

УДК 539.37 : 537.221

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ШУМ И ДИНАМИКА ДИСЛОКАЦИЙ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $KCl : Ca$, ДЕФОРМИРУЕМЫХ ОДНООСНЫМ СЖАТИЕМ

Ю. И. Головин, В. И. Орлов

Обнаружен непрерывный электрический шум (ЭШ), сопровождающий все стадии пластического течения монокристаллов $KCl : Ca$ с максимумом интенсивности в области текучести и спектром, близким к $1/f^2$ в диапазоне частот $f=20$ Гц—2.5 кГц. Установлено, что его генерирование обусловлено флуктуациями потока заряженных дислокаций. Анализ параметров ЭШ позволяет сделать заключение о степени кооперативности поведения дислокаций, среднем числе нескоррелированных между собой дислокационных событий в единицу времени и средней площади, замечаемой дислокациями в одном таком событии.

В [1-3] показано, что деформирование ионных кристаллов типа $A^x B^{8-x}$ сопровождается генерированием дискретных импульсов электрического поля, обусловленных скачкообразным смещением заряженных дислокаций. Основным источником импульсов, регистрируемых на начальных стадиях течения и упрочнения, являются процессы зарождения и развития полос скольжения [4], однако с ними связана относительно небольшая доля накопленной деформации (обычно $< 10\%$). Ясно, что параллельно в еще большем числе протекают менее кооперированные дислокационные события, которые также должны сопровождаться быстропотекающими электрическими явлениями. Ввиду их большого числа в единицу времени (даже в условиях медленного деформирования) можно ожидать, что регистрируемый сигнал будет иметь характер непрерывного электрического шума (ЭШ), несущего информацию о микромеханике деформирования, динамике дислокаций и коллективных эффектах. Обнаружению и анализу такого шума с целью извлечения соответствующей информации о динамических и корреляционных свойствах эволюционирующей дислокационной структуры и посвящена настоящая работа.

М е т о д и к а

Характер ожидаемого сигнала определял структуру канала регистрации. Он состоял из дифференциального предусилителя с высокоомным входом ($R_{вх} = 1$ ГОм, полоса 20 Гц—200 кГц, приведенный ко входу шум 5 мкВ), сигнал с которого подавался на многоканальный шлейфовый осциллограф непосредственно через среднеквадратичный вольтметр и анализатор частотного спектра. Параллельно записывалась и диаграмма нагружения. Образцами служили монокристаллы KCl размерами $12 \times 5 \times 4$ мм, легированные Ca . Одноосное сжатие осуществляли на малозумящей испытательной машине с приводом в виде нагреваемой током латунной трубы длиной 0.5 м. Изменением скорости ее нагрева и связанного с ним линейного удлинения можно было регулировать скорость деформирования $\dot{\epsilon}$ от 10^{-6} до 10^{-4} с $^{-1}$. Шумовой сигнал улавливали парой зондов площадью 1 см 2 , расположенных симметрично относительно образца, с помощью которых регистрировали вариации дипольного момента (ДМ) кристалла ΔP в продольном или поперечном (по отношению к оси сжатия)

направлении. Зонды могли находиться в гальваническом контакте с образцом (через графитовую пасту) или располагаться на расстоянии ~ 1 мм от него. Чувствительность при этом была практически одинаковой и по результатам прямой калибровки эталонным диполем составляла 0.5×10^{-17} Кл·м. Аналогично [5-8] с помощью электрометра записывали полное изменение ДМ образца P в функции относительной деформации ϵ .

