

# Особенности подвижности краевых и винтовых дислокаций в $\gamma$ -облученных кристаллах LiF

© Р.П. Житару, Т.С. Дурум

Институт прикладной физики Академии наук Молдавии,  
2028 Кишинев, Молдова

E-mail: mechprop@phys.asm.md

(Поступила в Редакцию 27 марта 2003 г.

В окончательной редакции 5 июня 2003 г.)

На  $\gamma$ -облученных кристаллах LiF исследованы пробеги ансамблей краевых и винтовых дислокаций в поле напряжений сосредоточенной нагрузки. Установлено существенное влияние дозы облучения и температуры на относительную подвижность краевых и винтовых компонент дислокаций. Полученные результаты обсуждаются с учетом дополнительного торможения винтовых дислокаций дислокационными дробисами, возникающими при двойном поперечном скольжении.

Ранее в [1,2] было установлено, что тип примеси и ее состояние в кристаллах NaCl, легированных двухвалентными катионными примесями, существенно влияют на относительную подвижность краевых и винтовых дислокаций, а также на параметры двойного поперечного скольжения (ДПС). Полученные результаты объяснены с учетом дополнительного торможения винтовых дислокаций дислокационными „добрисами“, которые образуются в процессе ДПС. Однако в литературе существует мнение, что относительная подвижность дислокаций, возникающих при индентировании ионных кристаллов, зависит от их свободной поверхностной энергии [3,4]. В этих работах установлено существование поверхностного потенциального барьера для дислокаций винтового типа и показано, что соответствующий потенциальный барьер определяется величиной поверхностной энергии и может быть понижен под влиянием адсорбции.

Таким образом, высказаны две точки зрения: подвижность дислокаций в поле напряжений сосредоточенной нагрузки определяется объемными свойствами кристалла [1,2]; характеристики дислокационных розеток зависят от величины свободной поверхностной энергии [3,4].

В настоящей работе поставлена цель изучить влияние на подвижность дислокаций в поле напряжений индентора не поверхностной, а внутренней энергии кристаллов, связанной с их дефектной структурой. Известно, что точечные дефекты и их комплексы влияют на параметры двойного поперечного скольжения дислокаций [5,6]. Поэтому можно ожидать, что их введение в кристаллы приводит к изменению торможения подвижных дислокаций дробисами (ТД), представляющими собой дислокационные диполи и другие дефекты и возникающими при двойном поперечном скольжении винтовых дислокаций [5,7]. Это торможение может быть довольно значительным [8,9], однако оно недостаточно изучено и не всегда учитывается. Дислокационные розетки, возникающие на грани (001) щелочно-галогидных кристаллов около отпечатков индентора, состоят из лучей, сформированных ансамблями краевых и винтовых дислокационных полупетель [10], следовательно, их длина должна меняться

по-разному при изменении ТД (тормозятся в основном винтовые участки дислокационных полупетель).

С учетом этого конкретной задачей работы являлось изучение влияния устойчивых радиационных дефектов на подвижность и относительную подвижность дислокаций в краевых и винтовых лучах дислокационных розеток, возникающих в поле напряжений индентора на монокристаллах LiF. Выбор объекта связан с тем, что поверхностная энергия монокристаллов LiF слабо сказывается на длине лучей дислокационных розеток [3,4].

## 1. Методика эксперимента

Монокристаллы LiF, выращенные в ЛОМО (Санкт-Петербург), облучались  $\gamma$ -излучением источника  $\text{Co}^{60}$ . Дозы облучения ( $D$ ) варьировались в пределах  $5 \cdot 10^4 - 5 \cdot 10^6$  Gy. После облучения образцы выдерживались при комнатной температуре (хранились в темноте) в течение  $\sim 30$  лет, т.е. исследовались монокристаллы, содержащие устойчивые радиационные дефекты и их комплексы [11]. Последнее вытекает из работы [12], в которой установлено, что в результате выдержки  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF при комнатной температуре (хранение в темноте) происходит разрушение неустойчивых и образование устойчивых радиационных дефектов. Наличие в образцах LiF, исследованных в настоящей работе, устойчивых радиационных дефектов подтверждают спектры поглощения, снятые с помощью спектрофотометра в диапазоне длин волн 390–1000 nm.

