

58/80

Julian Deputat

TLUMIENIE DYSLOKACYJNE
W KRYSZTAŁACH NaCl

Prace habilitacyjne

P. 269



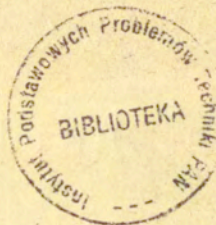
WARSZAWA 1980

ISSN 0208-5658

Praca habilitacyjna

Praca wpłynęła do Redakcji dnia 23 grudnia 1980 r.

Zarejestrowana pod nr 58/1980



57103



Na prawach rękopisu

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

Nakład 170 egz. Ark.wyd. 3,4. Ark.druk. 5.

Oddano do drukarni w styczniu 1980 r.

Nr zamówienia 31/o/81

Warszawska Drukarnia Naukowa, Warszawa,
ul.Śniadeckich 8

1. WPROWADZENIE

1.1. Mechanizmy tłumienia fal ultradźwiękowych

Tłumienie fal ultradźwiękowych w ciałach stałych jest od dawna przedmiotem intensywnych badań. Powodem zainteresowania tym zjawiskiem są zarówno względy poznawcze jak i użytkowe. Badania procesów prowadzących do tłumienia fal ultradźwiękowych dostarczają niedostępnych na innej drodze danych o mechanizmach wymiany energii między fononami akustycznymi i siecią, o własnościach defektów i ich oddziaływaniach, a także pozwalają na ocenę struktury i użytkowych własności materiałów.

Tłumienie wiązek fononów akustycznych przez ich bezpośrednie oddziaływanie z drganiami cieplnymi sieci zachodzi we wszystkich ośrodkach. Tłumienie związane z oddziaływaniem dyslokacji z fononami cieplnymi występuje tylko w ośrodkach krystalicznych zawierających ruchliwe dyslokacje. Wartość strat energii spowodowanych tłumieniem ruchu dyslokacji stanowi zwykle kilka procent ogółu strat w ośrodku. Za pozostałą część odpowiedzialne są inne procesy, a głównie oddziaływania fal ultradźwiękowych:

- z drganiami cieplnymi sieci /oddziaływania typu fonon-fonon/
- z nośnikami ładunku elektrycznego /oddziaływanie typu fonon-elektron, straty akusto-elektryczne/
- z magnonami /straty magneto-mechaniczne/
- ze spinami jądrowymi
- z defektami sieci.

Rozpatrzmy mechanizmy strat energii w poszczególnych procesach.

Miarą siły sprzężenia w oddziaływaniu fal ultradźwiękowych /spójnych fononów akustycznych/ z drganiami cieplnymi sieci /niespójnymi fononami cieplnymi/ są wartości stałych sprzężystości trzeciego rzędu.

W ustalonych warunkach termodynamicznych w ciele stałym na miejsce równowagowy rozkład amplitudowy i częstotliwościowy fononów. Liczba fononów o wektorze falowym k i polaryzacji j jest określona funkcją rozkładu Bose-Einsteina:

$$(1) \quad \bar{n}(j, k) = \frac{1}{e^{\hbar\omega(j, k)/kT} - 1}$$

Odształcenia związane z falą dźwiękową rozchodzącą się w ciele stałym zmieniają równowagowy rozkład amplitud i częstotliwości fononów cieplnych. Zmiana częstotliwości fononów $\Delta\omega/\omega$ jest proporcjonalna do odształcenia \mathcal{E} :

$$(2) \quad \frac{\Delta\omega}{\omega}(j, k) = \gamma_{\alpha, \beta}(j, k) \mathcal{E}_{\alpha, \beta}$$

gdzie: $\gamma_{\alpha, \beta}(j, k)$ - tensor Grüneisena,
 $\mathcal{E}_{\alpha, \beta}$ - składowe odształcenia.

Wystąpią wzajemne rozproszenia fal akustycznych i cieplnych. Fala ultradźwiękowa powoduje zmianę częstotliwości fononów cieplnych, co oznacza zmianę temperatury modu. Ponieważ wartości stałych Grüneisena są różne dla różnych kierunków propagacji i różnych polaryzacji fal, poszczególne mody fononów będą miały odmienne temperatury. Powrót do stanu równowagi następuje w wyniku zderzeń fononów i jest związany z odprowadzeniem energii do zewnętrznego układu ciepła /wzrasta entropia/, co oznacza pochłanianie energii wiązki fal ultradźwiękowych. Zjawiska związane z nieliniowością materiału uwidaczniają się szczególnie wyraźnie przy dużych amplitudach odształceń. Gdy temperatura ciała maleje, zmniejsza się amplituda drgań cieplnych i efekty nieliniowe są coraz słabsze. Znajduje to wyraz w spadku fononowego tłumienia fal ultradźwiękowych w niskich temperaturach.

Pierwsze próby opisu tłumienia fal dźwiękowych przez oddziaływanie z fononami cieplnymi datują się od roku 1937 [1]. Od tego czasu nagromadził się znaczny materiał doświadczalny i wielokrotnie udoskonalano teorię tłumienia fononowego.

Obok tłumienia wynikającego z oddziaływania z fononami cieplnymi w materiałach będących przewodnikami prądu elektrycznego występuje tłumienie wynikające z oddziaływania fal ultradźwiękowych ze swobodnymi nośnikami ładunku. Fala ultradźwiękowa powoduje cykliczne przemieszczenia elektryczne dodatnich

jonów /rdzeni atomowych/. Pociąga to za sobą odpowiednie przegrupowania swobodnych nośników ładunku. Lokalne prądy jonowe i elektronowe /ewentualnie dziurowe/ są względem siebie przesunięte w fazie, co prowadzi do pochłaniania energii wiązki fal ultradźwiękowych. Zachodzące przy zmianie temperatury zmiany własności elektrycznych materiału znajdują odbicie w przebiegu krzywej temperaturowych zmian tłumienia. Udział mechanizmów tłumienia związanych z oddziaływaniem fal ultradźwiękowych z nośnikami prądu elektrycznego jest szczególnie wysoki w zakresie niskich temperatur, gdyż średnia droga swobodna nośników silnie rośnie przy obniżaniu temperatury próbki.

W półprzewodnikach /zarówno piezoelektrycznych jak i nie wykazujących efektu piezoelektrycznego/ fale ultradźwiękowe mogą powodować uporządkowany ruch nośników ładunku elektrycznego w kierunku rozchodzenia się fali. Związane jest to ze stratami energii wiązki fal ultradźwiękowych /straty akusto-elektryczne/.

W ferromagnetykach przechodząca fala ultradźwiękowa traci energię w wyniku oddziaływania z magnonami. Są to tak zwane straty magneto-mechaniczne. Fale ultradźwiękowe wymuszają drgania domen magnetycznych. Drgające domeny wytwarzają przemienne pole magnetyczne, a więc i zmienną siłę elektromotoryczną indukcji. Powstające prądy elektryczne są przesunięte w fazie w stosunku do siły elektromagnetycznej, co prowadzi do strat energii fali. Temperaturowa zależność tłumienia magneto-mechanicznego jest określona przebiegiem zmian temperaturowych własności magnetycznych i elektrycznych materiału. Gdy w kryształach istnieje oddziaływanie między falą sprężystą i układem spinów jądrowych, biegnąca fala moduluje układ spinów jądrowych powodując przejścia pomiędzy poziomami energetycznymi jąder. Fala dźwiękowa przekazuje wtedy energię do układu spinów jądrowych.

Wymienione tu mechanizmy tłumienia fal sprężystych w ciałach stałych nie wyczerpują listy źródeł strat energii wiązki fal ultradźwiękowych biegnących przez materiał. Ograniczono się tylko do głównych mechanizmów strat w ciałach stałych o idealnej strukturze.

Udział poszczególnych mechanizmów tłumienia jest zależny od temperatury i temperaturowe przebiegi zmian tarcia wewnętrzne-

go odzwierciedlają własności poszczególnych procesów absorpcji energii mechanicznej. Na rys.1 pokazano schematycznie przebiegi zmian tłumienia dla metali i dielektryków.

W zakresie temperatur wyższych od $\Theta/3$, gdzie Θ jest temperaturą Debye'a, tłumienie jest niezależne od temperatury. Przy oziębieniu ciała poniżej $\Theta/3$ obserwuje się szybki spadek tłumienia do wartości, która dla dielektryków jest już dalej niezależna od temperatury. Dla metali w zakresie niskich temperatur ma miejsce silny wzrost tłumienia. Gdy jednak metal wejdzie w stan nadprzewodnictwa, wraz ze spadkiem temperatury tłumienie gwałtownie maleje.

Wartości tłumienia i dokładny kształt krzywych tłumienia - temperatura są dla każdego ciała inne i zależą od jego własności cieplnych i elektrycznych, rodzaju i koncentracji defektów sieci, rodzaju fal, ich polaryzacji, amplitudy i częstotliwości.

1.2. Tłumienie dyslokacyjne

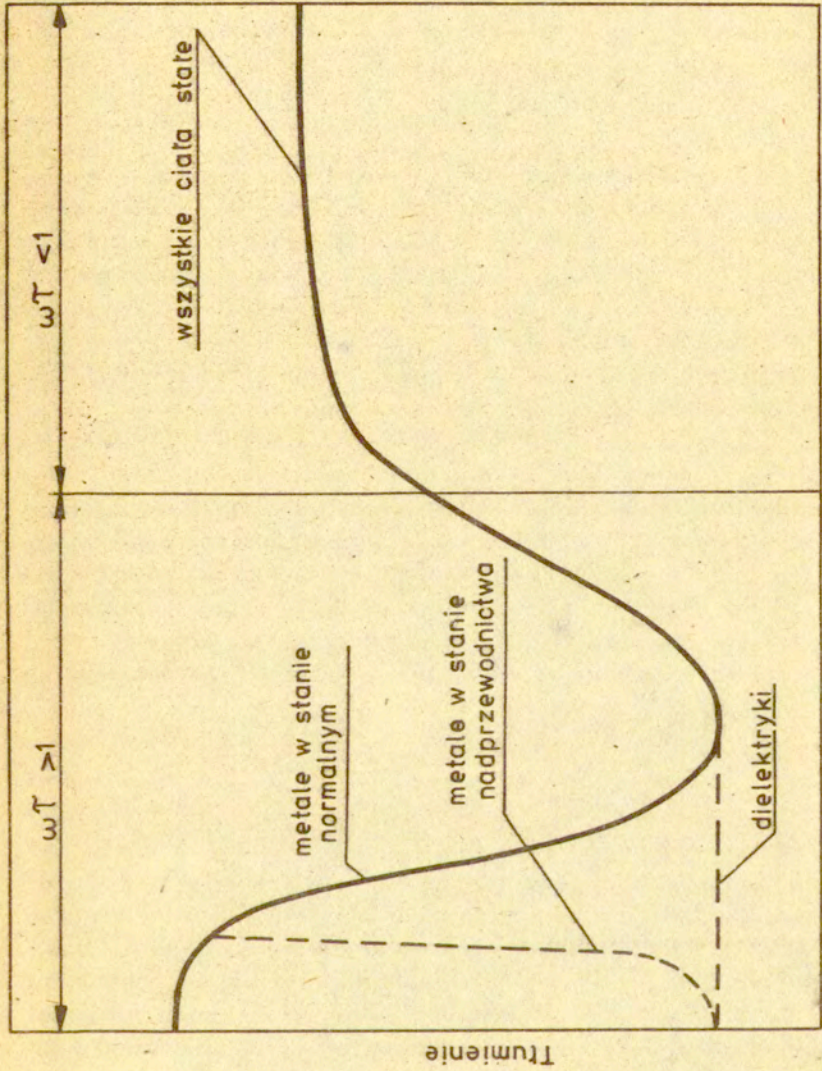
Wiele informacji dotyczących stanu materiału dostarczają badania tarcia wewnętrznego związanego z drganiami dyslokacji wymuszonymi przez rozchodzące się fale ultradźwiękowe. Straty energii fali są wynikiem działania mechanizmów hamowania ruchu dyslokacji, które powodują powstanie różnicy faz między naprężeniem i odkształceniem.

W roku 1956 powstała zwarta teoria tłumienia dyslokacyjnego. Teorię tą opracowali Granato i Lücke [2] w oparciu o pochodzący od Kóhlera strunowy model linii dyslokacji.

W modelu tym przypisuje się pętli dyslokacyjnej własności napiętej struny. Jeśli linia dyslokacji jest naprężona w kierunku x i pod wpływem harmonicznej siły pobudzającej wykonuje drgania w kierunku y , to równanie ruchu będzie:

$$(3) \quad A \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + \beta \frac{\partial y}{\partial t} - C \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} = \tilde{b}_0 b e^{-i\omega t}$$

gdzie A jest efektywną masą jednostki długości linii dyslokacji ($A = \pi \rho b^2$), ρ - masą właściwą materiału, B stałą tłumienia, $C = \frac{1}{2} S b^2$ - naprężeniem linii dyslokacji, G modułem



rys. 1. Ogólny przebieg temperaturowych zmian tłumienia w ciałach stałych.

sprężystości poprzecznej, zaś b - modułem wektora Burgersa dyslokacji. Każdy składnik w równaniu ruchu oznacza siłę działającą na jednostkę długości dyslokacji. Gdy na dyslokację nie działają siły wymuszające drgania, pętla ma długość l i warunki brzegowe wymagają, by wychylenia początku i końca pętli były równe zero /punkty zakotwienia/:

$$y(0, t) = y(l, t) = 0$$

Kształt drugiego członu równania przedstawiającego siłę tłumienia proporcjonalną do prędkości jest wynikiem idealizacji złożonych mechanizmów ruchu dyslokacji. Ruch dyslokacji rozpatruje się nie tylko jako ruch całej pętli, lecz także poprzez powstawanie i przemieszczanie się przegięć, pokonywanie barier potencjału itp. Idealizacja przyjęta w równaniu (3) okazuje się być dobrym opisem i brak jest poważnych danych, które przemawiałyby przeciwko takiej koncepcji siły hamowania.

W zjawisku tłumienia dyslokacyjnego wyróżnia się tłumienie niezależne od amplitudy i tłumienie zależne od amplitudy. Tłumienie niezależne od amplitudy występuje dla fal o amplitudzie dostatecznie małej by nie powodować odrywania dyslokacji od defektów punktowych. Przy małych amplitudach długość swobodna pętli dyslokacyjnych nie zmienia się w wyniku przechodzenia fali. Dla małych amplitud fali ultradźwiękowej teoria Granato-Lücke prowadzi do wyrażenia na tłumienie przypadające na jednostkę długości pętli dyslokacji o długości l :

$$(4) \quad \alpha(l) = \frac{8b^2\Omega S}{\pi A^2\omega_0^2} \frac{\omega\beta}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \left(\frac{\omega\beta}{A\omega_0}\right)^2}$$

gdzie: Ω czynnik orientacyjny uwzględniający zależność między naprężeniem fali rozchodzącej się w kryształach, a naprężeniem w czynnych układach poślizgu, A - masa jednostki długości linii dyslokacji, ω_0 - średnia częstotliwość rezonansowa pętli dyslokacji. Średnia częstotliwość rezonansowa jest związana ze skuteczną długością pętli L , naprężeniem linii dyslokacji C i masą jednostki długości linii dyslokacji zależnością:

$$(5) \quad \omega_0 = \frac{\pi}{L} \sqrt{\frac{C}{A}}$$

Występująca w wyrażeniu na średnią częstotliwość rezonansową pętli wartość skutecznej długości pętli L wiąże się ze średnią długością pętli między węzłami sieci dyslokacyjnej L_N /silne punkty zakotwień/ i średnią długością pętli między atomowymi defektami kotwiącymi L_c /słabe punkty zakotwienia/ zależnością:

$$(6) \quad \frac{1}{L} = \frac{1}{L_N} + \frac{1}{L_c}$$

Teoria Granato-Lücke dobrze opisuje wiele własności dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego i pozwala na zrozumienie mechanizmów leżących u podstaw obserwowanych zmian tłumienia w takich procesach jak odkształcenie plastyczne, zmęczenie, czy napromieniowanie promieniowaniem jonizującym.

Niektóre własności dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego teoria Granato-Lücke opisuje tylko jakościowo. W szczególności za pomocą tej teorii nie udało się dotychczas wyjaśnić znacznych różnic wartości dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego mierzonego przy niskich /rzędu herców i kiloherców/ i wysokich /rzędu megaherców/ częstotliwościach.

Brak powodzenia w interpretacji różnic wartości dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego przy przejściu od częstotliwości kilohercowych do megahercowych nie musi świadczyć o braku spójności teorii Granato-Lücke. Żeby zająć stanowisko w tej sprawie należałoby poznać częstotliwościowe zależności stałych materiałowych występujących w wyrażeniach na wartość współczynnika tłumienia. Nie wiemy, jak oparta na strunowym modelu dyslokacji teoria Granato-Lücke sprawdza się przy interpretacji temperaturowej zależności tłumienia dyslokacyjnego, a temperaturowe przebiegi tłumienia mogą być istotnym źródłem informacji o własnościach dynamicznych sieci dyslokacji, a więc informacji o podstawowym znaczeniu dla lepszego zrozumienia zjawisk związanych z odkształczeniami plastycznymi.

Bardzo fragmentaryczne są dane doświadczalne o temperaturowym przebiegu zmian tłumienia dyslokacyjnego w dielektrykach,

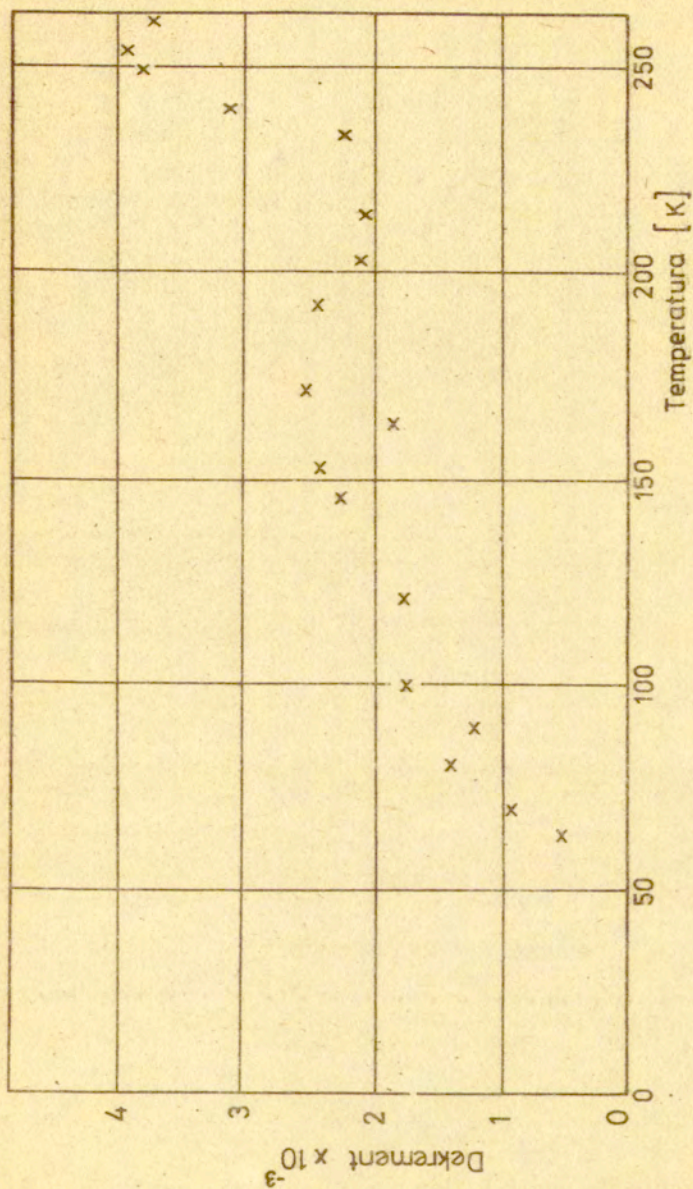
gdzie, jak przyjmowano, jedynym źródłem siły hamowania ruchu dyslokacji są oddziaływania między drgającymi dyslokacjami i fononami cieplnymi. Modelowym materiałem do badania oddziaływań dyslokacji z fononami cieplnymi są kryształy alkalihalogenków, a w szczególności kryształy NaCl.

Temperaturowe zmiany tłumienia dyslokacyjnego powinny być opisane przez zależność (4) przy uwzględnieniu temperaturowych zależności wielkości występujących w tym wzorze.

Przy obniżeniu temperatury od 300K do 4,2K wartości stałych sprężystości w NaCl rosną o ok. 18% [3]. Z podobnym wzrostem należy się liczyć w przypadku naprężenia linii dyslokacji krawędziowej. Gęstość dyslokacji Λ jest zależna od egzemplarza próbki i przy dostatecznie powolnych zmianach temperatury nie obserwuje się zmian tej wartości. Nie należy się też liczyć ze znaczącymi zmianami temperaturowymi modułu wektora Burgersa. Wartość średniej częstotliwości rezonansowej sieci dyslokacji ω_0 , podobnie jak gęstość dyslokacji, jest zależna od egzemplarza próbki. Na temat istnienia temperaturowej zależności ω_0 wysuwane były tylko pewne hipotezy dopuszczające wzrost częstości rezonansowej przy spadku temperatury. Brak było danych o przebiegu tych zmian, a nawet brak bezpośrednich dowodów istnienia zmian długości swobodnej pętli przy zmianach temperatury. Często przyjmowano stałość częstotliwości rezonansowej i zakładano, że ω_0 jest dużo większe od częstości kołowej fal ω , co upoważnia do stosowania uproszczonej wersji wzoru (4).

Oszacowaniu wartości i temperaturowego przebiegu stałej tłumienia ruchu dyslokacji β poświęcono wiele prac teoretycznych i doświadczalnych. Wyniki dotychczasowych doświadczeń nie potwierdziły jednak w całej rozciągłości przewidywań teoretycznych. Ze względu na kluczowe znaczenie temperaturowych przebiegów zmian wartości ω_0 i β dla wyjaśnienia temperaturowych charakterystyk tłumienia dyslokacyjnego, zagadnieniom tym poświęcono specjalną uwagę w dalszej części pracy.

