

УДК 539.29;548.4

Н. А. Тяпунина
Е. В. Штром
Г. М. Зиненкова

ДИСЛОКАЦИОННАЯ СТРУКТУРА
КРИСТАЛЛОВ КСІ,
ДЕФОРМИРОВАННЫХ УЛЬТРАЗВУКОМ

Методом составного пьезоэлектрического осциллятора на частотах 40—200 кГц при амплитуде относительной деформации $\sim 10^{-6}$ исследована дислокационная структура, возникающая под действием ультразвука в кристаллах КСІ. Обнаружено различие в развитии процесса пластической деформации в исследованном интервале частот. Наблюдалось увеличение динамического предела текучести с увеличением частоты.

Известно, что в результате действия на кристалл ультразвука происходит зарождение дислокаций, их взаимодействие и размножение. Ранее [1—5] были описаны результаты воздействия ультразвука на щелочногалогидные кристаллы NaCl и LiF и на металлические кристаллы Zn [6, 7]. При колебании дислокаций может происходить изменение характеристик элементов дислокационной структуры, например перераспределение петель по длинам [8] и стимулированное поступательное движение дислокаций, т. е. их перераспределение в объеме кристалла и размножение [1—6, 9]. Особенности процесса деформирования ультразвуком и финальные дислокационные структуры зависят от частоты, амплитуды и времени деформирования. Вопрос о частотной зависимости пластической деформации ультразвуком остается наименее изученным и наиболее спорным. Экспериментальные данные, полученные разными авторами, плохо согласуются или оказываются противоречивыми.

Данная работа посвящена исследованию дислокационной структуры, возникающей под действием ультразвука в кристаллах КСІ, причем особое внимание уделялось выяснению вопроса о влиянии частоты на развитие процесса пластической деформации.

Техника эксперимента. Исследовались образцы КСІ, выколотые по плоскости спайности из монокристаллов, выращенных по методу Киропулоса в заводских условиях. Исходное состояние кристаллов характеризовалось статическим пределом текучести и плотностью дислокаций, которые соответственно были $\sigma_0 = 70$ Г/мм² и $\rho = 3 \cdot 10^4$ см⁻². Дислокации выявлялись на плоскости (100) методом повторного химического травления.

Для деформирования кристаллов применялся метод двойного составного пьезоэлектрического резонансного осциллятора [5, 10, 11]. Амплитуда относительной деформации в образце рассчитывалась по методу Маркса [12] и изменялась в пределах от 10^{-6} до 10^{-4} . Пластическое деформирование проводилось на основной частоте и частоте третьей гармоники.

Составной вибратор удобен при исследованиях пластического деформирования монокристаллов ультразвуком, так как позволяет

достичь необходимых амплитуд относительной деформации и, кроме того, следить за процессом деформирования образцов по вольт-амперным и частотным характеристикам осциллятора [9, 13].

Процесс пластического деформирования происходил при амплитудах деформации $\sim 10^{-4}$, при которых кварц остается упругим телом, в то время как образец обнаруживает нелинейные свойства. Нелинейные эффекты могут быть обусловлены тем, что тело, оставаясь упругим при заданных амплитудах, уже не описывается законом Гука. Связанные с этим эффекты в твердых телах были подробно рассмотрены в [14]. В реальных кристаллах возможна и другая ситуация: амплитуды остаются малыми для кристаллов с идеальной структурой, но достаточными для изменения состояния дефектов. Изменение состояния дефектов в образце сказывается на акустических свойствах составного осциллятора, что в терминах эквивалентной электрической схемы означает изменение активного сопротивления составного осциллятора в зависимости от амплитуды при последовательном резонансе. Это видно на вольт-амперных характеристиках составного осциллятора.

