

Вместе с тем скорость изменения T_c с ростом концентрации на этих двух участках различна. Снижение температуры T_c составляет $10 \text{ K} \cdot (\text{ат.}\%)^{-1}$, а повышение — $15 \text{ K} \cdot (\text{ат.}\%)^{-1}$.

Полученные нами ранее данные по влиянию на температуру ЭС ФП $\text{Li}_2\text{Ge}_7\text{O}_{15}$ примеси Na [2] и Si [3] дают для снижения температуры T_c соответственно 0.24 и $10 \text{ K} \cdot (\text{ат.}\%)^{-1}$. Из принципа электронейтральности решеток и соотношения ионных радиусов Li, Ge, Na, Si и Ti естественно предполагать, что ионы Na замещают в кристаллической решетке ионы Li, а ионы Si и Ti — ионы Ge. Как видно из вышеизложенного, ионы Ge, по-видимому, играют большую роль в механизме, определяющем возникновение СЭ ФП в $\text{Li}_2\text{Ge}_7\text{O}_{15}$, чем ионы Li. Вместе с тем имеется различие в поведении кристаллов ЛГО с примесями кремния и титана. Если в первом случае во всем исследованном интервале концентраций примеси (до $1.5 \text{ ат.}\%$) наблюдается снижение T_c без насыщения, то во втором случае при некоторой концентрации Ti наблюдается не только насыщение, но и смена «знака», т. е. T_c начинает возрастать с дальнейшим увеличением примеси Ti. Такое поведение, возможно, связано с различием в ионных радиусах Ge, Si и Ti. Так, радиус ионов кремния примерно на 20% меньше радиуса ионов германия, а радиус ионов титана примерно на 20% больше. Подобная ситуация наблюдается в кристаллах BaTiO_3 с примесью Bi [5], где с ростом концентрации висмута структура кристаллов остается тетрагональной, однако происходит немонотонное изменение параметров ячейки.

Список литературы

- [1] Таганцев А. К. // Письма в ЖЭТФ. 1987. Т. 45. № 7. С. 352.
- [2] Волнянский М. Д., Кудзин А. Ю., Швец Т. В. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 12. С. 3715.
- [3] Волнянский М. Д., Кудзин А. Ю. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 5. С. 1520.
- [4] Волнянский М. Д., Кудзин А. Ю. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 1. С. 213.
- [5] Богданов С. В., Кисилева К. В., Рассушин В. А. // Кристаллография. 1965. Т. 10. № 1. С. 74.

Днепропетровский государственный университет
им. 300-летия воссоединения Украины с Россией

Поступило в Редакцию
2 апреля 1990 г.

УДК 539.4.019.3

© Физика твердого тела, том 32, № 10, 1990
Solid State Physics, vol. 32, N 10, 1990

ДЕКОРИРОВАНИЕ ЗАЛЕЧЕННОЙ ТРЕЩИНЫ

В. М. Финкель, Н. В. Дорохова

Восстановлению сплошности материалов, в частности дислокационной структуре залеченной трещины, посвящено значительное число исследований [1–5]. В настоящей работе сделана попытка визуализировать область реанимации с помощью метода декорирования.

Кристаллизация веществ в объеме материала в работе Амелинка [6] использовалась для изучения геометрии дислокационных сеток в кристаллах NaCl. К этому методу примыкает декорирование поверхности — известный метод «росы» [7], усовершенствованный в [8]. В последующие годы интенсивно развивались электронно-микроскопические методы изучения кристаллических поверхностей [9–11].

В качестве объекта исследований был выбран фтористый кальций (CaF_2). Образцы выкалывались из блоков монокристаллов, изготовленных в промышленных условиях. Трещина зарождалась лезвием в плоскости спайности и залечивалась посредством одноосного сжатия. Отжиг дислокационной структуры плоскости реанимации проходил при температуре 600°C в течение 6 ч. Затем образец шлифовался, чтобы расстояние между

поверхностью и плоскостью заlecивания составляло не более 100 мкм, и выдерживался в течение 30 мин при 800 °С во влажной атмосфере [12]. В результате реакции гидролиза происходило образование и выпадение CaO вдоль линий дислокаций [13]. Оптические исследования проводились на микроскопе МИМ-7 в темном поле при увеличении ×240. Для повышения контрастности изображения поверхность образца покрывалась иммерсионной жидкостью. Размеры декорирующих частиц составляли 0.5—6 мкм. В матрице кристалла выпадение CaO происходило вдоль дислокационных линий и субграниц. Сравнение декорированных и протравленных парных сколов показало однозначное соответствие.

