

АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ И ЭФФЕКТ ФОТОПЛАСТИЧЕСКОЙ ПАМЯТИ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ КРИСТАЛЛОВ СУЛЬФИДА И СЕЛЕНИДА ЦИНКА

В. А. Робсман, М. Ш. Шихсаидов

При деформации кристаллов сульфида и селенида цинка зарегистрированы сигналы акустической эмиссии. Проведены исследования изменения параметров этих сигналов во временной и частотной областях по мере развития пластических деформаций в кристаллах в режиме ползучести. На основе анализа результатов экспериментальных работ и результатов обработки сигналов акустической эмиссии на ЭВМ делается вывод о дислокационной природе наблюдаемых импульсов акустической эмиссии. Изучены особенности затухания и восстановления сигналов акустической эмиссии при проявлении эффекта фотопластической памяти. Показано, что результаты, полученные при изучении фотопластической памяти с применением метода акустической эмиссии, хорошо коррелируют с экспериментальными данными испытаний кристаллов в режиме активной деформации. На основе анализа результатов исследований предлагается физическая модель для объяснения эффекта фотопластической памяти.

Ранее были проведены исследования влияния импульсного освещения на пластические свойства полупроводниковых материалов группы $A^{IV}B^{VI}$, где было обнаружено явление фотопластической памяти (ФПП) [1]. Для регистрации ФПП образец подвергался предварительной пластической деформации с последующим облучением светом с длиной волны, соответствующей краю собственного поглощения. Изучение кинетики ФПП свидетельствует, что стабильная во времени ФПП сохраняется по крайней мере в течение нескольких часов. Регистрация ФПП производится по наличию своеобразного «светового зуба» текучести при выходе кристалла на стадию пластического течения в процессе механических испытаний. Стирание ФПП осуществляется последующей пластической деформацией кристалла. Предполагалось, что за ФПП ответственны расположенные в дислокационной области «долгоживущие» возбуждения со временем жизни до нескольких часов и более.

В настоящей работе предпринята попытка дальнейшего, более детального исследования эффекта ФПП. Из анализа предыдущих исследований и согласно принятой ранее модели ФПП предполагалось, что наиболее информативным окажется изучение эффекта ФПП в режиме ползучести. Кроме того, возникала проблема повышения чувствительности метода регистрации пластических деформаций при нагружении кристалла. Поэтому в качестве индикатора пластических деформаций был принят метод акустической эмиссии (АЭ), который достаточно широко используется для регистрации «квантов» пластической деформации металлов [2, 3]. Эта задача также представляет самостоятельный интерес, так как к настоящему времени в литературе отсутствуют публикации по регистрации сигналов АЭ при пластической деформации полупроводниковых материалов. Таким образом, настоящую работу можно условно разделить на две части: попытку фиксации сигналов АЭ при пластической деформации кристаллов сульфида и селенида цинка; изучение эффекта ФПП в режиме ползучести с одновременной регистрацией сигналов АЭ, а также сопостав-

ление экспериментальных данных с результатами, полученными при исследовании методом активной деформации с постоянной скоростью. Предполагается, что образование стабильных во времени — «долгоживущих» — возбуждений обусловлено фотохимическими реакциями (ФХР), связанными с миграцией примесей под действием света к дислокациям, что может приводить к установлению устойчивой химической связи между ними.

1. Методика эксперимента

Монокристаллические образцы ZnS и ZnSe размерами $3 \times 3 \times 6$ и $2 \times 2 \times 4$ мм деформировали одноосным сжатием при постоянной нагрузке, а также ступенчатым нагружением при периодическом освещении кристаллов ксеноновой лампой высокого давления ДКСШ-200, свет от которой проходил через монохроматор МДР-2 и фокусировался на образец при помощи линз. Сигналы АЭ регистрировались пьезоэлектрическим датчиком и усиливались с помощью прибора АФ-15 АРГУС-7. После аналого-цифрового преобразования сигналы АЭ и время их появления накапливались на жестком магнитном диске ЭВМ «ИН-110». Для регистрации формы каждого сигнала АЭ использовались файлы равной длины, позволяющие квантовать импульсы на 4096 уровней по вертикали и 1024 уровня по горизонтали. Суммарный коэффициент усиления 65 дБ, эффективное значение собственных шумов усилителя не более 7 мкВ, что позволяло регистрировать сигналы АЭ после усиления с амплитудой до 5 В. Полоса пропускания усилителя от 20 до 2000 кГц. Для вероятностно-статистического анализа накопленных на диске сигналов АЭ был разработан комплекс программ в диалоговом режиме, позволяющий вычислять изменение энергии акустического излучения в процессе эксперимента, спектральную плотность мощности сигналов АЭ и другие амплитудно-частотные и вероятностные характеристики.

