

Нечволод М.К., Микита Р.В., Москаль Д.С., Уколов О.І.,
Калимбет А.З.

¹ доктор фізико-математичних наук, професор кафедри фізики, СДПУ

² студент 5 курсу фізико-математичного факультету, СДПУ

³ кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри фізики, СДПУ

⁴ аспірант фізико-математичного факультету, СДПУ

⁵ старший викладач кафедри фізики, СДПУ

e-mail: dsmosk@mail.ru

ВПЛИВ ТЕРМІЧНИХ ЗМІН НА ДИСЛОКАЦІЙНУ СТРУКТУРУ МОНОКРИСТАЛІВ LiF

Встановлено аналітичну залежність щільності дислокацій у монокристалах LiF, як функція часу відпалу, що має експоненціальний вигляд. Попередній відпал зразків LiF приводить до збільшення мінімального числа термоциклів, при якому в кристалах спостерігається генерація нових одиничних дислокацій. Зазначено можливі фізичні механізми явищ, які спостерігаються під час відпалу й наступній термоциклічній обробці.

Ключові слова: *LiF, дислокація, відпал, термоциклічна обробка.*

Вступ

Відомо, що термічні зміни, в тому числі різкі (наприклад термоцикли), можуть значно змінювати дислокаційну структуру монокристалічних матеріалів і відповідно їх фізичні властивості [1-9]. Зокрема авторами даної роботи [1-3], під науковим керівництвом доктора фізико - математичних наук професора Нечволодом М.К., в результаті проведених раніше досліджень, було встановлено, що термоциклічна обробка (ТЦО) призводить до підвищення щільності дислокацій із збільшенням градієнта температури ΔT і експериментально визначена залежність щільності дислокацій від ΔT . Професором Нечволодом М.К. встановлено, що при термоциклах ΔT рівних 50, 100, 150⁰C, значно підвищуються властивості міцності матеріалів, у тому числі опір повзучості в області дії механізму виснаження дислокацій [2,3].

Проте свідчень про зміну дислокаційної структури в результаті термічної дії обмежені. Зокрема, викликає великий інтерес експериментально з'ясувати залежність зміни щільності дислокацій ρ від часу відпалу $t_{\text{відп}}$ кристалічних матеріалів, а також дослідити залежність мінімального числа термоциклів N_{min} при яких з'являються нові дислокації для заданої величини термоцикла ΔT . З'ясування вказаних залежностей і є метою даної роботи.

Основна частина

Дослідження проводилися на монокристалах LiF. Зразки розміром 4x5x7 мм розколювалися по площинах спайності і потім відпалювали при температурі 600°C протягом різного часу відпалу $t_{\text{відп}} = 0, 5$ год; 10 год; 24 год. Швидкість нагрівання і охолодження до і після відпалу не перевищувала 30 град/год. Як дислокаційний травник використовувався слабкий водний розчин FeCl_3 [10], травник Гілмана - Джонстона. Спостереження дислокаційних структур здійснювалися по фігурах травлення за допомогою металографічного мікроскопа МІМ-5, з'єданого з цифровою фотокамерою OLIMPUS-FE140 з подальшим комп'ютерним аналізом фотознімків. Початкова щільність дислокацій $4,5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$. Похибка вимірювання щільності дислокацій не перевищувала 3%.

Подальше термічне циклування зразків, що не відпалювалися і відпалювалися, проводилося при температурному інтервалі циклу $\Delta T = 50^{\circ}\text{C}$. Обратний температурний інтервал виключає найбільш швидке зростання щільності дислокацій в умовах різкого підсилення температури, що для LiF складає менше $100 \div 150^{\circ}\text{C}$ [1], як було показано раніше і опубліковано професором Нечволодом М.К. та співробітниками. При вказаній температурі зразки витримувалися в муфельній печі 5 хвилин з подальшим зануренням в танучий лід. Час витримки при 0°C складало 5 сек. Проміжок часу між закінченням нагріву і початком охолодження складало не більше 3-х секунд. По ямках фігур травлення визначалося мінімальне число циклів N_{min} при якому виникають нові дислокації у вибраному нами температурному режимі термічних циклів ΔT . Температура контролювалася за допомогою двох термопар.