Результаты

В предварительных экспериментах ставилась задача обнаружить ЭШ и выяснить зависимость его интенсивности от расположения зондов, наличия контакта с образцом и концентрации Са в нем C . Установлено, что

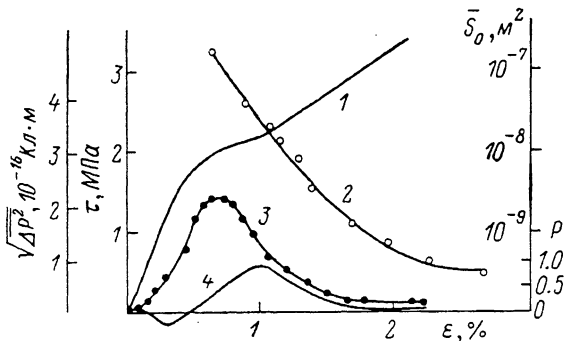
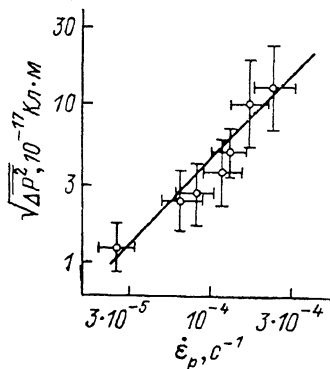


Рис. 1. Зависимости приведенных напряжений течения τ (1); средней площади S_0 , замеченной в одном дислокационном событии (2); среднеквадратичного уровня непрерывного электрического шума $\sqrt{\Delta P^2}$ (3); полного дипольного момента образца P (в отн. ед.) (4) от величины относительной деформации $\epsilon \cdot \dot{\epsilon} = 2.5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.

при $C \geq 0.01\%$ ЭШ возникает вместе с дискретными высокоамплитудными импульсами на стадии микропластичности и сопровождает все стадии деформирования. Приведение зондов в контакт с поверхностью образца вызывало некоторый рост количества и амплитуды дискретных импульсов без существенного изменения среднеквадратичного уровня ЭШ $\sqrt{\Delta P^2}$.



Наблюдавшаяся слабая зависимость величины $\sqrt{\Delta P^2}$ от направления, в котором она регистрируется, свидетельствует о малом вкладе в сигнал динамических микросмещений заряженных боковых поверхностей кристалла, поскольку чувствительность к таким смещениям, проверявшаяся

Рис. 2. Зависимость среднеквадратичного уровня электрического шума $\sqrt{\Delta P^2}$ от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ на пределе текучести ($\epsilon = 0.45 \pm 0.1\%$).

специально в модельных опытах, отличается у горизонтально и вертикально расположенных зондов более чем на два порядка величины. Величина $\sqrt{\Delta P^2}$ росла с увеличением C , прямо влиявшей на линейную плотность заряда дислокаций q в наших кристаллах [9], в связи с чем в дальнейших опытах использовали кристаллы с $C = 0.05\%$, в которых $q = 5 \cdot 10^{-11}$ Кл/м была наибольшей.

Из сопоставления типичной пары зависимостей $\sqrt{\Delta P^2}(\epsilon)$ и $P(\epsilon)$ (рис. 1) видно, что прямая корреляция между ними отсутствует. Это также свидетельствует в пользу преимущественно объемного происхождения ЭШ.

Хорошо выраженный максимум зависимости $\sqrt{\Delta P^2}(\epsilon)$ в области предела текучести, воспроизводившийся в каждом из более чем 100 опытов, делал ее качественно похожей на зависимость скорости генерирования дискретных импульсов ДМ [4] и акустической эмиссии [10] от ϵ . Величина $\sqrt{\Delta P^2}$ росла приблизительно пропорционально ϵ (рис. 2). Распределение интервалов времен между отдельными крупными событиями (рис. 3) хорошо аппроксимируется прямой в полулогарифмических координатах, т. е. имеет характер, близкий к пуассоновскому, а измерения спектральной плотности ЭШ $g(\omega)$ в диапазоне циклических частот ω от $\omega_1 =$

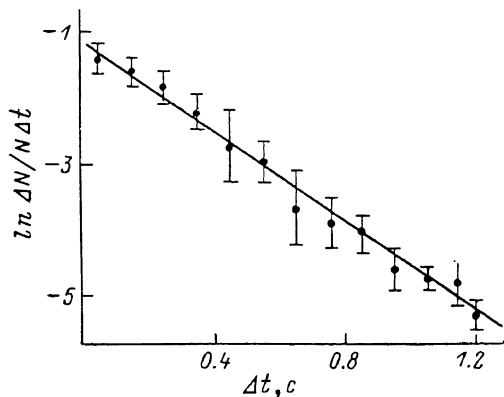


Рис. 3. Распределение интервалов времен Δt между дискретными электрическими импульсами, отвечающими крупным дислокационным событиям.

