

05.3;08;12

Влияние постростовой дефектной системы на ориентацию плоской межфазной границы в кристаллах PbTiO_3

© Е.А. Дулькин, В.Г. Гавриляченко

Научно-исследовательский институт механики и прикладной математики Ростовского государственного университета

Поступило в Редакцию 30 октября 1996 г.

В окончательной редакции 11 июня 1997 г.

Методами оптической микроскопии и акустической эмиссии исследован фазовый переход в кристаллах PbTiO_3 . Установлено что активность акустической эмиссии зависит от угла между нормалью к межфазной границе и направлением однородного градиента температуры. Показано, что ориентация межфазной границы определяется постростовой дефектной системой кристаллов.

Известно, что в кристаллах PbTiO_3 фазовый переход протекает за счет перемещения одной или нескольких плоских межфазных границ. В пластинчатых кристаллах с размерами $a > b \gg h$ (ось $[001]$ по h) вследствие различной скорости роста вдоль указанных осей в наиболее общем случае при фазовом переходе возникают одновременно разные по ориентации межфазные границы. Поместив пластинчатый кристалл в поле однородного градиента температуры (∇T) и поворачивая его вокруг оси, перпендикулярной к развитым граням, возможно наблюдать последовательное формирование межфазных границ определенных ориентаций [1].

В некоторых кристаллах, имеющих исходную a - c -доменную структуру с преобладанием c -доменов, было замечено следующее. При ориентации изотермической поверхности по (010) в кристаллах формировалась межфазная граница (023) . Когда изотермическая поверхность занимала положение (230) , то вместо межфазной границы с такими же индексами возникала МГ, состоящая из комбинации границ (023) и (320) . При ориентации изотермической поверхности по (320) в кристаллах появлялась межфазная граница с такими же индексами. При дальнейшем развороте кристаллов возникали одиночные клинья, ограниченные участками границ (320) и (230) . После полного разворота

на 90° , когда изотермическая поверхность заняла положение (100), количество клиньев увеличилось и межфазная граница усложнилась. В сегнетофазе наблюдалось возникновение 90 клиновидных двойников, перемещающихся вслед за межфазной границей, а кристаллы становились a -доменными.

Для объяснения наблюдаемых особенностей формирования межфазной границы в [1] было высказано предположение, что в процессе массовой кристаллизации создаются условия, при которых возникает определенная система дефектов, действующая подобно механическому зажатию и препятствующая удлинению кристаллов в направлении наиболее быстрого роста (ось [010] по a), ограничивая тем самым возможные положения межфазной границы. Подобное явление нередко наблюдалось также в девственных кристаллах с исходной a -доменной структурой.

Для экспериментальной проверки данного предположения применен метод акустической эмиссии, высокая чувствительность которого позволила установить влияние постростовой дефектной системы на процесс фазового наклепа в кристаллах PbTiO_3 [2]. Исследовались специально отобраные девственные a -доменные кристаллы PbTiO_3 по методике [3]. Кристалл помещается на отполированный торец кварцевого акустического волновода, введенного снизу в печь, установленную на шасси поляризованного микроскопа. Плоские нагреватели печи расположены симметрично по обе стороны волновода и питаются от двух регулируемых автономных источников тока, что позволяет создавать температурный градиент. Одновременно измеряются активность N акустической эмиссии и наблюдаются межфазные границы кристаллов при фазовом переходе в сегнетофазу в поле градиента температуры $\nabla T = 15 \text{ C/cm}$ со скоростью нагрева и охлаждения $1-2^\circ\text{C/min}$.

Микрофотографии одного из кристаллов при его последовательных поворотах вокруг оси [001] показаны на рис. 1, a , соответствующие им величины N акустической эмиссии представлены на графике рис. 2. При первом термоцикле в кристалле сформировалась межфазная граница (023) и согласованная с ней a - c -доменная структура (рис. 1, a). Но после завершения фазового перехода в кристалле восстановилась исходная a -доменная структура. При дальнейших поворотах кристалла формировалась только межфазная граница (023) (рис. 1, $b-d$) и после каждого фазового перехода восстанавливалась a -доменная структура. Оптические наблюдения показали, что межфазная граница перемещалась плавно, без