2. Результаты эксперимента

В первой серии опытов образцы деформировали таким образом, чтобы ось S была расположена под углом 45° к оси нагружения. При напряжениях $\sigma = 30$ МПа первые сигналы АЭ были зарегистрированы через 13 с после момента нагружения ZnS и через 30 с после начала нагружения ZnSe. Характер излучения сигналов АЭ был в виде дискретного множе-

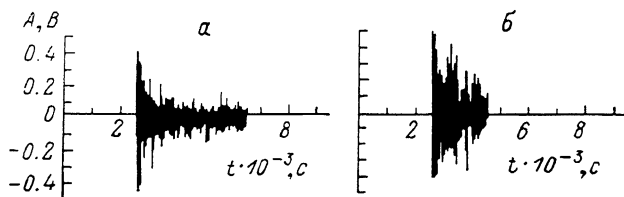


Рис. 1. Форма уединенных импульсов акустической эмиссии при пластической деформации кристаллов ZnS (а) и ZnSe (б).

Длительность и амплитуда сигналов указаны при усилении 70 дБ.

ства одиночных затухающих осцилляторов. Форма таких уединенных импульсов АЭ показана на рис. 1.

На начальной стадии развития пластических деформаций амплитуда и интенсивность сигналов АЭ были выше, чем на стадии дальнейшей деформации кристаллов. График зависимости изменения энергии акустического излучения (рис. 2) качественно коррелирует с графиком «напряжение—деформация» в режиме ползучести.

Спектральная плотность мощности сигналов АЭ имеет явно выраженный максимум в области ультразвуковых частот в диапазоне 200—480 кГц.

При этом на начальной стадии развития пластических деформаций были замечены флуктуации частоты, соответствующей максимуму спектральной плотности. Однако на последующих этапах деформации происходила стабилизация частоты максимума спектра (рис. 3), которая в основном соответствовала 448 кГц для образцов ZnS и 470 кГц для образцов ZnSe. Спектральная плотность сигналов АЭ при пластической деформации полупроводниковых кристаллов ZnS и ZnSe показана на рис. 4.

Как уже отмечалось выше, освещение полупроводниковых материалов группы $A^{IV}B^{VI}$ на стадии пластического течения в видимом оптическом диапазоне приводит к возрастанию деформирующего напряжения. На рис. 5 показано изменение энергии акустического излучения при пластической деформации кристалла сульфида цинка при импульсном

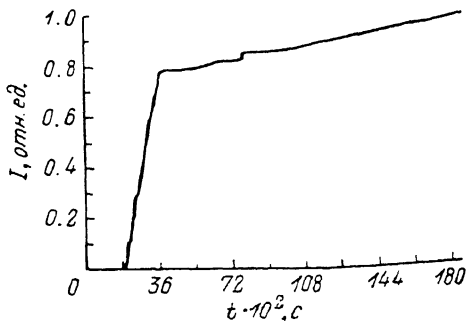


Рис. 2. Зависимость изменения энергии акустического излучения при развитии пластической деформации в кристалле ZnS.

освещении длительностью 2 с (точки А, Б, В, Г). Соответственно в точках А', Б', В' выполнялось стирание ступеньки ФПП путем дополнительного нагружения образца и сигналы АЭ восстанавливались. Следует отметить, что при достижении некоторой критической величины, т. е. при выполнении условия $\sigma \geq \sigma_{кр}$, наблюдается самовосстановление сигналов АЭ без дополнительного догружения образца (точка Г'). В сериях проведенных экспериментов максимальное время между световым импульсом и восстановлением сигналов АЭ от дополнительной нагрузки достигало двух и более часов.