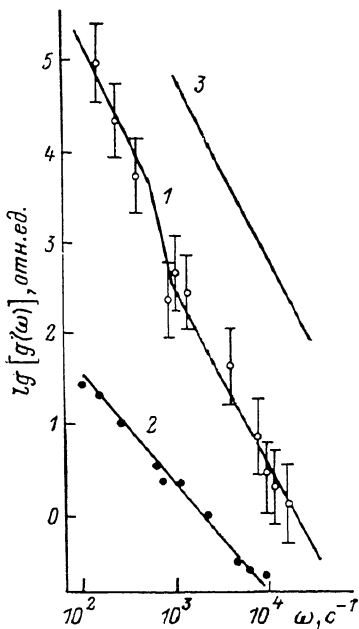


Рис. 4. Спектральная плотность непрерывного электрического шума $g(\omega)$ при активном деформировании (1) ($\dot{\epsilon} = 6 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$, $\epsilon = 0.45 \pm 0.1 \%$), собственный шум установки (2) и зависимость $1/\omega^2$ (3).

150 c^{-1} до $\omega_a = 15 \cdot 10^3 \text{ c}^{-1}$ обнаруживают зависимость, близкую к $1/\omega^2$ (рис. 4), на всех стадиях и исследованных скоростях деформирования.

Как показано в [4], при медленном сжатии КС1 электрические явления, которые могли бы быть обусловлены трещинообразованием или электрическими пробоями, отсутствуют даже на развитых стадиях течения. Это обстоятельство в совокупности с приведенными данными не оставляет сомнений в дислокационной природе ЭШ.

Обсуждение

В [2, 3] показано, что в диэлектрических кристаллах любое смещение заряженной дислокационной линии относительно компенсирующего облака точечных дефектов изменяет ДМ образца на величину

$$\Delta P(t) = \chi q S(t) \mathbf{b}/b, \quad (1)$$

где $S(t)$ — площадь, заметаемая дислокацией за время t ; \mathbf{b} — вектор Бюргера; $\chi \approx 1$ — коэффициент формы дислокационной линии. Суперпозиция большого числа импульсов в ЭШ не дает возможности анализировать форму каждого из них, как это сделано в [2, 4] для дискретных составляющих сигнала. Однако при этом появляются перспективы исследования статистических характеристик микромеханических событий при пластическом течении: средней величины заметаемой в одном акте площади \dot{S}_0 , степени скоррелированности их между собой во времени, масштаба кооперативных явлений в дислокационной структуре, зависимости

этих параметров от условий деформирования, накопленной деформации и др. Из теории случайных процессов известно (см., например, [11]), что в случае полной идентичности формы и статистической независимости отдельных событий спектральная плотность шума $g(\omega)$, который они создают, однозначно определяется средней амплитудой и спектром отдельных импульсов

$$g(\omega) = 2\pi n P_0 |F(\omega)|^2, \quad (2)$$

где P_0 — амплитуда импульса ДМ, n — среднее число событий в единицу времени. Последнее связано с S_0 , скоростью пластического течения $\dot{\epsilon}_p$ и объемом образца V очевидным соотношением

$$n = 2\dot{\epsilon}_p V / S_0 b. \quad (3)$$

Для неметаллических кристаллов, проводимостью которых за время отдельного события можно пренебречь, изменения ДМ будут носить характер случайных скачков обеих полярностей, что и наблюдалось в [3, 4] для дискретных импульсов. Во избежание накопления постоянной составляющей сигнала, способной замаскировать ЭШ, рабочая полоса была ограничена снизу частотой $\omega_l = 150 \text{ с}^{-1}$, вследствие чего все скачки ДМ (длительностью $t_p \sim 1 \text{ мс}$ по данным [4]) дифференцируются с постоянной времени $\tau = 1/\omega_l \simeq 6 \text{ мс}$ и приобретают одинаковую форму, близкую к