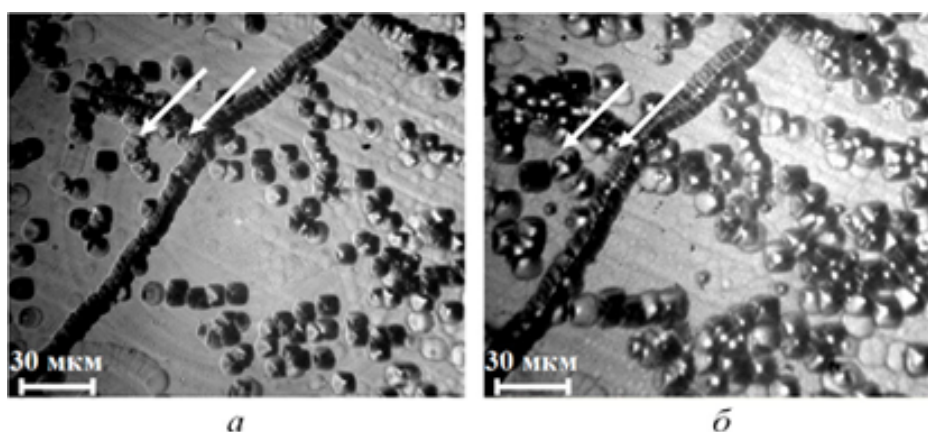


Рис. 1: Дислокаційна структура, отримана на зразку LiF хімічним травленням:

а) до відпалу; б) після відпалу $t_{\text{відп}} = 24$ год, стрілками вказані дислокації, що вийшли в результаті відпалу

Спостереження за динамікою дислокаційної структури в результаті відпалу зразків LiF, у вибраних нами інтервалах часу $t_{\text{відп}}$, показали, що щільність дислокацій ρ після такої дії зменшується. Цей ефект особливо проявляється із збільшенням тривалості відпалу, а нові дислокації не виникли (рис.1).

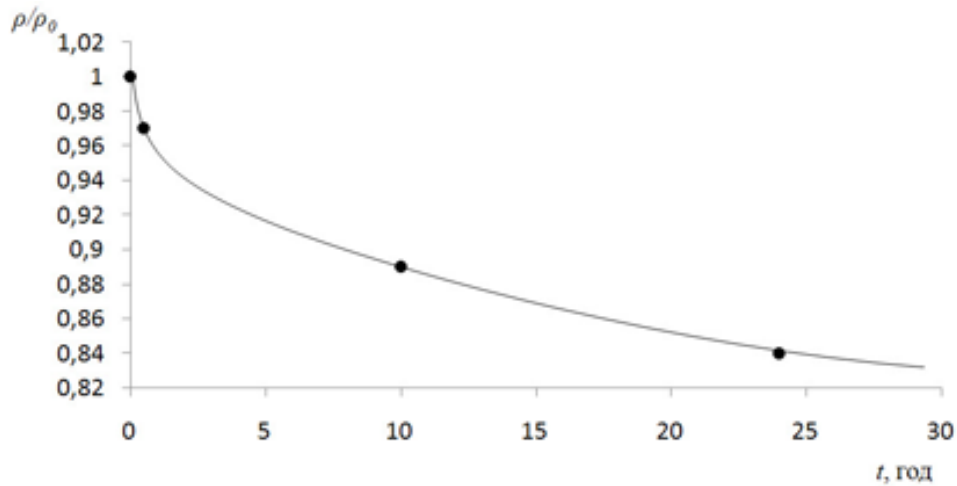


Рис. 2: Залежність відносної щільності дислокацій від часу відпалу зразків LiF.

На рис. 2 представлений графік залежності відносної щільності дислокацій ρ/ρ_0 (де ρ_0 – початкова щільність дислокацій до відпалу) від часу відпалу $t_{\text{відп}}$.

Аналіз отриманої експериментальної залежності дозволяє зробити висновок, який підтверджується комп'ютерним моделюванням, що відносна щільність дислокацій при різних інтервалах часу відпалу зменшується по експоненціальному закону, рівняння (1):

$$\frac{\rho}{\rho_0} = e^{-\alpha t_{\text{відп}}} \quad (1)$$

де α – коефіцієнт очевидно, залежний від початкової структури матеріалу і інших параметрів кристалічної решітки.

Значення цього коефіцієнта, на нашу думку, можна визначити з рівняння (1) шляхом побудови логарифмічної залежності, відповідно до показаної залежності (2):

$$\ln \frac{\rho}{\rho_0} = -\alpha t_{\text{відп}} \quad (2)$$

тут α – тангенс кута φ нахилу прямої в координатах $\ln \rho/\rho_0$, як функція від часу $t_{\text{відп}}$.