Плоскость скола (001) исследуемых кристаллов деформировалась при помощи микротвердомера ПМТ-3, нагрузка ( $P$ ) на алмазный индентор равнялась 10–50 g. Температура деформирования изменялась в диапазоне 77–573 K. Дислокационные розетки, возникающие вокруг отпечатков индентора и состоящие из лучей краевых и винтовых дислокационных полупетель, выявлялись методом химического избирательного травления в 10% водном растворе  $\text{FeCl}_3$ .

За меру подвижности дислокаций в поле напряжений индентора принималась длина пробега дислокацион-

ных анамблей в краевых  $\{110\}_{90}$  и винтовых  $\{110\}_{45}$  плоскостях скольжения ( $l_e$  и  $l_s$  соответственно). Для сравнения подвижностей краевых и винтовых дислокационных ансамблей был выбран параметр  $\xi = l_e/l_s$ . Ошибка измерений  $l_e$  и  $l_s$  составляла 10%.

## 2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 1 показаны дислокационные розетки возле отпечатков индентора на плоскости (001) при двух температурах для исходных и облученных монокристаллов LiF. Видно, что как облучение, так и понижение температуры индентирования приводят к изменению структуры этих розеток, в частности, длины их дислокационных лучей.

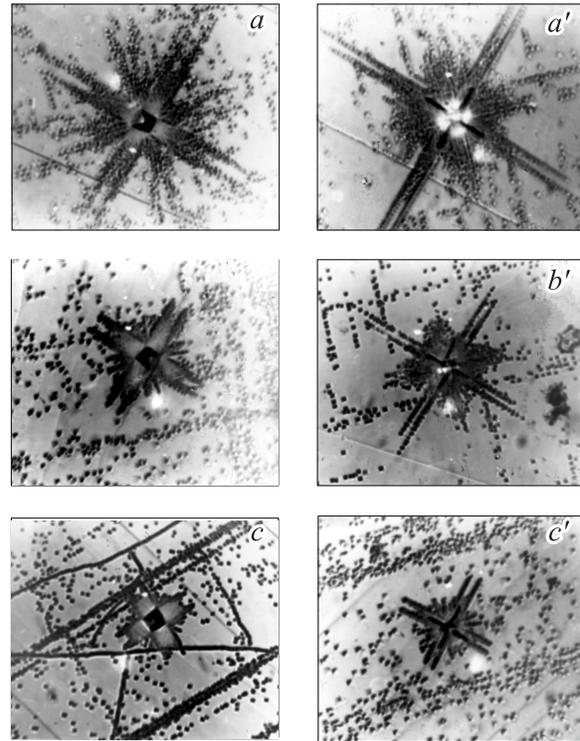
Количественные данные о влиянии  $\gamma$ -облучения на длину указанных лучей для краевых и винтовых компонент при 293 К и разных нагрузках представлены в табл. 1 в виде отношения этих длин до ( $l_0$ ) и после ( $l_{ir}$ ) облучения. Видно, что  $\gamma$ -облучение при всех исследованных нагрузках и дозах приводит к уменьшению длины лучей обоих типов, причем этот эффект для винтовых компонент больше, чем для краевых (при всех  $P$  цифры вторых колонок в табл. 1 больше, чем первых).

Некоторые результаты измерения относительной подвижности краевых и винтовых дислокаций в  $\gamma$ -облученных образцах LiF приведены на рис. 2. Видно, что при 293 К (кривые 1–3) после введения радиационных дефектов параметр  $\xi$ , характеризующий относительное изменение длины краевых и винтовых лучей дислокационных розеток, увеличивается. Этот эффект обнаруживается уже при самой малой дозе облучения ( $D = 5 \cdot 10^4$  Gy) и имеет место при всех исследованных нагрузках, несколько уменьшаясь с ростом  $P$ . При дальнейшем увеличении  $D$  параметр  $\xi$  меняется мало и незакономерно. В случае индентирования при 77 К параметр  $\xi$  после облучения, напротив, не возрастает, а уменьшается (кривая 4 на рис. 2).

