
АКУСТИЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ РЕНТГЕНІВСЬКОГО ОПРОМІНЕННЯ НА ДИНАМІЧНЕ ГАЛЬМУВАННЯ ДИСЛОКАЦІЙ У КРИСТАЛАХ LiF

Г.О. ПЕТЧЕНКО

УДК 539.67:539.374
© 2011

Харківська національна академія міського господарства МОН України
(Вул. Революції, 12, Харків 61002; e-mail: gdaeron@ukr.net)

Імпульсним методом в інтервалі доз опромінення 0–660 рентген в області частот 22,5–232,5 Мгц при кімнатній температурі досліджено дислокаційний резонанс в монокристалах LiF із залишковою деформацією $\varepsilon = 1,5\%$. На основі аналізу отриманих даних було встановлено, що в умовах опромінення кристалів істотно змінюється лише частотна і амплітудна локалізація дислокаційного резонансу внаслідок змінення середньої ефективної довжини дислокаційного сегмента, але величина коефіцієнта в'язкості B залишається незмінною.

1. Вступ

Вивчення ефектів, пов'язаних зі змінами фізичних характеристик, викликаних опроміненням кристалів, є однією з пріоритетних задач фізики реального кристала. Як відомо з [1], дія опромінення на ЛГК зводиться до виникнення у опромінених зразках значної кількості точкових дефектів, які можуть розмножуватись (за наявності великої енергії опромінення) і об'єднуватись у дефекти складних конфігурацій. Радіаційні пошкодження змінюють оптичні характеристики твердих тіл (поява центрів забарвлення [1], деформаційно-стимульована люмінесценція [2]), електричні характеристики [3–5], приводять до зміни густини і розмірів опроміненого зразка внаслідок накопиченої енергії [1]. Також відомо, що тривала дія опромінення може привести до руйнування кристала [1]. Нарешті достеменно встановлено, що опромінення впливає на механічні властивості твердих тіл – змінення пружних модулів, твердості і границь плинності та міцності [1,4–6]. У роботі [7] вивчено вплив опромінення на переміщення дислокацій під дією магнітного поля, в результаті чого авторами було запропо-

новано нову ефективну методику щодо виявлення дії стопорів різних типів на дислокаційне гальмування. Окремим напрямком у вивченні впливу опромінення на фізичні властивості твердих тіл є дослідження внутрішнього тертя опромінених кристалів. Акустичні методи є дуже чутливими до будь-яких невеликих змін у дислокаційній структурі кристала, що відбуваються у зразках при їх опроміненні. Ці особливості, зазвичай, проявляються в низькочастотному діапазоні внаслідок того, що поглинання ультразвуку на таких частотах пропорційне L^4 , де L – середня ефективна довжина дислокаційного сегмента, яка стає дуже чутливим експериментальним інструментом [6, 8].

У оглядових роботах [1, 6] наведено низку експериментальних результатів, отриманих різними дослідниками стосовно встановлення впливу опромінення і, зокрема, рентгенівського опромінення на особливості поглинання ультразвуку у кристалах за умов варіювання температури і густини дислокацій. На їх підставі було зроблено важливий висновок про те, що зміцнення ЛГК пов'язане не з самими F -центрами, а з супутніми їм міжвузловинними атомами або іонами галоїду або зі складнішими утвореннями з цих дефектів. Утворені радіаційні дефекти відіграють роль центрів закріплення дислокацій, так само, як і домішкові атоми [1].

Слід зазначити, що переважну кількість експериментальних результатів по внутрішньому тертю опромінених кристалів було отримано на фіксованій частоті в амплітудно-залежній області [1, 6], тобто в області значних ультразвукових навантажень, при яких спостерігається зростання деформації кристалів внаслідок відкріплення дислокацій від стопорів Мотта –

вузлів дислокаційної сітки і спрацювання джерела Франка–Ріда [6, 8].

Зрозуміло, що при значних амплітудах УЗ-хвилі протидія “слабких” стопорів (домішки, радіаційні пошкодження тощо) дислокації при своєму коливальному русі практично не відчують, тому ефект від опромінювання рентгенівськими променями може стати помітним при значних дозах опромінення.