З графіка отриманого за експериментальними даними (рис. 3) для монокристалів LiF була встановлена величина коефіцієнта α рівна $0,39 \text{ год}^{-1}$.

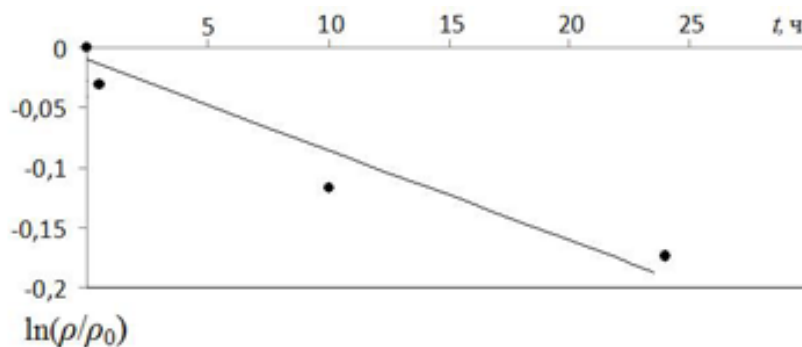


Рис. 3: Залежність логарифма відносної щільності дислокацій від часу відпалу. По тангенсу кута нахилу φ визначається величина коефіцієнта α

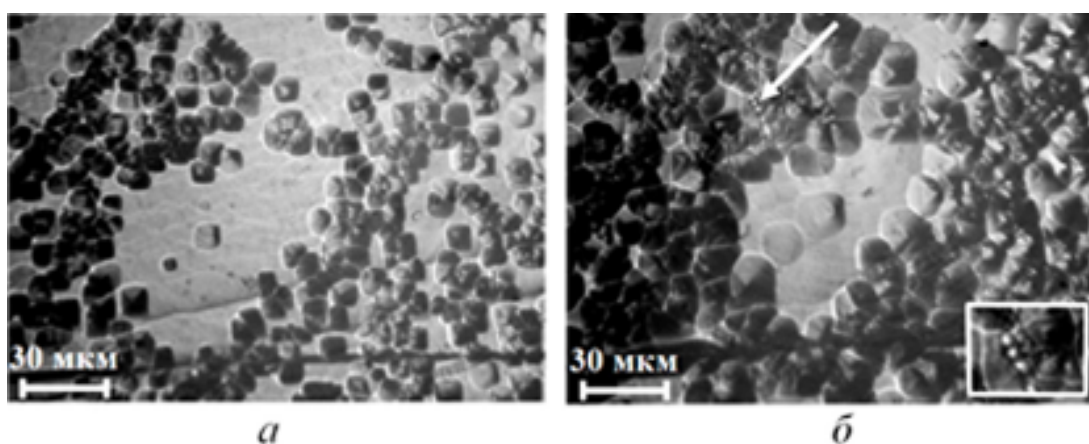


Рис. 4: Дислокаційна структура, отримана на зразку LiF хімічним травленням (стрілкою вказано появу нових дислокацій):

а) без відпалу; б) та ж поверхня після ТЦО ($N_{min} = 4$) у правому нижньому кутку збільшений фрагмент з новими дислокаціями

На рис. 4 представлені результати структурних досліджень не відпалених зразків LiF, підданих термічній дії.

З порівняння початкової структури зразків (рис. 4, а) і структур отриманих після кожного термічного циклу при $\Delta T = 50^{\circ}C$ нами встановлено, що нові дислокації генеруються протягом четвертого термоциклу (рис. 4,б).

Отже в даному випадку $N_{min} = 4$.

В результаті аналізу дислокаційних структур (рис. 5), проведеного після ТЦО для зразків, відпалених протягом $t_{відп} = 0,5$ год; 10 год; 24 год, з'ясовано, що мінімальне число циклів, при яких виникають нові одиничні дислокації, відповідно дорівнює: $N_{min} = 4; 6; 8$.