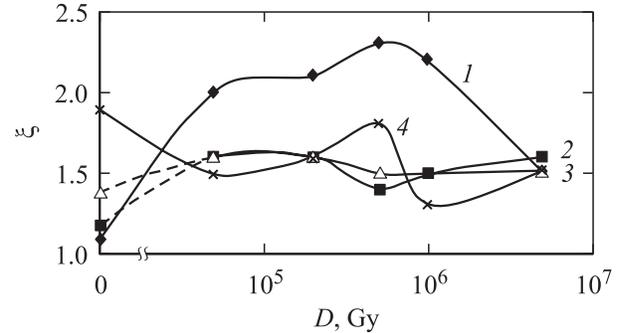
Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о том, что эффект естественного укорочения длин лучей дислокационных розеток (в условиях  $P = \text{const}$ ) в облученных кристаллах LiF при 293 К оказывается более значительным для винтовых компонент

**Таблица 1.** Эффект уменьшения длины лучей дислокационных розеток ( $l_0/l_{ir}$ ) при  $\gamma$ -облучении монокристаллов LiF;  $T = 293$  К

$D, \text{Gy}$	$P = 10 \text{ g}$		$P = 30 \text{ g}$		$P = 50 \text{ g}$	
	краевые	винтовые	краевые	винтовые	краевые	винтовые
$5 \cdot 10^4$	1.6	2.2	1.9	2.5	2.3	2.5
$2 \cdot 10^5$	2.2	4.0	2.3	3.1	—	—
$5 \cdot 10^5$	2.6	5.3	3.6	4.2	6.0	6.3
$10^6$	3.0	5.7	3.7	4.7	4.0	4.2
$5 \cdot 10^6$	3.0	4.0	4.1	5.3	4.0	5.0



**Рис. 1.** Вид дислокационных розеток на плоскости (001) монокристаллов LiF ( $200\times$ )  $T, \text{K}$ :  $a, b, c - 293$ ;  $a', b', c' - 77$ .  $a$  и  $a'$  — необлученные образцы;  $b, b'$  и  $c, c'$  —  $\gamma$ -облученные образцы LiF.  $D, \text{Gy}$ :  $b, b' - 5 \cdot 10^4$ ,  $c, c' - 5 \cdot 10^5$ ,  $P = 50 \text{ g}$ .



**Рис. 2.** Зависимость относительной подвижности ( $\xi$ ) краевых и винтовых дислокаций в кристаллах LiF от дозы облучения при 293 ( $1-3$ ) и 77 К ( $4$ ).  $P, \text{g}$ :  $1 - 10$ ,  $2 - 30$  и  $3, 4 - 50$ . Размеры отпечатков микротвердости в случае ( $1$ ) и ( $4$ ) одинаковы.

дислокаций, чем для краевых. Иначе говоря, введение радиационных дефектов приводит к увеличению  $\xi$ , т.е. усиливает торможение винтовых полупетель в большей степени, чем краевых. Связано это обстоятельство, скорее всего, с тем, что радиационные дефекты интенсифицируют двойное поперечное скольжение винтовых дислокаций, которое приводит к образованию дислокационных ступенек и диполей, создающих дополнительное торможение самих дислокаций [5,6].

Влияние свободной поверхностной энергии на пробег лидирующих дислокаций в поле напряжений индентора в винтовых и краевых лучах дислокационной розетки вряд ли является ощутимым для исследованных в данной работе  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF, что согласуется с заключением работ [7,13].

Предложенное выше объяснение роли торможения дебрисами в подвижности винтовых дислокаций и сам эффект увеличения  $\xi$  на облученных образцах LiF хорошо согласуется с данными изменения длины краевых и винтовых дислокационных лучей под влиянием  $\gamma$ -облучения (табл. 1). Из табл. 1 видно, что эффект уменьшения длины лучей при введении радиационных дефектов значительно больше для винтовых полупетель, чем для краевых. Он четко проявляется при всех исследованных нагрузках и дозах облучения. При каждой нагрузке и дозе облучения винтовые дислокации по сравнению с краевыми оказываются чувствительнее к введению радиационных дефектов — их сокращение больше, чем краевых. Таким образом, результаты, приведенные в табл. 1, свидетельствуют о том, что с введением радиационных дефектов торможение винтовых дислокаций значительно больше краевых. Эффект имеет место при всех  $P$ , но особенно ярко проявляется при  $P = 10$  г (рис. 2).