По мере продвижения от поверхности в глубину образца концентрация CaO в плоскости фокусировки уменьшается (рис. 1). Однако на трещине

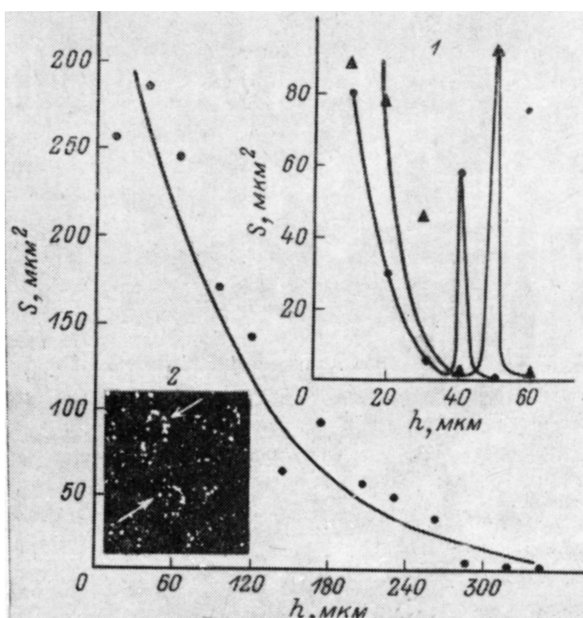


Рис. 1. Распределение частиц CaO по глубине в матрице кристалла.

1 — то же в образцах с залеченной трещиной, 2 — декорирование плоскости реанимации. Стрелками указаны петлеобразные объединения частиц CaO. S — суммарная площадь частиц осадка в плоскости фокусировки, h — расстояние от поверхности кристалла.

она возрастает в 5—100 раз, после чего происходит дальнейшее уменьшение (рис. 1, 1). Контрольные эксперименты позволили исключить предположение о декорировании залеченной трещины адсорбированными на поверхностях разрушения парами воды.

При реанимации в плоскости трещины образуются дислокационные петли [6], вокруг которых в процессе выдержки при высокой температуре происходит формирование примесных атмосфер. Оценим соотношение декорирующих частиц в матрице и в плоскости трещины, воспользовавшись выражением [14]

$$\frac{N}{L} = \frac{\pi \beta^2 C_0}{2k^2 T^2} \ln \frac{R}{r_0}, \quad \beta = \frac{\mu b}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} (\nu_s - \nu_a),$$

N/L — число примесных атомов на единицу длины дислокации; C_0 — концентрация примеси в точках кристалла, удаленных от дислокации; r_0 — радиус ядра дислокации; T — абсолютная температура; R — расстояние между дислокациями противоположного знака; ν_s — объем атома примеси; ν_a — объем атома матрицы; ν — коэффициент Пуассона; μ — модуль сдвига. Обозначим ρ_1 и ρ_2 — линейные плотности дислокаций

в плоскости залечивания и вне ее. Тогда соответствующее отношение концентраций частиц СаО будет

$$\frac{C_1}{C_2} = \frac{\rho_1}{\rho_2} \ln\left(\frac{R_1}{r_0}\right) / \ln\left(\frac{R_2}{r_0}\right).$$

В нашем случае $R_1 \sim 2$ мкм, $R_2 \sim 200$ мкм, $r_0 = 7.6 \cdot 10^{-10}$ м, $\rho_1/\rho_2 \sim 50$. Следовательно, число частиц в плоскости трещины должно быть примерно

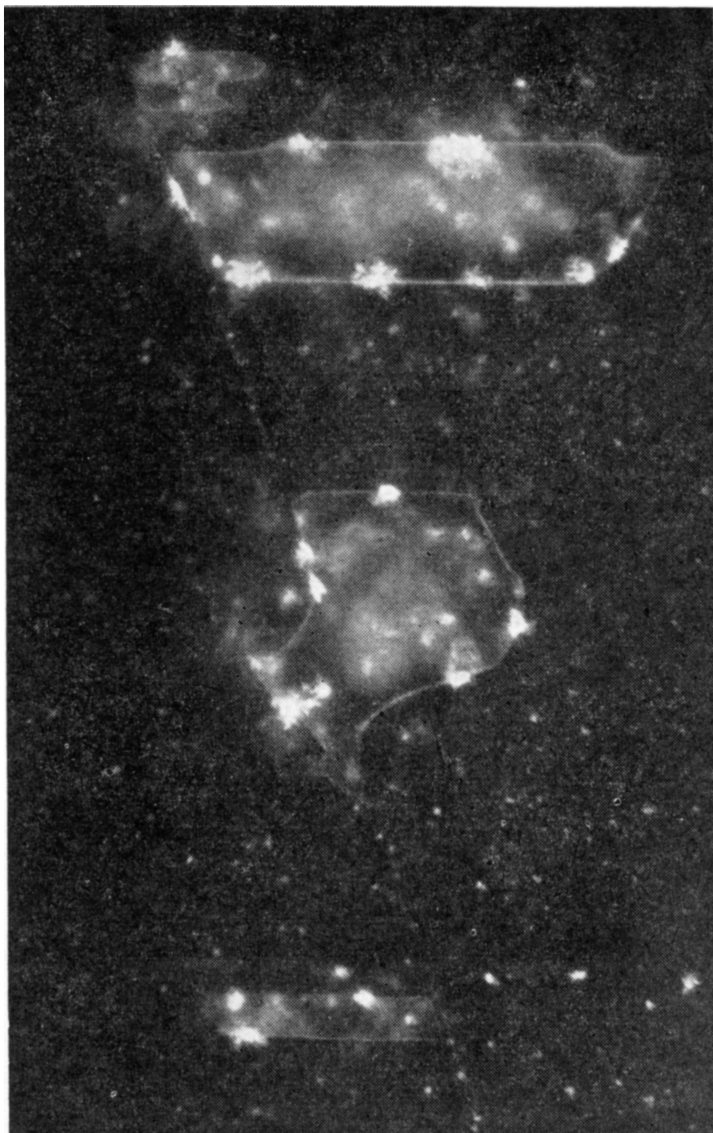


Рис. 2. Поры вдоль субграницы наклона.