Що ж стосується ефекту взаємодії між дислокаціями зі стопорами на початкових стадіях опромінення, то їх можна зафіксувати і змістовно дослідити, використовуючи прецизійний метод високочастотного амплітудно-незалежного внутрішнього тертя [8]. Вивчаючи цим методом поведінку задемпфованого дислокаційного резонансу, можна коректно визначити абсолютне значення константи динамічного гальмування дислокацій B , що враховує сумарний ефект всіх діючих на дислокацію гальмівних сил і надійно встановити величину ефективної довжини дислокаційного сегмента L , розмір якої значно залежить від наявності у кристалі точкових дефектів, у тому числі і радіаційного походження. Слід зазначити, що до цього часу зазначений метод [8] переважно використовувався для дослідження механізмів гальмування дислокацій фононами, електронами, іншими дислокаціями і лише епізодично застосовувався при вивченні аналогічних ефектів для опромінених кристалів [6, 9, 10]. Зокрема, під час дослідження радіаційних пошкоджень у кристалах Cu [6] при їх опроміненні γ -променями, а також вивченні впливу рентгенівського опромінення на дисперсію швидкості високочастотного ультразвуку в NaCl [9]. Крім того, в роботі [10] зазначеним методом досліджено вплив рентгенівського опромінення на частотні спектри акустичних втрат для кристалів LiF після їх опромінення одноразовою дозою приблизно в 10^3 рентген при $T = 300$ К. Автори [10] на основі аналізу отриманих даних виявили, що рентгенівське опромінення приводить до суттєвого збільшення абсолютної величини коефіцієнта демпфування B від початкового значення $1,7 \cdot 10^{-4}$ Па·с (для неопроміненого зразка) до $2,5 \cdot 10^{-4}$ Па·с після його опромінення. На жаль, причину вказаної розбіжності значень параметра B ні авторами [10], ні іншими дослідниками досі так і не було з'ясовано. Тому проведення додаткових досліджень по даній проблемі є актуальним.

Метою даної роботи було детальне дослідження впливу рентгенівського опромінення на параметри задемпфованого дислокаційного резонансу та встановлення на їх основі функціональних залежностей константи динамічної в'язкості B та ефективної дов-

жини дислокаційного сегмента L від часу опромінення t для кристалів LiF . Одержані результати могли б бути корисними як у науковому, так і прикладному аспектах. Зокрема в плані розширення існуючих уявлень щодо фундаментальної характеристики кристала – коефіцієнта динамічної в'язкості B , та для корекції службових характеристик іонних кристалів, що використовуються в різних акустооптичних системах.

Об'єктом для дослідження у даній роботі було вибрано монокристалічні зразки LiF , для яких в [11, 12] було встановлено поведінку параметрів B і L при варіюванні густини дислокацій і температури T , а також вивчено вплив зміни вказаних параметрів на локалізацію частотних спектрів дислокаційного поглинання ультразвуку $\Delta_d(f)$.

2. Методика експерименту

У даній роботі імпульсним методом у мегагерцовому діапазоні частот 22,5–232,5 МГц для монокристалів LiF у неопроміненому і надалі опроміненому стані досліджували поведінку частотних спектрів дислокаційного декременту поглинання ультразвуку $\Delta_d(f)$. Величина попередньої деформації кристалів, необхідної для введення у зразки легкорухливих дислокацій, становила 1,5%. Всі дослідні кристали – це зразки з орієнтацією $\langle 100 \rangle$ розміром $16 \times 16 \times 25$ мм³. Для підвищення точності акустичного експерименту зразки шліфували і полірували так, щоб непаралельність робочих граней не перевищувала 1 мкм/см. Точність механічної обробки контролювали оптиметром типу ІКВ. Чистота використаних кристалів становила 10^{-4} ваг. %. Для усунення внутрішніх напружень, що виникли внаслідок механічної обробки, дослідні зразки відпалювали у муфельній печі МП-2УМ протягом 12 годин при температурі, близькій до температури плавлення кристала $T \sim 0,8T_{\text{пл}}$. з подальшим повільним охолодженням до кімнатної температури. Попередню деформацію зразків здійснювали на машині типу “Інстрон” при швидкості деформування $\sim 10^{-5}$ с⁻¹ шляхом їх стискання вздовж кристалографічного напрямку $\langle 100 \rangle$. Вибір вказаної швидкості деформування не є випадковим, бо як зазначено в роботах [11–15], за таких умов смуги ковзання не виникають, а фігури протравлювання рівномірно покривають всю протравлену поверхню. Це, з одного боку, полегшує процес підрахунку густини дислокацій, а з іншого боку – підвищує точність цього розрахунку. Для більш надійного ідентифікування мікро-