Состояние точечных дефектов и эффективные напряжения влияют на параметры ДПС. В зависимости от величины внешнего воздействия  $P$  в области под индентором формируется различное напряженное состояние [14]. Поэтому в поле одних и тех же дефектов, но при разных эффективных напряжениях поведение дислокаций, возникающих при индентировании, будет различным, что соответственно скажется на относительной подвижности краевых и винтовых компонент дислокаций, т.е. на величине  $\xi$ . Из рис. 2 видно, что при 293 К для облученных и необлученных кристаллов LiF величина  $\xi$  при 50 г ( $\xi_{50}$ ) отличается от величины  $\xi$  при 10 г ( $\xi_{10}$ ). Введение радиационных дефектов приводит к изменению знака этого различия:  $\xi_{10} < \xi_{50}$  — для необлученных кристаллов и, наоборот,  $\xi_{10} > \xi_{50}$  — для  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF. Выявленный эффект, по-видимому, связан с интенсификацией ДПС в облученных образцах LiF в отличие от необлученных. Однако тот факт, что  $\xi_{10} \neq \xi_{50}$  для одного и того же типа образцов LiF определяется, скорее всего, различием напряженного состояния при 10 и 50 г. При  $P = 50$  г эффективные напряжения под индентором на необлученных и  $\gamma$ -облученных кристаллах LiF являются более значительными, чем при  $P = 10$  г [15].

В то же время состояние радиационных дефектов в поле напряжений индентора также может меняться; соответственно изменяется характер ДПС и его влияние на подвижность дислокаций, особенно винтовых. Эти процессы протекают по-разному в зависимости от внешних напряжений, т.е. в зависимости от величины нагрузки на индентор. Следовательно, создаются различные условия поведения дислокаций при 50 и 10 г. Это, возможно, и является одной из причин того, что

**Таблица 2.** Относительная подвижность краевых и винтовых дислокаций ( $l_e/l_s = \xi$ ) в поле напряжений индентора;  $P = 10$  г

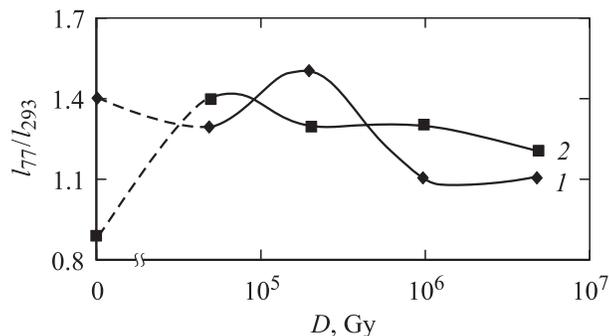
$D, \text{Gy}$	$T = 293 \text{ K}$	$T = 373 \text{ K}$	$T = 423 \text{ K}$	$T = 473 \text{ K}^*$
0	1.1	0.9	0.8	
$5 \cdot 10^4$	2.0	1.1	0.8	0.8
$2 \cdot 10^5$	2.1	1.3	1.3	0.7
$5 \cdot 10^5$	2.3	1.4	1.5	1.2
$10^6$	2.2	1.2	1.9	1.3
$5 \cdot 10^6$	1.5	1.3	1.6	1.0

\* При  $T > 473 \text{ K}$  измерения длины лучей не приведены; лучи четко не сформированы из-за большой подвижности дислокаций.

на облученных образцах LiF  $\xi_{50}$  становится меньше  $\xi_{10}$ . Полученные данные позволяют также заключить, что радиационные дефекты в большей степени определяют поведение винтовых дислокаций, а деформационные напряжения в поле радиационных дефектов, наоборот, значительно сказываются на подвижности краевых дислокаций. Первый эффект четко проявляется при 10 г, второй — при 50 г.

Опыты, проведенные в широком интервале температур 293–573 К и при 77 К, показали, что ряд выявленных эффектов наблюдается при индентировании  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF не только при комнатной, но и при других температурах. Из табл. 2 видно, что для  $T \geq 293 \text{ K}$  относительная подвижность дислокаций выше на  $\gamma$ -облученных образцах LiF, т.е. на образцах, содержащих радиационные дефекты,  $\xi_{ir} > \xi_0$ . Эффект наиболее ярко выражен при 293 К, а с повышением температуры он уменьшается, т.е. параметр  $\xi$  при  $T > 293 \text{ K}$  меньше значений  $\xi$  при  $T = 293 \text{ K}$ . В табл. 2 приведены данные для  $P = 10$  г. Однако отмеченное явление еще более четко выражено для  $P = 50$  г, но из-за большой распространенности лучей измерения выполнены в более узком интервале температур. Из табл. 2 также видно, что четкой зависимости  $\xi$  от дозы облучения не наблюдается. Однако следует отметить, что для  $T > 293 \text{ K}$   $\xi$  при максимальной дозе облучения ( $5 \cdot 10^8 \text{ Gy}$ ) больше, чем при минимальной ( $5 \cdot 10^5 \text{ Gy}$ ), тогда как при  $T = 293 \text{ K}$  наблюдается противоположный эффект. Этот факт свидетельствует о том, что влияние дозы облучения на изменение  $\xi$  зависит от температуры.