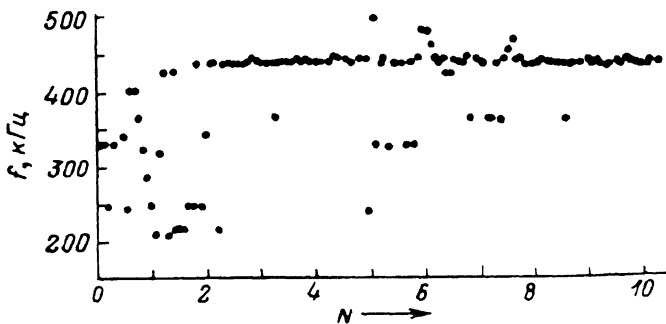


Рис. 3. Изменение частоты максимума спектра сигналов АЭ при развитии пластической деформации в кристалле ZnS.

N — порядковый номер сигнала АЭ. $\Sigma N=136$.

Экспериментальные результаты, полученные при аналогичных испытаниях кристалла в режиме с постоянной скоростью деформирования, хорошо коррелируют с данными по АЭ. В частности, при остановке перемещения пуансона испытательной машины, на стадии пластической деформации, наблюдается релаксация образца и напряжение уменьшается почти в два раза за 15 мин (рис. 6). В точке Е образец вновь подвергся деформации. Однако последующая остановка пуансона испытательной машины с одновременным облучением кристалла уже не приводила к релаксации напряжения, которое оставалось постоянным в течение 3 ч. Дальнейшие этапы нагружения образца ($\Delta \sigma=5$ МПа) и последующая остановка перемещения пуансона приводили к аналогичным результатам. Напряжение оставалось постоянным и в экспериментах при импульс-

ном освещении образцов. Релаксация напряжений начиналась только по достижении некоторого критического значения $\sigma_{кр}$. Если кристалл освещать в процессе всего времени испытаний, то деформирующее напряжение

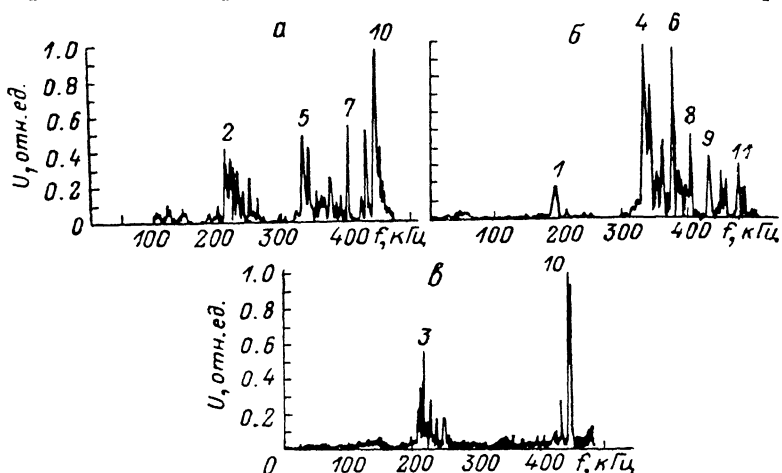


Рис. 4. Спектральная плотность сигналов АЭ при пластической деформации кристаллов ZnS.

а — через 180 с с момента начала деформации, б — через 3600 с, в — через 18 000 с. 1 — 192, 2 — 212, 3 — 220, 4 — 332, 5 — 335, 6 — 378, 7 — 400, 8 — 406, 9 — 432, 10 — 448, 11 — 478 кГц.

остается постоянным даже при достижении $\sigma_{кр}$. Если при таких напряжениях выключить освещение кристалла, то через некоторое время (в данном эксперименте через 10 мин) начинается релаксация напряжений (рис. 6). Повторное освещение кристалла вновь приводит к стабилизации напряжения.

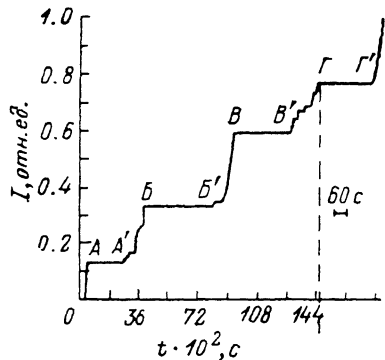


Рис. 5. Влияние освещения на изменение энергии акустического излучения при пластической деформации ZnS.

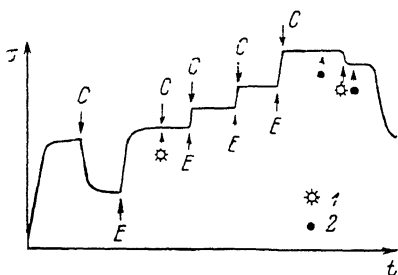


Рис. 6. Кривая деформации для кристаллов ZnS.