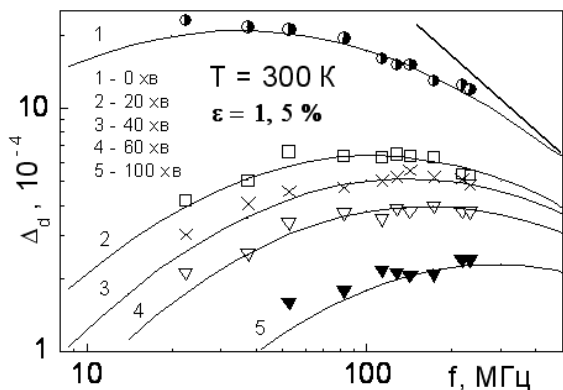


Рис. 1. Частотна залежність дислокаційного резонансного поглинання ультразвуку у кристалах LiF з величиною попередньої деформації $\varepsilon = 1,5\%$ при $T = 300\text{ K}$ від часу опромінення t , хв: 1 – 0; 2 – 20; 3 – 40; 4 – 60; 5 – 100

фотографій для цих обчислень було використано сучасну комп'ютерну програму Photoshop CS3, яка дозволяє автоматично нумерувати і водночас підсумовувати ямки протравлювання, що унеможливило випадкову помилку при їх повторному обліку. При деформуванні зразків було використано оригінальний пристрій, що унеможливило перекошування робочих граней зразка при стисканні кристалів. Додаткову інформацію стосовно протравлювання, методики виділення дислокаційної компоненти із загального поглинання в зразку, а також методики теоретичного описання експериментальних точок детальніше надано в [11–15].

Опромінення кристалів рентгенівськими променями виконували на стандартній установці УРС-55 з мідним антикатодом і робочими параметрами $U = 40\text{ кВ}$; $I = 10\text{ мА}$. Потужність дози випромінювання в місці розташування кристалів згідно з показаннями дозиметра КІД-2 становила $0,11\text{ рентген/с}$. Для запобігання накопичення у кристалі неоднорідних внутрішніх напружень [1], кожен з трьох бічних граней, паралельних довгій осі кристала, опромінювали по 20 хв за винятком останньої (четвертої) грані, яку з метою встановлення граничного зсуву дислокаційного резонансу у бік високих частот, опромінювали 40 хв. Загальна сумарна доза опромінення становила 660 рентген.

3. Експериментальні результати та їх обговорення

На рис. 1 наведено експериментально одержані залежності дислокаційного декременту від частоти $\Delta_d(f)$

для кристалів LiF з величиною попередньої деформації $\varepsilon = 1,5\%$. Згідно з [12] таке значення попередньої деформації для кристалів фтористого літію відповідає зміщенню задемпфованого дислокаційного резонансу у бік високих частот через взаємодію рухливих дислокацій з дислокаціями “лісу”. Було цікаво визначити, чи вистачить наявного робочого частотного діапазону для спостереження ефекту зміщення кривих $\Delta_d(f)$ в область ще більших частот внаслідок очікуваного додаткового закріплення [6] дислокацій радіаційними дефектами. Як видно з рис. 1, ефект опромінення зразків рентгенівськими променями суттєво відбивається на характерному зміщенні резонансних кривих $\Delta_d(f)$, які, зменшуючись по висоті, монотонно зміщуються в область високих частот. Легко помітити, що при збільшенні частоти швидкість зміни поглинання з часом опромінення зменшується. Найбільший ефект гасіння поглинання ультразвуку спостерігається для частот значно менших, ніж частота максимуму, внаслідок дії закону блокування L^4 [6].