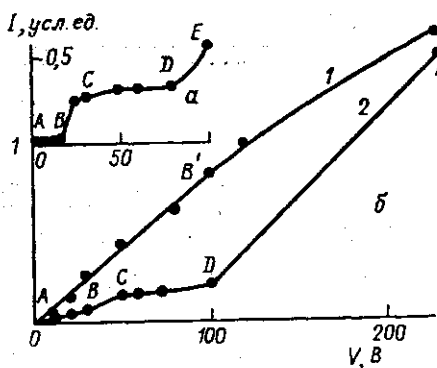


Рис. 1. Вольт-амперные характеристики составного вибратора, показывающие изменение состояния образцов KCl под действием ультразвука: *a* — $I(V)$ «мягкого» (пластичного) образца; *b* — $I(V)$ «жесткого» образца, упрочненного в результате пластической деформации ультразвуком, кривая 2 соответствует предварительной деформации того же образца; $f_p = 48$ кГц

Вольт-амперные характеристики ненагруженного кварца или составного осциллятора с «жесткими» (хрупкими) образцами остаются линейными вплоть до разрушения образцов. Типичная вольт-амперная характеристика составного осциллятора с «мягким» пластичным образцом приведена на рис. 1, *a*. Линейная зависимость $I(V)$ наблюдается в интервале амплитуд $\epsilon_A - \epsilon_B$, при которых образцы ведут себя как упругое «линейное тело» (AB на рис. 1, *a*). BC характеризует квазиобратимые изменения состояния образцов, CD соответствует процессу пластической деформации без заметного упрочнения образцов (легкое скольжение), DE — процессу упрочнения образцов под влиянием ультразвука (рис. 1, *a* и *b*).

Сопротивление составного вибратора при последовательном резонансе R можно рассматривать как меру акустических потерь. Опыты показали, что R , рассчитанное по наклону прямых $I(V)$ на линейном участке AB, зависит от пластических свойств исследуемых образцов и, в частности, от их статического предела текучести. Эта зависимость описывается эмпирически найденной формулой:

$$R = R_0 + K\sigma_0^{-4}, \quad (1)$$

где σ_0 — статический предел текучести, R_0 — сопротивление ненагруженного кварца, K — константа. Изменение состояния дефектов обнаруживается также и по частотным характеристикам составного осциллятора, по сдвигу частоты последовательного резонанса.

При резонансных условиях в кварце и в образце устанавливается стоячая волна, распределение амплитуды напряжений в которой [12]

$$\sigma^0 = E\epsilon^0 \sin \frac{n\pi y}{L}. \quad (2)$$

Здесь E — модуль Юнга, ε^0 — максимальная амплитуда относительной деформации, рассчитываемая по методу Маркса, L — длина образца, y — координата, отсчитываемая от места склейки образца и кварца.

Изменения дислокационной структуры образцов под действием ультразвука должны согласовываться с распределением напряжений по длине образца. Это позволяет надежно установить эффекты, вызванные ультразвуком, и на одном и том же образце изучить последовательные стадии деформирования, характерные для различных амплитуд напряжения.

Влияние частоты ультразвука на развитие процесса пластической деформации. Поскольку резонансная частота дислокационных сегментов согласно оценкам [15] составляет десятки и сотни МГц, казалось бы, что в килгерцевом диапазоне влияние частоты ультразвука на процесс пластической деформации должно быть малым. Однако опыты показали, что даже в узком интервале частот 40—200 кГц наблюдается заметное различие в развитии процесса пластической деформации. Так, величина критической амплитуды напряжения σ_w^0 при достижении, которой начинается пластическая деформация, превосходит значение статического предела текучести для тех же кристаллов и увеличивается с ростом частоты [8]. В опытах на образцах KCl с зеркальными сколами, один из которых деформировался на основной частоте (63,7 кГц), а второй — на частоте третьей гармоники (191 кГц), динамический предел текучести оказался соответственно 560 и 1240 Г/мм².

Наблюдаются различия в дислокационных структурах, формирующихся при различных частотах ультразвука. Эти различия особенно существенны на начальной стадии пластической деформации. Так, в образцах, деформированных при частоте 48 кГц, начальная стадия контролировалась поступательным движением дислокаций, инициированным действием ультразвука. Происходило перераспределение по объему кристалла дислокаций, существовавших в кристалле до воздействия ультразвуком. Число переместившихся дислокаций зависит от амплитуды и согласуется с распределением напряжений по длине образца. Максимальное число сместившихся дислокаций наблюдалось вблизи пучности напряжений на середине длины образца. Микрофотография (рис. 2) дает характерный пример картины смещения дислокаций в области, прилегающей к пучности напряжения. Как видно из рис. 2, длина пробега дислокаций ~ 20 мкм, что значительно превосходит амплитуду колебания дислокаций, оцененную по методу Бейкера [16].

