

## ПЛОТНОСТЬ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ LiF, ДЕФОРМИРОВАННЫХ В ВАКУУМЕ

Т. В. Самойлова, Б. И. Смирнов, А. В. Шульдинер

В [1] было установлено, что в деформированных на воздухе при комнатной температуре щелочно-галогенных кристаллах вблизи внешней поверхности образца, параллельной вектору Бюргерса подвижных дислокаций, наблюдается слой с пониженной плотностью краевых компонент дислокаций. Размер этого слоя составляет десятки микрон [2, 3]. В то же время у параллельной поверхности скола деформированного образца плотность краевых компонент дислокаций от расстояния до этой поверхности не зависит [2]. Качественно образование указанного выше слоя с пониженной плотностью дислокаций можно было ожидать [1, 4] исходя из простой модели, рассматривающей движение двух потоков дислокаций разных знаков — от внешней поверхности и по направлению к ней. Однако в работе [3] на кристаллах LiF, деформированных в вакууме, такой слой отсутствовал. Есть основания полагать, что наблюдаемый поверхностный эффект может быть связан с влиянием внешней среды. Поэтому в данной работе было проведено специальное исследование дислокационной структуры кристаллов LiF, деформированных одиночным скольжением в вакууме при комнатной температуре.

В качестве объектов исследования были взяты относительно чистые кристаллы LiF (0.002 вес. % Mg), выращенные методом Киропулоса. Образцы приготавливались выкалыванием их из больших кристаллов и имели размеры  $3.5 \times 4.5 \times 8$  мм соответственно в направлениях [100], [010] и [001]. Далее они деформировались на воздухе или в вакууме  $10^{-3}$  Па [5] путем одиночного скольжения [6] по системе плоскостей (011) с постоянной скоростью  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Дислокационная структура кристаллов выявлялась методом избирательного травления и рассматривалась в оптическом и электронном микроскопах.

Влияние поверхности (100) на плотность краевых компонент дислокаций и поверхности (010) на плотность винтовых компонент изучалось путем сопоставления плотностей дислокационных ямок травления на наружных поверхностях  $N^s$  и на соответствующих поверхностях скола  $N^i$  деформированного образца. В [2] было показано, что процесс раскола образца на воздухе практически не оказывает влияния на плотность краевых ямок  $N_s$ . Аналогичные опыты были проведены и для винтовых ямок травления [7]. На рис. 1 показаны зависимости плотностей винтовых ямок травления  $N_v$  от расстояния  $l$  до наружной поверхности или поверхности скола, полученные путем снятия поверхностного слоя в процессе длительного избирательного травления. Из них следует, что измеренные таким образом значения  $N_v$  в пределах погрешности (10 %) не зависят от расстояния до указанных поверхностей и практически не изменяются в результате раскола деформированного образца. Что касается наблюдавшегося в [8] уменьшения значений  $N_s^i$  и  $N_v^i$  после химической полировки образцов, деформированных на воздухе и в жидком азоте, то оно скорее всего связано с изменением приповерхностной структуры винтовых компонент при полировке [9].

Зависимости плотностей винтовых и краевых ямок травления на поверхности и на сколе в кристаллах LiF от величины сдвига  $\epsilon$  после деформирования в вакууме представлены на рис. 2. Видно, что эти зависимости качественно не отличаются от таковых для образцов, деформированных на воздухе [10], а именно:  $N_s$  и  $N_v$  изменяются пропорционально сдвигу, значения  $N_s$  на поверхности и на сколе совпадают, величина же  $N_v$  на сколе (внутри кристалла) существенно больше, чем на поверхности ( $N_s^i/N_s^s \approx 2$ ). Иначе говоря, изменение воздушной среды на вакуум не приводит к каким-либо качественным изменениям в характере зависимостей  $N_s$  и  $N_v$  от  $\epsilon$ .