в 30 раз больше, чем в матрице. По порядку величины это соответствует наблюдаемым значениям. Таким образом, повышенная концентрация частиц СаО на трещине связана скорее всего с большей плотностью дислокаций.

Декорирование дислокационных сеток в объеме кристалла показало [6], что винтовые и в ряде случаев смешанные дислокации выявлялись в виде распределения точек. Вероятно, поэтому в нашем случае проследить линию дислокационной петли в плоскости залечивания, как правило, не

представлялось возможным. Однако в кристалле, подвергнутом продольному сдвигу при высокой температуре, наблюдались цепочки петель размером порядка 5×10 мкм (рис. 1, 2). Линии, вдоль которых они располагались, соответствовали скорее всего границе сдвига материала.

Ранее нами было показано [15], что в условиях продольного сдвига в результате пересечения трещиной субграницы (СГ) наклона при последующем залечивании вдоль границы остается вскрытый участок — канал. Оптически он мог наблюдаться, лишь если относительное смещение берегов было не менее нескольких десятков или сотен микрон. В кристаллах CaF_2 сдвиг поверхностей разрушения составлял < 0.5 мкм. Углы разориентировки блоков не превышали $40'$. Следовательно, возникающая невязка оптически зарегистрирована быть не могла. Метод декорирования позволил визуализировать плоскость залечивания. Оказалось, что в условиях малых сдвигов канал вдоль СГ наклона распадается на систему изолированных пор, локализованных вблизи ступеней скола (рис. 2). Подтверждением незалечивания вдоль СГ служит и то обстоятельство, что в плоскости трещины границы не видны, хотя в матрице кристалла они хорошо заметны и не прерываются ни ниже трещины, ни над ней. Аналогичная картина наблюдается и в случае винтовых границ.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Шаскольская М. П., Ван Янь-вэнь, Гу Шу-чжао // Кристаллография, 1961. Т. 6. № 4. С. 605—613.
- [2] Слезов В. В. // ФММ. 1964. Т. 16. № 3. С. 785—794.
- [3] Остриков М. С. // ДАН СССР. 1961. Т. 136. № 6. С. 1380—1383.
- [4] Грдина Ю. В., Неверов В. В. // Кристаллография. 1967. Т. 12. № 3. С. 493—498.
- [5] Финкель В. М., Курганская Л. А., Сафронов В. П. // ФТТ. 1985. Т. 27. № 1. С. 189—191.
- [6] Амелинкс С. // Дислокация и механические свойства кристаллов. М., 1960.
- [7] Леммлейн Г. Г. // ДАН СССР. 1947. Т. 58. № 9. С. 1939.
- [8] Финкель В. М., Шарафутдинов Р. Ф., Шипкин М. В. // ФТТ. 1967. Т. 9. № 1. С. 167—170.
- [9] Дистлер Г. И., Лебедева В. Н., Москвин В. В. // ФТТ. 1968. Т. 10. № 11. С. 3489.
- [10] Дистлер Г. И. // Рост кристаллов. Т. II. Ереван, 1975. С. 47.
- [11] Трофимов В. И., Черников В. Н., Лукьянович В. М. // ФТТ. 1969. Т. 11. № 12. С. 3655—3657.
- [12] Пшеничных Ю. П. Выявление тонкой структуры кристаллов. М., 1974. 528 с.
- [13] Лодиз Р., Паркер Р. Рост монокристаллов. М., 1974. 540 с.
- [14] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. М., 1972. 599 с.
- [15] Финкель В. М., Дорохова Н. В. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 6. С. 1894—1896.

Поступило в Редакцию
2 апреля 1990 г.

ВЛИЯНИЕ ОДНООСНОГО ДАВЛЕНИЯ НА ПОЛИДОМЕННУЮ СТРУКТУРУ ПОЛЯРНОЙ ФАЗЫ КРИСТАЛЛА TMA-ZnCl_4 ПО ДАННЫМ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

С. Н. Каллаев, В. В. Гладкий

В [1] сообщалось об обнаружении эффекта подавления сегнетоэлектричества малым одноосным механическим напряжением сжатия в кристаллах $\{\text{N}(\text{CH}_3)_4\}_2\text{ZnCl}_4$ (TMA-ZnCl_4). Этот вывод сделан на основании данных измерения спонтанной поляризации по петлям диэлектрического гистерезиса зависимости поляризации P от электрического поля E , т. е. для