Под действием ультразвука происходило перемещение дислокаций в более устойчивые положения, т. е. истощение числа подвижных дислокаций, что, в свою очередь, приводило к некоторому упрочнению образца. Изменение «жесткости» образца под влиянием ультразвука

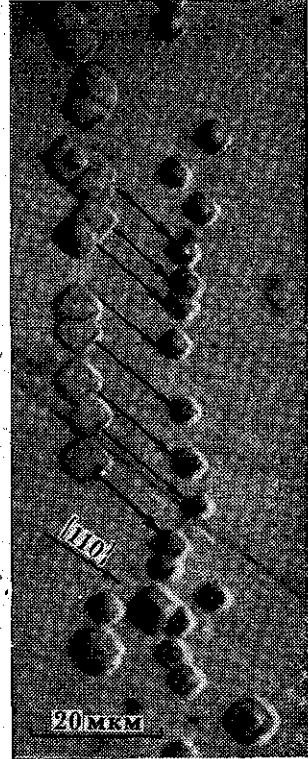


Рис. 2. Смещение дислокаций, инициированное ультразвуком:

$$f_p = 48 \text{ кГц}, \quad \sigma_{\max}^0 = 890 \text{ Г/мм}^2$$

можно видеть из сравнения вольт-амперных характеристик 1 и 2 рис. 1, б. При достижении определенной амплитуды деформации $\epsilon > \epsilon_D$ «мягкие» пластичные образцы упрочняются. При повторном деформировании амплитуда ϵ_B , при которой начинается отклонение от упругого поведения осциллятора, увеличивается. Отсутствует характерная для пластического деформирования без упрочнения площадка CD кривой $I(V)$.

При частотах 63 кГц и выше начальная стадия пластической деформации контролировалась гетерогенным размножением дислокаций. Большую роль при этом играли источники дислокаций, локализованные в границах блоков. Распределение источников также согласуется с распределением напряжения по длине образцов. На рис. 3 можно видеть распределение плотности источников в границах блоков для образцов с зеркальными сколами, деформированных на основной частоте (рис. 3, а) и частоте третьей гармоники (рис. 3, б).

Финальные дислокационные структуры в образцах, деформированных при различных частотах, существенно различны, что можно видеть, например, на рис. 3, в, г¹. Плотность и распределение дислокаций изменяются с течением времени, при этом локальная плотность дислокаций может как возрастать, так и уменьшаться. Последнее происходит за счет взаимодействия дислокаций, приводящего к аннигиляции.

Увеличение времени действия ультразвука приводит к расширению зоны, прилегающей к пучности напряжений, в пределах которой имеет место пластическая деформация, и увеличению площади, занятой полосами скольжения внутри нее.

При заданных частоте и амплитуде ультразвука с течением времени достигаются предельные значения ширины деформированной области и плотности дислокаций.

Обсуждение. Факт существования зависимости динамического предела текучести от частоты дает основание считать, что при изменении частоты активируются источники с различной длиной. При статическом нагружении источник Франка—Рида начинает генерировать дислокационные петли, когда скалывающее напряжение достигает критического значения:

$$\sigma_0 = \frac{\kappa Gb}{l}, \quad (3)$$

где κ — численный коэффициент [17], G — модуль сдвига, b — вектор Бюргерса, l — длина источника.

Рассмотрим, при каких условиях дислокационная петля может потерять стабильность в процессе высокочастотной вибрации.

Пусть источник генерирует хотя бы одну петлю в течение периода. При знакопеременном законе нагружения потеря устойчивости дислокационного сегмента должна произойти за конечное время

$$t \ll \frac{T}{4}, \quad (4)$$

где T — период колебаний (10^{-5} , 10^{-6} с), когда напряжение увеличивается в течение времени t , не изменяя своего знака.

Предположим, что источник длины l под действием знакопеременной нагрузки генерирует петли по той же схеме, что и под действием статического нагружения. Для того чтобы петля потеряла стабиль-

¹ Для высоких частот характерно появление резкой границы у областей, занятых краевыми полосами скольжения (KL и MNQ на рис. 3, в).

