

- [1] Ищенко С.С., Коновалов В.И., Окулов С.М., Шанина Б.Д. //Тез. докл. I Всес. совещ. по высокотемпературной сверхпроводимости. Харьков, 1988. Т. 1. С. 187.
 [2] Окулов С.М., Ищенко С.С., Брик А.Б., Матяш И.В. //Радиоспектроскопия кристаллов с вазовыми переходами. Сборник научных трудов ИПМ. Киев, 1989. С. 151.
 [3] Ищенко С.С., Брик А.Б., Окулов С.М., Климов А.А. //ФТТ. 1990. Т. 32. № 10. С. 3128-3129.

Институт полупроводников АН Украины
Киев

Поступило в Редакцию
28 декабря 1992 г.

УДК 536.424:534.61

© Физика твердого тела, том 35, № 7, 1993
Solid State Physics, vol. 35, N 7, 1993

АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ В КРИСТАЛЛАХ ТИТАНАТА БАРИЯ, ПОДВЕРГНУТЫХ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОМУ ТРАВЛЕНИЮ

Е.А.Дулькин, В.Г.Гавриляченко, А.Ф.Семенчев

В работе [1] нами было обнаружено, что акустическая эмиссия (АЭ) при фазовом переходе в кристаллах титаната бария (ТБ) достигает наибольшей активности \dot{N} при перестройке доменной структуры (ДС), происходящей при температуре на несколько градусов ниже точки Кюри (T_c). Эта перестройка характерна для пластинчатых кристаллов ТБ, выращенных по методу Ремейки [2,3]. В [4] было высказано предположение, что такие преобразования ДС обусловлены механическими напряжениями, возникающими между объемом и поверхностными дефектными слоями [5] кристаллов при приближении к T_c . Общеизвестно, что АЭ является следствием релаксации механических напряжений в твердых телах и, следовательно, может дать информацию о наличии таких напряжений.

Кроме того, несколько ранняя перестройка ДС должна неизбежно приводить к определенным электрофизическим свойствам кристаллов. Действительно, в [6] наблюдалась аномалия в виде плато на кривой температурного хода диэлектрической проницаемости $\epsilon(T)$ на несколько градусов ниже T_c . Поэтому параллельные измерения ϵ в данной работе были весьма интересны.

Для того, чтобы выявить причину вышеуказанных преобразований ДС и аномалии ϵ в области фазового перехода (ФП), были проведены комплексные измерения АЭ, ϵ и наблюдение ДС последовательно травмируемых кристаллов ТБ

1. Методика

Исследования проводились на усовершенствованной установке, описанной в [1]. Кристалл с нанесенными электродами помещался на отполированном торце цилиндрического акустического волновода из кварцевого стекла, введенного снизу в печь, которая была установлена на шасси поляризационного микроскопа. К нижнему торцу волновода, находящемуся вне печи, приклеивался датчик АЭ из пьезокерамики ПТС-19. Через боковые каналы в печь вводились электроды для измерения емкости

кристаллов. Печь нагревалась со скоростью 1–1.5° С/мин. Температура измерялась термопарой. Спай термопары находился в непосредственной близости от кристалла. Термопара подключалась к цифровому вольтметру В7-38А и клеммам X двухкоординатного самописца Н-307/1, к клеммам Y которого подключался регистратор АЭ [7]. Емкость кристаллов измерялась цифровым автоматическим мостом Р385 на частоте 1 кГц.

Исходные кристаллы испытывались по вышеописанной методике, затем частично стравливались в ортофосфорной кислоте [8], после чего весь цикл повторялся.

2. Результаты

Для проведения исследований были отобраны кристаллы со сложной ДС толщиной более 0.3 мм. В исходных кристаллах АЭ имела место на 6–10° С ниже T_c . По мере стравливания температура АЭ приближалась к T_c .