Аналізуючи одержані дані, можна відзначити, що вигляд експериментальних кривих $\Delta_d(f)$ має характер задемпфованого дислокаційного резонансу [8], а експериментальні точки добре описуються теоретичним частотним профілем, отриманим в [16] для випадку експоненційного розподілу дислокаційних сегментів за довжинами. Опис експериментальних точок теоретичним профілем, згідно з рекомендаціями авторів [8, 16], здійснено переважно з орієнтуванням на точки, що знаходились на спадних гілках залежностей $\Delta_d(f)$ (криві 1–4, рис. 1) і в області резонансу (крива 5, рис. 1). Можна бачити, що при максимальній дозі опромінення 660 рентген (через 100 хв опромінення), дислокаційний резонанс змістився в область високих частот настільки, що орієнтуватися на післярезонансну ділянку експериментальної кривої $\Delta_d(f)$ стало неможливим. Тобто, у ролі проміжного результату можна відзначити, що в межах існуючого інтервалу робочих частот виміральної техніки для зразків LiF із залишковою деформацією $\varepsilon = 1,5\%$ при $T = 300\text{ K}$ доза опромінення в 660 рентген є граничною. На відміну від частотних залежностей $\Delta_d(f)$, одержуваних нами раніше [11–15] при різних температурах та густині дислокацій, криві, наведені на рис. 1, мають суттєву відмінність – їх високочастотні асимптоти майже накладаються одна на одну. Цей ефект, характерний лише для радіаційного закріплення дислокацій, спостерігали також Штерн і Гранато [6] на опромінених мідних зразках, перевіряючи свої теоретичні оцінки. Деякий розкид високочастотних асимптот (див. рис. 1), наімовірно, виник

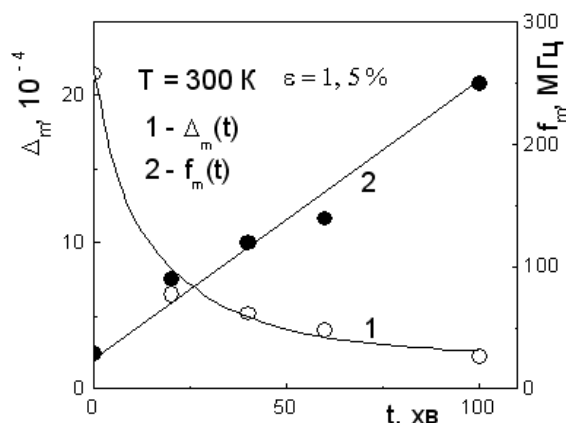


Рис. 2. Залежність від часу опромінення кристалів LiF величини декременту Δ_m (1) і резонансної частоти f_m (2)

внаслідок незначних похибок, що припускались при акустичних вимірюваннях чи у процесі опису експериментальних даних теоретичним шаблоном [8, 16].

Ефект зміщення частотних спектрів $\Delta_d(f)$ при збільшенні дози опромінення зразків продемонстровано на рис. 2 експериментальними кривими 1 і 2 для максимального декременту Δ_m і резонансної частоти f_m відповідно. Як видно, вказані резонансні характеристики в умовах зростання дози опромінення змінюються монотонно і синхронно, але у різних за знаком напрямках.

Згідно з [8] для спадної гілки резонансної кривої $\Delta_d(f)$ є справедливим вираз

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

де Δ_∞ – величина дислокаційного декременту для частот $f \gg f_m$, Ω – орієнтаційний фактор, який ураховує, що наведене напруження зсуву у площині ковзання менше за прикладене до зразка напруження, G – модуль зсуву діючої системи ковзання, b – модуль вектора Бюргерса, Λ – густина дислокацій, B – константа демпфування.

Для положення резонансного максимуму теорія [8] дає такі розрахункові формули:

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

$$f_m = (0, 084\pi C)/(2BL^2), \quad (3)$$

де L – середня ефективна довжина дислокаційного сегмента, $\Delta_0 = (8Gb^2)/(\pi^3 C)$, C – ефективний натяг зігнутої дислокації, що розраховується як $C = 2Gb^2/\pi(1 - \nu)$, ν – коефіцієнт Пуассона. Використовуючи високочастотні асимптоти вимірювань у даній

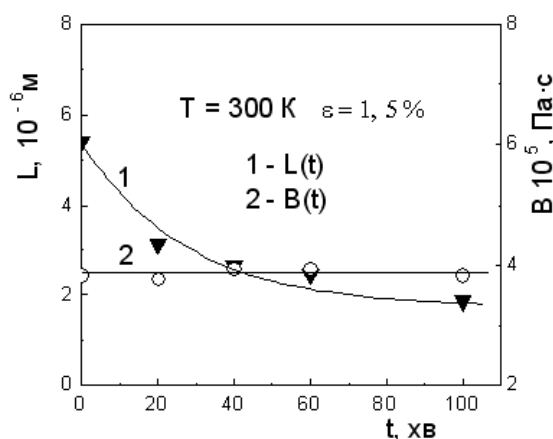


Рис. 3. Залежність довжини дислокаційного сегмента (1) і коефіцієнта фононного гальмування дислокацій (2) від часу опромінення кристалів LiF