Наблюдаемые при  $T > 293 \text{ K}$  эффекты также хорошо согласуются с учетом дополнительного торможения винтовых дислокаций дефектами, образующимися при поперечном скольжении. Известно, что повышение температуры приводит к диспергированию комплексов, агрегатов точечных дефектов. Следовательно, при  $T > 293 \text{ K}$  радиационных дефектов в  $\gamma$ -облученных LiF становится больше, но их преодолению движущимися дислокациями способствуют термические напряжения: чем выше  $T$ , тем существеннее термоактивация, тем длиннее пробег дислокаций в основной плоскости скольжения. А увеличенное количество центров торможения за счет рассеяния радиационных комплексов приводит также к уве-



**Рис. 3.** Относительное изменение длины краевых (1) и винтовых (2) дислокационных лучей при понижении температуры от 293 до 77 К.  $P = 10$  г.

лично числа актов ДПС. При высоких температурах сдвиговые напряжения в основной плоскости скольжения и в поперечных плоскостях отличаются мало. Это приводит к тому, что в результате ДПС происходит интенсивное размножение дислокаций, винтовые дислокации при этом испытывают слабое ТД,  $l_s$  удлиняется, а  $\xi = l_e/l_s$  уменьшается (табл. 2), причем чем выше температура, тем меньше торможение винтовых дислокаций дебрисами, так как при высоких  $T$  сами дебрисы (дислокационные диполи) становятся источниками размножения дислокаций. Этот процесс сказывается на структуре дислокационной розетки, возникающей вокруг отпечатка индентора. Винтовые лучи существенно расширяются и распространяются далеко от места индентирования (укола), что коррелирует с уменьшением торможения винтовых дислокаций дебрисами. В области температур  $T \geq 573$  К такое торможение практически отсутствует.

Интересными являются изменения  $\xi$  при низкой температуре (77 К): с введением радиационных дефектов  $\xi$  не увеличивается как для  $T > 293$  К, а, наоборот, уменьшается и при этом слабо зависит от дозы облучения (рис. 2). Видно также, что понижение температуры от 293 до 77 К по-разному влияет на относительную подвижность краевых и винтовых дислокаций для необлученных и  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF: параметр  $\xi$  увеличивается для первых образцов и уменьшается для вторых. При этом  $\xi_{77} > \xi_{293}$  для необлученных образцов и, наоборот,  $\xi_{77} < \xi_{293}$  для облученных (на рис. 2 кривая 4 расположена ниже кривой 1).

Известно, что понижение температуры от 293 до 77 К для ряда щелочно-галогидных кристаллов приводит к аномальной подвижности дислокаций в поле напряжений сосредоточенной нагрузки [14–17]. Особенно чувствительными к понижению температуры являются дислокационные полупетли краевых лучей дислокационных розеток. В частности, на необлученных кристаллах LiF, исследованных в данной работе (рис. 3) и в работах [16,17], краевые лучи удлиняются при понижении температуры от 293 до 77 К, а длина винтовых лучей практически не изменяется.

При введении радиационных дефектов эффект удлинения лучей при 77 К также имеет место, но при этом удлиняются не только краевые, но и винтовые лучи (рис. 3), причем эффект удлинения  $l_e$  и  $l_s$  за счет понижения температуры приблизительно одинаков. Это означает, что при 77 К присутствие радиационных дефектов слабо изменяет подвижность краевых полупетель и увеличивает подвижность винтовых. Последнее, по-видимому, определяется уменьшением дополнительного торможения винтовых дислокаций дебрисами. Подвижность краевых полупетель проявляет некоторую чувствительность к наличию радиационных дефектов, но определяющим для нее является понижение температуры. Только при очень больших дозах облучения ( $D \geq 10^6$  Gy) наблюдается уменьшение эффекта удлинения  $l_e$ ; зависимость  $l_s$  от дозы облучения выражена слабо.