Результаты измерений одного из этих кристаллов представлены на рис. 1. Кривая 1 соответствует зависимости $\epsilon(T)$ исходного кристалла. В точке *a* зарегистрирован острый максимум ϵ , сопровождаемый мощной АЭ. ДС кристалла представляла собой в этот момент интенсивно перестраивающуюся «сетку Форсберга». Затем «сетка» постепенно исчезала и в точке *b* кристалл переходил в парафазу.

После стравливания поверхности на 10 мкм ДС стала *a*-с-доменной. Температурному ходу ϵ соответствует кривая 2. В точке *a*, находящейся на 3–5° С ниже T_c , ϵ имеет небольшой максимум, сопровождаемый менее мощной АЭ. Зависимость $\epsilon(T)$ имеет вид плато, однако в точке *a* отчетливо обозначился максимум ϵ в T_c . Перестройка ДС началась в точке *a*

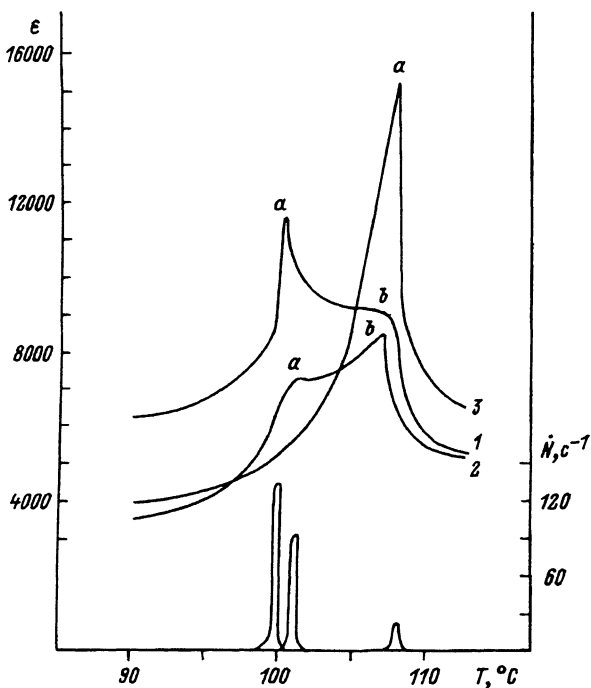


Рис. 1. Зависимость диэлектрической проницаемости ϵ и активности \dot{N} акустической эмиссии от температуры при последовательном травлении кристалла ТБ.

1 — исходный кристалл,
2 — травление на 10 мкм,
3 — травление на 50 мкм.

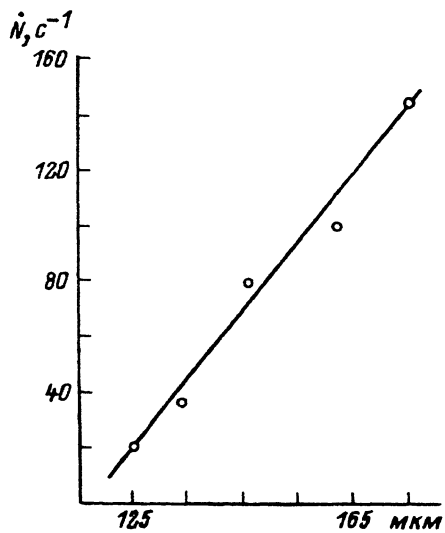


Рис. 2. Зависимость активности \dot{N} акустической эмиссии от глубины травления кристалла ТБ (для полутолщины).

и происходила путем движения и исчезновения небольших блоков 90° доменов. В точке b ДС полностью отсутствует и кристалл переходит в парафазу.

Кривая 3, полученная после утоньшения кристалла на 50 мкм, приняла характерный вид для $\epsilon(T)$ ТБ в области ФП. Кристалл был практически полностью c -доменным с небольшими включениями групп клинообразных доменов. Перестройка ДС началась в точке a , отвечающей максимуму ϵ в T_c , и состояла в исчезновении этих групп, сопровождаемом слабой АЭ.

На рис. 2 представлена зависимость активности \dot{N} от толщины кристалла. Измеренные значения \dot{N} при послойном травлении хорошо ложатся на прямую.