Badania temperaturowych przebiegów efektów dyslokacyjnych w kryształach alkalihalogenków przy częstotliwościach megahercowych napotykają na znaczne trudności doświadczalne związane z koniecznością zapewnienia dobrego i powtarzalnego sprzężenia



Rys.2. Temperaturowe zmiany dyslokacyjnego dekrementu tłumienia w kryształach NaCl dla fal o częstotliwości 10 MHz.

akustycznego w całym zakresie temperatur. Źródło trudności leży w znacznych różnicach wartości i przebiegu zmian temperaturowych współczynników rozszerzalności liniowej materiałów piezoelektrycznych i alkalihalogenków. Wkład dyslokacyjny do całkowitej wartości współczynnika tłumienia wyznacza się zwykle jako różnicę wartości tłumienia w próbce zawierającej ruchliwe dyslokacje i w tej samej próbce po uмирuchomieniu dyslokacji przez defekty punktowe wprowadzane podczas napromieniowania. Związane jest to z potrzebą przemontowania przetwornika. Różnice jakości sprzężenia akustycznego są źródłem braku powtarzalności wyników.

Wyniki pomiaru dyslokacyjnej składowej współczynnika tłumienia α fal ultradźwiękowych o częstotliwości 10 MHz w NaCl dla zakresu temperatur od 260K do 65K przedstawia Wire [4]. Według Wire'a α rośnie ze wzrostem temperatury aż do ok. 150K i przy dalszym ogrzewaniu do ok. 250K zachowuje stałą wartość /rys.2/. W okolicy 250K rozrzut wyników uzyskanych w tej pracy jest tak znaczny, że trudno określić charakter zmian. Można jednak stwierdzić, że wartość tłumienia dyslokacyjnego przy wzroście temperatury od 65K do 300K rośnie około pięć razy. Takiego przebiegu zmian nie można wyjaśnić temperaturową zależnością stałych sprężystości i przewidywanymi wg. istniejących teorii zmianami stałej tłumienia fononowego β . Pomijając znaczny rozrzut i brak danych w zakresie temperatur poniżej 65K, wyniki Wire'a mają tę słabą stronę, że nie mogą służyć do pełnej weryfikacji opisu temperaturowego przebiegu dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego jaki daje teoria Granato-Lücke.

W niniejszej pracy podjęto próbę zbadania temperaturowych przebiegów tłumienia dyslokacyjnego w szerokim zakresie temperatur i częstotliwości.

2. TEMPERATUROWE ZMIANY β I ω_0

2.1. Przegląd wyników badań

Jako przyczynę występowania siły hamującej ruch dyslokacji przechodzącej przez idealny ośrodek krystaliczny wymienia się działanie wielu mechanizmów, z których każdy może w określonych warunkach wносить wkład do siły hamowania. Główne mechanizmy to:

- hamowanie termosprężyste
- rozpraszanie fononów
- rozpraszanie elektronów
- lepkość fononów
- lepkość elektronów
- promieniowanie dyslokacji.

Straty energii drgającej dyslokacji związane z nieodwracalnym przepływem ciepła z obszarów zgęszczeń do obszarów rozrzedzeń w pobliżu jądra dyslokacji /hamowanie termosprężyste/ stanowią niewielki procent ogólnych strat energii drgającej dyslokacji [5,6,7]. Temperaturowa zależność wartości hamowania termosprężystego jest opisywana przebiegiem zależności od temperatury takich wielkości jak ciepło właściwe, średnia droga swobodna fononów i stała Grüneisena.

Teorię hamowania ruchu dyslokacji wynikającą z drgań jądra dyslokacji spowodowanych rozpraszaniem fononów sformułował Leibfried [8], a rozwinęli Eshelby [9] Lothe [7,10] i Brailsford [11,12]. Stała tłumienia ruchu dyslokacji spowodowana rozpraszaniem fononów jest proporcjonalna do gęstości energii cieplnej i zmiany gęstości energii cieplnej określają temperaturową zależność tej składowej siły hamowania.

Nabarro [13,14] opisał mechanizm hamowania związany z rozpraszaniem fononów cieplnych na polu odkształceń dyslokacji. I tu siła hamowania okazuje się być proporcjonalna do gęstości energii cieplnej.

Traktując fonony cieplne jako lepki gaz Mason [15] wyliczył wartość siły hamowania dyslokacji. Teoria Masona przewiduje niezależność wartości stałej β od temperatury w szerokim zakresie temperatur i spadek wartości β dopiero w zakresie ni-

skich temperatur ($T < 100K$).

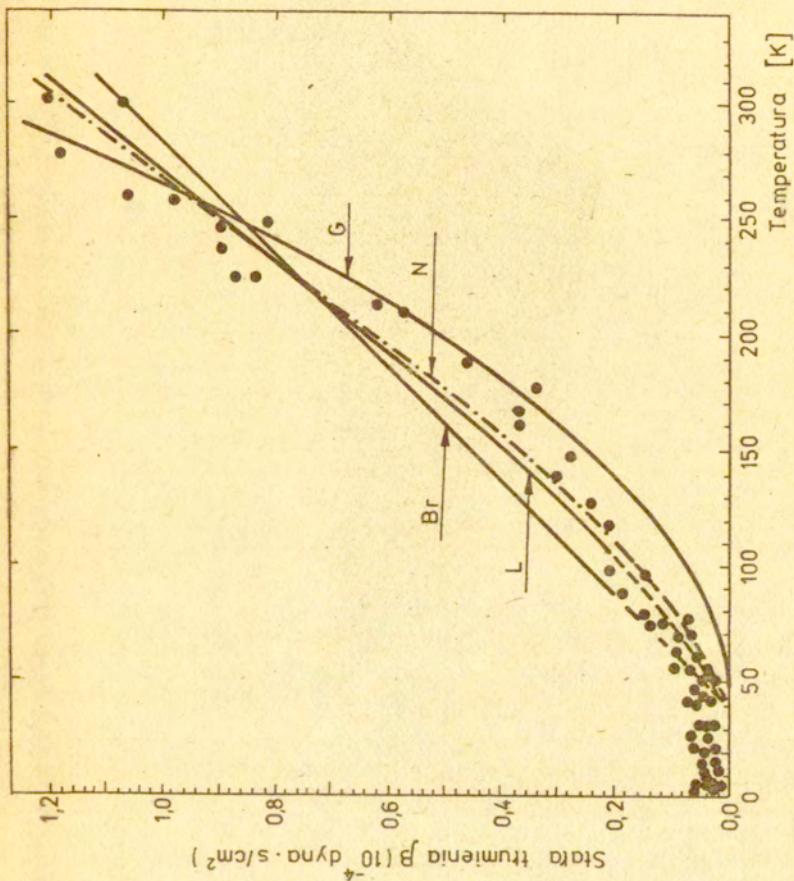
Straty energii dyslokacji w wyniku promieniowania przez ruchomą dyslokację fali sprężystej [5] są proporcjonalne do kwadratu częstotliwości i amplitudy, a ich wartość nawet przy częstotliwości 1 GHz jest o kilka rzędów wielkości mniejsza od wartości stałej tłumienia wyznaczonej na drodze doświadczalnej.

Znacznej ilości prac teoretycznych nie towarzyszyły proporcjonalnie silny dopływ danych doświadczalnych. Dotyczy to głównie doświadczeń, w których realizowano dostatecznie małe przemieszczenia dyslokacji, by ich wyniki mogły by być porównywane z istniejącymi teoriami. Większość wartości stałej tłumienia wyznaczono w doświadczeniach, podczas których dyslokacje przemieszczane były na znaczne odległości, a więc pokonywały różnorodne przeszkody stojące na drodze. Wyników tych nie można uważać za podstawę do weryfikacji teorii opisujących hamowanie dyslokacji tylko przez oddziaływanie z idealną siecią kryształów.

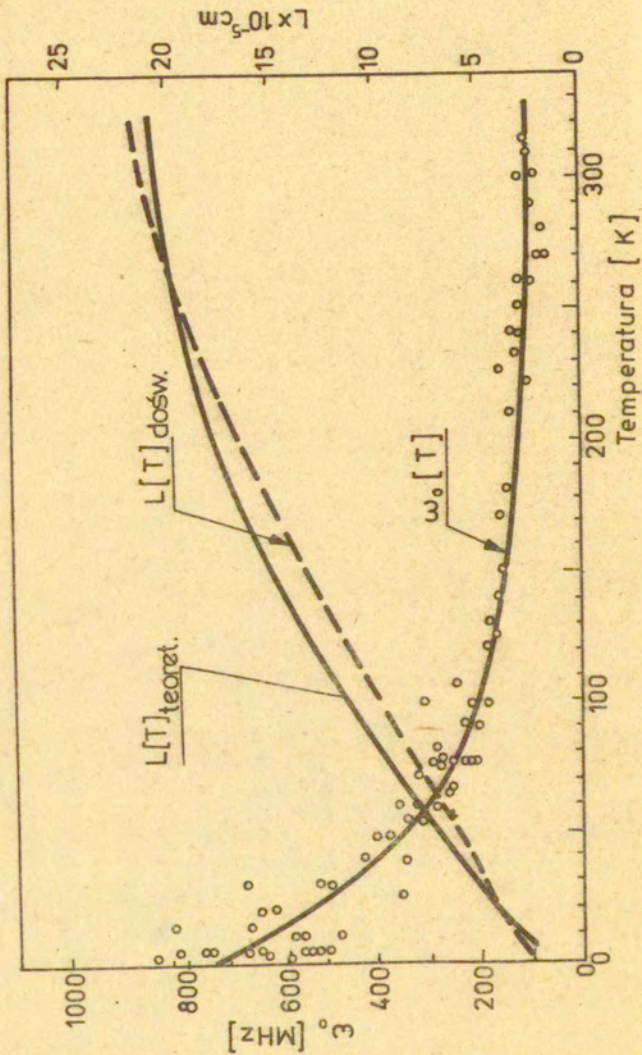
Dane o wartości i temperaturowym przebiegu fononowej składowej tłumienia ruchu dyslokacji uzyskane z badań ultradźwiękowych /małe przemieszczenia dyslokacji/ nie pokrywają w pełni całego interesującego dla celów porównań z teoriami zakresu temperatur i w większości przypadków obciążone są błędem wynikającym z nieznaności gęstości i rozkładu dyslokacji wewnątrz kryształów.

Większość skąpych zresztą danych doświadczalnych /dotyczących głównie metali/ wskazuje na malenie wartości β przy obniżaniu temperatury [16-21]. Niektóre jednak /np. [22] / przemawiają za temperaturową stałością wartości β . W tej sytuacji przy interpretacji wyników badania dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego albo nie uwzględniano temperaturowych zmian β , albo przyjmowano zmienność przewidywaną przez jedną z teorii.

W pracy [23] przedstawiono wyniki badania temperaturowej zmienności fononowej składowej stałej β w NaCl dla zakresu temperatur 300K-76K, zaś w pracy [24] także dla temperatur niższych, aż do 2K. Uzyskane dane wskazują, że główną rolę w procesie hamowania ruchu odgrywa mechanizm związany z z drganiem jądra dyslokacji pod wpływem zderzeń z fononami /teoria Leibfrieda [8] /. Jednocześnie w pracy [24] podano wyniki badania temperaturowych zmian średniej częstotliwości rezonansowej pętli



rys. 3. Temperatura zależność stary tłumienia ruchu gysloka-
cyjnego β spowodowanego oddziaływaniem dyslokacji z fo-
nonami. Linie pokazują przebiegi temperaturowych zmian
starej β w/g teorii Leibfrieda (L), Nabarro (N), Gru-
nera (G) i Brailsforda (Br) dopasowane do danych doświadczalnych



Rys. 4. Temperaturowa zależność średniej częstotliwości rezonansowej ω_0 i długości świekanej linii dyslokacji L.

dyslokacyjnych ω_0 . Wykresy obrazujące temperaturowe zależności β i ω_0 pokazano na rys. 3 i 4.

Przedstawione przebiegi temperaturowych zmian stałej tłumienia ruchu dyslokacji przez oddziaływanie z fononami i średniej częstotliwości rezonansowej sieci dyslokacyjnej zostały uzyskane przez dopasowanie wyznaczonych doświadczalnie krzywych częstotliwościowej zależności tłumienia dyslokacyjnego $\mathcal{L}(\omega)$ do krzywych teoretycznych przewidywanych wzorem (4). Przy stosowaniu tej metody nie trzeba znać ani gęstości, ani szczegółów struktury sieci dyslokacji w badanej próbce. Podczas wyznaczania $\mathcal{L}(\omega)$ dla poszczególnych temperatur ściśle przestrzegano warunków zapewniających pomiar dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego niezależnego od amplitudy. Wymagało to ustalenia dla każdej temperatury, w której dokonywano pomiaru przebiegu amplitudowej zależności tarcia wewnętrznego, doboru częstotliwości powtarzania impulsów, tak by uniknąć efektu wzrostu temperatury w obszarze próbki, przez który przechodziły fale ultradźwiękowe, a także stosowania dostatecznie wysokich częstotliwości fal, by uniknąć występującego przy niższych częstotliwościach hamowania ruchu dyslokacji spowodowanego działaniem innych mechanizmów /patrz rozdział 5.3. niniejszej pracy/. Wyznaczone wartości i przebieg $\beta(T)$ są właściwe dla kryształów NaCl i niezależne od egzemplarza próbki. Wartość częstotliwości rezonansowej ω_0 jest cechą charakterystyczną konkretnego egzemplarza próbki i zależy zarówno od historii próbki jak również od koncentracji defektów zdolnych zakotwiczać dyslokacje. Charakter przebiegu temperaturowych zmian częstotliwości rezonansowej jest niezależny od egzemplarza próbki.

W następnym paragrafie przedstawiona będzie analiza zależności $\omega_0(T)$.

2.2. Dyskusja temperaturowej zależności częstotliwości rezonansowej pętli dyslokacyjnych

Krzywa $\omega_0(T)$ na rys.4 przedstawia temperaturową zależność średniej częstotliwości rezonansowej sieci dyslokacyjnej. Przerwaną linią oznaczono na tym wykresie przebieg zmian efektywnej długości pętli dyslokacyjnych L . Ze spadkiem temperatury efektywna długość pętli monotonicznie maleje do wartości stanowiącej blisko $1/7$ długości pętli w temperaturze pokojowej. Doświadczalne stwierdzenie faktu temperaturowej zależności długości efektywnej pętli dyslokacyjnych i wyznaczenie przebiegu tej zależności ma duże znaczenie dla badań zjawisk dyslokacyjnych w różnych temperaturach. Możliwość zmian L sugerował Leibfried w 1957r. [25]. W oparciu o sugestię Leibfrieda D.O. Thompson i O. Buck [26], tłumaczyli zauważone przez siebie temperaturowe przebiegi zmiany modułu w miedzi w różnych stanach napromieniowania gamma, zmianami długości pętli dyslokacyjnych przy zmianie temperatury. Przebieg zależności L/T nie był jednak wyznaczony.

Malinowski i Anderson [27] badając rozpraszanie impulsów cieplnych na dyslokacjach znaleźli potwierdzenie istnienia zależności swobodnej długości pętli dyslokacji od temperatury. Według ich oszacowania zmiana temperatury od pokojowej do 0,04K powoduje zmniejszenie średniej swobodnej długości pętli w NaCl o jeden rząd wielkości.

Prowadzący do wzrostu długości pętli mechanizm odkotwiczeń polega na wyzwalamiu segmentów dyslokacji od atomowych punktów zamocowania w wyniku cieplnie pobudzanych drgań linii dyslokacji.

Jeśli siła działająca na defekt mocujący ze strony drgającej dyslokacji przekroczy wartość krytyczną F_0 :

$$(7) \quad F_0 = \frac{1}{2} b l \sigma_0$$

gdzie: b - wektor Burgersa, l - długość pętli między punktami zamocowania, σ_0 - naprężenie krytyczne, to pętla oderwie się od defektu kotwiącego bez udziału naprężenia zewnętrznego i długość swobodna pętli wzrośnie /częstotliwość rezonansowa maleje/. Prawdopodobieństwo, że siła f działająca na defekt mo-

oujący ze strony linii dyslokacji ma w każdej chwili wartość między f i $f + df$ jest [28] :

$$(8) \quad p(f) df = \frac{1}{(2\pi F^2)^{1/2}} \exp \left[-\frac{f^2}{2F} \right] df$$

gdzie F^2 jest średnią wartością kwadratu siły f równą:

$$(9) \quad F^2 = \frac{4CkT}{b}$$

We wzorze (9) C jest naprężeniem linii dyslokacji, k - stałą Boltzmana równą $1,38 \cdot 10^{-16}$ erg. stopień, a T - temperaturą w skali Kelwina.

W wyniku oddziaływań fononów cieplnych z dyslokacjami, ilość punktów, w których pętla dyslokacji jest zamocowana zmienia się i z ogólnej ilości punktów zakotwiczeń N_0 w temperaturze OK w temperaturach $T > OK$ pętla będą zamocowane przez mniejszą ilość defektów $N_{eff} = N_0 - \Delta N$. Swobodna długość pętli L_{eff} w temperaturze $T > OK$ będzie większa:

$$(10) \quad L_{eff} = \frac{1}{N_0 - \Delta N} = \frac{1}{N_{eff}}$$

Ilość defektów skutecznie mocujących pętla dyslokacyjne w temperaturze T wyraża się wzorem:

$$(11) \quad N_{eff} = 2N_0 \int_0^{F_0} p(f) df$$

gdzie F_0 jest wartością siły niezbędnej do oderwania dyslokacji od defektu kotwiczącego.

Wstawiając wartość funkcji $p(f)df$ do (11) otrzymamy:

$$(12) \quad N_{eff} = 2N_0 \int_0^{F_0} \frac{1}{\sqrt{2\pi F^2}} \exp \left[-\frac{f^2}{2F} \right] df = N_0 \operatorname{erf} \left(\frac{F_0}{2F} \right)$$

Uwzględniając (7) koncentracja skutecznych punktów zamocowań N_{eff} będzie:

$$(13) \quad N_{\text{eff}} = N_0 \operatorname{erf} \left(F_0 \sqrt{\frac{b}{8CkT}} \right)$$

gdzie:

$$\operatorname{erf} x = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x \exp(-t^2) dt$$

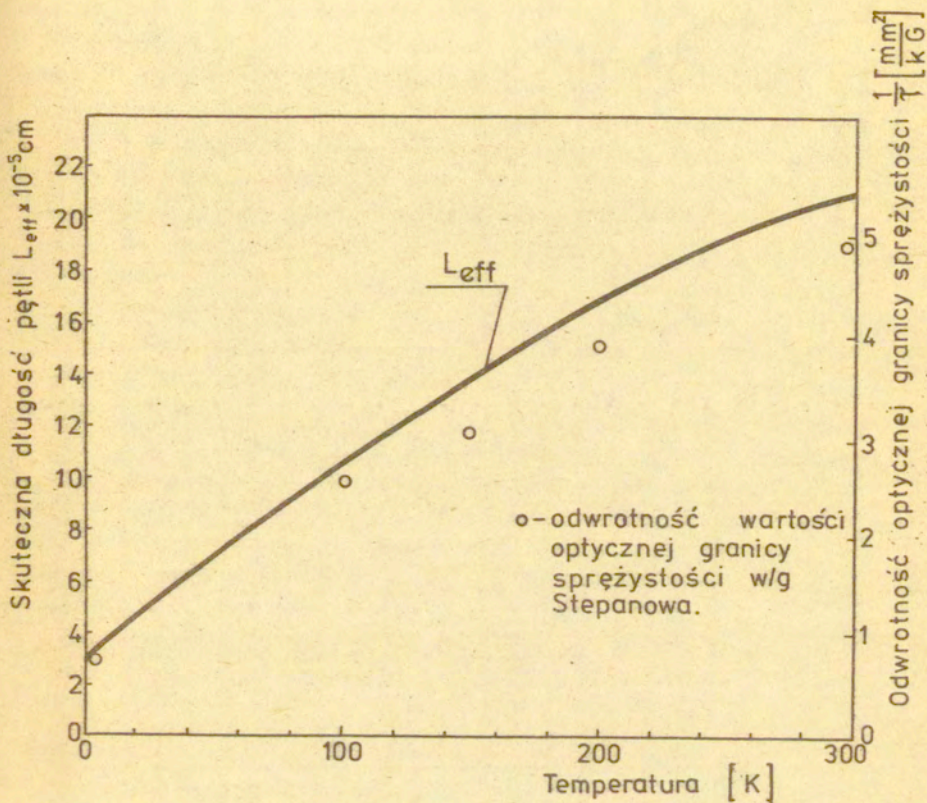
Temperaturowe zmiany długości efektywnej pętli dyslokacji L_{eff} opisuje zależność (10), w której N_{eff} wyraża się wzorem (13):

$$(14) \quad L_{\text{eff}} = \frac{L_0}{\operatorname{erf} \left(\frac{A}{\sqrt{T}} \right)}$$

We wzorze (14) L_0 jest efektywną długością pętli odpowiadającą $N_{\text{eff}} = N_0$, zaś $A = F_0 \sqrt{\frac{b}{8Ck}}$. Celem porównania przebiegu $L_{\text{eff}}(T)$ opisanego wzorem (14) z danymi doświadczalnymi przedstawionymi na rys.4 należy wstawić wartości L_0 i A i wyznaczyć przebieg zmian L_{eff} w funkcji temperatury T . Wartość siły F_0 niezbędnej do oderwania dyslokacji od defektu punktowego można ocenić na przykład na podstawie przebiegu amplitudowej zależności tłumienia dyslokacyjnego. W tym celu mierzy się wartość napięcia w impulsie nadajnika aparatu ultradźwiękowego, przy którym tłumienie dyslokacyjne zaczyna narastać. Narastanie tłumienia jest związane ze wzrostem długości swobodnej pętli w wyniku odrywania dyslokacji od defektów punktowych. Doświadczenia przeprowadzone w temperaturze 4,2K wykazały, że począwszy od napięcia 135V przyłożonego do kwarcowego przetwornika piezoelektrycznego obserwuje się wzrost tłumienia dyslokacyjnego. Przy napięciu 135V uzyskuje się w układzie poślizgu $\langle 100 \rangle$ $\{100\}$ naprężenie równe $1,2 \cdot 10^{-2}$ MPa. Przy tym naprężeniu dyslokacja o długości $2 \cdot 10^{-7}$ m działa na defekt siłą:

$$F_0 = \frac{1}{2} b l \sigma_0 = 2,4 \cdot 10^{-13} \text{ N}$$

Biorąc wartość stałej sprężystości C_{44} w temperaturze 4,2K równą $1,40 \cdot 10^8$ Pa [3] wyliczymy wartość naprężenia linii dyslokacji $C = 0,5 C_{44} b^2 = 2,96 \cdot 10^{-12}$ N.