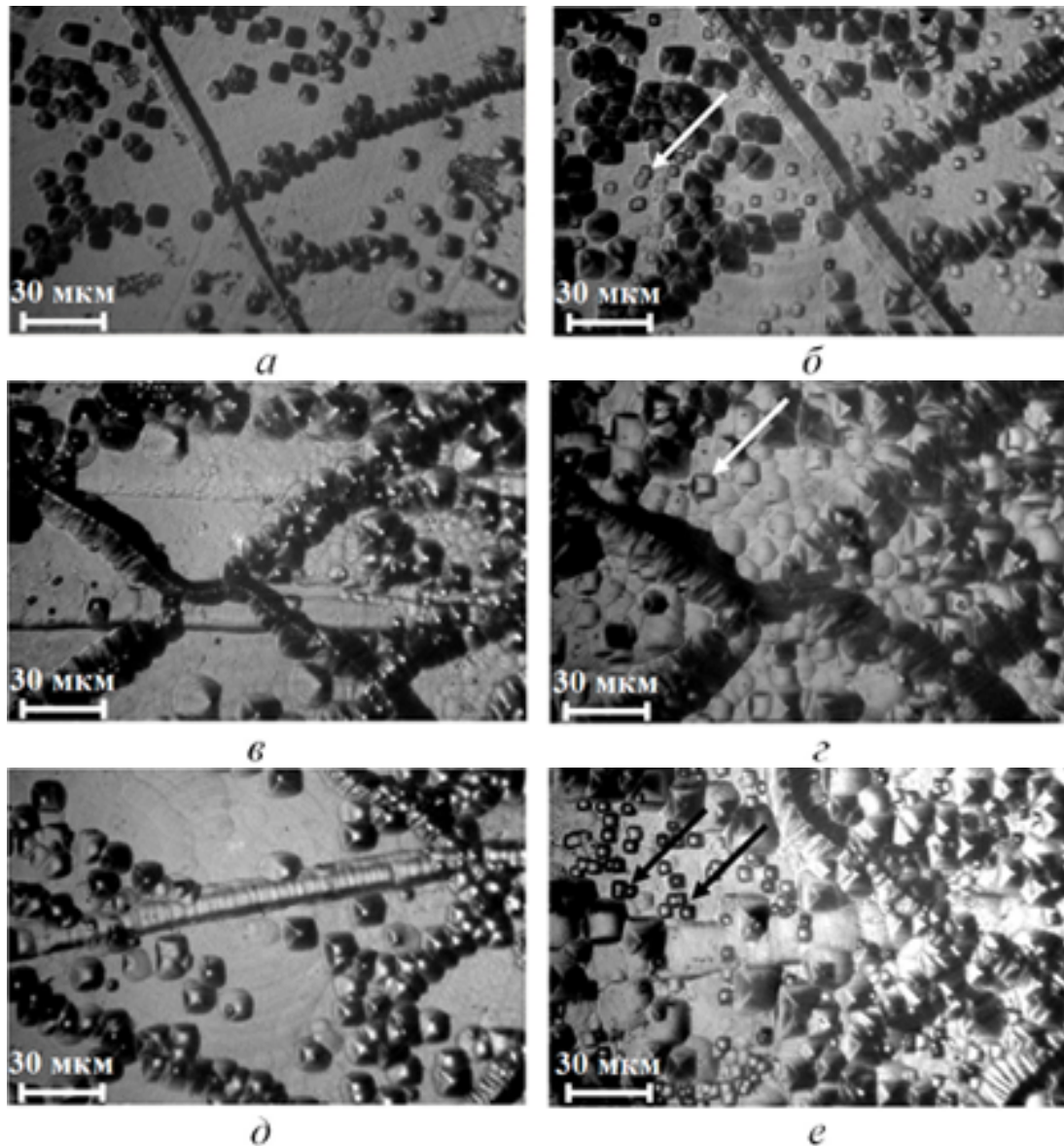


Рис. 5: Дислокаційна структура, отримана на зразку LiF хімічним травленням (стрілками вказана поява нових одиничних дислокацій):

- а) після відпалу протягом 0,5 год;
- б) після відпалу протягом 0,5 год і подальшому ТЦО ($N_{min} = 4$);
- в) після відпалу протягом 10 год;
- г) після відпалу протягом 10 год і подальшому ТЦО ($N_{min} = 6$);
- д) після відпалу протягом 24 год;
- е) після відпалу протягом 24 год і подальшому ТЦО ($N_{min} = 8$).

За отриманими експериментальними даними, нами побудована залежність $N_{min} = f(t_{\text{відп}})$ (рис. 6). Звідси можна зробити висновок, що збільшення часу відпалу приводить до збільшення числа термоциклів N_{min} при яких починають виникати нові дислокації.