3. Обсуждение

Образование дефектных поверхностных слоев, отличающихся по своим свойствам от объема кристаллов, обусловлено особенностями роста пластинчатых кристаллов ТБ по методу Ремейки, когда каждый последующий слой формируется при более низкой температуре, причем дефекты кристаллов как бы выталкиваются к поверхности. Такие слои, по оценкам разных авторов, имеют толщину порядка 30 мкм [2,5]. ДС дефектного кристалла являются функцией внешних и внутренних факторов, сопровождающих ФП [4], и находятся в метастабильном состоянии. При нагреве кристаллов вследствие различий между объемом и поверхностью развиваются механические напряжения и устойчивость исходной ДС нарушается. По-видимому, при температуре ниже T_c минимуму механических напряжений отвечает новая ДС. Как показано в [9], дальнедействующие механические поля могут быть уменьшены за счет интерференции полей ансамблей двойников (90° доменов): ферм, групп параллельных пластин, вторичных двойников и др. Регулярность ДС типа «сетка Форсберга», состоящей из пересекающихся ферм, несомненно отражает процесс минимизации механической энергии, обусловленной взаимодействием поверхности с объемом кристаллов. Удаление дефектных поверхностных слоев

ослабляет эти взаимодействия, что приводит к существенному упрощению ДС и перемещению температуры АЭ к T_c .

Необходимо особо отметить постоянство T_c в течение всего эксперимента. В исходном кристалле максимум ε достаточно сильно завуалирован, однако по мере стравливания проявляется все более отчетливо, сохраняя неизменной свою температуру. Следовательно, взаимодействия дефектных слоев, создающих сложную интерференцию механических напряжений в приповерхностных слоях, не приводят к возникновению в объеме кристаллов макроскопического внутреннего напряжения, способного сместить T_c .

Отметим, что значительные аномалии ε ниже T_c свидетельствуют о высокой подвижности двойниковой подструктуры кристаллов ТБ в области ФП.

В результате проведенного обсуждения могут быть сформулированы следующие утверждения.

1. Поверхностные дефектные слои, формирующиеся в процессе роста, ответственны за возникновение механических напряжений между этими слоями и объемом кристаллов ТБ в области ФП.

2. Сложность ДС девственных кристаллов, в частности ДС типа «сетка Форсберга», отражает процесс минимизации механической энергии взаимодействия поверхностных слоев с объемом кристаллов в процесс ФП.

3. Дальнодействующие механические поля поверхностных слоев компенсируются за счет интерференции полей ансамблей двойников, благодаря чему в объеме кристаллов не создаются макроскопические внутренние напряжения, способные сместить T_c .

Список литературы

- [1] Дулькин Е.А., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. // ФТТ. 1992. Т. 34. № 5. С. 1637–1638.
- [2] Forsbergh P.W. // Phys. Rev. 1949. V. 76. N 8. P. 1187–1201.
- [3] Прокопало О.И., Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г. и др. // Титанат бария. Ростов н/Д, 1971. 214 с.
- [4] Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. // Доменная структура многоосных сегнетоэлектрических кристаллов. Ростов н/Д, 1990. 192 с.
- [5] Бурсиан Э.В. Нелинейный кристалл (титанат бария). М.: Наука, 1974. 295 с.
- [6] Parker T.J., Burfoot J.C. // Brit. J. Appl. Phys. 1966. V. 17. P. 210.
- [7] Дулькин Е.А., Зацаринный В.П., Боярченко В.И. и др. // Пьезоактивные материалы: физика, технология, применение в приборах. Ростов н/Д, 1991. 214 с.
- [8] Абдулвахидов К.Т., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. // ПТЭ. 1989. № 5. С. 239–241.
- [9] Ройтбурд А.Л. // ФТТ. 1977. Т. 19. № 10. С. 2879–2883.

Ростовский государственный университет
НИИ механики и прикладной математики
Ростов-на-Дону

Поступило в Редакцию
5 января 1993 г.