Rys.5. Skuteczna długość pętli /linia ciągła/ i wartości odwrotności granicy sprężystości w funkcji temperatury.

Przy tych danych stała A we wzorze (14) ma wartość

$$A = 1,8K^{-1}$$

Uwzględniając te dane obliczono przebieg temperaturowych zmian długości skutecznej linii dyslokacji i porównano z przebiegiem wyznaczonym doświadczalnie. Zgodność danych widać na rys.4.

Zmniejszeniu średniej długości swobodnej pętli przy obniżeniu temperatury od pokojowej do helowej powinny odpowiadać proporcjonalne zmiany wartości naprężenia niezbędnego do zapoczątkowania makroskopowego przemieszczenia dyslokacji.

Przeprowadzone przez Stepanowa [29] badania wykazują silny wzrost wartości granicy sprężystości przy obniżaniu temperatury kryształu. Przy obniżeniu temperatury od 300K do 4,2K optyczna granica sprężystości w kryształach NaCl rośnie od 2 MPa do 14,3 MPa. Porównanie przebiegu zmian długości swobodnej pętli dyslokacyjnej $L_{eff}(T)$ z wartościami odwrotności optycznej granicy sprężystości wg. Stepanowa pokazano na rys.5.

Zbieżność kształtu przebiegu temperaturowej zależności tych dwóch wielkości makroskopowej /granica plastyczności/ i mikroskopowej /długość swobodna pętli/ jest wyraźna.

Dysponując pełnymi danymi o przebiegu zmian temperaturowych wartości, które powinny decydować o temperaturowej zależności dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego podjęto próbę wyznaczenia charakterystyk tłumienia dyslokacyjne - temperatura w szerokim zakresie częstotliwości i próbę porównania uzyskanych danych z wynikami teorii Granato-Lücke.

3. TECHNIKA DOŚWIADCZALNA

3.1. Metoda pomiaru temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego

Stosowana w tej pracy metoda badania dyslokacyjnego tłumienia niezależnego od amplitudy opiera się na rejestracji temperaturowych zmian tłumienia całkowitego w wyniku przyłożenia do próbki naprężenia prostopadłego do kierunku, w którym rozchodzą się impulsy tej fali, której tłumienie mierzymy.

Do próbki przyłożone są dwa przetworniki piezoelektryczne /Rys.6 i 7/. Przetwornik o niskiej częstotliwości (~ 5 MHz)

wytwarza impulsy naprężenia powodujące odrywanie dyslokacji od defektów punktowych. Impulsy te będziemy nazywać impulsami naprężenia poprzecznego. Drugi przetwornik o częstotliwości rezonansowej 10 + 15 MHz jest połączony z obwodem nadajnika i odbiornika aparatu ultradźwiękowego o przestrajanej częstotliwości. Przetwornik ten wytwarza fale ultradźwiękowe, których przyrosty tłumienia $\Delta \mathcal{L}$ pod wpływem zmiany długości swobodnej pętli dyslokacji ΔL będziemy mierzyć. Fale wytwarzane przez ten przetwornik będziemy nazywali falami pomiarowymi. Szczegółowy opis przebiegów naprężeń w próbce będzie przedstawiony w rozdziale 3.5.

Tłumienie dyslokacyjne \mathcal{L} wyraża się wzorem:

$$(15) \quad \mathcal{L} = \int_0^{\infty} \mathcal{L}(l) l N(l) dl$$

gdzie $\mathcal{L}(l)$ - tłumienie na jednostkę długości dyslokacji o długości l .

$N(l) dl$ - ilość pętli o długości zawartej między l i $l+dl$

Teoria tłumienia dyslokacyjnego Granato-Lücke prowadzi do wyrażenia na $\mathcal{L}(l)$

$$(16) \quad \mathcal{L}(l) = \frac{4\Omega G b^2}{\pi^2 A} \frac{\omega^2 d}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega d)^2}$$

gdzie Ω - czynnik orientacyjny

G - moduł sprężystości poprzecznej w odpowiedniej płaszczyźnie poślizgu

b - moduł wektora Burgersa

A - masa efektywna jednostki długości dyslokacji

ω - częstotliwość fali ultradźwiękowej

ω_0 - częstotliwość drgań własnych pętli dyslokacyjnej

$d = \beta/A$, gdzie β jest stałą tłumienia ruchu dyslokacji.

Przyłożenie do kryształu naprężenia powoduje zmianę długości pętli dyslokacyjnej o δl . Zmiana długości efektywnej pętli występuje na skutek oderwania się dyslokacji od pewnej liczby defektów punktowych. Dla małych względnych zmian długość pętli /co w warunkach doświadczenia można osiągnąć przez odpowiedni dobór wartości przyłożonego naprężenia/, zmianę

tlumienia spowodowana przyrostem długości efektywnej pętli można wyrazić

$$(17) \quad \Delta\alpha = \frac{\partial}{\partial L_c} \left[\int_0^{\infty} \alpha(l) l N(l) dl \right] \delta l.$$

Przyjmując rozkład długości pętli dyslokacyjnych odpowiadający przypadkowemu rozmieszczeniu defektów punktowych [34] (przy $\frac{L_N}{L_c} \gg 1$)

$$(18) \quad N(l) dl = \frac{\Lambda}{L_c} e^{-\frac{l}{L_c}}$$

/gdzie L_c jest długością pętli, a Λ gęstością dyslokacji/, zmiana tłumienia $\Delta\alpha$ pomiędzy stanem kryształu przed przyłożeniem naprężenia i w czasie działania naprężenia będzie

$$(19) \quad \begin{aligned} \Delta\alpha &= \frac{\partial}{\partial L_c} \left[\int_0^{\infty} \alpha(l) l \frac{\Lambda}{L_c} e^{-\frac{l}{L_c}} dl \right] \delta L_c = \\ &= \frac{\Lambda \delta L_c}{L^3} \int_0^{\infty} \alpha(l) l \left(\frac{l}{L} - 2 \right) e^{-\frac{l}{L}} dl. \end{aligned}$$

dl można wyliczyć z zależności:

$$(20) \quad dl = \frac{\pi}{(\omega'_0)^2} \sqrt{\frac{c}{A}} d\omega'_0$$

gdzie ω'_0 jest częstotliwością rezonansową pętli o długości l /długość pętli w czasie działania przyłożonego naprężenia/.

Wstawiając (16) i (20) do (19) oraz uwzględniając zależność

$$(21) \quad \frac{l}{L} = \frac{\omega_0}{\omega'_0}$$

otrzymamy:

$$(22) \quad \Delta\alpha = \frac{4\Omega G \Lambda b^2 \omega}{\pi^3 A} \delta\omega_0 \int_0^{\infty} \frac{\omega_0^{-3} \omega^2 d}{\left[(\omega'_0)^2 - \omega^2 \right]^2 + (\omega d)^2} \left(\frac{\omega_0}{\omega'_0} - 2 \right) e^{-\frac{\omega_0}{\omega'_0}} d\omega'_0$$

Oznaczając człon przed znakiem całki przez K wzór (22) będzie miał postać:

$$(23) \quad \Delta\alpha = K \int_0^{\infty} \frac{\omega_0^{-3} \omega^2 d}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega d)^2} \left(\frac{\omega_0}{\omega} - j \right) e^{-\frac{\omega_0}{\omega}} d\omega.$$

Mierzony przyrost tłumienia $\Delta\alpha$ nie stanowi całego tłumienia dyslokacyjnego, lecz różnicę jego wartości między stanem, w którym naprężenie jest równe zero /długość swobodna pęteli L i częstotliwość rezonansowa ω_0 /, a stanem, w którym naprężenie jest większe od zera /długość swobodna pęteli l i częstotliwość rezonansowa ω'_0 /. Podobnie przy wyznaczaniu wartości tłumienia dyslokacyjnego przez odejmowanie wartości tłumienia całkowitego przed napromienianiem /długość pętli l i częstotliwość ω'_0 / i po napromienianiu kryształu /długość pętli L i częstotliwość rezonansowa ω_0 / nie mierzy się całkowitej wartości tłumienia dyslokacyjnego, lecz jego zmianę w wyniku wprowadzenia dodatkowej ilości defektów kotwiących dyslokacje. Przy badaniu względnych zmian tłumienia dyslokacyjnego będziemy przyjmować $\alpha_{\text{dyslokacyjne}} = \Delta\alpha$ i oznaczać α . Wyznaczenie przebiegu temperaturowych zmian tłumienia jest możliwe przy nieziennej koncentracji defektów punktowych.

3.2. Próbki

Badania prowadzono na materiale modelowym jakim są dielektryczne kryształy alkalihalogenków. Z alkalihalogenków wybrano chlorek sodu. O wyborze tego materiału zdecydowała najniższa w porównaniu z innymi alkalihalogenkami wysokość barier Peiers'a, co ułatwia obserwację efektów dyslokacyjnych. Kryształy chlorku sodu stanowią jednak trudny materiał do prowadzenia badań ultradźwiękowych w szerokim zakresie temperatur i częstotliwości. Należało opanować szereg problemów związanych z wysoką wartością i złożonym przebiegiem temperaturowym współczynnika rozszerzalności cieplnej, małą odpornością na pękanie i dużą hygroskopijnością kryształów.

Podstawowy materiał do badań stanowiły kryształy NaCl produkowane przez Harshaw Chemical Co., Cleveland, Ohio /kryształy hodowane w powietrzu/. Szereg badań dodatkowych wykonano na

kryształach wykonanych przez firmę OPTOVAC /kryształy hodowane w próżni/, hodowanych przez autora /kryształy hodowane w atmosferze chloru/, i na kryształach naturalnych pochodzących z Wieliczki.

Próbki o orientacji krawędzi $\langle 100 \rangle$ łupano z bloków, a próbki o innej orientacji wycinane piłą niciową. Powierzchnie próbek szlifowano, a następnie polerowano. Orientację krystalograficzną sprawdzano rentgenowską metodą Lauego.

Po obróbce mechanicznej kryształy były płukane w toluenie. Wymiary próbek wynosiły około $7 \times 7 \times 8$ mm. Takie wartości wymiarów próbek podyktowane były:

- kompromisem pomiędzy dokładnością pomiarów ultradźwiękowych /wskazana jest największa grubość/, a koniecznością utrzymania w całym zakresie temperatur /od 2K do 300K/ i częstotliwości przynajmniej trzech kolejnych ech w polu czynnym lampy oscyloskopowej przy wystarczającej wartości stosunku poziomu sygnału do poziomu szumów. /Występowanie trzech ech jest niezbędnie potrzebne do sprawdzenia wykładniczości ich obwiedni/,

- dążeniem do wielokrotnego wykorzystania próbek. Próbki o małych wymiarach wytrzymują więcej cykli temperaturowych. Duże próbki pękają nawet przy powolnych zmianach temperatury,

- rozdzielczością aparatury ultradźwiękowej, która pozwalała na uzyskanie dwóch oddzielonych od siebie kolejnych ech dna próbki o grubości co najmniej 5 mm,

- ograniczonymi wymiarami przetwornika niskoczęstotliwościowego wytwarzającego impulsy naprężenia poprzecznego

$f = 5$ MHz . Gdy któryś z wymiarów liniowych tego przetwornika przekraczał 8 mm, przy obniżaniu temperatury różnice rozszerzalności cieplnej materiałów próbki i przetwornika powodowały uszkodzenie sprzężenia akustycznego, a nawet zniszczenie próbki,

- dążeniem, by impuls fali pomiarowej mógł na możliwie największym odcinku swej drogi przechodzić przez obszar odkształcony przez impuls naprężenia poprzecznego, przy ograniczonych wymiarach przetwornika stanowiącego źródło naprężenia poprzecznego ogranicza wysokość próbki.

W próbkach przeznaczonych do badań temperaturowych przebiegów dyslokacyjnego tarcia wewnętrznego po obróbce mechanicznej sprawdzono, czy wartość dyslokacyjnej składowej tłumienia jest dostatecznie duża. Jeśli w temperaturze pokojowej obserwowany między echami drugim i czwartym przyrost różnicy amplitud w wyniku przyłożenia naprężenia skośnego o ustalonej wartości, był przy częstotliwości 5 MHz mniejszy od 0,2 dB, próbkę odkształcono plastycznie przez zgmiot w kierunku $\langle 100 \rangle$. Wartość odkształcenia plastycznego próbki dobierano tak, by dyslokacyjna składowa tłumienia w tych warunkach przekraczała 0,3 dB. Odkształcenia plastyczne od 0,1% do 0,3% były zwykle wystarczające.

Próbki przeznaczone do badań temperaturowych zmian tłumienia spowodowanych oddziaływaniem fal ultradźwiękowych z fononami cieplnymi wygrzewano w temperaturze 600°C przez 8 godzin. W procesie wygrzewania ruchliwe dyslokacje zostały w pełni zakotwiczone i dyslokacyjne tłumienie w tych próbkach nie występowało.

Do badań temperaturowych zmian tłumienia fononowego fal ultradźwiękowych /tło tłumienia dyslokacyjnego/ przygotowano 65 próbek z dyslokacjami zakotwiczonymi przez wygrzewanie. Z tej ilości tylko 43 próbki zostały wykorzystane. 22 próbki uległy uszkodzeniu podczas wykonywania sprzężenia akustycznego. Do badań temperaturowych zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia przygotowano 130 próbek z ruchliwymi dyslokacjami. Przy wykonywaniu sprzężenia /dwa przetworniki/ i w procesie ochładzania uległo uszkodzeniu 72 próbki. Tylko kilka próbek udało się wykorzystać powtórnie.

3.3. Aparatura ultradźwiękowa

Schemat blokowy aparatury ultradźwiękowej jest przedstawiony na rys.6. Zestaw pomiarowy posiada dwa główne obwody:

- a/ obwód pomiaru tłumienia fal ultradźwiękowych,
- b/ obwód wytwarzający impulsy naprężenia rozchodzące się w próbce prostopadle do kierunku impulsów fali, której tłumienie mierzymy.

Głównym przyrządem w obwodzie pomiaru tłumienia jest impulsowy komparator tłumienia model 9000 firmy MATEC, INC. Przyrząd ten pozwala na dokonywanie pomiarów całkowitego osłabienia fal ultradźwiękowych w zakresie częstotliwości od 1 MHz do 800 MHz. Zakres częstotliwości od 1 MHz do 800 MHz pokrywają trzy wymienne wkładki: model 950 od 1 MHz do 30 MHz, model 960 od 10 MHz do 310 MHz i model 970 od 300 MHz do 800 MHz. Nadajnik komparatora tłumienia wysyła impulsy elektryczne o wybranej częstotliwości i czasie trwania od 0,5 do 5 mikrosekund. Amplituda impulsów nadajnika jest regulowana od zera do maksimum. Maksymalna wartość amplitudy jest zależna od częstotliwości wytwarzanego sygnału i dla częstotliwości ok. 30 MHz uzyskuje się wartość ok. 2 kV.

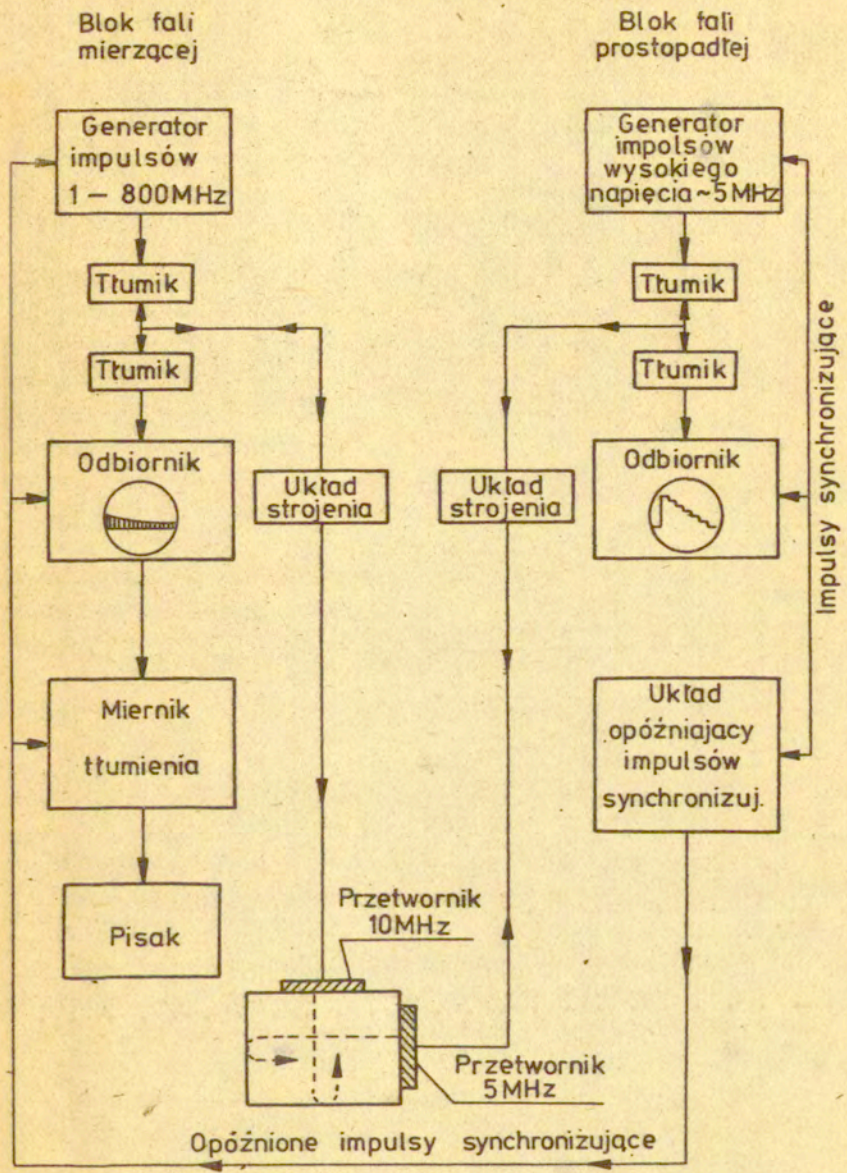
Kalibrowana krzywa wykładnicza na ekranie lampy oscyloskopowej komparatora służy do sprawdzania wykładniczego charakteru obwiedni ciągu ech dna próbki, a także może być wykorzystywana do bezpośredniego pomiaru współczynnika osłabienia wiązki fal ultradźwiękowych.

Komparator tłumienia jest połączony z automatycznym miernikiem tłumienia model 2470 pozwalającym na dokonywanie odczytu amplitud wybranych ech dna próbki.

Strojenie obwodu do wybranej częstotliwości /nieparzysta wielokrotność podstawowej częstotliwości użytego przetwornika piezoelektrycznego/ odbywa się przez dobór indukcyjności i pojemności układu nadajnika i odbiornika. W zakresie częstotliwości powyżej 30 MHz układ strojono przez zmianę parametrów wnęk rezonansowych.

Zmianę amplitud impulsu pobudzającego przetwornik i impulsu wchodzącego do odbiornika realizowano przez dobór oporności tłumiących odpowiednio w torze nadajnika i odbiornika. Dla utrzymania stałego widma impulsów nadajnika wszystkie pomiary wykonano przy jednej szerokości impulsu nadajnika.

Generator pobudzający przetwornik wytwarzający impulsy naprężenia prostopadłego dostarczał impulsów o częstotliwości 5 MHz i czasie trwania regulowanym w szerokich granicach /od 1 do ok. 20 μ s/. Amplitudę impulsów pobudzających można było zmieniać w sposób płynny od zera do ok. 3,5 kV.



Rys.6. Schemat blokowy układu elektronicznego.

Przy maksymalnym napięciu impulsów nadajnika /3,5 kV/ przemieszczenie nieobciążonego przetwornika wynosi $4,2 \cdot 10^{-9}$ m, a fala przemieszczeń w próbce NaCl ma amplitudę $1,85 \cdot 10^{-10}$ m. Maksymalne odkształcenie jest obliczane na $5,5 \cdot 10^{-6}$.

Obwody obydwóch przetworników były ze sobą zsynchronizowane. Za pomocą układu opóźnienia można było przesuwac moment wysłania impulsu fali mierzącej względem momentu wysłanie impulsu naprężenia prostopadłego.

3.4. Przetworniki piezoelektryczne

Jako źródło naprężenia poprzecznego stosowano prostokątne piezoelektryczne przetworniki o wymiarach 6x5 mm i częstotliwościach od 5 do 6 MHz. Przetworniki generujące falę pomiarową miały wymiary 5x4 mm i częstotliwość rezonansową od 10 MHz do 15 MHz. Używano przetworników o tak znacznej różnicy częstotliwości by uniknąć wzajemnego oddziaływania obwodów elektrycznych tych przetworników. Zwykle stosowano przetworniki kwarcowe. Nieliniowa charakterystyka napięcie - amplituda drgań oraz większe trudności z zapewnieniem dobrego sprzężenia w całym zakresie stosowanych temperatur ograniczyły stosowania bardziej czułych przetworników ceramicznych.

3.5. Przebiegi w próbce

Wartość i przebieg zmian temperaturowych całkowitego tłumienia fal ultradźwiękowych wyznaczano przez pomiar różnicy poziomów wybranych ech dna próbki. Pomiar dyslokacyjnej składowej tłumienia wykonywano zapisując zmiany różnicy poziomów wybranych ech dna próbki pod wpływem naprężenia wytworzonego przez przetwornik znajdujący się w bloku fali prostopadłej.

Amplitudę impulsów fali mierzącej utrzymywano w czasie pomiarów na tak wybranym poziomie by impuls fali mierzącej nie powodował zmian efektywnej długości pętli dyslokacji /tarcie wewnętrzne niezależne od amplitud/. Utrzymywanie amplitudy fali na stałym poziomie było możliwe w drodze każdorazowego doboru obciążenia nadajnika przez regulowany tłumik w ten sposób by amplituda wybranego echa była zawsze taka sama.