C — момент остановки машины, E — момент нагружения образца. 1 — момент включения света, 2 — момент выключения света.

3. Обсуждение результатов

Согласно теоретическим представлениям, источниками сигналов АЭ на стадии пластических деформаций служат следующие процессы: нестационарное перемещение дислокаций, переход дислокаций через границу разрыва упругих модулей или выход их на поверхность кристалла, аннигиляция дислокаций [4-6]. Проведенные в работах [4-6] теоретические исследования показали, что амплитуда сигналов АЭ зависит от скорости и плотности дислокаций. Этим, собственно, и определяется выбор

в качестве объекта исследований образцов кристаллов ZnS и ZnSe, содержащих в исходном состоянии дефекты упаковки и двойники. Наличие указанных особенностей в структуре позволило предположить, что пластическая деформация в этих кристаллах будет осуществляться ансамблем дислокаций, движущихся с высокой скоростью. Такой вывод подтверждается также и результатами экспериментов по деформационной люминесценции [7].

Сопоставление полученных результатов с данными работ [7] позволяет предположить адекватность эмиссионных явлений в кристаллах при пластических деформациях. В частности, наличие дискретных импульсов свечения в кристаллах сульфида цинка объяснялось электрolumинесценцией поверхности кристалла, возникающей при накоплении на гранях деформирующегося образца электрического заряда в результате движения заряженных дислокаций. Согласно экспериментальным данным работы [8], упругая деформация образцов CdS в ориентации, когда ось *C* направлена перпендикулярно оси сжатия, т. е. в ориентации, когда движения дислокаций не происходит, также порождает импульсное свечение. Исходя из вышеизложенного, можно предположить, что если за процессы АЭ и деформационной люминесценции ответственны одни и те же явления, то при такой ориентации кристалла при упругой деформации должны наблюдаться импульсы АЭ. Однако эксперименты показали, что при таком варианте нагружения сигналы АЭ появляются только на стадии разрушения кристалла. Кроме того, в работах по исследованию деформационной люминесценции было показано, что деформация образцов ZnS в проводящей прозрачной жидкости подавляет импульсное свечение [9]. В связи с этим нами были проведены эксперименты по деформации кристаллов ZnS в «закороченном» состоянии. Для этого на поверхность кристалла наносилась жидкая амальгама In—Ga—Sn. В отличие от случая с деформационной люминесценцией в наших опытах пластическая деформация по-прежнему приводила к возникновению сигналов АЭ. Таким образом, что касается идентичности явлений, лежащих в основе акустического и светового излучения деформируемых полупроводниковых кристаллов, то можно предположить различную природу эмиссии, лежащую в основе источников этих сигналов.

Приведенные в настоящей работе результаты экспериментов с регистрацией сигналов АЭ позволяют исключить и возможность того, что источником сигналов АЭ служили микротрещины в кристаллах. Например, как показали опыты с деформированием кристаллов ZnS с постоянной скоростью нагружения, равной $5 \cdot 10^{-5}$ — $5 \cdot 10^{-4}$ с⁻¹, они деформируются более чем на 20 % и выдерживают нагрузки более 100 МПа. В то же время при нагружении образца до 30 МПа можно наблюдать сотни импульсов АЭ. При электронной микроскопии образцов после регистрации сигналов АЭ также не были выявлены нарушения сплошности. Проведенные эксперименты по трещинообразованию в полупроводниковых кристаллах показали, что амплитуда сигналов АЭ при образовании и росте трещин на два-три порядка превышает амплитуду сигналов АЭ при пластической деформации. Кроме того, при образовании и росте трещин также наблюдаются характерные для этого процесса изменения параметров спектральной плотности импульсов АЭ во времени. Например, частота, соответствующая максимуму спектра, постоянно испытывает флуктуации в определенных частотных диапазонах. При этом изменение диапазона таких флуктуаций происходит скачкообразно в низкочастотную область по мере роста линейных размеров трещин. Кроме того, образование сигналов АЭ от трещин всегда имеет максимум спектра в более низких частотах по сравнению с сигналами АЭ на стадии пластической деформации.