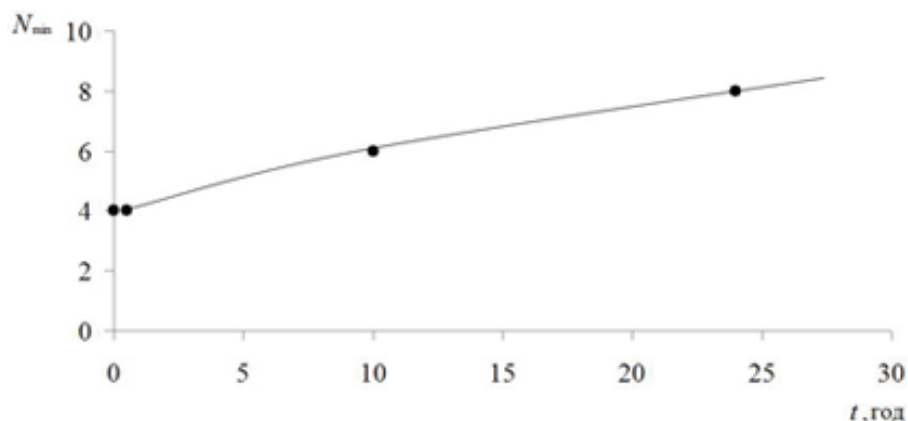


Рис. 6: Мінімальне число термоциклів, при якому з'являються нові одиничні дислокації як функція від часу попереднього відпалу зразків LiF.

На даний час, в результаті опублікованих досліджень професора Нечволода М.К., професора Надточія В.О., професора Тихонова Л.В., японського професора Тошинорі Таіши, кандидата фіз.- мат наук Москаля Д.С. та інших, відомо [1 - 4, 6 - 8, 10 - 13], що фізичні властивості кристалічних матеріалів залежать не лише від щільності дислокацій, але і від характеру їх розподілу в області кристала. Істотну роль грає і те, що дислокації в кристалі взаємодіють з точковими дефектами (наприклад з атомами домішок). Природно, що поведінка ансамблю дислокацій при різних фізичних діях (електричних, механічних, теплових і тому подібне) багато в чому визначається динамічними властивостями окремих дислокацій [6, 7].

Дислокації не є термодинамічно рівноважними дефектами. При високотемпературному відпалі кристала в ньому протікають процеси, з одного боку, призводять до більш рівноважного розподілу дислокацій в кристалі (у тому числі через те, що дислокації є стоками точкових дефектів). З іншого боку, високотемпературний відпал призводить до зменшення щільності дефектів дислокаційного типу, що в основному пов'язане з анігіляцією дислокацій різного знаку і з виходом дислокацій на вільні поверхні кристала.

Існування спектру розподілу дислокацій по енергіях активації [3] багато в чому визначає динаміку структурних змін кристалічної решітки. Дислокації, що мають нижчу стартову енергію активації, включаються в цей процес першими. Збільшення часу відпалу призводить до ініціалізації процесів структурної перебудови, у тому числі і за рахунок зменшення щільності дислокацій з вищою стартовою енергією активації. Очевидно, цими процесами в основному і пояснюється закономірність, яку ми спостерігаємо, зменшення щільності дислокацій при збільшенні часу відпалу.

Наслідком вказаних фізичних механізмів відпалу, мабуть, є і більш ви-

ші властивості міцності відпалених кристалів. Зокрема, в процесі відпалу в першу чергу, очевидно, зменшується щільність легко рухомих дислокацій, які відповідають за зародження і розмноження нових дислокацій при нижчій термічній напрузі в процесі ТЦО. Як свідчать результати наших досліджень кількість термоциклів при якій відбувається поява нових дислокацій максимальна (N_{min}) у зразків з найменшою щільністю дислокацій, отриманою при тривалішому попередньому відпаленні ($t_{\text{відп}} = 24$ год, див. рис. 4 і рис. 5).

Очевидно це можна пояснити і тим, що для активації джерел нових дислокацій в зразках, що заздалегідь відпалюють, потрібна велика енергія термічної дії. Тому щільність нових дислокацій, що з'явилися при N_{min} , більше в зразках підданих тривалішому попередньому відпалу (див. рис. 4 і рис. 5). Зробіт, зокрема Тихонова Л.В. Харькової Г.В., Нечволода М.К., Надточія В.О., Москаля Д.С. та інших, відомо [6, 7], що при ТЦО в кристалах виникають температурні градієнти, що приводять до періодично знакозмінної напруги, амплітуда якої, як правило, максимальна поблизу вільної поверхні кристала. У зразках, що відпалюються, значно менше щільність поверхневих джерел дефектів, у тому числі дислокацій і вакансій. Отже, в зразках, що відпалюють, знижується ефективність роботи так званого «дифузійно-вакансійного насоса» [12,13], модель якого запропонована професором Альохінім Валентином Павловичем, місто Москва.

