплитуды.— ФНТ, 1979, 5, № 9, с. 1074—1079.
4. Indenbom V. L., Chernov V. M. Determination of characteristics for the interaction between point defects and dislocations from internal friction experiments.— Phys. status solidi. A, 1972, 14, N 1, p. 347—354.
5. Инденбом В. Л., Чернов В. М. К теории дислокационного гистерезиса.— В кн.: Механизмы релаксационных явлений в твердых телах.— М.: Наука, 1972, с. 87—95.

Физ.-техн. ин-т низк. температур
АН УССР, Харьков

Получено 16.05.84
(окончательный вариант — 24.07.84)