Napięcie impulsów pobudzających przetwornik 5 MHz dobrane dla każdej próbki, każdej temperatury i każdego sprzężenia, by wprowadzona do kryształu fala ultradźwiękowa powodowała odrywanie dyslokacji od defektów punktowych. Fakt osiągnięcia takiego poziomu naprężenia w kryształach można było ustalić przez obserwację poziomu tłumienia tych impulsów przy wzroście napięcia przykładanego do przetwornika /tzn. przez badanie amplitudowej zależności tłumienia/. By przy dobranej amplitudzie naprężenia fali prostopadłej wartość zmiany tłumienia była jak największa, rozmiary przetwornika i czas trwania impulsu wysyłanego przez ten przetwornik dobierano w ten sposób, aby brane pod uwagę przy pomiarze $\Delta\alpha$ impulsy fali mierzącej możliwie największą część drogi przebywały przez materiał poddany odkształceniu. W tym celu zwiększono czas trwania impulsu prostopadłego by wypełniał on całą próbkę. Uzyskiwany wtedy na ekranie oscyloskopu obraz ciągu impulsów odbitych przechodził w krzywą schodkową /rys. 7/.

Oprócz amplitudy naprężenia impulsów skośnych niezwykle istotnym parametrem okazały się długość impulsu i częstotliwość powtarzania. Przy znacznej amplitudzie impulsu i wysokiej częstotliwości powtarzania rośnie temperatura materiału próbki.

Fakt ten stwierdzono w bezpośredni sposób poprzez pomiar zmian temperatury próbki przy różnych amplitudach napięcia pobudzającego przetwornik, różnych szerokościach impulsu i przy różnych częstotliwościach powtarzania.

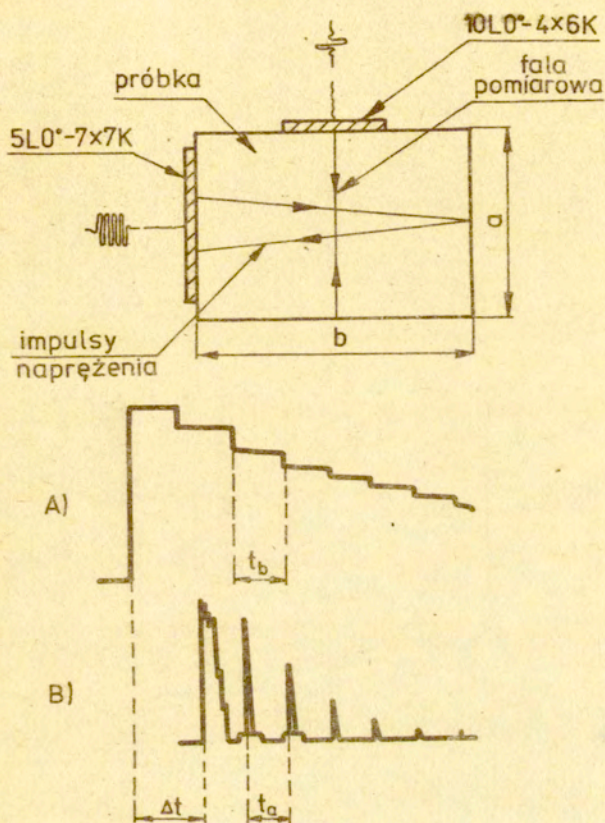
Rozpatrując temperaturowy efekt związany z dynamicznym naprężeniem prostopadłym należy zwrócić uwagę na gwałtowne zmiany własności cieplnych kryształu przy zmianach temperatury. I tak na przykład wartość współczynnika przewodnictwa cieplnego NaCl, /która w temperaturze około 20K przechodzi przez maksimum/ przy zmianie temperatury od 10K do 2K maleje czterynastokrotnie [30]. Gwałtownie maleje też ciepło właściwe. Dlatego należy zachować ostrożność, by wysokoczęstotliwościowa impulsowa metoda ultradźwiękowa była rzeczywiście metodą, której stosowanie nie narusza makroskopowego stanu badanej próbki.

Nie uwzględnienie faktu nagrzewania się obszarów próbki, przez które przechodzą impulsy ultradźwiękowe było jedną z przyczyn silnego rozrzutu wyników w zakresie niskich temperatur

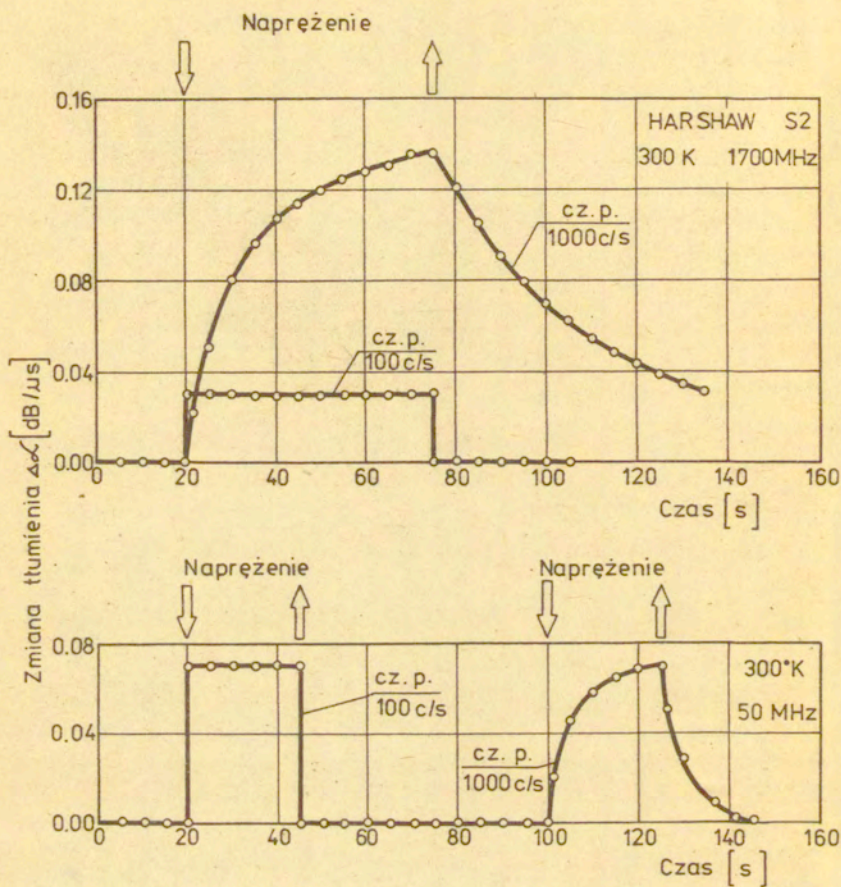
przy wyznaczaniu temperaturowego przebiegu stałej β , metodą akustyczną w aluminium [19] i w chlorku sodu [23]. Z zakresu, w którym tłumienie fali pomiarowej nie zależy od częstotliwości powtarzania, dla każdej temperatury wybierano częstotliwość powtarzania najniższą na jaką pozwalał poziom szumów. Praktycznym kryterium braku wpływu wzrostu temperatury próbki w czasie działania naprężenia skośnego, był rejestrowany przebieg zmian tłumienia. Gdy przy szybkości przesuwu taśmy pisaka 1 mm/s zmiany tłumienia były rejestrowane w postaci impulsu prostokątnego /patrz rys.8/, częstotliwość powtarzania uznawano za dostatecznie niską. Większość pomiarów niskotemperaturowych wykonano przy częstotliwości powtarzania impulsów 10-30Hz

Impuls fali pomiarowej był opóźniony w stosunku do impulsu naprężenia skośnego. Przejsie przez kryształ branego pod uwagę impulsu fali pomiarowej miało miejsce zawsze po minięciu silnego impulsu pobudzającego przetworniki naprężenia skośnego. Taki dobór synchronizacji zabezpieczał przed oddziaływaniem elektrycznych obwodów pomiarowego i naprężenia skośnego w czasie pomiaru.

W danej temperaturze dla każdej ze stosowanych częstotliwości rejestrowano najpierw wartość tłumienia fal ultradźwiękowych bez naprężenia skośnego, a następnie przykładano naprężenie skośne i dokonywano ponownego odczytu. Po wyłączeniu naprężenia skośnego, sprawdzono, czy tłumienie wróciło do poprzedniej wartości. Powrót tłumienia do poprzedniej wartości był dowodem, że naprężenie skośne nie spowodowało odkształceń plastycznych /nowe dyslokacje nie utworzyły się/. Przypuszczenie, że obserwowane zmiany poziomu wybranych impulsów fali pomiarowej są istotnie spowodowane zmianą dyslokacyjnej składowej tłumienia materiału próbki, a nie np. wzajemnym oddziaływaniem fal ultradźwiękowych, sprawdzono w ten sposób, że przez wygrzanie i silne napromieniowanie próbki, w której obserwowano zmiany tłumienia pod wpływem naprężenia, doprowadzono do unieruchomienia dyslokacji i prowadzono badania istnienia wpływu naprężenia prostopadłego i amplitudy fali mierzącej na wartość tłumienia. W tak przygotowanej próbce nie obserwowano ani amplitudowej zależności tłumienia ani zmian tłumienia przy przyłożeniu naprężenia skośnego. Po odkształceniu plastycznym



Rys. 7. Układ przetworników i przebiegu impulsów ultradźwiękowych w próbce.



Rys.8. Zmiany kształtu przebiegu $\Delta\alpha$ spowodowane nagrzewaniem próbki.

tej próbki przy identycznym układzie przetworników i przy tych samych wartościach napięć pobudzających obserwowano zarówno zależność tłumienia od amplitudy jak i wzrost tłumienia fali pomiarowej przy przyłożeniu naprężenia skośnego. Gdy w przypadku próbki, w której dla fali podłużnej obserwowano efekt przyrostu tłumienia, jako fali pomiarowej użyto fali poprzecznej /przetwornik o cięciu Y/ zmian nie obserwowano. Jest to dodatkowym potwierdzeniem dyslokacyjnego charakteru zjawiska, gdyż fale poprzeczne o dowolnej płaszczyźnie polaryzacji biegnące w kierunku $\langle 100 \rangle$ w kryształach kubicznych nie oddziałują z dyslokacjami w żadnym z czynnych układów poślizgu. Brak zauważalnych zmian tłumienia fali pomiarowej przy przepuszczaniu impulsów naprężeń prostopadłych w przypadkach:

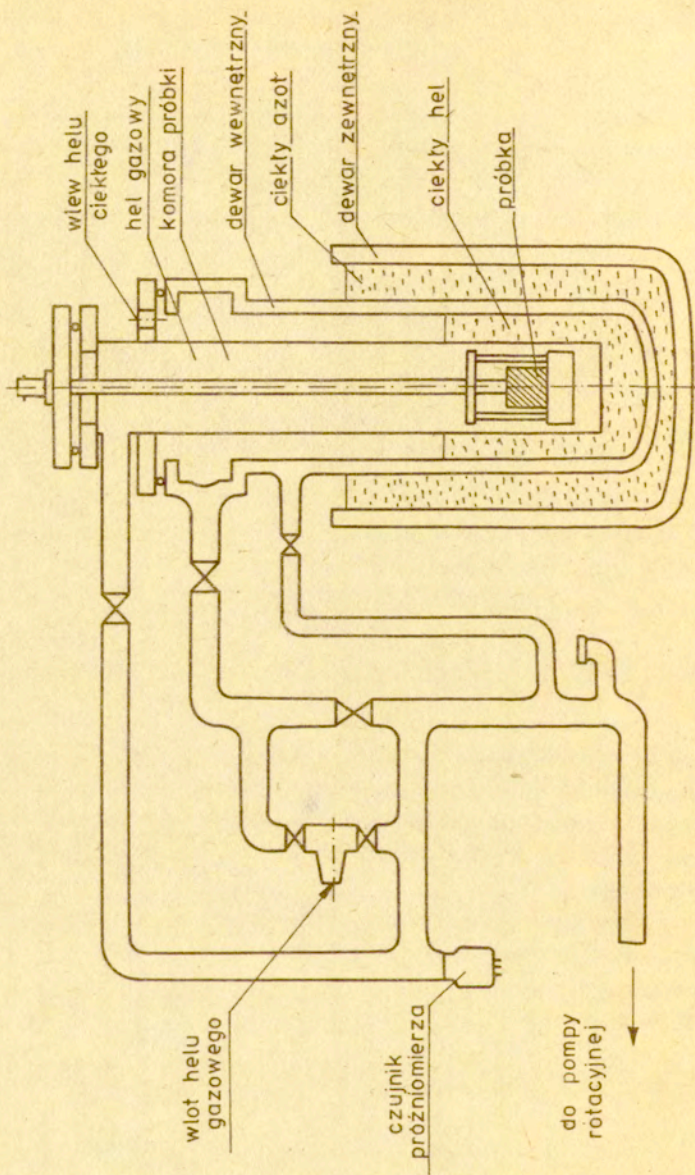
- gdy kryształ nie zawierał ruchliwych dyslokacji
- gdy fala pomiarowa była falą poprzeczną

potwierdza fakt, że mierzone zmiany tłumienia są pochodzenia dyslokacyjnego, a nie stanowią wyniku wzajemnego oddziaływania dwóch impulsów naprężenia rozchodzących się w kierunkach wzajemnie prostopadłych.

3.6. Technika niskich temperatur

Badania przeprowadzono w kriostacie helowym, którego schemat przedstawiono na rys.9. Szczegółowy opis budowy, techniki uzyskiwania niskich temperatur i zmian temperatury w komorze próbki, pomiar temperatury oraz sposób wykonywania sprzężenia akustycznego między przetwornikiem i kryształem są opisane w pracy [24].

Dla uniknięcia gradientów temperatury w próbce podczas pomiaru tłumienia zmieniano temperaturę w komorze próbki bardzo powoli, nie szybciej niż o 4K na godzinę i pomiaru dokonywano po upływie 15 minut od momentu osiągnięcia równowagi cieplnej.



Rys. 9. Schemat kriostatu

3.7. Błędy pomiaru

Bezwzględny błąd pomiaru różnicy amplitud wybranych ech dna próbki wynosił $\pm 0,04$ dB. Błąd pomiaru drogi fali nie przekraczał $\pm 0,004$ mm. Wartości współczynników tłumienia całkowitego i dyslokacyjnego w całym zakresie częstotliwości były wyznaczone z błędem maksymalnym 3%.

W zakresie temperatur od 300K do 20K błąd pomiaru temperatury wynosił $\pm 0,5$ K, w zakresie 20K - 4,2K pomiary były obciążone błędem $\pm 0,05$ K zaś poniżej 4,2K temperaturę mierzono z błędem $\pm 0,01$ K.

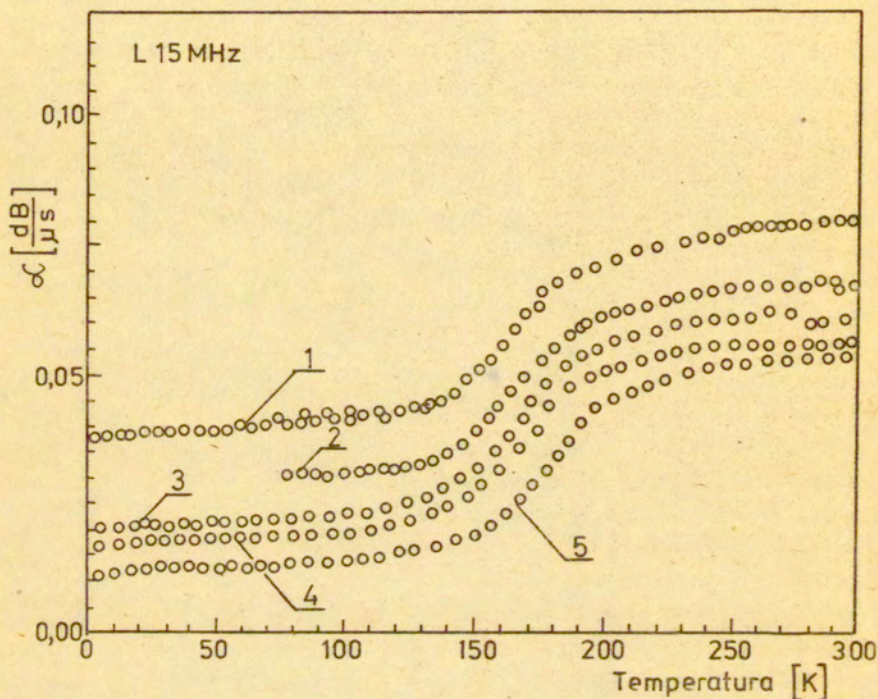
Częstotliwość ustalana była z błędem nie większym od 5%.

Dla oceny wiarygodności uzyskanych danych oprócz błędów pomiaru poszczególnych wartości ważna jest powtarzalność kształtu przebiegu temperaturowych zmian tłumienia. Wiadomo, że na skutek błędów w przygotowaniu próbek, nieprawidłowości sprzężenia akustycznego, czy też na skutek występowania gradientów temperatury w próbce, wyznaczana krzywa $\alpha(T)$ może mieć odmienne przebiegi.

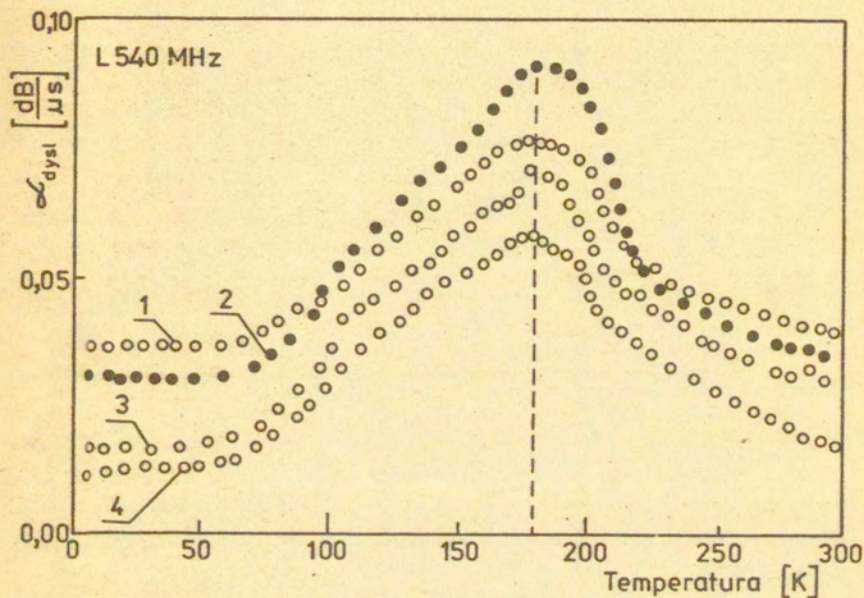
Wiarygodność wyników sprawdzano przez wielokrotne powtarzanie pomiarów. Przy każdej częstotliwości powtarzano pomiary bądź w całym zakresie temperatur, bądź w przedziałach, w których obserwowano charakterystyczne zmiany krzywych.

Na rys.10 pokazane są przebiegi temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego przy częstotliwości 15 MHz dla pięciu różnych próbek. Krzywą 1 otrzymano przy badaniu kryształu naturalnego, krzywe 2 i 3 uzyskano dla kryształów hodowanych w powietrzu, zaś krzywą 4 dla kryształu, który wyrósł w atmosferze chloru. Wartości bezwzględne tłumienia dyslokacyjnego w tych kryształach różnią się znacznie, lecz kształt krzywych jest powtarzalny.

Na rys.11 pokazano wyniki badania powtarzalności kształtu krzywej $\alpha(T)$ przy częstotliwości 540 MHz dla czterech próbek wyciętych z tego samego kryształu hodowanego w próżni. Podobnie jak w przypadku niższej częstotliwości powtarzalność przebiegu jest przekonująca. Zachowane jest też położenie pików tłumienia na osi temperatury.



kys.10. Temperaturowe zmiany tłumienia dyslokacyjnego w pięciu różnych próbkach. Częstotliwość 15 MHz.



Rys.11. Powtarzalność przebiegu zmian tłumienia dyslokacyjnego dla czterech próbek. Częstotliwość 540 MHz. Pionowa linia przerywana oznacza położenie maksimum.

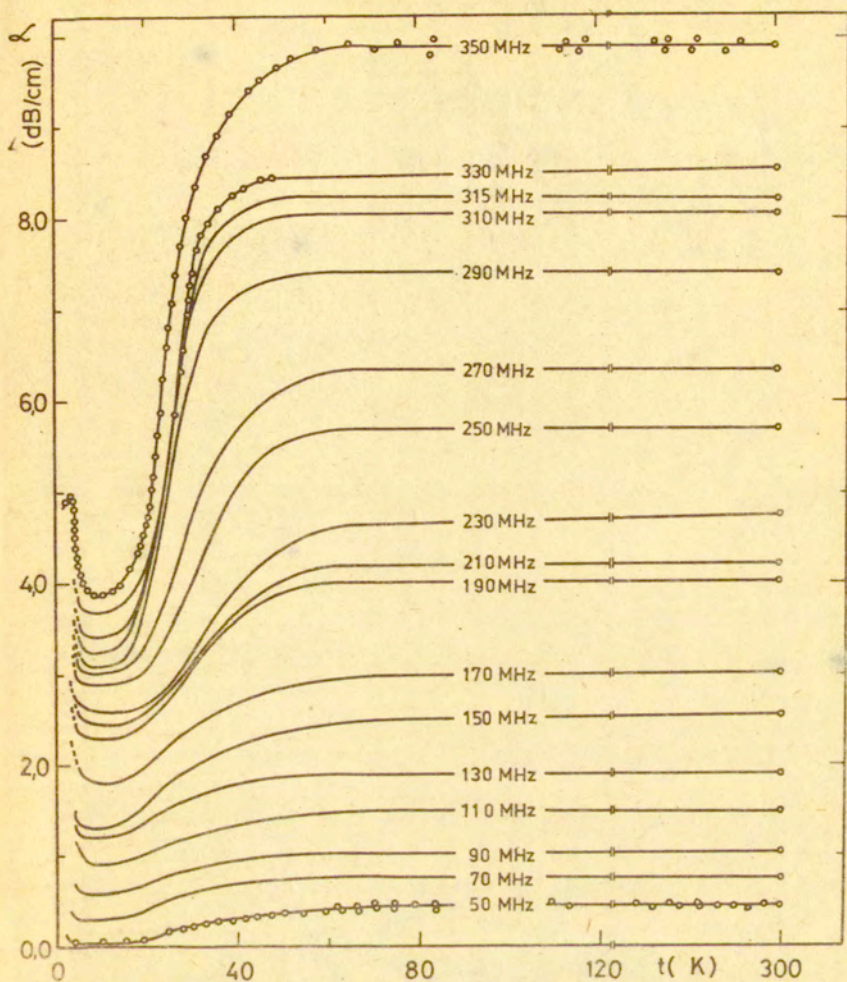
4. WYNIKI BADAŃ

4.1. Tłumienie całkowite

Badania rozpoczęto od wyznaczenia przebiegów temperaturowych zmian całkowitego tłumienia fal ultradźwiękowych w tym zakresie temperatur i przy tych częstotliwościach, przy których zamierzano badać dyslokacyjną składową tłumienia. Pomiar tłumienia całkowitego wykonano na próbkach nie zawierających ruchliwych dyslokacji. Celem tych pomiarów było poznanie zakresów zmian wartości współczynników tłumienia i szczegółów przebiegu zależności temperaturowej tłumienia całkowitego, które stanowi tło dla badanych w następnej kolejności zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia.