Как известно, освещение полупроводниковых материалов $A^{11}B^{VI}$ может приводить к образованию или исчезновению широкого спектра различных центров (рекомбинации, прилипания, доноров, акцепторов). Это явление хорошо известно под названием фотохимических реакций

(ФХР). Подробное изложение процессов, лежащих в основе различных механизмов ФХР в полупроводниковых монокристаллах, можно найти в обзоре Шейнкмана и Корсунской [1⁰]. Обобщение экспериментальных данных по ФХР свидетельствует, во-первых, о наличии сложных комплексов, состоящих как минимум из трех компонент — мелких донора и акцептора (ДА-пара) и глубокого центра; во-вторых, в результате генерации неравновесных носителей наблюдается перестройка сложных дефектов с их последующей миграцией. Таким образом, опираясь на вышеизложенное, можно предположить, что распад ДА-пары и последующая миграция донора в электрическом поле дислокации к последней могут приводить к образованию стопора, препятствующего его дальнейшему продвижению. Образовавшийся новый комплекс дислокация—донор и представляет стабильную во времени систему. Тогда разрушение такого комплекса может наблюдаться в результате открепления дислокации от донора, т. е. последующей пластической деформацией. К образованию стопоров на дислокации может приводить и так называемая рекомбинационно-стимулированная миграция дефектов [1¹]. В частности, увеличение подвижности точечных дефектов при рекомбинации на них неравновесных носителей может приводить к их миграции на дислокации и соответственно к повышению плотности локальных препятствий на них. Рассмотрим более подробно результаты, полученные при изучении эффекта ФПП в рамках модели «дислокация—препятствие» с учетом результатов моделирования на ЭВМ движения дислокаций через хаотически разбросанные препятствия [1²].

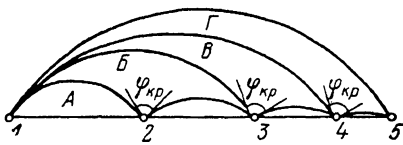


Рис. 7. Схематическое изображение прогиба и открепления линии дислокации от «фотостопоров» (1—5) под действием внешнего напряжения σ .

Под действием приложенного внешнего напряжения σ дислокационный сегмент прогибается между препятствиями до радиуса равновесной кривизны

$$R = \mu b / 2\sigma, \quad (1)$$

где μ — модуль сдвига, b — вектор Бюргера. Очевидно, что в случае выполнения критерия отрыва (в терминологии А. Формена и М. Мэйкина при достижении критического угла отрыва $\varphi_{кр}$) дислокации от препятствия должно выполняться условие

$$F > 2T \cos(\varphi_{кр}/2), \quad (2)$$

где T — линейное натяжение дислокации.

Таким образом, система дислокация—препятствие, для которой выполняется критерий отрыва, оказывается неустойчивой и дислокация, отрываясь от последней, переходит из положения А в положение В (рис. 7). Оторвавшись от одного препятствия, дислокация прогибается между двумя соседними, приобретая соответствующий для данной длины новый равновесный радиус кривизны. Если расстояние между препятствиями больше двух радиусов равновесной кривизны, а новых препятствий нет, то сегмент, приняв форму полуокружности, станет неустойчивым и ему позволит, сохраняя форму дуги окружности увеличивающегося радиуса, прогибаться до тех пор, пока не будет достигнут критерий отрыва в точке 3 и не произойдет отрыв от следующего препятствия (положение В на рис. 7), и т. д.

В рамках изложенной модели очевидно, что слабыми местами, от которых начнется отрыв дислокаций, будут участки с наибольшим расстоянием между препятствиями. В дальнейшем процесс будет разыгрываться аналогично, по схеме цепной реакции. Удачное представление этого процесса было предложено в работе Формена и Мэйкина [1²] под названием «расстегивание застежки молния». В момент закрепления дислокации

стопором такая система считается устойчивой во времени. Эта гипотеза была подтверждена еще в работе [1].