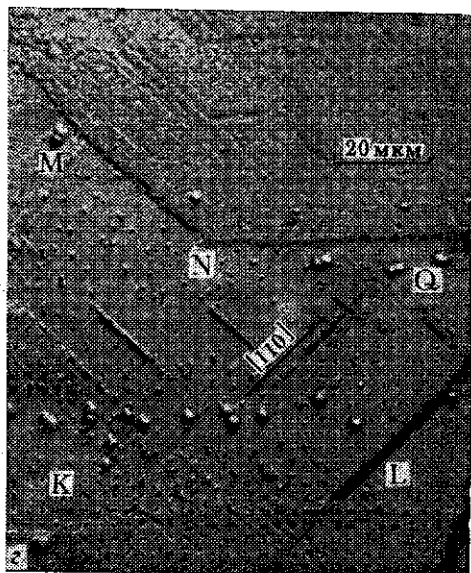
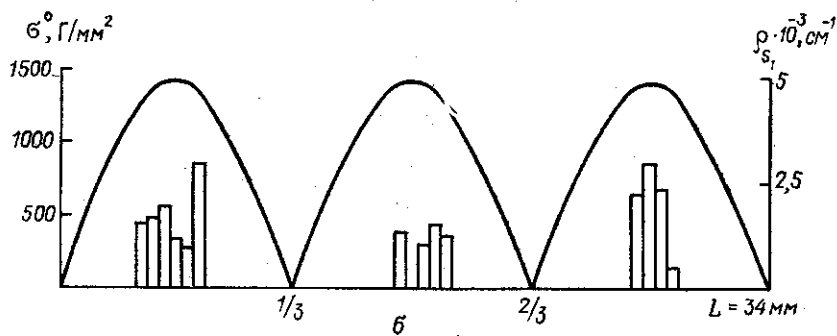
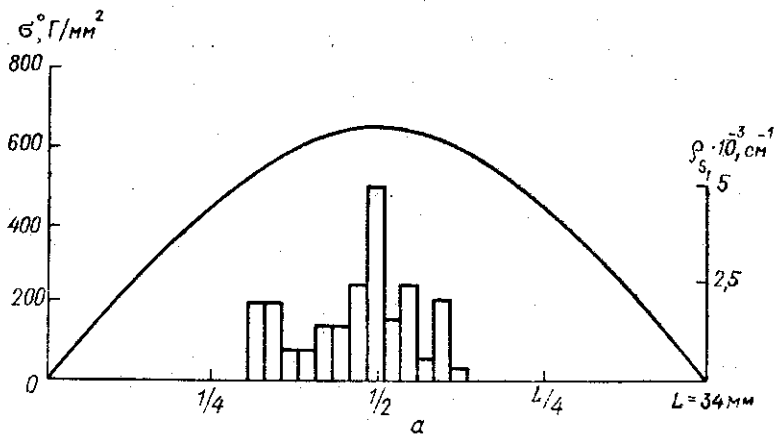


Рис. 3. Распределение по длине образцов напряжений (σ^0) и плотности источников дислокаций (ρ), локализованных в границах блоков при деформировании на основной частоте (а) и частоте 3-й гармоники (б); характерный вид полос скольжения при $f_p = 63$ кГц и $\sigma_{\max}^0 = 1200$ Г/мм² (в), при $f_p = 140$ кГц и $\sigma_{\max}^0 = 1500$ Г/мм² (г).

ность за время t , она должна достигнуть критических размеров и формы (полуокружности с радиусом $r=l/2$). Амплитуда колебания дислокационной петли должна быть

$$u^0 \gg \frac{l\omega}{2}, \quad (5)$$

где $l\omega$ — длина дислокационной петли, колеблющейся с частотой ω . Из условий (4) и (5) следует, что при вибрации потерять устойчивость могут лишь дислокационные петли, движущиеся со скоростью

$$v \geq v_c^0 = \frac{2l\omega}{T} = 2l\omega f. \quad (6)$$

Таким образом, чтобы анализировать активацию источников под действием знакопеременной нагрузки, следует принимать во внимание два условия — (5) и (4) или (6). Последнее означает, что только те дислокационные петли могут работать как источники, скорость которых достаточна, чтобы достичь критических размеров за время t .

Начало пластической деформации в озвучиваемых щелочногалогидных кристаллах не требует необходимости зарождения «свежих» дислокаций, но может происходить за счет источников, которые существуют в кристалле в исходном состоянии и локализованы в границах блоков. Длина дислокационных сегментов в границах блоков в кристаллах КС1 составляет от 2 до 12 мкм [18]. Из условия (6) получим, что скорость v_c^0 должна быть достаточно большой (см. табл.).