Temperaturowe przebiegi osłabienia podłużnych fal ultradźwiękowych biegnących w kierunku $\langle 100 \rangle$ w wygrzanych kryształach NaCl pokazano na rys.12. W zakresie temperatur $2\div 4$ K dla fal podłużnych występuje silne maksimum. Przy wzroście temperatury od ok. 5K do ok. 15K nie obserwuje się zmian tłumienia. Począwszy od temperatury około 15K ma miejsce wzrost tłumienia, przy czym szybkość przyrostu silnie rośnie ze wzrostem częstotliwości. Przy wzroście temperatury powyżej 80K aż do temperatury pokojowej wartość tłumienia fal ultradźwiękowych pozostaje stała.

Na mierzoną wartość osłabienia amplitudy fal składają się oprócz tłumienia fononowego także straty energii związane z rozpraszaniem fal na defektach sieci, straty w warstwie sprzęgającej przetwornik z próbką, straty w samym przetworniku i w obwodach elektrycznych związanych z przetwornikiem, a także straty geometryczne, wynikające z rozbieżności wiązki fal ultradźwiękowych. Tłumienie fononowe jest zależne od temperatury i w temperaturach bliskich temperaturze ciekłego helu jest pomijalnie małe. Udział pozostałych źródeł strat nie zależy od temperatury i miarą strat pochodzących z tych źródeł jest wartość α_0 osłabienia w temperaturach helowych. Dla wydzielenia tłumienia fononowego należy od zmierzonych w danej temperaturze wartości α odjąć wartość α_0 na odcinku niskotemperaturowej części krzywej $\alpha(T)$, na którym α nie zależy od temperatury. Na rys.13 przedstawiono przebieg temperaturowych zmian



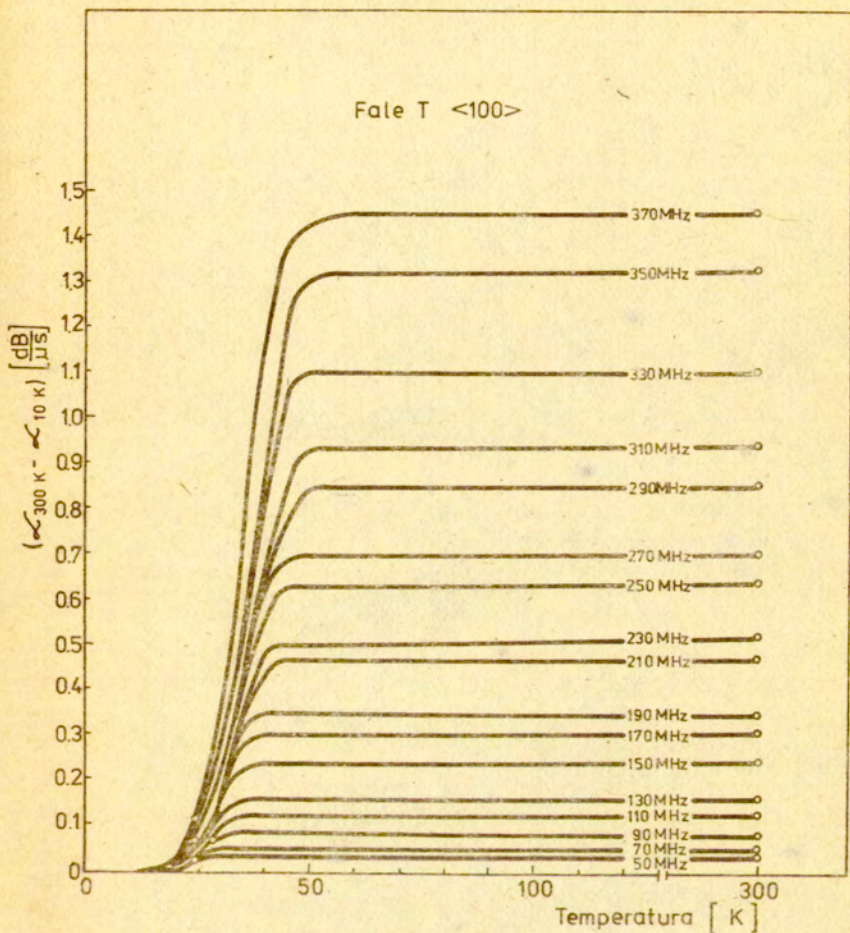
Rys.12. Temperaturowa zależność tłumienia podłużnych fal ultradźwiękowych rozchodzących się w kierunku $\langle 100 \rangle$.

tłumienia fononowego dla fal poprzecznych biegnących w kierunku $\langle 100 \rangle$. Zasadniczy kształt zależności jest podobny do kształtu krzywych dla fal podłużnych. W przypadku fal poprzecznych nie występuje niskotemperaturowe maksimum tłumienia.

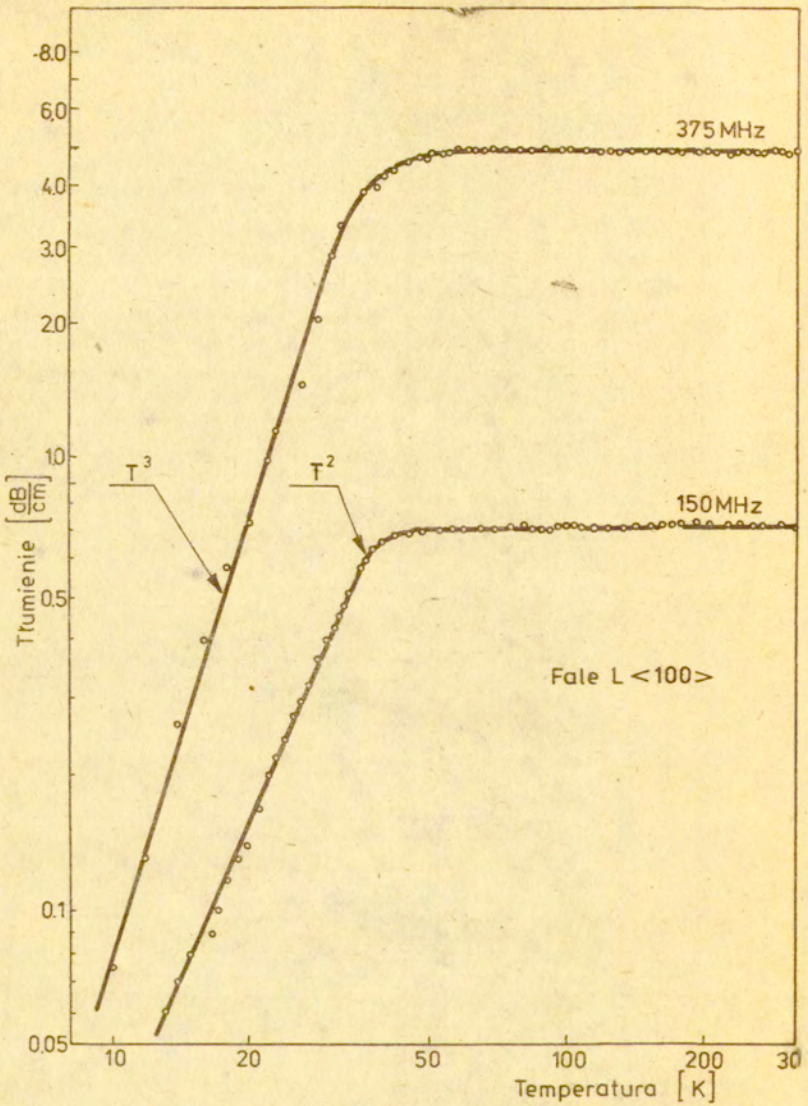
W przedziale temperatur, w którym tłumienie zmienia się wraz ze zmianą temperatury zależność tłumienie - temperatura ma charakter wykładniczy $\alpha \sim T^n$. Wartość wykładnika n jest zależna od częstotliwości i rośnie ze wzrostem częstotliwości. Dla fal podłużnych o częstotliwości 150 MHz $n \cong 2$, a przy częstotliwości 375 MHz $n \cong 3$ /rys.14/. Dla fal poprzecznych /rys.15/ zmianie częstotliwości od 150 MHz do 370 MHz odpowiada wzrost wartości wykładnika od $n \cong 5$ do $n \cong 7$.

Własności tłumienia powstałego w wyniku oddziaływania fal ultradźwiękowych z drganiami cieplnymi sieci obrazują wykresy przedstawione na rysunkach 12 + 15. Zarówno teoria klasyczna [31, 32] jak i kwantowo-mechaniczna [33, 34] tłumienia fononowego jakościowo dobrze opisują przebiegi temperaturowych i częstotliwościowych zmian tłumienia. Na wartość oraz na temperaturowe i częstotliwościowe charakterystyki tłumienia wpływa zarówno struktura sieci jak i koncentracja defektów, gdyż obydwa te czynniki określają czas życia fononów cieplnych. Dlatego też wartości i charakterystyki tłumienia fononowego poszczególnych materiałów, a nawet poszczególnych próbek tego samego materiału mogą różnić się w istotny sposób. Nie wchodząc w szczegóły podamy tu tylko objaśnienie zjawisk prowadzących do obserwowanej temperaturowej zależności tłumienia. W zakresie temperatur, w których czas życia fononów cieplnych τ jest większy od okresu fali ultradźwiękowej ($\omega\tau > 1$) fonony ciepłe oddziałują z falą ultradźwiękową przez wiele cykli i tłumienie silnie zależy od temperatury /patrz rys.1/. W temperaturach niskich amplitudy drgań cieplnych są małe i oparte na nieliniowości charakterystyki naprężenie - odkształcenie oddziaływania fononów akustycznych z cieplnymi praktycznie nie istnieją. Tłumienie fononowe jest wtedy małe i nie zależy od temperatury.

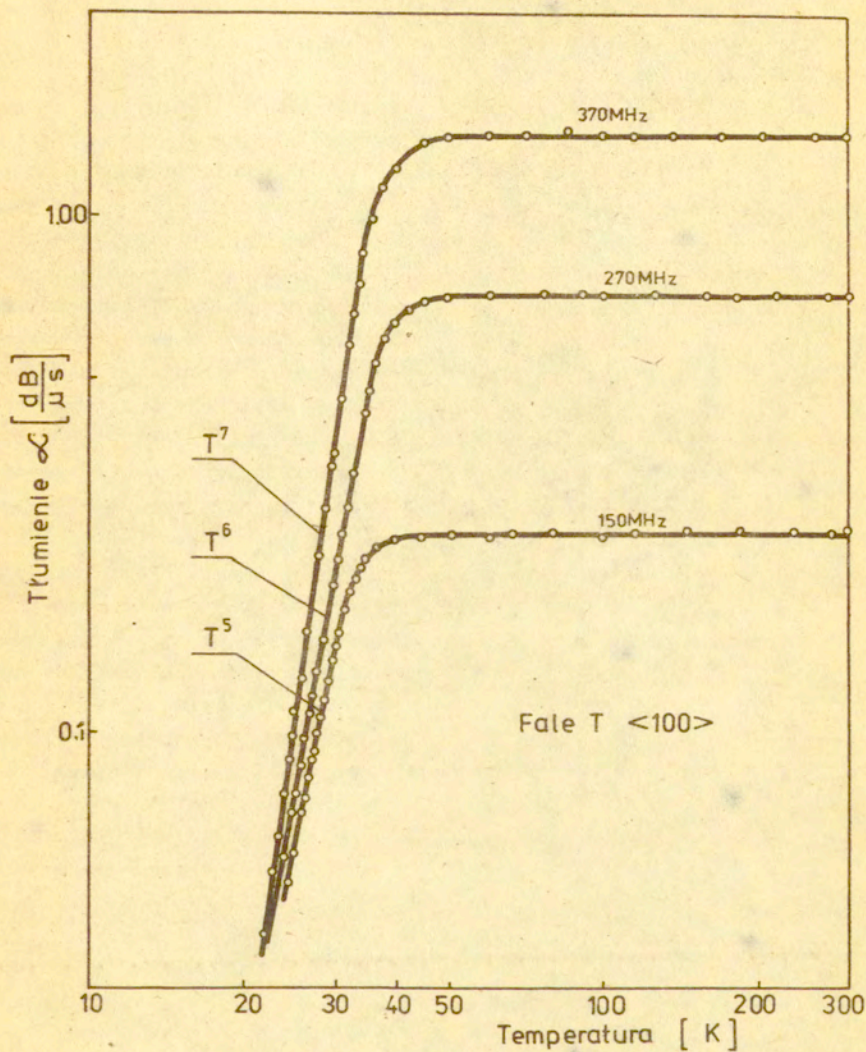
Dla prawidłowej interpretacji wyników pomiarów dyslokacyjnej składowej tarcia wewnętrznego konieczne jest wyjaśnienie mechanizmu prowadzącego do powstania niskotemperaturowego piku tłumienia. Badaniom tego piku poświęcono następny paragraf pracy.



Rys.13. Temperaturowa zależność tłumienia fal poprzecznych rozchodzących się w kierunku <100> .



Rys.14. Temperaturowe przebiegi tłumienia fal podłużnych we współrzędnych logarytmicznych.

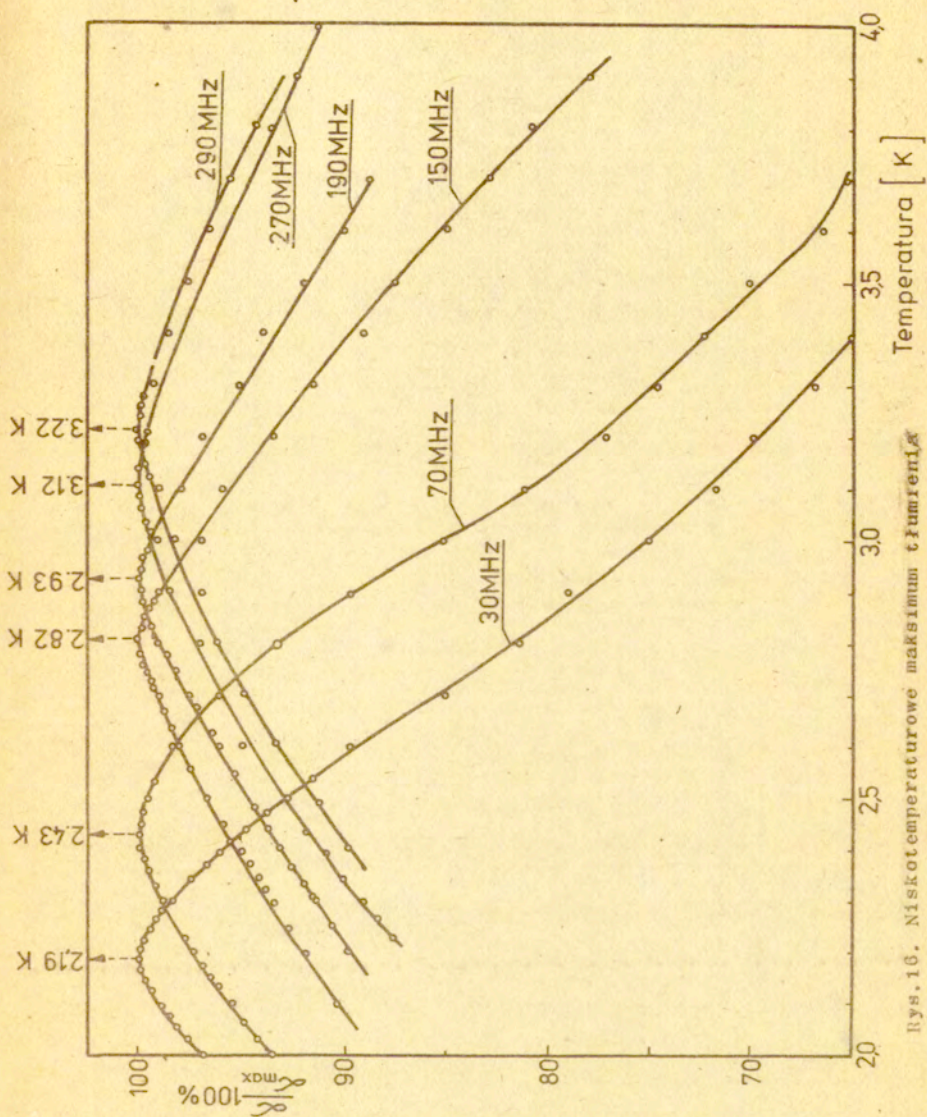


Rys.15. Temperaturowe przebiegi tłumienia fal poprzecznych w współrzędnych logarytmicznych.

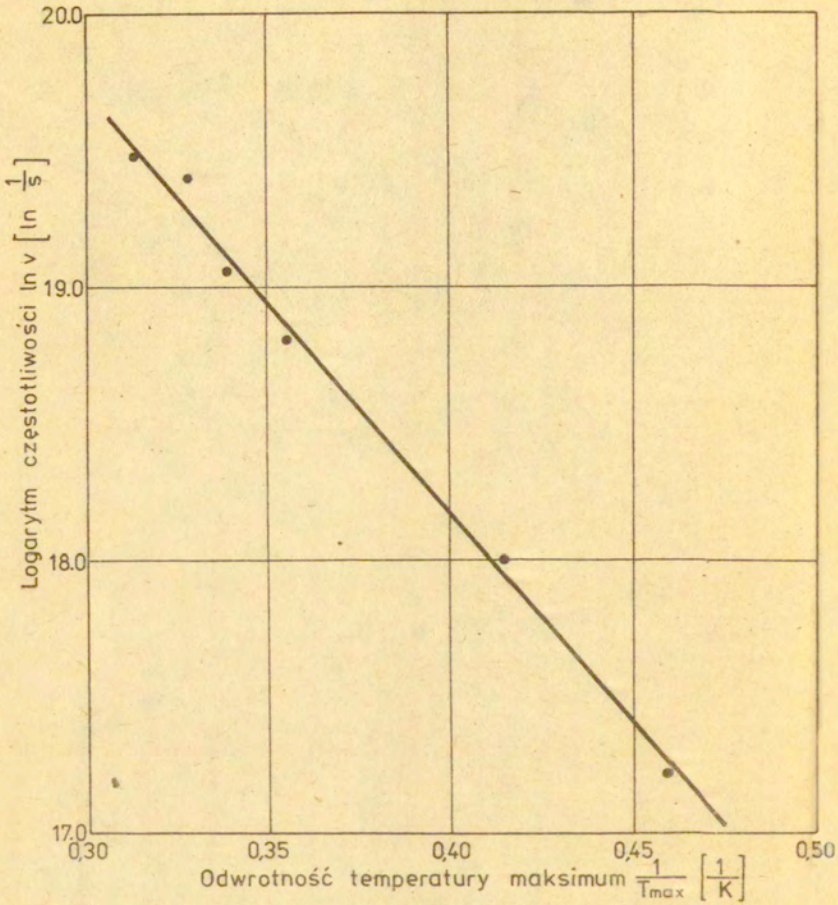
4.2. Niskotemperaturowy pik tłumienia

Na krzywych temperaturowej zależności tłumienia fal podłużnych /rys.12/ występuje maksimum tłumienia w zakresie temperatur poniżej 4,2K. Ze względu na to, że w dalszej części pracy przy rozpatrywaniu zjawisk dyslokacyjnych wykorzystuje się strunowy model dyslokacji, który nie opisuje dyslokacyjnych procesów relaksacyjnych, istotne było ustalenie mechanizmu odpowiedzialnego za obserwowane maksimum pochłaniania. Wykonano badania, które pozwoliły ustalić, że niskotemperaturowy pik tłumienia jest związany z relaksacją ^{częsteczek} wód wbudowanych w sieć kryształu i że dyslokacje nie biorą udziału w tworzeniu tego maksimum. Ze względu na czytelność, na rys.12 pik tłumienia zaznaczono tylko na górnej krzywej odpowiadającej częstotliwości 375 MHz. Na rys.16 pokazano "w powiększeniu" niskotemperaturowe fragmenty krzywych zmian tłumienia dla kilku częstotliwości. Na osi pionowej odłożono wartości znormalizowanych zmian tłumienia α / α_{\max} wyrażone w procentach. Ze wzrostem częstotliwości fal rośnie temperatura, w której pojawia się pik tłumienia. Zależność między logarytmem naturalnym częstotliwości i odwrotnością temperatury pików /wykres na rys.17/ jest liniowa - co wskazuje na proces relaksacyjny, cieplnie aktywowany. Mechanizm takich procesów absorpcji energii polega na cieplnie aktywowanych przeskokach defektów między dwoma położeniami oddzielnymi barierą potencjału. Na podstawie zależności $\ln \nu - 1/T$ można wyliczyć energię aktywacji niezbędną do realizacji przeskoków. Wartość energii aktywacji wynosi $1,6 \cdot 10^{-15}$ erga.