Висновки

Вказані фізичні механізми і лежать в основі одержаних нами результатів досліджень по впливу термічних змін на дислокаційну структуру кристалічних матеріалів. Можна зробити висновки.

1. У дослідженнях проведених нами на монокристалах LiF встановлена аналітична залежність щільності дислокацій як функція часу відпалу, що має експоненціальний вигляд.

2. Попередній відпал зразків LiF призводить до збільшення мінімального числа термоциклів, при якому в кристалах спостерігається генерація нових одиничних дислокацій.

3. Вказані можливі фізичні механізми явищ, які спостерігаються при відпалі і подальшій термоциклічній обробці.

4. Практична важливість проведених досліджень поведінки дефектів в кристалах при термічних циклах визначається також тим, що в подібних умовах працюють деталі сучасних машин і механізмів, зокрема (лопатки авіаційних газотурбінних двигунів, валки станів гарячої прокатки, штампи і т.п.). Отримані результати необхідно враховувати при розробці технологій виготов-

лення напівпровідникових приладів - основи сучасної електронної техніки.

Література

- [1] Нечволод Н.К., Надточий В.А. Дислокационная структура монокристаллов LiF в условиях резких термических изменений // Укр. физ. журн. – 1969. – Т. 5, № 6. – С. 1046–1049.
- [2] Нечволод Н.К., Белошапка А.Я., Белошапка В.Я., Романуша В.С., Шкуратов Б.Е. Влияние термоциклирования на ступенчатую ползучесть монокристаллов LiF при 300 К в области действия механизма истощения дислокаций // Укр. физ. журн. – 1976. – Т. 21, № 12. – С. 2052–2054.
- [3] Нечволод Н.К. Ползучесть кристаллических тел при низких температурах : Навч. посібник. - К.:Вища шк., 1990. – 180с.
- [4] Буравлева М.Г., Сойфер Л.М. Зарождение дислокаций в примесных монокристаллах LiF // Укр. физ. журн. – 1976. – Т. 21, № 11. – С. 1832–1837.
- [5] Клявин О.В., Никифоров А.В., Николаев В.И., Шпейзман В.В. Пластические свойства и дефектная структура слоистых монокристаллов LiF-LiF: Mg при T=4,2 К// Физика твердого тела.–2007.–Т.49, №2.–С.258-261.
- [6] Тихонов Л.В., Харьковская Г.В. Влияние термоциклической обработки и стационарного отжига на дислокационную структуру германиевого монокристалла // Укр. физ. журн. – 1970. – Т. 15, № 10. – С. 1686–1691.
- [7] Тихонов Л.В., Харьковская Г.В. Динамика дислокационной структуры в условиях нестационарного температурного поля // Укр. физ. журн. – 1977. – Т. 22, № 1. – С. 1–26.
- [8] Gurarie V.N. Thermal shock-induced fracture of ion-implanted LiF crystals // J. Mater. Res. – 1990. – Vol. 5, № 1. – P. 1257–1265
- [9] Taishi Toshinori, Xinming Huang, Tiefeng Wang, Ichiro Yonenaga, Keigo Hoshikawa Behavior of dislocations due to thermal shock in B-doped Si seed in Czochralski Si crystal growth // Journal of Crystal Growth. – 2002. – Vol. 241, Issue 1. – P. 277–282
- [10] Джонстон В., Гилман Дж. Скорость передвижения, плотность дислокаций и пластическая деформация кристаллов фтористого лития // Успехи физических наук. – 1960. – Т. LXX, № 3. – С. 479–512.
- [11] Малик А.К., Неклюдов И.М. Подвижность дислокаций в кристаллах LiF, облученных высокоэнергетическими электронами // Вопросы атомной науки и техники. – 2003. – Т. 83, № 3. – С. 44–46.
- [12] Надточий В.О., Голоденко М.М., Нечволод М.К., Жижарев І.В., Періг О.В. Рух дислокацій у напівпровідниках, спричинений градієнтом напружень // Фізика і хімія твердого тіла. – 2003. – Т. 4, № 1. – С. 76–79.
- [13] Алёхин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоёв материалов: Науч. пособие. – М.: Наука, 1983. – 280с.