Для проверки возможных количественных изменений производилось измерение значений  $N_s$  и  $N_e$  в полосах скольжения на поверхности одного и того же образца, деформированного последовательно на воздухе и в вакууме. Для этого образец сначала деформировался на воздухе на площадке текучести так, чтобы возникшие полосы скольжения занимали менее половины зоны одиночного скольжения. Далее тот же образец (или его часть после откола контрольной полоски шириной около 1 мм) вновь нагружался уже в вакууме для образования новых полос скольжения в этих условиях. Затем образец протравливался и сравнивались значения  $N_s$  и  $N_e$  на поверхности в полосах, возникших на воздухе и в вакууме. В результате оказалось, что изменение среды нагружения не влияет существенно на плотность ямок травления (например, значения  $N_e^a$  на воздухе и в вакууме для одного образца равны соответственно 1.9 и 1.9, а для другого 2.4 и  $2.1 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ ).

Таким образом, полученные результаты показывают, что эффект по-

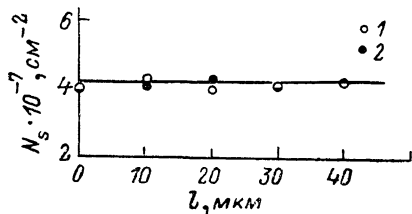


Рис. 1. Плотности винтовых дислокационных ямок травления в деформированных на воздухе кристаллах LiF вблизи внешней поверхности (1) и поверхности скола (2) типа (010).

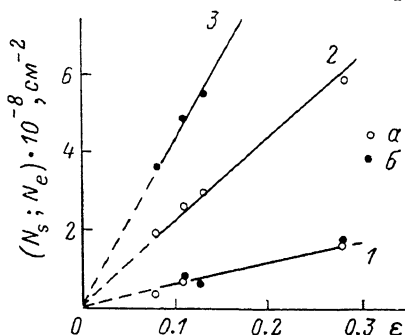


Рис. 2. Изменение плотностей дислокационных ямок травления на внешней поверхности (а) и поверхности скола (б) при деформировании кристаллов LiF в вакууме.

1 — винтовые компоненты; 2, 3 — краевые.

нижения плотности краевых компонент дислокаций деформированного образца на поверхности, параллельной вектору Бюргера подвижных дислокаций, не является следствием воздействия воздушной среды. Нам представляется наиболее естественным следующее его объяснение. Подавляющее большинство краевых компонент дислокаций в деформированных кристаллах является дислокационными диполями, возникающие в результате двойного поперечного скольжения при перемещении винтовых дислокаций. Эти диполи тянутся вслед за винтовыми дислокациями разных знаков, движущимися в противоположных направлениях. Поэтому если выбрать внутри кристалла некоторую плоскость, перпендикулярную краевым компонентам дислокаций, то пересекающие ее диполи плотностью  $\rho_d$  будут образованы винтовыми дислокациями, подходящими к этой плоскости как «слева», так и «справа» от нее. Если же указанная плоскость окажется поверхностью образца, то очевидно, что пересекающие ее диполи могут возникнуть только от винтовых дислокаций, подходящих к ней «изнутри», и в результате плотность диполей на поверхности должна составлять примерно половину  $\rho_d$ . Поскольку для кристаллов LiF  $N_e \approx \rho_d$  [10], на основании описанной схемы следует ожидать соотношения  $N_e^i \approx 2N_e^a$ , что и наблюдается на опыте. Следует еще отметить, что на указанный поверхностный эффект, конечно, может влиять и окружающая среда, однако в настоящей работе мы хотели в первую очередь подчеркнуть его существование вне связи с этим влиянием.

#### Список литературы

- [1] Самойлова Т. В., Смирнов Б. И. // ФТТ. 1976. Т. 18. № 7. С. 2075—2077.
- [2] Самойлова Т. В., Смирнов Б. И. // ФТТ. 1978. Т. 20. № 9. С. 2645—2648.
- [3] Клявин О. В., Чернов Ю. М., Правдина Н. Н., Рыкова И. И. // ФТТ. 1978. Т. 20. № 10. С. 3100—3106.
- [4] Fourie J. T. // Phil. Mag. 1970. V. 27. P. 977—985.