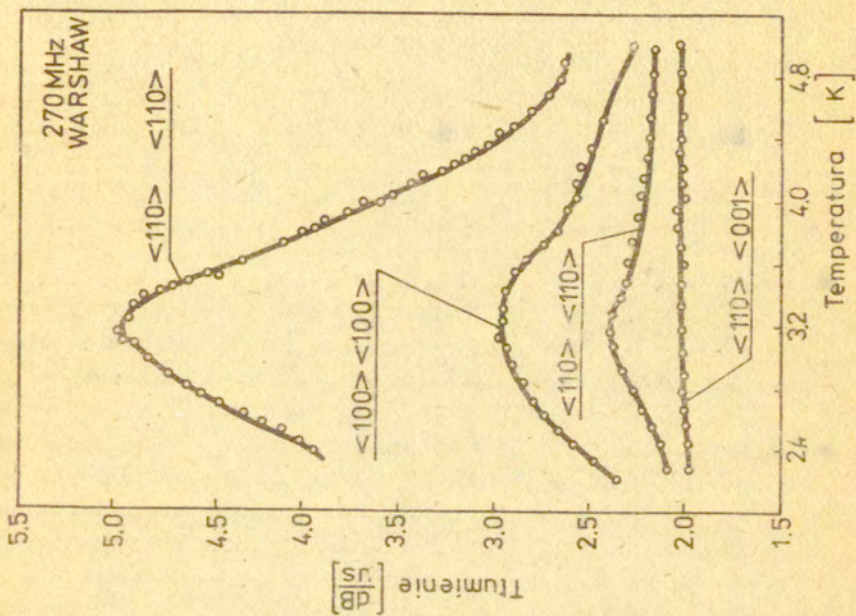
Dla ustalenia orientacji defektu odpowiedzialnego za maksimum pochłaniania zbadano przebiegi tłumienia fal podłużnych i poprzecznych rozchodzących się w kilku kierunkach krystalograficznych i mających różną polaryzację. Wyniki uzyskane przy częstotliwości 270 MHz pokazano na rys.18. Najbardziej uwydatnione maksimum otrzymuje się w przypadku fal poprzecznych rozchodzących się w kierunku $\langle 110 \rangle$ i spolaryzowanych w kierunku $\langle 110 \rangle$. Dla fal podłużnych biegnących w kierunku $\langle 100 \rangle$ /to jest dla konfiguracji, przy której wykonywano wszystkie badania tłumienia wynikającego zarówno z oddziaływań fononów akustycznych jak i z oddziaływań fononów cieplnych z



rys. 16. Niskotemperaturowe maksimum tłumienia



Rys.17. Zależność między logarytmem naturalnym częstotliwości i odwrotnością temperatury piku



Nys. 18. Tłumienie fali ultradźwiękowej o różnej polaryzacji w zakresie temperatur 2K-5,0K przy częstotliwości 270 MHz

dyslokacjami/ maksimum jest mniejsze. Jeszcze słabiej zarysowane jest maksimum dla fal podłużnych biegnących w kierunku $\langle 110 \rangle$. Natomiast w przypadku fal poprzecznych rozchodzących się w kierunku $\langle 110 \rangle$ i spolaryzowanych w kierunku $\langle 001 \rangle$ maksimum w ogóle nie występuje.

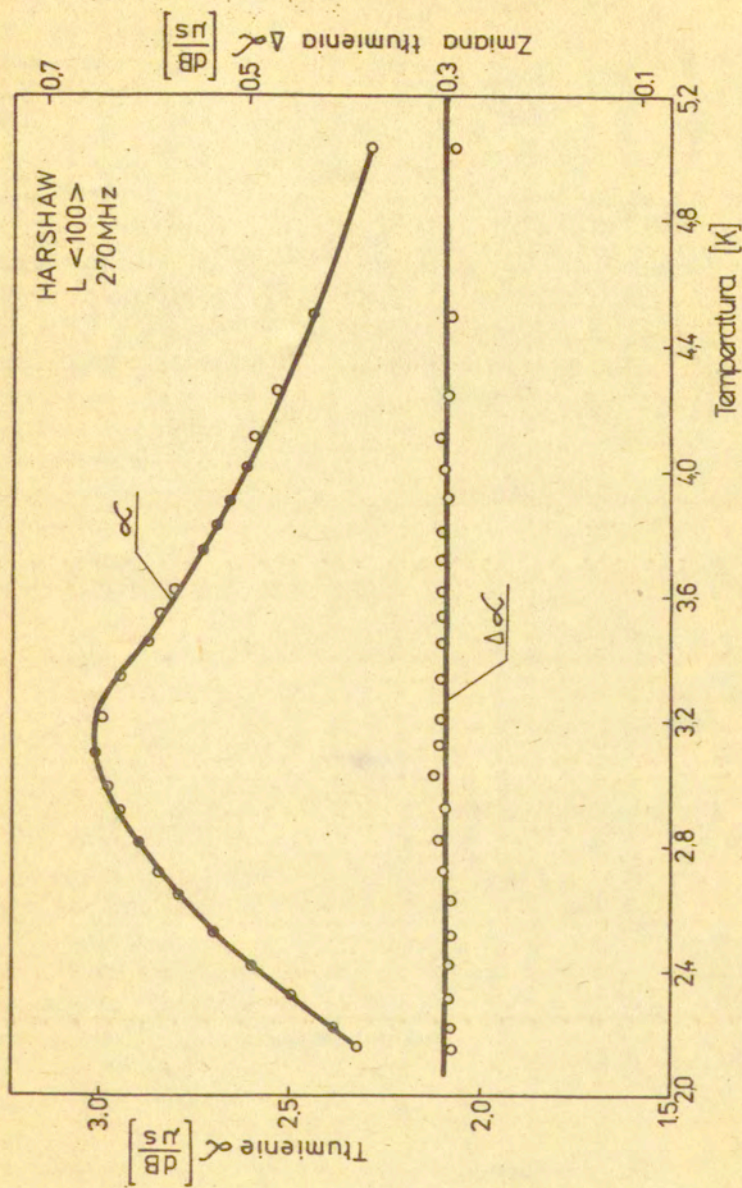
Jeśli zestawić te wyniki z rozkładem odkształceń wzdłuż osi kubicznych związanych z przejściem fal ultradźwiękowych/Tabela I/ to nasuwa się wniosek, że odpowiedzialna za pik pochłaniania cząsteczka ma oś skierowaną wzdłuż kierunku $\langle 100 \rangle$.

TABELA I. Odkształcenia w kierunku osi kubicznych przy przechodzeniu fal o amplitudzie ϵ .

Kierunek	Polaryzacja	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_3
$\langle 110 \rangle$	$\langle \bar{1}10 \rangle$	$-\frac{1}{2}\epsilon$	$\frac{1}{2}\epsilon$	0
$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$		0	0
$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\frac{1}{2}\epsilon$	$\frac{1}{2}\epsilon$	0
$\langle 110 \rangle$	$\langle 001 \rangle$	0	0	0

Cząstka, której oś jest ustawiona wzdłuż kierunku $\langle 100 \rangle$ reaguje najsilniej na odkształcenie związane z falą poprzeczną biegnącą wzdłuż $\langle 110 \rangle$ i spolaryzowaną w kierunku $\langle 110 \rangle$, natomiast nie reaguje zupełnie z falą poprzeczną rozchodzącą się wzdłuż osi $\langle 110 \rangle$ i spolaryzowaną w kierunku $\langle 001 \rangle$. Te fale, dla których występuje pochłanianie powodują zmianę wymiarów osiowych cząsteczki, a tym samym modulują energię związaną z orientacją osi. Badania optyczne Kuhn'a i Luty [35] stwierdziły taką właśnie orientację osi wbudowanej w kryształ NaCl cząsteczki wody. Badania temperaturowych zmian tłumienia w próbkach hodowanych w próżni /kryształy "Optovac"/nie wykazały istnienia niskotemperaturowego pików tłumienia. Jeśli natomiast kryształ hodowany w próżni wygrzano w atmosferze pary wodnej /5 godzin, 750°C/ w kryształach tym występowało maksimum tłumienia. Nie stwierdzono występowania maksimum tłumienia w kryształach hodowanych w atmosferze chloru, natomiast w naturalnych kryształach pochodzących z żupy solnej w Wieliczce maksimum występuje.

Obecność cząstek wody w sieci kryształów NaCl hodowanych w powietrzu stwierdzili Wanderslice i Whetten [36] w drodze



rys.19. Przebiegi zmian tłumienia całkowitego α i dyslokacyjnej składowej tłumienia $\Delta\alpha$ fal podłużnych o częstotliwości 270 MHz.

analizy spektrograficznej gazów wydostających się z łupanych w próżni kryształów. Podobne, niskotemperaturowe maksimum tłumienia zauważył Lange [37] w kryształach tlenku magnezu zawierających jony chromu. W przypadku kryształów hodowanych w powietrzu obserwuje się znaczny wzrost ciepła właściwego w tym samym zakresie temperatur, w którym występuje opisywany tu pik tłumienia [27]. Obydwa zjawiska mogą być spowodowane działaniem tego samego mechanizmu.

Potwierdzenie niedyslokacyjnego charakteru niskotemperaturowego maksimum tłumienia uzyskano przez jednoczesne pomiary temperaturowego przebiegu całkowitego osłabienia fal ultradźwiękowych i samej dyslokacyjnej składowej tłumienia. Wyniki dla fal podłużnych o częstotliwości 270 MHz biegnących w kierunku $\langle 100 \rangle$ pokazano na rys.19. W interesującym zakresie temperatur całkowite tłumienie fal przechodzi przez maksimum, podczas gdy składowa dyslokacyjna jest praktycznie niezależna od temperatury. W kryształach wygrzanych, lub silnie napromieniowanych w których dyslokacyjna składowa tłumienia nie występuje, niskotemperaturowe maksimum tłumienia ma taki sam charakter jak przed wygrzaniem lub napromieniowaniem.

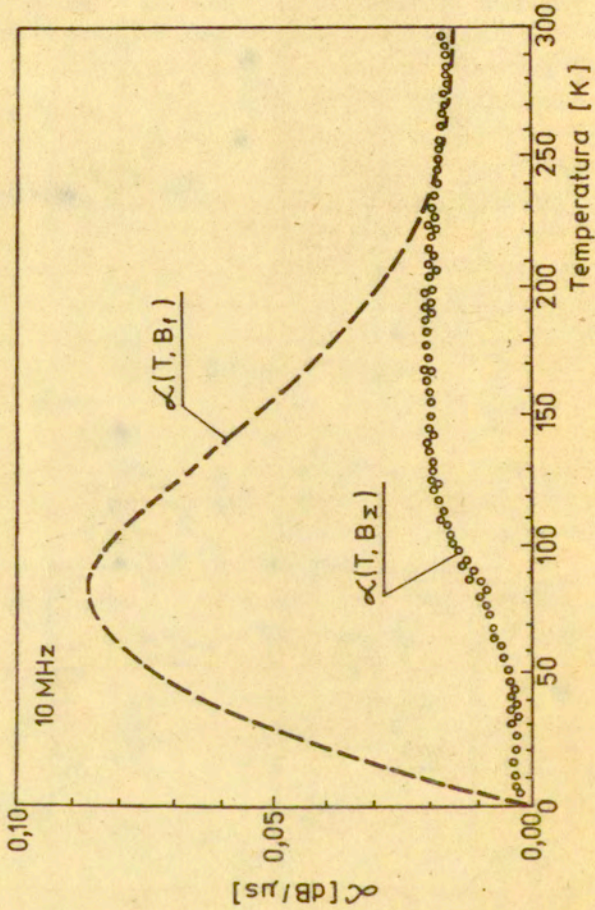
4.3. Temperaturowe zmiany tłumienia dyslokacyjnego

Wyznaczone przebiegi temperaturowej zależności dyslokacyjnej składowej tłumienia podłużnych fal ultradźwiękowych o częstotliwościach 10 MHz, 45 MHz, 90 MHz, 120 MHz, 200 MHz, 300 MHz, 500 MHz, 700 MHz i 750 MHz pokazano na rysunkach od 20 do 28. Każdą z tych krzywych otrzymano w wyniku pomiarów wykonanych na oddzielnej próbce. Poszczególne próbki, chociaż wycięte z tego samego bloku różniły się między sobą własnościami akustycznymi /różne wartości współczynnika osłabienia fal przy danej częstotliwości i różne wartości dyslokacyjnej składowej tłumienia/. Głównym powodem różnic wartości tłumienia całkowitego i tłumienia dyslokacyjnego w poszczególnych próbkach jest nierównomierne rozkład gęstości dyslokacji w bloku i lokalne różnice konfiguracji sieci dyslokacyjnej. Dla uzyskania większej, a więc łatwiej mierzalnej wartości tłumienia dyslokacyjnego, wiele kryształów odkształcano plastycznie. Niewielkie różnice wartości zadanego odkształcenia plastycznego nawet przy jednakowych

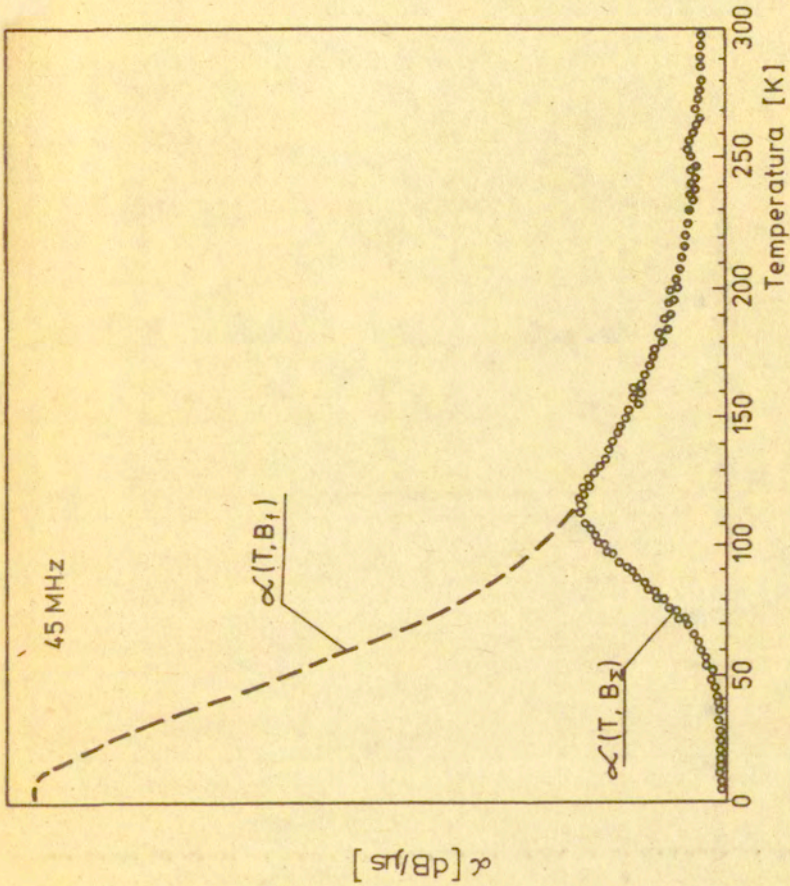
własnościach materiału wyjściowego, powodują znaczne różnice wartości dyslokacyjnej składowej tłumienia. Dlatego też dane przedstawione na wykresach rys.20 + 28 nie mogą służyć do analizy częstotliwościowej zależności tłumienia dyslokacyjnego. Taką zależność należałoby wyznaczać na jednej i tej samej próbie. W zakresie częstotliwości 10 MHz + 20 MHz krzywe zmian tłumienia dyslokacyjnego w funkcji temperatury mają kształt schodka. Gdy temperatura rośnie od temperatury helowej do ok. 80K dyslokacyjna składowa tłumienia pozostaje praktycznie stała. Przy 10 MHz w przedziale temperatur 50K + 120K obserwuje się wzrost tłumienia dyslokacyjnego ze wzrostem temperatury. Powyżej ok. 130K tłumienie dyslokacyjne nie wykazuje zmian przy wzroście temperatury aż do temperatury pokojowej.

W zakresie częstotliwości 45 MHz + 160 MHz na krzywej temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego występuje maksimum, które ze wzrostem częstotliwości przesuwa się w kierunku temperatur niższych. Przy częstotliwościach około 200 MHz ze wzrostem temperatury obserwuje się słaby, monotoniczny spadek tłumienia dyslokacyjnego. W zakresie częstotliwości od 300 MHz do 700MHz występuje maksimum, które ze wzrostem częstotliwości coraz bardziej się wykształca. Temperatura, w której występuje maksimum jest tym wyższa im większa jest częstotliwość fal ultradźwiękowych. Przy częstotliwości 750 MHz w całym zakresie temperatur tłumienie rośnie wraz ze wzrostem temperatury.

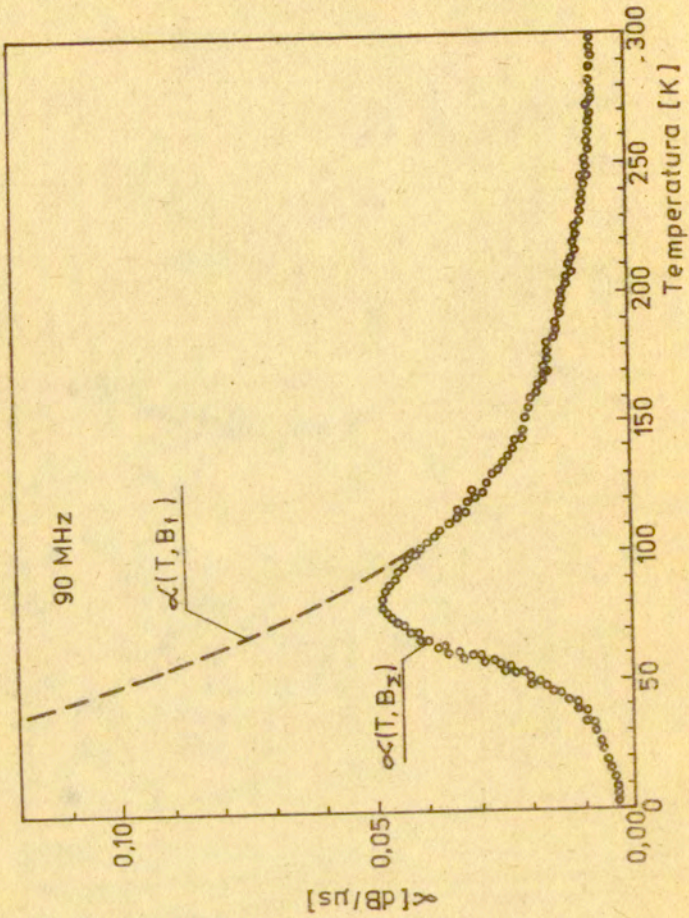
Dla łatwiejszego porównania wyników na rys.29 pokazano schematycznie zmiany kształtu krzywych tłumienia dyslokacyjnego w funkcji temperatury otrzymanych przy różnych częstotliwościach. Linia przerywana wskazuje kierunki przesuwania się maksimum tłumienia.



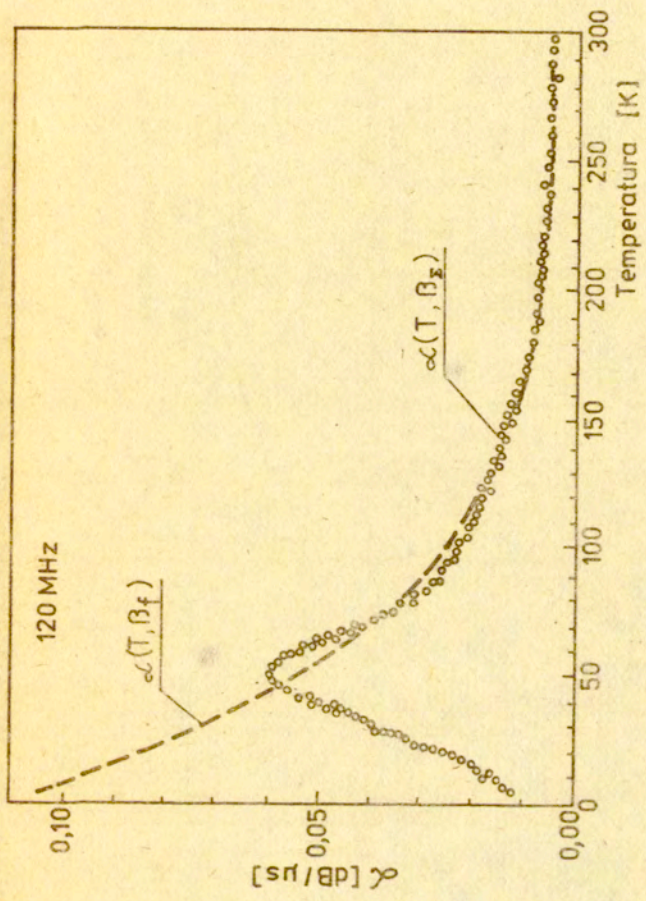
rys. 20. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



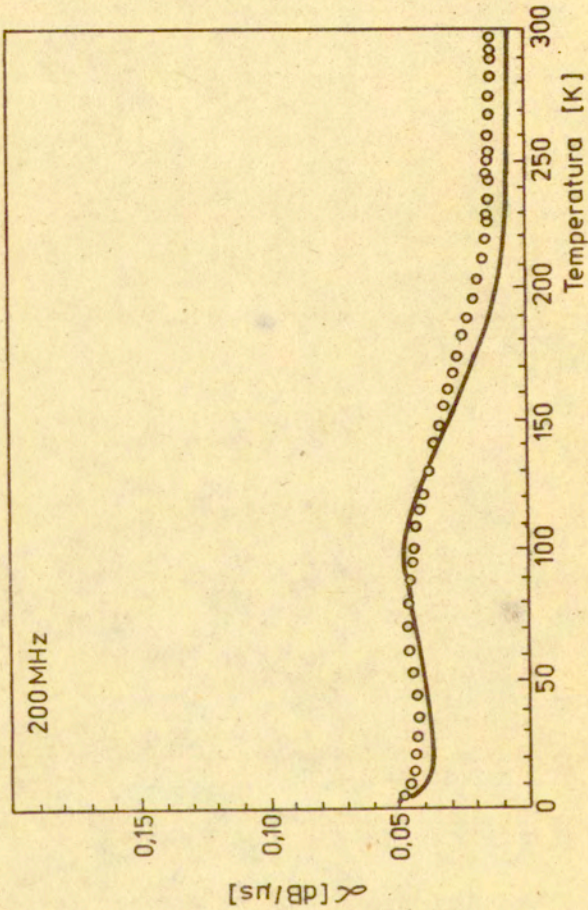
Rys. 21. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej skądowej tłumienia przy częstotliwości 45 MHz.