$$\Delta P(t) = P_0 \exp(-t/\tau). \quad (4)$$

Подставляя (1), (3), (4) в (2) и проводя несложные преобразования, получим для $g(\omega)$ ЭШ (в направлении сжатия)

$$g(\omega) = \frac{\dot{\epsilon}_p V \chi^2 S_0 q^2}{2\pi b} \frac{1}{\omega_l^2 + \omega^2}, \quad (5)$$

а для среднеквадратичного значения ЭШ в полосе частот $\omega_l < \omega < \infty$

$$\sqrt{\Delta P^2} = \left[2 \int_{\omega_l}^{\infty} g(\omega) d\omega \right]^{1/2} = q\chi \sqrt{\dot{\epsilon}_p V S_0 / 4b\omega_l}. \quad (6)$$

Из (5) следует, что спектр ЭШ имеет постоянную плотность при $\omega \ll \omega_l$, а при $\omega \gg \omega_l$ убывает как $1/\omega^2$. Отметим, что такой спектр свойствен многим флуктуационным процессам релаксационной природы (шумам Баркгаузена в ферромагнетиках [12], генерационно-рекомбинационным шумам в полевых транзисторах, взрывному шуму в углеродистых и композиционных резисторах [11] и проч.). В [13] приводятся экспериментальные результаты и анализ токовых шумов в алюминиевых пленках, деформируемых термическими напряжениями, со спектром типа $1/\omega^2$. По мнению авторов, они обусловлены зарождением и аннигиляцией дислокаций в процессе пластического течения алюминия.

Наблюдавшийся нами шум также имел спектр, близкий к $1/\omega^2$ при $\omega \gg \omega_l$ (рис. 4), что свидетельствует о почти пуассоновском распределении вероятности появления отдельных импульсов [11-13] за пределами временного интервала $\Delta t \gg \omega_l^{-1} \simeq 100 \text{ мкс}$. В совокупности с данными рис. 3 это означает практически случайный характер срабатывания абсолютного большинства источников дислокационных скоплений во всем диапазоне исследованных времен (от 10^{-4} до 1 с) и подтверждает правомерность использования принятой модели для описания параметров ЭШ при пластическом течении ЦГК. Слабое отклонение зависимости $g(\omega)$ от $1/\omega^2$ в области $\omega_d \simeq 10^3 \text{ с}^{-1}$ может интерпретироваться как наличие некоторой корреляции в поведении дислокаций (или значительной корреляции, но у небольшой части дислокаций) с характерным временем $\tau' \simeq \omega_d^{-1} \simeq 1 \text{ мс}$. По порядку величины τ' согласуется с характерным временем формирования полос скольжения в легированных кристаллах КС1 при активном деформировании, которое было определено в [4] другим методом.

Отметим, однако, что если бы скольжение проходило на уровне отдельных сегментов, некоррелированно преодолевающих сетку стопоров и заметающих, по данным термоактивационного анализа, обычную в этих случаях площадь $S' \approx 10^3 b^2$, то уровень шума в соответствии с (6) составлял бы $\sim 10^{-20}$ Кл.м. Это на три порядка ниже порога чувствительности аппаратуры. Из измеренной величины $\sqrt{\Delta P^2} = 10^{-17} \div 10^{-16}$ Кл.м и (6) следует, что $\bar{S}_0 = 10^{-9} \div 10^{-7}$ м², т. е. в $10^6 - 10^7$ раз превышает S' и в $10^2 - 10^3$ раз площадь, которую, по данным травления, замечает сегмент изолированной дислокации в одном скачке [14, 15]. (Величина n в соответствии с (3) составляет при этом $10^8 - 10^6$ с⁻¹). Из полученных данных вытекает, что коллективные эффекты могут иметь место внутри временных интервалов ≤ 100 мкс на уровне небольшого числа дислокаций или их сегментов. Для выяснения механизмов этой корреляции, очевидно, необходимо расширить исследования спектра ЭШ в область более высоких частот, где отклонения $g(\omega)$ от $1/\omega^2$ дадут информацию о характерных временах соответствующих корреляций.