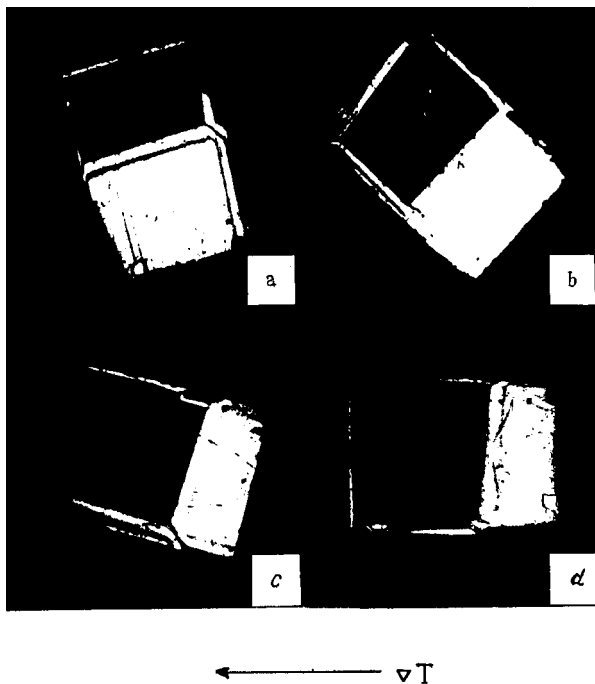


Рис. 1. Микрофотографии межфазной границы (023), сохраняющей ориентацию при развороте a -доменного кристалла RbTiO_3 относительно направления градиента температуры ∇T . (Увеличение $\times 20$).

торможений и скачков, примерно с одинаковой скоростью при всех углах между $[010]$ и ∇T .

Однако зависимость $\dot{N}(\alpha)$ носит экстремальный характер (рис. 2). Как видно, по мере поворота \dot{N} возрастает и достигает максимума при $\alpha = 45^\circ$, что соответствует максимальному углу между межфазной границей и ∇T , затем вновь убывает. Аналогичные зависимости наблюдаются и в остальных квадрантах: \dot{N} максимальна при $\alpha = 135^\circ$, 225° и 315° . Повторный полный оборот подтвердил полученный результат, но при попытке третьего оборота при $\alpha = 45^\circ$ в кристалле возникла трещина, расколовшая межфазную границу, и дальнейшее исследование потеряло смысл.

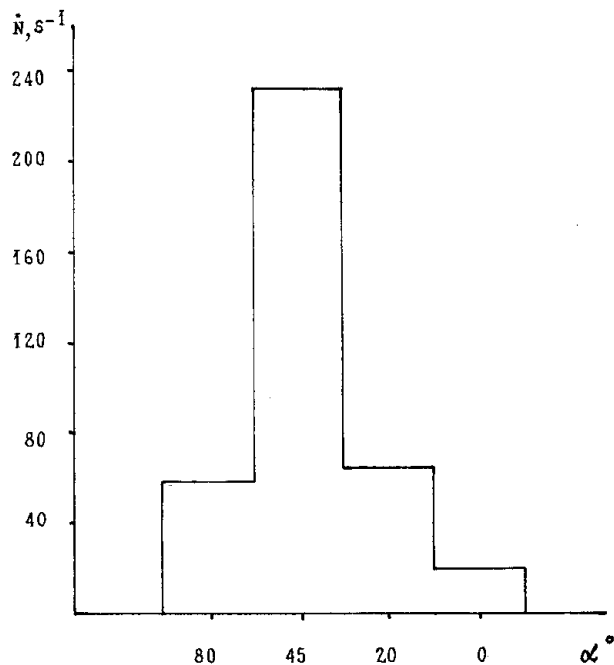


Рис. 2. Зависимость активности \dot{N} акустической эмиссии от угла α между нормалью к межфазной границе и направлением градиента температуры ∇T при последовательных поворотах a -доменного кристалла PbTiO_3 вокруг оси $[001]$.

Наблюдаемое постоянство доменной структуры и положение межфазной границы подтверждает предположение о блокирующем действии типа зажатие кристалла постростовой дефектной системой. Так как в данном случае после завершения фазового перехода в доменной структуре исчезает именно c -компонента, то очевидно, что жто зажатие осуществляется по толщине кристалла. Возрастание \dot{N} при определенных углах поворота отвечает усилению генерации дислокаций [4] в результате релаксации механических напряжений, развивающихся при попытке межфазной границы переориентироваться соответственно ∇T .

Очевидно также, что именно развивающиеся напряжения являются причиной растрескивания кристаллов. Ранние исследования показывают,

что далеко не все кристаллы PbTiO_3 выдерживают длительное термоциклирование и, как правило, растрескиваются [5]. Как показано в настоящей работе, девственные a -доменные кристаллы PbTiO_3 не выдерживают и нескольких термоциклов, что объясняется высокой плотностью их постростовых дефектов.

Список литературы

- [1] Фесенко Е.Г., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. Доменная структура многоосных сегнетоэлектрических кристаллов. Ростов-на-Дону: Изд-во РГУ. 1990. 192 с.
- [2] Гавриляченко В.Г., Дулькин Е.А., Семенчев А.Ф. // ФТТ. 1995. Т. 37. № 4. С. 1229–1231.
- [3] Дулькин Е.А., Гавриляченко В.Г., Семенчев А.Ф. // ФТТ. 1992. № 5. С. 1628–1629.
- [4] Бойко В.С., Гарбер Р.И., Косевич А.М. Обратимая пластичность кристаллов. М.: Наука. 1991. 280 с.
- [5] Дулькин Е.А. // Кристаллография. 1994. Т. 38. № 4. С. 738–740.