роботі залежностей $\Delta_d(f)$ і масив даних щодо параметрів G , b , ν , Ω , Λ , за формулами (1)–(3) було проведено розрахунок константи демпфування і середньої ефективної довжини дислокаційного сегмента в інтервалі часу опромінення 0–100 хв. Значення параметрів, використаних при цих обчисленнях, було запозичено з нашої нещодавньої роботи [12]: $G = 3, 53 \cdot 10^{10}$ Па, $b = 2, 85 \cdot 10^{-10}$ м, $\nu = 0, 273$, $\Omega = 0, 311$. Значення густини дислокацій $\Lambda = 3, 43 \cdot 10^{10} \text{ м}^{-2}$ для $\varepsilon = 1, 5\%$ було визначено з графіка $\Lambda(\varepsilon)$ [12].

На рис. 3 наведено залежності середньої ефективної довжини дислокаційного сегмента L (крива 1) та коефіцієнта демпфування дислокацій B (крива 2) для кристалів LiF, попередньо продеформованих до деформації $\varepsilon = 1, 5\%$, від часу рентгенівської обробки зразків в інтервалі 0–100 хв при $T = 300$ К.

Хід кривої 1, рис. 3, чітко демонструє, що величина L , маючи своє максимальне значення для неопроміненних зразків, монотонно зменшується при збільшенні дози опромінення. Для максимальної дози, що становить 660 рентген, величина L зменшилась по величині, порівняно з її максимальним значенням, приблизно утричі. Цей ефект є яскравим свідченням на користь думки авторів [1, 6] про те, що пошкодження у кристалах, що виникають під час їх опромінення, мають відігравати роль закріплювальних центрів для рухливих дислокацій. При побудові кривої 2 (рис. 3) з'ясувалося, що коефіцієнт динамічного гальмування дислокацій B для досліджених кристалів LiF не залежить від опромінення дослідних зразків дозами 0–660 рентген. Це підтверджує думку авторів [17] про те, що величина динамічного гальмування дислокацій є фундаментальною характеристикою кристала

і її рівень визначається лише взаємодією рухливих дислокацій з фононною підсистемою досліджуваного зразка, на користь чого свідчить також серія робіт [11–15]. Порівнюючи експериментальні результати по LiF, отримані в даній роботі і авторами [10], можна помітити, що в обох випадках при X -опроміненні кристалів частотні криві $\Delta_d(f)$, зменшуючись за амплітудою, зміщуються в область високих частот. Що ж стосується абсолютних оцінок B , отриманих у порівнюваних роботах на опроміненні зразках, то тут є суттєва розбіжність. Залишається незрозумілим, завдяки чому в роботі [10] в умовах незмінних параметрів Λ і T можна було отримати збільшене в 1,5 раза значення величини B . Як свідчать результати, наведені на рис. 3, при опроміненні змінюється лише величина L , від якої згідно з виразом (1) константа демпфування B зовсім не залежить. Припущення ж авторів [10] про те, що величина B може збільшитись за рахунок перерозподілу фононів, що знаходяться поблизу радіаційних дефектів, безпідставне, принаймні в умовах використання малих доз опромінення.

4. Висновки

1. Імпульсним методом у частотному діапазоні 22,5–232,5 МГц досліджено вплив рентгенівського опромінення в інтервалі 0–660 рентген на локалізацію задемпфованого дислокаційного резонансу у попередньо продеформованих до $\varepsilon = 1,5\%$ монокристалах LiF при температурі $T = 300$ К. Встановлено, що поступове збільшення дози опромінення кристалів викликає появу двох ефектів: монотонного зміщення параметрів резонансного максимуму в бік високих частот та процесу гасіння амплітуди дислокаційного резонансу.

2. Дослідним шляхом вперше виявлено незалежність коефіцієнта динамічного гальмування дислокацій B від дози опромінення в інтервалі 0–660 рентген для кристалів LiF. Встановлена незалежність параметра B від часу опромінення в інтервалі 0–100 хв підтверджує існуючі уявлення про те, що динамічне гальмування дислокацій при підвищених температурах ($T = 300$ К) переважно визначається дисипативними процесами у фононній підсистемі кристала. Щодо внеску в гальмування дислокацій додатка, зумовленого проявом можливого механізму взаємодії “дислокація – радіаційний дефект”, то його при даних умовах експерименту не було помічено.