Из анализа поведения величины $\sqrt{\Delta P^2}$ в процессе деформирования (рис. 1) совместно с зависимостью скорости пластического течения $\dot{\epsilon}_p$ от $\dot{\epsilon}$ (которая задается машинным уравнением $\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon} - \dot{\tau}/M$, здесь M — жесткость системы машина—образец) следует, что степень кооперативности движения дислокаций монотонно падает с ростом $\dot{\epsilon}$ и к моменту достижения $\dot{\epsilon} = 2 \div 3$ % \bar{S}_0 составляет < 1 % от величины \bar{S}_0 на пределе текучести. Зависимость $\sqrt{\Delta P^2}(\dot{\epsilon})$ (рис. 2) позволяет количественно оценить эффект усиления процессов коллективизации в дислокационной системе с ростом $\dot{\epsilon}$. Согласно (5), под действием изменения $\dot{\epsilon}_p$ можно ожидать увеличения $\sqrt{\Delta P^2}$ как $\dot{\epsilon}_p^{1/2}$. В действительности $\sqrt{\Delta P^2} \approx \text{const} \dot{\epsilon}$, что говорит о росте \bar{S}_0 как $\sim \dot{\epsilon}_p^{1/2}$ (при условии, что другие параметры, учитываемые в (5), остаются неизменными).

Таким образом, анализ спектральных и статистических характеристик обнаруженного электрического шума, сопровождающего пластическое течение ионных кристаллов, позволяет *in situ* извлекать информацию о характере движения дислокаций, масштабе коллективных эффектов и величине одновременно заметаемой в одном событии площади.

Л и т е р а т у р а

- [1] Головин Ю. И., Дьячек Т. П., Усков В. И., Шибков А. А. ФТТ, 1985, т. 27, № 2, с. 555—557.
- [2] Головин Ю. И., Шибков А. А. Кристаллография, 1987, т. 32, № 5, с. 1206—1210.
- [3] Головин Ю. И., Шибков А. А. Кристаллография, 1987, т. 32, № 2, с. 413—416.
- [4] Головин Ю. И., Шибков А. А. ФТТ, 1986, т. 28, № 11, с. 3492—3499.
- [5] Куличенко А. Н., Смирнов В. И. ФТТ, 1984, т. 26, № 11, с. 3294—3299.
- [6] Сергеев В. П., Масленников С. А., Зуев Л. В. ФТТ, 1985, т. 27, № 7, с. 2125—2128.
- [7] Цаль Н. А., Спитковский И. М., Струк Я. А. ФТТ, 1982, т. 24, № 7, с. 2166—2169.
- [8] Цаль Н. А., Спитковский И. М., Струк Я. А. ФТТ, 1983, т. 25, № 7, с. 2038—2041.
- [9] Головин Ю. И., Дьячек Т. П., Долгова В. М. ФТТ, 1986, т. 28, № 8, с. 2502—2505.
- [10] James D. R., Carpenter S. N. J. Appl. Phys., 1971, vol. 42, N 12, p. 4685—4697.
- [11] Букингем М. Шумы в электронных приборах и системах. М.: Мир, 1986. 399 с.
- [12] Колачевский Н. Н. Флуктуационные явления в ферромагнитных материалах. М.: Наука, 1985. 184 с.
- [13] Bertotti G., Ferro A., Fiorillo F., Mazzetti P. In: Dislocations in Solids / Ed. F. R. N. Nabarro. Elsevier Science Publishers, 1986, vol. 6, p. 2—42.
- [14] Argon A. S., Padaver G. E. Phil. Mag., 1972, vol. 25, N 5, p. 1073—1094.
- [15] Парийский В. Б., Лубенец С. В., Старцев В. И. ФТТ, 1966, т. 8, № 4, p. 1227—1238.