- [5] Закревский В. А., Шульдинер А. В. // Письма в ЖТФ. 1984. Т. 10. № 3. С. 139—142.
- [6] Смирнов Б. И. // ФТТ. 1968. Т. 10. № 9. С. 2689—2696.
- [7] Самойлова Т. В. // Автореф. канд. дис. Л., ФТИ АН СССР, 1979.
- [8] Смирнов Б. И., Ефимов Б. А. // Кристаллография. 1966. Т. 11. № 2. С. 323—324.
- [9] Смирнов Б. И., Борсенко А. В. // ФТТ. 1967. Т. 9. № 6. С. 1755—1760.
- [10] Смирнов Б. И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов / Под ред. Ю. А. Осипьяна. Л., 1981. 235 с.

Физико-технический институт  
им. А. Ф. Иоффе АН СССР  
Ленинград

Поступило в Редакцию  
8 февраля 1990 г.

УДК 537.226.33

© Физика твердого тела, том 32, № 8, 1990  
Solid State Physics, vol. 32, N 8, 1990

## ВКЛАД ПРОСТРАНСТВЕННЫХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ КОМПОЗИЦИОННОГО ПОРЯДКА В РАЗМЫТИЕ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА В КРИСТАЛЛАХ $\text{PbIn}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_3$

А. А. Боков, М. А. Малицкая, И. П. Раевский, В. Ю. Шонов

В ряде работ, опубликованных в последние годы [1-4], экспериментально показано, что в сложных перовскитах и, в частности, в  $\text{PbIn}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_3$  (PIN) степень размытия сегнетоэлектрического (СЭ) фазового перехода зависит от степени упорядоченности  $s$  в размещении различных ионов по одинаковым кристаллографическим положениям (композиционного порядка). Изменение величины  $s$  в этих исследованиях осуществляли следующим образом. Образцы отжигали при температурах, близких к температуре фазового перехода композиционный порядок—беспорядок ( $\sim 1000^\circ\text{C}$ ), имеющегося в этих кристаллах, в течение времени, необходимого для установления путем диффузии равновесного для температуры отжига значения  $s$ . Затем их охлаждали, причем скорость охлаждения была настолько высокой, что величина  $s$  не успевала существенно измениться за время охлаждения и «замораживалась» при температурах, близких к комнатной. Оказалось, что степень размытия СЭ перехода увеличивается при уменьшении  $s$  и он из четкого в упорядоченных образцах (имеющих  $s \approx 1$ ) становится сильно размытым в разупорядоченных (при  $s \approx 0$ ).

Цель настоящей работы — показать, что в реальных кристаллах существенный дополнительный вклад в размытие СЭ перехода могут давать пространственные неоднородности величины  $s$ . На возможность такого вклада, связанного с известным фактом зависимости температуры СЭ перехода  $T_c$  от  $s$ , указывалось в [4].

Изучались кристаллы PIN, выращенные из раствора в расплаве по методике, описанной в [3]. Параметр  $s$  оценивался по величине  $T_c$  (возможность такой оценки, существующая благодаря однозначной связи между  $s$  и  $T_c$ , нередко используется при исследовании сложных перовскитов; см., например, [4, 5]). На температурных зависимостях диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  образцов, не подвергавшихся после выращивания температурной обработке, наблюдались размытые максимумы [3]. Исследование этих кристаллов в поляризационном микроскопе показало, что СЭ переход происходит при разных температурах в разных частях образца (рис. 1). Приповерхностные области кристаллов имеют на 20—30 К более низкую температуру  $T_c$ , чем внутренние, очевидно за счет более низкой степени