Таким образом, можно отметить различную чувствительность при 77 К краевых и винтовых компонент дислокаций к наличию стабильных радиационных дефектов, введенных при  $\gamma$ -облучении кристаллов LiF. Ярко выраженный эффект удлинения  $l_s$  и слабое изменение  $l_e$  при понижении температуры от 293 до 77 К является причиной уменьшения параметра  $\xi$  для  $\gamma$ -облученных кристаллов LiF по сравнению с необлученными и приводит к тому, что при 77 К  $\xi_{ir} < \xi_0$  (кривая 4 на рис. 2).

Очевидно, что важную роль в наблюдаемых при 77 К эффектах играет интенсивность поперечного скольжения винтовых дислокаций [18]. При понижении температуры процесс поперечного скольжения тормозится, причем это торможение является более существенным на облученных образцах, где вероятность поперечного скольжения выше. Следовательно, и торможение винтовых дислокаций дебрисами при низких температурах будет меньше. Зависимость подвижности краевых полупетель в меньшей степени определяется двойным поперечным скольжением. В результате это приводит к тому, что параметр  $\xi = l_e/l_s$  при понижении температуры от 293 до 77 К должен уменьшиться в большей степени для  $\gamma$ -облученных образцов, чем для исходных, что и наблюдается на опыте.

Итак, в настоящей работе показано, что введение радиационных дефектов в матрицу кристаллов LiF существенно влияет на относительную подвижность винтовых и краевых дислокаций. Результаты радиационного изменения параметра  $\xi$ , полученные в широком интервале температур (77–473 К), объясняются изменением характера ДПС и возникающего при этом дополнительного торможения винтовых дислокаций дислокационными дебрисами. Полученные результаты позволяют заключить, что параметр  $\xi$  дает возможность оценивать роль вторичных дефектов, возникающих при поперечном скольжении винтовых дислокаций, в деформационном упрочнении кристаллов. При этом по изменениям параметра  $\xi$  в зависимости от внешних и внутренних факторов можно судить о характере двойного поперечного скольжения.

## Список литературы

- [1] Ю.С. Боярская, Р.П. Житару, М.А. Линте. Кристаллография **41**, 4, 737 (1996).
- [2] Р.П. Житару, Н.А. Палистрант. ФТТ **41**, 6, 1041 (1999).
- [3] Е.Д. Шукин, В.И. Савенко, Л.А. Кочанова. ДАН СССР **200**, 2, 406 (1971).
- [4] В.И. Савенко, Л.А. Кочанова, Е.Д. Шукин. Кристаллография **17**, 3, 995 (1972).
- [5] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 235 с.
- [6] Р.П. Житару, О.В. Клявин, Б.И. Смирнов, А.В. Степанов. Физические процессы пластической деформации при низких температурах. Наук. думка, Киев (1974). С. 112.
- [7] F. Appel, H. Grube, U. Messerschmidt, B.I. Smirnov. J. Crystal Lattice Defect **7**, 65 (1977).
- [8] J.J. Gilman. J. Appl. Phys. **33**, 9, 2703 (1962).
- [9] W.J. Johnston, J.J. Gilman. J. Appl. Phys. **31**, 632 (1960).
- [10] А.А. Предводителей, В.Н. Рожанский, В.М. Степанова. Кристаллография **7**, 418 (1962).
- [11] Yu.S. Boyarskaya, R.P. Zhitaru. Phys. Stat. Sol. **42**, 29 (1970).
- [12] М.П. Абрамишвили, З.Г. Ахвледиани, Т.Л. Калабегшвили. ФТТ **42**, 10, 1794 (2000).
- [13] F. Appel, U. Messerschmidt. Phys. Stat. Sol. **35**, 2, 1003 (1969).
- [14] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). 291 с.
- [15] Ю.С. Боярская. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость Штиинца, Кишинев (1972). 235 с.
- [16] Ю.С. Боярская, С.С. Шутова, Р.П. Житару, Е.И. Пурич. Деформирование кристаллов при действии сосредоточенной нагрузки. Штиинца, Кишинев (1978). 127 с.
- [17] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, Р.П. Житару. Псевдоподвижность дислокаций в чистых и примесных щелочно-галогенидных кристаллах. Штиинца, Кишинев (1986). 27 с.
- [18] О.В. Клявин. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. Наука, М. (1987). 255 с.