Из анализа многочисленных экспериментов по фотопластическому эффекту логично было предположить, что освещение кристаллов светом в режиме ползучести приведет к подавлению сигналов АЭ. Кроме того, ожидалось, что отключение источника света при фиксированном напряжении также не приведет к возобновлению пластической деформации, а соответственно и к восстановлению сигналов АЭ. Далее предполагалось, что повышение внешнего деформационного напряжения должно привести к возобновлению пластической деформации и сигналов АЭ. И наконец, ожидалось, что последующее импульсное освещение уже не будет приводить к подавлению акустического излучения. Однако, как показали экспериментальные результаты, при выполнении условия $\sigma < \sigma_{кр}$, т. е. когда напряжение ниже некоторой критической величины, последующее освещение (точка В на рис. 5) также приводит к подавлению АЭ. Этот результат можно объяснить с помощью следующей модели. Согласно (1), радиус равновесной кривизны дислокации зависит от внешнего напряжения. Поэтому когда напряжение относительно мало, т. е. $\sigma_1 < \sigma_2$, то эффективная длина дислокации, закрепленной между двумя «темновыми» стопорами, будет соответственно малой. В этом случае на дислокации будет образовываться низкая плотность «фотостопоров». Увеличение деформирующего напряжения будет приводить (при прочих равных условиях, например при постоянстве расстояния между «темновыми» стопорами) к уменьшению радиуса кривизны дислокации и соответственно увеличению ее эффективной длины. Это увеличивает плотность «фотостопоров». Следовательно, для отрыва дислокации от них вновь необходимо увеличить внешнее напряжение. Это будет продолжаться до достижения некоторой критической величины, т. е. до выполнения условия $\sigma = \sigma_{кр}$.

Таким образом, в настоящей работе сообщается о наблюдении импульсов АЭ при пластической деформации полупроводниковых материалов ZnS и ZnSe. Что касается природы процессов, лежащих в основе источников этого явления, т. е. обусловлены ли импульсы АЭ зарождением, движением, аннигиляцией или выходом на поверхность дислокаций, или оно связано с происходящими в кристаллах структурных изменениях, то для ответа на эти вопросы необходимы дополнительные эксперименты. Однако уже сейчас можно сделать заключение, что данный метод обладает высокой чувствительностью и, как показали эксперименты настоящей работы, позволяет выявить некоторые особенности пластических свойств, которые слабо проявляются при изучении кривых «напряжение—деформация» в режиме с постоянной скоростью деформации. Кроме того, данный метод оказывается информативным при изучении ФПП в полупроводниковых материалах. В частности, подробное исследование зависимости времени восстановления акустического излучения после начала проявления ФПП от таких параметров, как температура, внешнее напряжение, интенсивность и длительность освещения кристалла, сможет помочь в определении таких характеристик, как время жизни «фотостопоров», энергия активации и ее зависимость от нагрузки и др.

Авторы выражают благодарность В. Я. Кравченко, Ю. А. Осипьяну и Я. М. Сойфелю за интерес к работе и полезные дискуссии.

Л и т е р а т у р а

- [1] Коровкин Е. В., Шихсаидов М. Ш. ФТТ, 1981, т. 23, № 6, с. 1618—1622.
- [2] Бойко В. С., Кившик В. Ф., Кривенко Л. Ф. ЖЭТФ, 1980, т. 78, № 2, с. 797—801.
- [3] James D. R., Carpenter S. H. J. Appl. Phys., 1971, vol. 42, N 12, p. 4697—4685.
- [4] Нацик В. Д. Письма в ЖЭТФ, 1968, т. 8, № 6, с. 324—328.
- [5] Нацик В. Д., Буржанов А. Н. ФТТ, 1972, т. 14, № 5, с. 1289—1296.
- [6] Нацик В. Д., Чижко К. А. ФТТ, 1972, т. 14, № 11, с. 3126—3132.
- [7] Бредигин С. И., Шмураж С. З. Письма в ЖЭТФ, 1974, т. 19, № 12, с. 709—713.

- [8] Ленсверидзе Д. С., Маркевич И. В., Пекарь Г. С., Шейнкман М. К. УФЖ, 1975, т. 20, № 5, с. 863—864.
- [9] Бредихин С. И., Шмурак С. З. ЖЭТФ, 1979, т. 76, № 3, с. 1028—1037.
- [10] Шейнкман М. К., Корсунская Н. Е. В кн.: Физика соединений $A^{II}B^{VI}$. М.: Наука, 1986, с. 109—145.
- [11] Lang D. V., Kimerling L. C. Phys. Rev. Lett., 1974, vol. 33, N 8, p. 489—492.
- [12] Формен А., Мейкин М. В кн.: Актуальные вопросы теории дислокаций. М.: Мир, 1968, с. 200—215.

Институт физики твердого тела
АН СССР
Черноголовка
Московская область

Поступило в Редакцию
15 марта 1988 г.