3. Для досліджуваних кристалів LiF вперше визначено залежність середньої ефективної довжини дислокацій від часу опромінення. Зменшення параметра L по мірі зростання дози опромінення пояснюється посиленням блокуванням рухливих дислокацій закріплювальними центрами, що з’являються у процесі опромінення кристалів. На підставі одержаної залежності пояснено монотонне зміщення параметрів резонансного максимуму у вказаному інтервалі доз опромінення.

Автор висловлює щире подяку доктору фізикоматематичних наук О.М. Петченку за плідне обговорення результатів даної роботи та слушні зауваження.

1. А.А. Ботаки, А.А. Воробьев, В.Л. Ульянов, *Радиационная физика ионных кристаллов* (Атомиздат, Москва, 1980).
2. В.А. Закревский, А.В. Шульдинер, ФТТ **41**, 2540 (1971).
3. В.Д. Куликов, ФТТ **43**, 1580 (2001).
4. Г.Г. Кнаб, А.А. Урусовская, Кристаллография **16**, 382 (1971).
5. Г.Г. Кнаб, А.А. Урусовская, Кристаллография **17**, 828 (1972).
6. Р. Штерн, А. Гранато, В сб. *Внутреннее трение и дефекты в металлах*, пер. с англ. и нем. под ред. В.С. Постникова (Металлургия, Москва, 1965).
7. В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, О.Л. Казакова, Письма в ЖЭТФ **62**, 352 (1995).
8. А. Гранато, К. Люкке, *Физическая акустика* (Мир, Москва, 1980).
9. А.М. Петченко, УФЖ **35**, 1285 (1990).
10. Т. Suzuki, А. Ikushima, М. Aoki, Acta metallurgica **12**, 1231 (1964).
11. А.М. Петченко, В.И. Мозговой, А.А. Урусовская, ФТТ **30**, 2992(1988).
12. А.М. Петченко, Г.А. Петченко, Вісник ХНУ ім. В.Н. Каразіна **865**, 39 (2009).
13. А.М. Petchenko, Crystallography **37**, 458 (1992).
14. G.A. Petchenko, Functional Materials **7**, 785 (2000).
15. А.М. Petchenko, G.A. Petchenko, Functional Materials **5**, 481 (2008).
16. O.S. Oen, D.K. Holmes, M.T. Robinson, US AEC Report NORNL-3017, **3** (1960).

17. Н.П. Кобелев, Я.М. Соيفер, В.И. Альшиц, ФТТ **21**, 1172 (1979).

Одержано 24.06.10

АКУСТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ
РЕНТГЕНОВСКОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ДИНАМИЧЕСКОЕ
ТОРМОЖЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ LiF

Г.А. Петченко

Резюме

Импульсным методом в интервале доз облучения 0–660 рентген в области частот 22,5–232,5 МГц при комнатной температуре исследован дислокационный резонанс в монокристаллах KCl с остаточной деформацией $\varepsilon = 1,5\%$. На основе анализа полученных данных было установлено, что в условиях облучения кристаллов существенно изменяется лишь частотная и амплитудная локализация дислокационного резонанса вследствие изменения средней эффективной длины дислокационного сегмента, но величина коэффициента вязкости B остается неизменной.

ACOUSTIC STUDIES OF THE EFFECT OF X-RAY
IRRADIATION ON THE DYNAMIC DRAG
OF DISLOCATIONS IN LiF CRYSTALS

G.O. Petchenko

Kharkiv National Academy of Municipal Economy,
Ministry of Education and Science of Ukraine
(12, Revolyutsii Str., Kharkiv 61002, Ukraine;
e-mail: gdaeron@ukr.net)

Summary

The dislocation resonance in LiF single crystals with the residual deformation $\varepsilon = 1.5\%$ is studied by the pulsed method in the range of radiation doses 0–660 R and the frequency range 22.5–232.5 MHz at room temperature. Based on the analysis of the obtained results, it is established that the X-ray irradiation of the crystals results in a significant change of the frequency and amplitude localizations of the dislocation resonance due to the variation of the mean effective length of a dislocation segment, whereas the viscosity coefficient B remains constant.