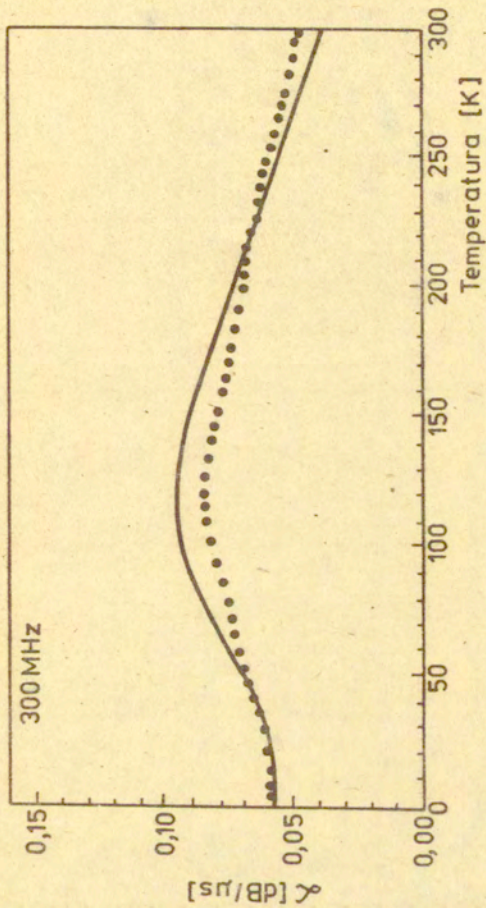
Rys. 22. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



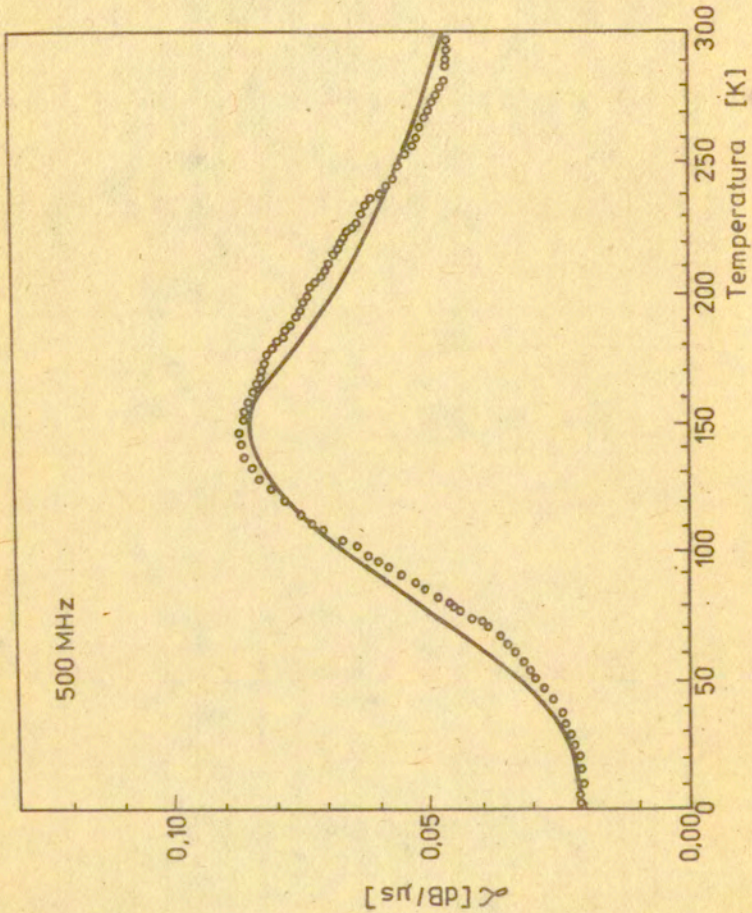
Rys. 23. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



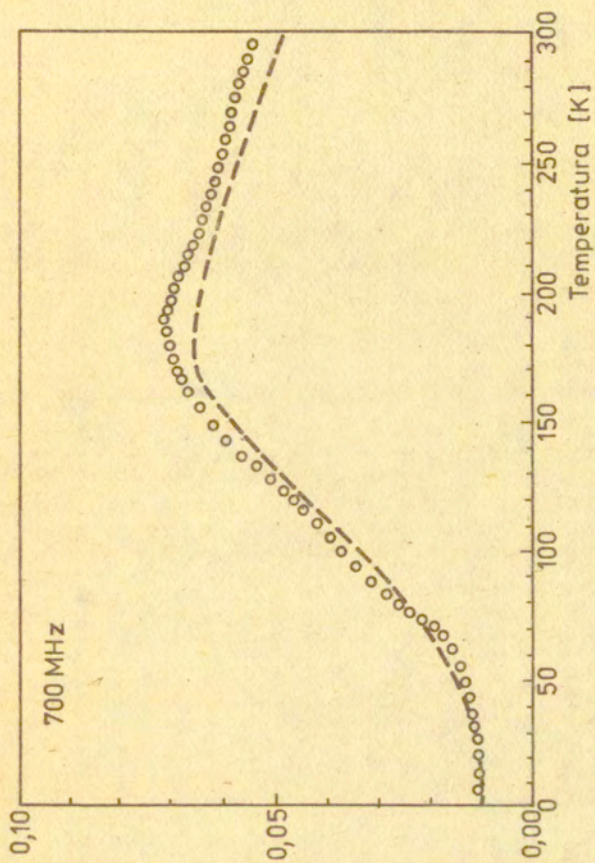
Rys. 24. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



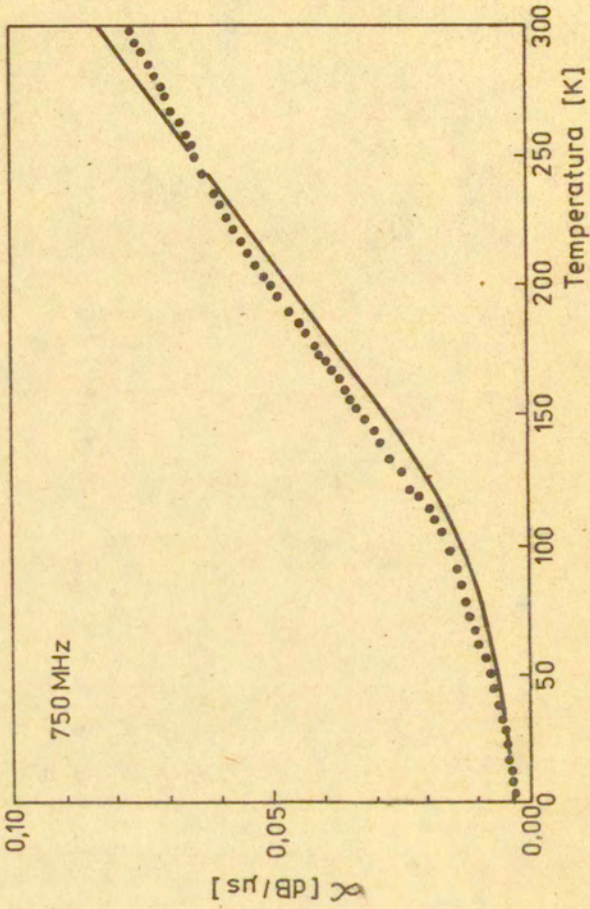
Rys.25. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



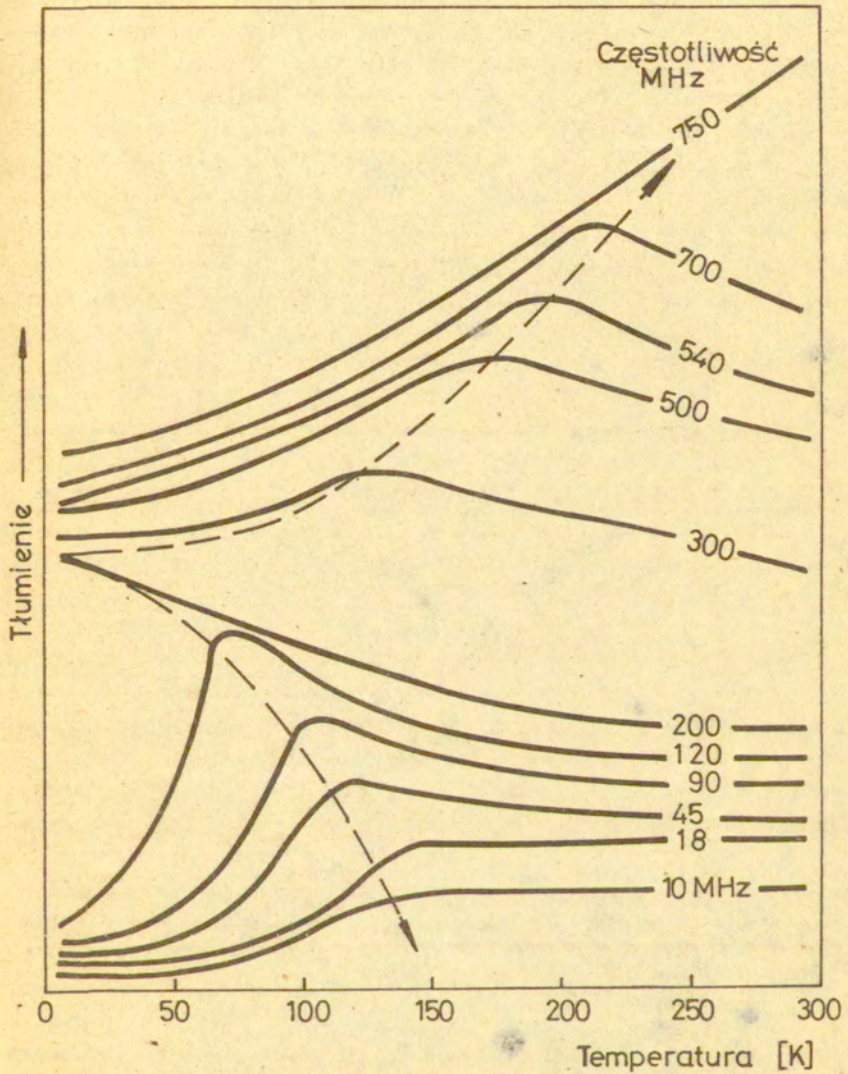
Rys. 26. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



Rys. 27. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



Rys.28. Temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnej składowej tłumienia



Rys.29. Schematyczne zestawienie kształtu krzywych dla różnych częstotliwości

5. Dyskusja temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego

5.1. Porównanie przebiegów doświadczalnych z teorią Granato-Lücke

Krzywe na rys.20 + 28 przedstawiają przebiegi zmian tłumienia dyslokacyjnego w funkcji temperatury według przewidywań teorii Granato-Lücke. Krzywe te wyznaczono według wzoru (4) wstawiając wartości stałej tłumienia fononowego i częstotliwości rezonansowej pętli według danych przedstawionych na rys.3 i 4. Punkty wyznaczają przebiegi zmian obserwowanych doświadczalnie.

Dla fal o częstotliwości większej od 200 MHz /częstotliwość kołowa $\omega \geq 1200$ MHz/ obserwuje się zgodność przebiegów doświadczalnych z teoretycznymi. W tym przedziale częstotliwość kołowa fal jest w całym zakresie stosowanych temperatur większa od średniej częstotliwości rezonansowej pętli ω_0 . Jak widać z rysunku 4 największa wartość średniej częstotliwości rezonansowej pętli jest bliska 900 MHz. Wynik ten oznacza, że wzór (4) dobrze opisuje temperaturowe przebiegi zmian dyslokacyjnego tłumienia fal o częstotliwościach większych od 200 MHz, jeśli we wzorze tym uwzględnimy temperaturowe zmiany stałej tłumienia fononowego wg teorii Leibfrieda i częstotliwości rezonansowej zgodnie z wynikami pomiarów.

Dla częstotliwości 120 MHz, 90 MHz, 45 MHz i 10 MHz krzywe wyznaczone według wzoru (4) znacznie odstępują od przebiegów doświadczalnych. Odstępstwo zachodzi w obszarze niskich temperatur, a różnice między przebiegami teoretycznymi i doświadczalnymi rosną, gdy częstotliwość fali maleje.

Przy częstotliwości 10 MHz krzywa teoretyczna przechodzi przez maksimum w temperaturze około 80K. Dane doświadczalne nie wykazują obecności maksimum tłumienia.

Krzywa doświadczalna ma kształt schodka. Przy częstotliwości $f = 10$ MHz częstotliwość kołowa fal ω wynosi 63 MHz i w całym zakresie stosowanych temperatur jest niższa, od średniej częstotliwości rezonansowej pętli ω_0 . Najniższa wartość ω_0 wynosi około 100 MHz.

Na krzywych doświadczalnych pojawia się maksimum przy częstotliwości 45 MHz /rys.21/, i występuje jeszcze przy 120 MHz.

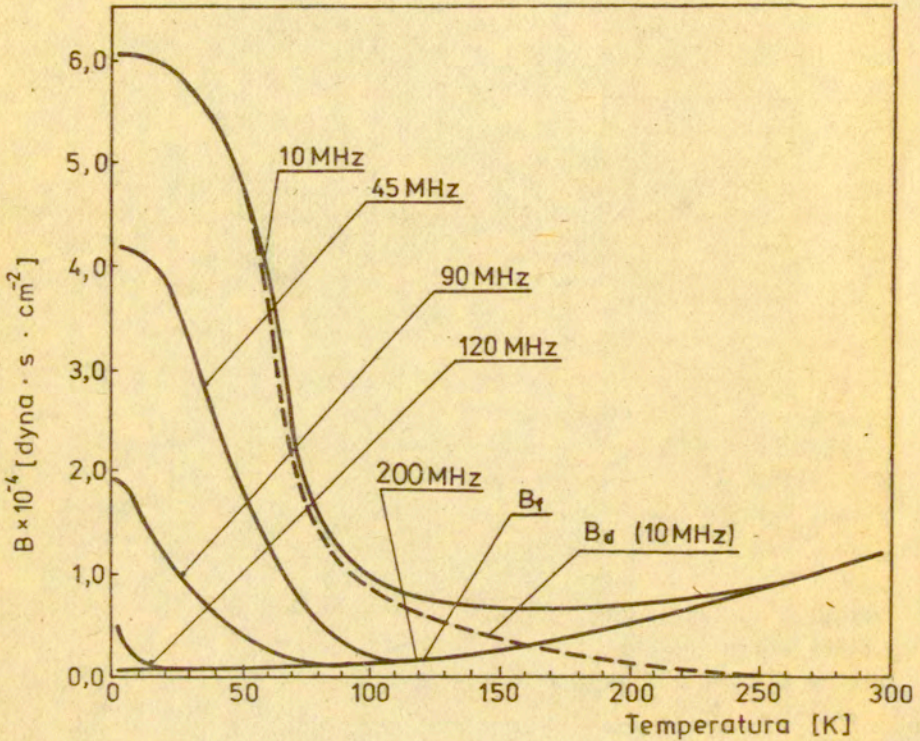
Ze wzrostem częstotliwości fali maksimum f_0 przesuwa się w kierunku niższych temperatur. W tym zakresie częstotliwości krzywe teoretyczne przystają do przebiegów doświadczalnych tylko wysokotemperaturowymi zbroczami, a w zakresie temperatur niższych od temperatury, w której występuje maksimum przy spadku temperatury wartości wyliczone narastają, podczas gdy wartości zmierzone maleją. Rozbieżność między krzywymi rośnie gdy temperatura zbliża się do zera, a odcinek zgodnego przebiegu jest tym większy im wyższa częstotliwość fali. W tym zakresie częstotliwość kołowa fal /282 + 753 MHz/ mieści się w przedziale temperaturowych zmian częstotliwości rezonansowej pęteli /100 + 900 MHz/. Stwierdzona tu niezgodność przebiegów doświadczalnych i wyliczonych według wzoru (4) przy częstotliwościach poniżej 200 MHz w zakresie niskich temperatur ilustruje trudności w opisie niskoczęstotliwościowego tłumienia dyslokacyjnego przez teorię Granato-Lücke.

Dla uzyskania ze wzoru (4) przebiegów temperaturowych tłumienia zgodnych z doświadczeniem trzeba przyjąć, że w zakresie niskich częstotliwości i niskich temperatur stała tłumienia ruchu dyslokacji ma inny przebieg niż przewiduje to teoria Leibfrieda /krzywa L na rys.3/. Hamowanie ruchu dyslokacji przez oddziaływanie tylko z fononami ciepłymi nie tłumaczy obserwowanych przebiegów.

Wartości stałej tłumienia ruchu dyslokacji, które należy wstawić do wzoru (4) aby uzyskać opis temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego zgodny z wynikami pomiarów można wyznaczyć z zależności:

$$(24) \quad \beta = \frac{1 - \left[1 - 4 (\omega^2 - \omega_0^2) \omega^2 A^{-2} \mathcal{L}^2 \right]^{\frac{1}{2}}}{2 \omega^2 A^{-2} \mathcal{L}}$$

w której A jest masą jednostki długości linii dyslokacji ω i ω_0 są odpowiednio częstotliwościami kołowymi fali i drgań rezonansowych sieci dyslokacji, zaś \mathcal{L} jest współczynnikiem tłumienia dyslokacyjnego. Obliczoną według wzoru (24) wartość współczynnika hamowania ruchu dyslokacji będziemy nazywać całkowitym współczynnikiem hamowania i oznaczać β_{Σ} .



Ras. 30. Temperaturowe zmiany stałej β_x . Stała tłumienia fononowego oznaczona β_f . Stała tłumienia pochodzącego od defektów punktowych przy częstotliwości 10 MHz oznaczona jest β_d .

Obejmuje on tłumienie ze strony wszystkich czynnych mechanizmów hamowania. Wykresy na rys. 30 pokazują przebiegi temperaturowych zmian wartości całkowitego współczynnika hamowania odpowiadające częstotliwościom fali 10 MHz, 45 MHz, 90 MHz, 120 MHz i 200 MHz. Na rysunku tym pokazano także przebieg zmian stałej tłumienia fononowego β_f .

Dla wyjaśnienia przebiegu krzywej zmian tłumienia przy częstotliwości 10 MHz należy przyjąć, że współczynnik hamowania ruchu dyslokacji w zakresie od 250K jest większy od współczynnika hamowania fononowego i że wartość tego współczynnika rośnie przy spadku temperatury. W temperaturze 10K wartość całkowitego współczynnika hamowania jest pięciokrotnie większa od wartości współczynnika fononowego w temperaturze pokojowej.

Ze wzrostem częstotliwości maleją różnice między β_Σ i β_f . Krzywe odpowiadające coraz wyższej częstotliwości zbliżają się do przebiegu stałej hamowania fononowego. Począwszy od częstotliwości 200 MHz przebieg $\beta_\Sigma(T)$ pokrywa się w granicach błędów z przebiegiem $\beta_f(T)$.

Należy przyjąć, że różnica między całkowitym współczynnikiem hamowania β_Σ i współczynnikiem hamowania wynikającego z oddziaływaniem z fononami β_f jest skutkiem działania innych mechanizmów hamowania ruchu dyslokacji. Wkład mechanizmów innych niż tłumienie fononowe przy częstotliwości 10 MHz pokazuje linia przerywana na rys. 30.

5.2. Inne mechanizmy hamowania ruchu dyslokacji

Dla znalezienia prawdopodobnego mechanizmu lub mechanizmów odpowiedzialnych za dodatkowe hamowanie ruchu dyslokacji w niskich temperaturach i przy niskich częstotliwościach dokonamy przeglądu procesów, które obok oddziaływań typu dyslokacja-fonon mogą brać udział w obserwowanym zjawisku. Ograniczymy się do procesów, które mogą mieć miejsce w dielektrykach. Należy tu wyróżnić procesy związane z oddziaływaniem dyslokacji z siecią kryształu /np. promieniowanie dyslokacji czy "tarcie suche"/ oraz procesy wynikające z oddziaływaniem dyslokacji z defektami punktowymi.

Próby wyjaśnienia niektórych własności dynamicznych dyslo-

kacji przez założenie istnienia hamowania typu tarcia suchego były podejmowane wielokrotnie. Model ten prowadzi jednak do tłumienia niezależnego od częstotliwości.

Drgająca dyslokacja promieniuje falę dźwiękową. Wielkość strat energii w wyniku promieniowania powinna rosnąć z kwadratem częstotliwości. Obserwowany kierunek częstotliwościowej zależności jest odwrotny do przewidywanego w tym modelu strat. Oszacowanie ilościowe wkładu promieniowania do hamowania ruchu dyslokacji wskazuje też na mały udział tego procesu [24].

Wymienione dwa mechanizmy hamowania wywodzą się z oddziaływania dyslokacji z siecią kryształu. Omawiane dalej procesy będą dotyczyły oddziaływań dyslokacji z defektami punktowymi. Wyróżnić tu można oddziaływania bliskiego zasięgu i dalekiego zasięgu. Oddziaływania bliskiego zasięgu to oddziaływania dyslokacji z defektami punktowymi znajdującymi się w jądrze dyslokacji. Oddziaływanie dalekiego zasięgu zachodzi gdy odległość między jądrem dyslokacji, a defektem jest większa od stałej sieci. Przyjmuje się, że oddziaływanie to ma naturę sprężystą i że energia oddziaływania U w ciągłym ośrodku sprężystym jest równa:

$$(25) \quad U = - \frac{Ab}{|r|} \sin \Theta$$

We wzorze tym $|r|$ jest odległością defektu od jądra dyslokacji, b - wektorem Burgersa, A stałą zależną od rodzaju defektu, rodzaju sieci i dyslokacji, zaś Θ kątem między r i wektorem Burgersa. Ze względu na siły między dyslokacją i defektami oddziaływania bliskiego zasięgu powinny wnosić większy wkład w hamowanie ruchu dyslokacji. W wyniku oddziaływań bliskiego zasięgu możliwy jest ruch defektów w kierunku prostopadłym do drgającej dyslokacji.

Oddziaływania dalekiego zasięgu mogą powodować zmiany w atmosferach otaczających dyslokacje, a także ruch za drgającymi dyslokacjami. Przy dużym wysyceniu atmosfer pomimo słabego oddziaływania z poszczególnymi defektami sumaryczny efekt hamowania może być znaczny. Działanie hamujące może wystąpić szczególnie silnie gdy defekty tworzące atmosferę mają symetrię osiową. Siła oddziaływania takich defektów powinna zależeć od orienta-

cji osi symetrii defektu względem linii dyslokacji. Gdy dyslokacja znajduje się w stałym położeniu powstaje równowagowa orientacja defektów /atmosfera Snoek'a/. Wychylenia dyslokacji zaburzają równowagową orientację defektów. Podczas drgań dyslokacji występuje orientacja defektów, z czym związane jest pochłanianie energii. W ten sposób powstają maksima tłumienia w funkcji temperatury zwane pikami Snoek'a. Wyznaczone w tej pracy krzywe $\mathcal{C}(T)$ nie mają własności, które wynikają z działania tego mechanizmu hamowania.