Зависимость динамического предела текучести и скорости v_c^0 движения дислокационного сегмента от частоты

$f, 10^3$ Гц	$\sigma_{\omega}^0, \text{ Г/мм}^2$	$\frac{\sigma_{\omega}^0}{\sigma_0} \sim \frac{l}{l_{\omega}}$	$\frac{r}{4}, 10^{-6}$ с	$v_c^0, \text{ см/с}$	
				$l=2$ мкм	$l=12$ мкм
48	890	13	5	20	120
63	1170	17	4	25	150
140	1220	17,5	2	56	340
190	1240	18	1,3	76	460

Динамический предел текучести σ_{ω}^0 , статический предел текучести исследованных образцов КС1 $\sigma_0=70$ Г/мм², l определялось по микрофотографиям из работы [18], v_c^0 — скорость движения дислокационного сегмента, определялась по формуле (6).

Из таблицы следует, что чем больше длина источника, тем больше должна быть скорость движения сегмента, необходимая для потери устойчивости за время t . А при заданной длине сегмента скорость должна возрастать с повышением частоты ультразвуковых колебаний; при заданных частоте и амплитуде напряжения потерять устойчивость и генерировать петли могут сегменты, заключенные в определенном интервале длин, для которых условия (3) и (6) удовлетворяются одновременно.

Таким образом, динамический предел текучести, в отличие от статического, зависит не только от средней длины дислокационной петли в кристалле, но и от частоты внешнего воздействия, а также и от подвижности дислокаций. Это приводит к тому, что при повышении частоты пластическая деформация развивается при более высо-

ком уровне напряжения. Поэтому финальные дислокационные структуры, сформированные при разных частотах, отличаются друг от друга.

В заключение авторы выражают благодарность студентке-дипломнице Н. И. Шальновой, принимавшей участие в проведении эксперимента.

ЛИТЕРАТУРА

1. Швидковский Е. Г., Тяпунина Н. А., Белозерова Э. П. «Кристаллография», 1962, 7, 471.
2. Белозерова Э. П., Тяпунина Н. А., Швидковский Е. Г. «Кристаллография», 1963, 8, 232.
3. Shvidkovsky E. G., Belozerova E. P., Tjapunina N. A. «J. Phys. Soc. Japan», 1963, 18, 161.
4. Белозерова Э. П., Тяпунина Н. А. «Кристаллография», 1966, 11, 651.
5. Белозерова Э. П., Тяпунина Н. А., Казак Ф. А. «Физика твердого тела», 1968, 10, 3540.
6. Тяпунина Н. А., Штром Е. В. «Физика металлов и металловедение», 1967, 23, 744.
7. Тяпунина Н. А., Зиненкова Г. М. — «Изв. АН СССР. Сер. физич.», 1968, 32, 1064.
8. Ямафуджи К., Бауэр Ч. — В сб.: Актуальные вопросы теории дислокаций. М., 1968, с. 115.
9. Тяпунина Н. А. — В сб.: Физика деформационного упрочнения монокристаллов. Киев, 1972, с. 228.
10. Швидковский Е. Г., Дургарян А. А. «НДВШ. Физико-матем. науки», 1958, 5, 211.
11. Тяпунина Н. А., Наими Е. К. «Изв. АН ЛатвССР. Физ.-техн. науки», 1970, 6, 30.
12. Marx J. «Rev. Sci. Instr.», 1951, 22, 503.
13. Shvidkovsky E. G., Tjapunina N. A., Belozerova E. P. Le Van «Acta crystal», 1966, 21, 186.
14. Зарембо Л. К., Красильников В. А. Введение в нелинейную акустику. Звуковые и ультразвуковые волны большой интенсивности. М., 1966.
15. Granato A., Lücke K. «J. Appl. Phys.», 1956, 27, 58.
16. Baker G. S. «J. Appl. Phys.», 1962, 33, 3366.
17. Инденбом В. Л., Дубнова Г. Н. «Физика твердого тела», 1967, 9, 1171.
18. Амелинкс А. В сб.: Дислокации и механические свойства кристаллов. М., 1960, с. 31.

Поступила в редакцию
8.7 1977 г.
Кафедра
молекулярной физики