Rozpatrzmy hamowanie jakie może wyniknąć z oddziaływań bliskiego zasięgu.

5.3. Ruch defektów za drgającą dyslokacją

W ogólnym przypadku na defekt punktowy znajdujący się w pewnej odległości od jądra dyslokacji działają siły pochodzące z oddziaływania sprężystego z dyslokacją /wzór 25/ i z istnienia gradientu koncentracji.

W warunkach równowagi czynne jest tylko pierwsze źródło siły oddziaływania. Siła sprężysta $F = -\nabla U$, gdzie U jest energią oddziaływania, nadaje defektowi punktowemu prędkość unoszenia w kierunku dyslokacji. Defekty związane z dyslokacją siłą oddziaływania sprężystego będą się poruszać za dyslokacją z prędkością $v = \mu F$, gdzie μ jest ruchliwością defektów. Wyrażając ruchliwość przez stałą dyfuzji D i temperaturę T otrzymamy zależność:

$$(26) \quad v = \frac{D}{kT} F$$

gdzie k jest stałą Boltzmanna. Jeśli na jednostce długości linii dyslokacji znajduje się n jednakowych defektów, to całkowita siła hamowania będzie:

$$(27) \quad F = n \frac{v k T}{D}$$

gdzie v i D/kT są średnimi wartościami prędkości i ruchliwości defektów.

Uwzględniając temperaturową zależność stałej dyfuzji

$D = D_0 \exp(-E/kT)$ otrzymamy związek między siłą oddziaływania i prędkością unoszenia:

$$(28) \quad F = v \frac{n}{D_0} kT \exp(U/kT)$$

E jest energią aktywacji ruchu defektów w pobliżu jądra dyslokacji. Wyrażenie, przez które trzeba pomnożyć prędkość aby otrzymać siłę oddziaływania defekt - dyslokacja jest stałą hamowania β_d .

$$(29) \quad \beta_d = \frac{n}{D_0} kT \exp(U/kT)$$

Średnia ilość defektów na jednostce długości linii dyslokacji n jest odwrotnością średniej długości swobodnej L_c linii dyslokacji między atomowymi punktami kotwiącymi:

$$(30) \quad n = \frac{1}{L_c}$$

Uwzględniając (30) w (29) otrzymamy:

$$(31) \quad \beta_d = \frac{kT}{D_0 L_c} \exp(E/kT)$$

Wzór (31) opisuje temperaturową zależność stałej hamowania ruchu dyslokacji spowodowanego ruchem defektów za poruszającą się dyslokacją.

Zakładając sumowanie sił hamujących pochodzących z różnych źródeł do współczynnika hamowania ruchu dyslokacji spowodowanego oddziaływaniem z defektami punktowymi β_d dodaje się współczynnik pochodzący od oddziaływań z drganiami cieplnymi sieci β_f :

$$(32) \quad F = (\beta_d + \beta_f) v$$

$$\beta_{\Sigma} = \beta_d + \beta_f$$

Równanie ruchu dyslokacji tłumionej obydwooma mechanizmami będzie miało postać:

$$(33) \quad A \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + (\beta_d + \beta_f) \frac{\partial y}{\partial t} - C \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} = b \sigma$$

Wyrażenie na dekrement tłumienia fal ultradźwiękowych można uzyskać przez dodanie we wzorze (4) do występującej tam stałej tłumienia fononowego β_f składnika opisującego udział mechanizmu oddziaływania z defektami sieci β_d :

$$(34) \quad \alpha(l) \sim \frac{\beta_f + \beta_d}{\left[1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^2\right]^2 + \left[\frac{\omega}{A\omega_0} (\beta_f + \beta_d)\right]^2}$$

Temperaturowa zmienność tłumienia dyslokacyjnego zawiera się w temperaturowej zależności obydwóch składowych siły hamowania ruchu dyslokacji i w temperaturowej zależności częstotliwości swobodnych drgań pętli.

Zmiany siły hamowania pochodzącej od defektów punktowych przy zmianie temperatury opisuje wzór (31). Temperaturowe zmiany fononowej składowej siły hamowania wyznaczone były w pracy [24]. Dane doświadczalne zgadzają się z teoretyczną zależnością Leibfrieda:

$$(35) \quad \beta_f^L = \frac{1}{10} \frac{\delta}{C_T} \frac{3\hbar}{2\pi^2 C^3} \int_0^{\omega_D} \omega^3 \left[\exp\left(\frac{\hbar\omega}{kT}\right) - 1 \right]^{-1} d\omega$$

i Nabarro:

$$(36) \quad \beta_f^N = \frac{\hbar \Gamma}{2\pi^2 C^4} \int_0^{\omega_D} \omega^3 \left[\exp\left(\frac{\hbar\omega}{kT}\right) - 1 \right]^{-1} d\omega$$

gdzie δ jest przekrojem czynnym jednostki długości dyslokacji na rozpraszanie fononów, Γ jest współczynnikiem proporcjonalności między częstotliwością fononów, a przekrojem dyslokacji na rozpraszanie fononów zaś ω_D częstotliwością Debye'a. Dla NaCl $\delta = 8,2 \cdot 10^{-8}$ cm i $\Gamma = 9,2 \cdot 10^{-22}$ cgs [23].

5.4. Analiza temperaturowej zależności hamowania pochodzącego od defektów

Korzystając z wyników przedstawionych na rys.20 za pomocą wzoru (31) znaleziono wartość energii aktywacji ruchu defektów. Przy obliczeniach wstawiano wartości średniej skutecznej długości pętli dyslokacyjnej L_c według danych doświadczalnych pokazanych na rys.4. Wartość D_0 dla kryształów NaCl wyliczono z zależności $D_0 = \omega_D b^2$, gdzie ω_D jest częstotliwością Debye'a zaś b^2 jest objętością aktywacji równą liczbowo kwadratowi wektora Bergersa dyslokacji. Częstotliwość ω_D wyznaczono metodą zaproponowaną przez Quimby'a i Suttona [39] korzystając z zależności

$$(37) \quad \omega_D = 2\pi \left(\frac{2s}{4\pi V_z} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{C_{11} - C_{44}}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} J(C, K)$$

gdzie s jest liczbą atomów w komórce elementarnej, V_z - objętością komórki elementarnej, ρ - gęstością masy, zaś C i K wyrażają się przez stałe sprężystości:

$$C = \frac{C_{44}}{C_{11} - C_{44}}, \quad K = \frac{C_{12} - C_{44}}{C_{11} - C_{44}}$$

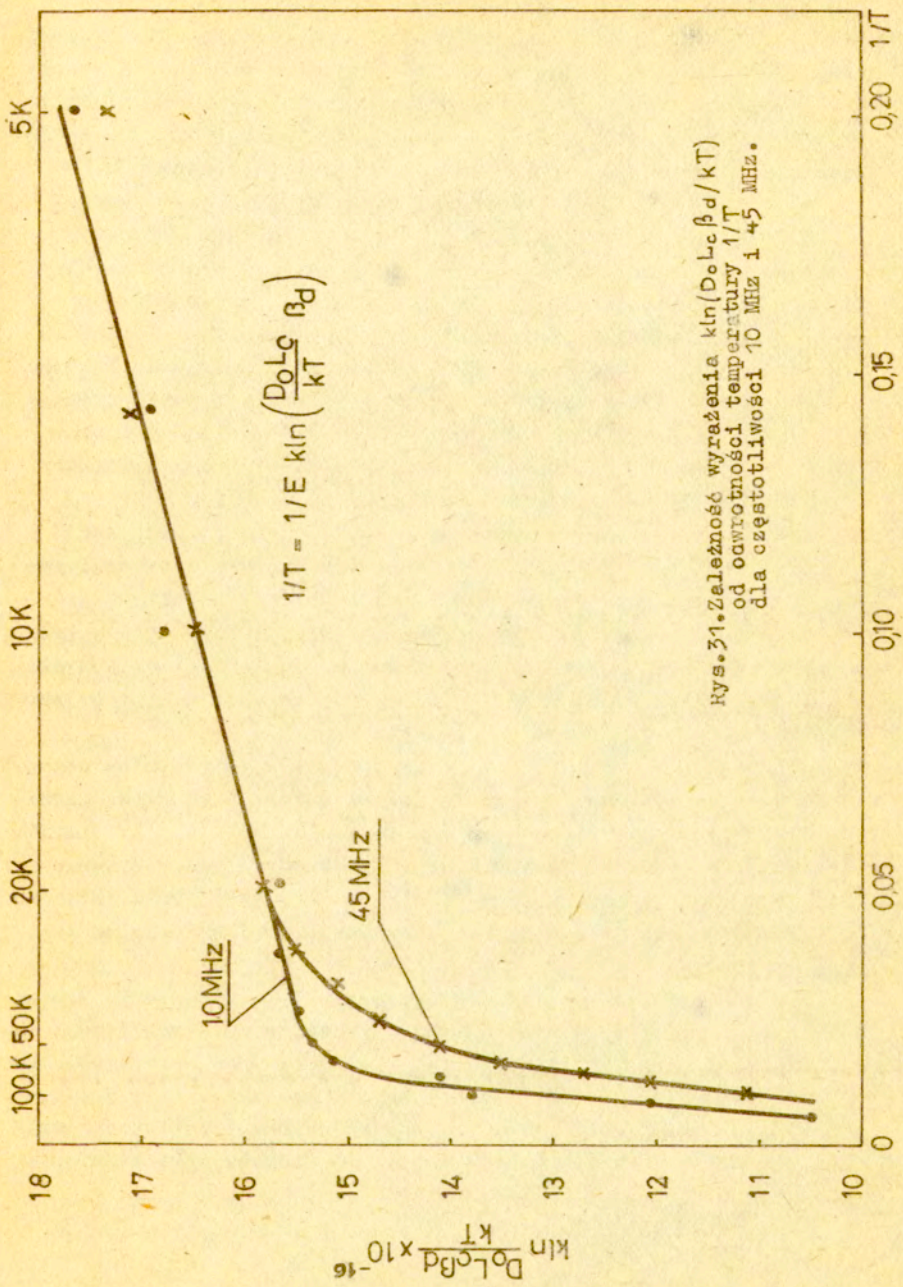
Wartość funkcji J dla danego C i K odczytano z wykresu według [40].

Biorąc dla kryształu NaCl $s = 8$, $c_{11} = 4,86 \cdot 10^{11} \text{ dyn/cm}^2$, $c_{12} = 1,27 \cdot 10^{11} \text{ dyn/cm}^2$, $c_{44} = 1,27 \cdot 10^{11} \text{ dyn/cm}^2$, $V_z = a^3 = (5,63 \cdot 10^{-8} \text{ cm})^3 = 178,5 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^3$ i $b = 2 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$, otrzymano $k = 0,68$ i $C = 0,35$. Z wykresu na rys.50 w pracy [40] odczytuje się $J(0,35; 0,68) = 0,7$. Przy tych danych obliczona według wzoru (39) częstotliwość Debye'a ma wartość $\omega_D \cong 4 \cdot 10^{13} \text{ Hz}$.

Na stałą dyfuzji D_0 otrzymuje się wartość:

$$D_0 = 4 \cdot 10^{13} \frac{1}{s} (2 \cdot 10^{-8} \text{ cm})^2 = 1,6 \cdot 10^{-2} \frac{\text{cm}^2}{s}$$

Wykorzystując te wartości sporządzono wykresy zależności wyrażenia $\ln(D_0 L_c \beta_d / kT)$ od $1/T$ (rys. 31).



Rys. 31. Zależność wyrażenia $\ln(D_{0Lc}\beta_d/kT)$ od odwrotności temperatury $1/T$ dla częstotliwości 10 MHz i 45 MHz.

Prosta oznacza spełnienie wykładniczej zależności (31). Dane doświadczalne nie układają się wzdłuż jednej prostej. W zakresie temperatur od 5K do około 50K dla częstotliwości 10 MHz i od 0K do około 30K dla 45 MHz wyniki aproksymuje się odcieniem prostej o innym nachyleniu niż dla temperatur powyżej 50K. Świadczy to o udziale w hamowaniu ruchu dyslokacji defektów mających różne energie aktywacji. Średnia energia aktywacji ruchu defektów hamujących dyslokację w temperaturach do 50K jest bardzo niska i wynosi około $1,5 \cdot 10^{-15}$ erga. Wartość ta jest bliska energii reorientacji defektów polarnych w niskich temperaturach. Przykład procesu, w którym reorientacja takich defektów prowadzi do pochłaniania fal ultradźwiękowych omówiono w rozdziale 4.2.

Energia aktywacji ruchu defektów biorących udział w hamowaniu dla $T > 50K$ wynosi około $5,6 \cdot 10^{-14}$ erga.

W obydwóch przedziałach temperatur wartość energii aktywacji procesu jest znacznie niższa od wartości energii aktywacji ruchu defektów punktowych w sieci idealnej. Energia aktywacji ruchu luki po jonie sodu w NaCl wynosi $1,38 \cdot 10^{-12}$ erga [41]. Tak niskie wartości energii aktywacji ruchu defektów są do pomyślenia tylko w obszarach przy-dyslokacyjnych o znacznie zmniejszonej gęstości.

Badania kinetyki zmian tłumienia dyslokacyjnego w wyniku oświetlenia kryształów zawierających centra barwne i ruchliwe dyslokacje [38] dostarczyły danych potwierdzających tezę, że energia aktywacji ruchu defektów kotwiących w obszarze jądra dyslokacji jest o około dwa rzędy wielkości niższa od energii aktywacji ruchu w sieci niezaburzonej. Wyniki te przemawiają na korzyść przyjętego modelu.

Ze względu na małą amplitudę drgań dyslokacji pobudzonej falami ultradźwiękowymi, a co za tym idzie także małą amplitudę drgań związanych z dyslokacją defektów stosowność przyjęcia pojęć z zakresu dyfuzji do opisu zjawiska hamowania może być dyskusyjna. Pomimo zastrzeżeń w stosunku do przedstawionego modelu, tłumaczy on obserwowane własności dyslokacyjnego tłumienia fal ultradźwiękowych.

WNIOSKI

1. Temperaturowe przebiegi zmian tłumienia dyslokacyjnego można opisać wzorami teorii Granato-Lücke jeśli uwzględni się zmiany stałej tłumienia ruchu dyslokacji i długości swobodnej pętli dyslokacyjnych.
2. Temperaturowe zmiany stałej tłumienia ruchu dyslokacji przy częstotliwościach drgań poniżej 200 MHz nie dają się wyjaśnić w całym zakresie temperatur przez oddziaływanie między dyslokacjami i fononami cieplnymi.
W zakresie temperatur niskich występują odstępstwa od teorii Leibfrieda. Różnice między wartościami wyznaczonymi doświadczalnie i obliczonymi według teorii Leibfrieda narastają gdy częstotliwość drgań maleje.
3. Dla opisanie wyznaczonych doświadczalnie przebiegów temperaturowych zmian stałej hamowania ruchu dyslokacji należy przyjąć istnienie innego niż fononowy mechanizmu hamowania. Mechanizmem, który tłumaczy temperaturowe i częstotliwościowe zależności stałej hamowania jest oddziaływanie dyslokacji z defektami punktowymi. W wyniku tego oddziaływania defekty są pociągane za drgającą dyslokację powodując zwiększone tłumienie.

LITERATURA

- [1] LANDAU L.D., RUMER G., Phys. Zs. Swojetunion, 11, 1937, str.18. Szerokie omówienie problemów tłumienia fononowego można znaleźć w monografii R. Trull, Ch. Elbaum, N.B.Chick "Ultrasonic Methods in Solid State Physics" Academic Press, 1969.
- [2] GRANATO A., LÜCKE K., Journ.Appl.Phys., 27, 1956 str.583.
- [3] LEIBFRIED G., LUDWIG W., Solid State Phys., 12, 1961, str.275.
- [4] WIRE G.L., "Temperature Dependence of Dislocation Contribution to the Elastic Constants in NaCl and LiF" Ph.D. Thesis, Northwestern University, Urbana, 1972.
- [5] ESHELBY J.D., Proc.Roy.Soc., A197, 1949, str.396.
- [6] WEINER J.H., J.Appl.Phys., 29, 1958, str.1305.
- [7] LOPHE J., J.Appl.Phys., 33, 1962, str.2116.
- [8] LEIBFRIED G., Z. Physik, 127, 1950, str.344.
- [9] ESHELBY J.D., Proc.Roy.Soc., London A266, 1962, str.222.
- [10] LOPHE J., Phys.Rev., 117, 1960, str.704.
- [11] BRAILSFORD A.D., J.Appl.Phys., 41, 1970, str.4439.
- [12] BRAILSFORD A.D., J.Appl.Phys., 43, 1972, str.1380.
- [13] NABARRO F.R.N., Proc.Roy.Soc., A209, 1951, str.278.
- [14] NABARRO F.R.N., Theory of Crystal Dislocations, Oxford University Press, London, 1967, str.528.
- [15] MASON W.P., J.A.S.A., 32, 1960, str.438.
- [16] ALERS G.A. and THOMSON D.O., J.Appl.Phys., 32, 1961, str.283.
- [17] SUZUKI T., IKUSHIMA A., AOKI M., Acta Met. 12, 1964, str.1231.
- [18] HIKATA A., ELBAUM C., Transaction of the Japan Institute of Metals 9, 1968, str.46.

- [19] HIKATA A., JOHNSON R.A., and ELBAUM C., Phys.Rev., B.2, 1970, str.4856.
- [20] JERMAKOW G.A., NADGORNYYI E.M., Fiz.Twierdowo Tiele, 13, 1971, str.513.
- [21] JASSBY K.M., and VREELAND T., Jr., Cryst.Latt.Def., 4, 1973, str.1.
- [22] MRACEK MITCHELL O.M., J.Appl.Phys., 36, 1965, str.2083.
- [23] HIKATA A., DEPUTAT J., ELBAUM C., Phys.Rev., B.6, 1972, 10, str.4008.
- [24] DEPUTAT J., Fotonowa siła oporu ruchu dyslokacji, Prace IPPT PAN, 23/1975.
- [25] LEIBFRIED G., Dislocation and Mechanical Properties of Crystals, John Wiley, New York, 1957, str.497.
- [26] THOMPSON D.O., BUCK O., Proc.II International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Pacific Grove,1970.
- [27] MALINOWSKI M.E., ANDERSON A.C., Physics Letters, 37A, 1972, str.291.
- [28] LEIBFRIED G., Encyklopedia of Physics, S. Flugge, Springer Verlag, Berlin 1955. Tom VIII/1, str.269.
- [29] STEPANOV A.F., Proc.II International Conference of the Strength of Metals and Alloys, 30 August-4 September 1970, Pacific Grove V.I., str.175-179.
- [30] TAYLOR A., ALBERS H.R. POHL R.O., J.Appl.Phys., 36, 1965, str.2270.
- [31] BÖMMEL H., DRANSFELD K., Phys.Rev., 117, 1969, str.1245.
- [32] WOODRUFF T.O., EHRENREICH H., Phys.Rev., 123, 1961, str.1553.
- [33] MARIS J., J.Phil.Mag.9, 1964, str.901.
- [34] McBRIDE S.L., MARIS H.J., TRUEL R., J.A.S.A., 45, 1969, str.1385
- [35] KUHN U., LUTY F., Solid State Communications 2, 1964, str.281.

- [36] VANDERSLICE T.A., WHETTEN N.R., J.Chem.Phys.37, 1962, str.535.
- [37] LANGE J.N., Phys.Rev., B.8, 1973, str.5999.
- [38] DEPUTAT J., Tłumienie ultradźwięków i zjawisko fotomechaniczne w kryształach NaCl, IPPT PAN, 1965 /praca doktorska/.
- [39] DEPUTAT J., PAWŁOWSKI Z., Ultrasonic Investigation of Interaction Process between Dislocations and Point Defects in Ionic Crystals, VII International Congress on Acoustics. Budapeszt, 1971, Referat 20P17, str.233-236.
- [40] SIMPSON H.M., SOSIN A., Phys.Rev., B5, 1972, str.1382.
- [41] SIMPSON H.M., SOSIN A., JOHNSON D.F., J.Appl.Phys., 42, 1971, str.3977 oraz Phys.Rev., B5, 1972, str.1393.
- [42] FELTHAM P., Phil.Mag., 6, 1961, str.1301.
- [43] LÜCKE K., informacja prywatna.
- [44] KITTEL CH., Wstęp do fizyki ciała stałego, PWN, Warszawa 1960, str.482.
- [45] KAUFMANN H.R., LENZ D., LÜCKE K., Proc.V International Conference "Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Crystalline Solids", Vol.II p.177-187, Springer - Verlag, 1975.
- [46] WEERTMANN J., J.Appl.Phys., 26 /1955/ 202.
- [47] QUIMBEY S.L., SUTTON P.M., Phys.Rev., 91, 1953, str.1122.
- [48] LEIBFRIED G., Gittertheorie der mechanischen und thermischen Eigenschaften der Kristalle. Handbuch der Physik, Flüge, 1955, str.252.

SPIS TREŚCI

	Str.
1. WPROWADZENIE	1
1.1. Mechanizmy tłumienia fal ultradźwiękowych.	1
1.2. Tłumienie dyslokacyjne.	4
2. TEMPERATUROWE ZMIANY β i ω_0 .	11
2.1. Przegląd wyników badań.	11
2.2. Dyskusja temperaturowej zależności ω_0 .	16
3. TECHNIKA DOŚWIADCZALNA	20
3.1. Metoda pomiaru temperaturowych zmian tłumienia dyslokacyjnego.	20
3.2. Próbki.	23
3.3. Aparatura ultradźwiękowa.	25
3.4. Przetworniki piezoelektryczne.	28
3.5. Przebiegi w próbce.	28
3.6. Technika niskich temperatur.	33
3.7. Błędy pomiaru.	35
4. WYNIKI BADAŃ	38
4.1. Tłumienie całkowite.	38
4.2. Niskotemperaturowy pik tłumienia.	44
4.3. Temperaturowe zmiany tłumienia dyslokacyjnego.	50
5. DYSKUSJA TEMPERATUROWYCH ZMIAN TLUMIENIA DYSLOKACYJNEGO	
5.1. Porównanie przebiegów doświadczalnych z teorią Granato-Lücke.	62
5.2. Inne mechanizmy hamowania ruchu dyslokacji.	65
5.3. Ruch defektów za drgającą dyslokacją.	67
5.4. Analiza temperaturowej zależności hamowania pochodzącego od defektów.	70
5.5. Wnioski.	72