## ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ПОГЛОЩЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКА В КРИСТАЛЛАХ КВАРЦА

А. А. ДУРГАРЯН, М. С. САКАНЯН, Р. С. ГАРДИЛЯН, С. В. КАСПАРОВА

Исследована температурная зависимость поглощения ультразвука в кварце в области температур 79—500°К на частотах 80.1÷127,9 кул. Обнаружены два пика поглощения— низкотемпературный (85°К), не зависящий от частоты, и высокотемпературный (110°К), имеющий релаксационный характер с энергией активации 0,05 эв. Установлено, что временная характеристика (-0) для исследуемого процесса не является постоянной величиной и меняется в пределах от 10<sup>-8</sup> до 3,7·10<sup>-7</sup> сек при изменении температуры от 110 до 453°К. Релаксационный максимум поглощения объясняется взаимодействием дислокаций с точечными дефектами. Полученные результаты сопоставляются с теорией дислокационного поглощения Гранато и Люкке.

Измерения внутреннего трения (ВТ) в кварце АТ-среза, проведенные Бёмелем, Мезоном и Варнером [1, 2] на частоте 5 Мгц, дают релаксационный пик при 52°К, связанный с примесями с энергией активации 0,0565 эв, и пик при 20°К, который, как предполагается, обусловлен фонон-фононными взаимодействиями, тогда как Кинг [3] считает, что этот максимум связан с дислокационным поглощением.

Для определения ориентационной зависимости ВТ была измерена амплитудная зависимость декремента затухания кристаллов синтетического кварца с различными кристаллографическими ориентациями как функция амплитуды напряжения при комнатной температуре на частоте 32 кгц [4] и установлено, что с увеличением угла наклона распространения ультразвука относительно оси У зависимость ВТ от амплитуды колебания заметно возрастает.

Хики [4] предполагает, что в кгу-диапазоне ВТ, в основном, обусловлено движением дислокаций, поскольку амплитудная и ориентационная зависимости достаточно хорошо объясняются теорией дислокационного затухания Гранато и Люкке [5]. Артманом [6] был получен нестабильный пик ВТ в кварце на частотах 21 и 42 кгу вблизи 325°К с энергией активации 0,44 эв, который, по предположению автора, обусловлен поглощенной водой. Таким образом, несмотря на широкое применение кварцевых резонаторов, насколько нам известно, характер максимумов на температурной зависимости поглощения ультразвука в синтетическом и природном кварце как на высоких, так и на низких частотах не выявлен.

В настоящей работе приводятся результаты исследования поглощения ультразвука в природном кварце в зависимости от температуры (79—500°К) в кгу-области частот. Для измерения поглощения ультразвука в кварце применялись два метода: при низких температурах—метод затухания свободных колебаний, а при высоких—метод составного стержня [7].

Образцы перед измерением отжигались при температуре 500°C в тече-

ние 3 часов, в дальнейшем температура понижалась со скоростью  $10 \ \imath \rho a g / 4 a c$ . Для исключения поверхностных эффектов кристаллы до исследования химически полировались с удалением поверхностного слоя толщиной до 1-2 мкм. Плотность дислокаций в кристаллах кварца составляла  $5,6\cdot 10^2$  см $^{-2}$ . Образцы устанавливались в игольчатый держатель с диаметром острия иглы 0,5 мм. Измерения проводились в термостате, где температура поддерживалась с точностью  $\pm 2^\circ$ . Из данных опыта вычислялся дефект модуля в зависимости от температуры. Величина поглощения ультразвука измерялась с точностью  $\pm 7\,\%$ , а частота определялась с точностью  $\pm 1 \ \imath u$ .

На кривой температурной зависимости поглощения ультразвука на частоте 80,1 кгу обнаружены два пика при температурах 85 и 110°К. Частотная характеристика этих пиков исследовалась на одном и том же образце, что достигалось изменением длины образца.

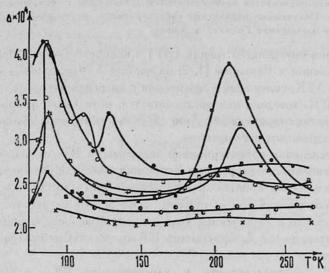


Рис. 1. Температурная зависимость поглощения ультразвука в кварце:  $\bigcirc -80,1$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , до отжига,  $\cancel{\nwarrow}-80,1$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , после отжига при 500°C,  $\bigcirc -85,8$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , до отжига,  $\bigcirc -99,5$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , до отжига,  $\bigcirc -99,5$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , после отжига при 400°C,  $\bigcirc -100,6$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , до отжига,  $\bigcirc -100,6$  к $\iota_{\mathcal{U}}$ , после отжига при 500°C.

Как видно из рис. 1 и 2, изменение частоты не влияет на положение низкотемпературного пика, в то время, как пик при  $110^{\circ}$ К с увеличением частоты смещается в сторону высоких температур. Необходимо отметить, что с увеличением частоты высота низкотемпературного пика уменьшается, а высокотемпературного—увеличивается (3,3 ·  $10^{-4}$  — 1,2 ·  $10^{-5}$ ). После отжига, проведенного при температуре 500°С, высота низкотемпературного пика поглощения ультразвука уменьшается, а высокотемпературный пик полностью исчезает. Отжиг при более низких температурах подавляет высокотемпературный максимум частично (см. рис. 1). В отожженных кристаллах после приложения электростатического поля напряженностью 6 кв/см в направлении оси х в течение одного часа, а также

после закалки при 79°К высокотемпературный максимум поглощения ультразвука частично восстанавливается (рис. 2, 3).

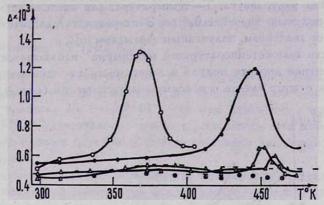


Рис. 2. Температурная зависимость поглощения ультразвука в кварце:  $\bigcirc -113,6$   $\kappa_{12}$ , нестабильный пик после теплового воздействия,  $\bigcirc -127,9$   $\kappa_{12}$ , до отжига,  $\bigcirc -127,9$   $\kappa_{12}$ , после отжига при 500°С,  $\bigcirc -127,9$   $\kappa_{12}$ , после воздействия электростатического поля,  $\bigcirc -130,7$   $\kappa_{12}$ , после воздействия электростатического поля,  $\bigcirc -130,7$   $\kappa_{12}$ , после облучения рентгеном.

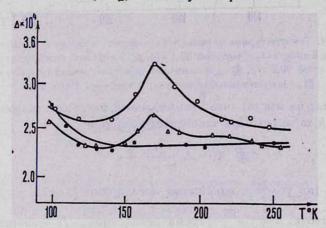


Рис. 3. Температурная зависимость поглощения ультразвука в кварце  $(f=90.2~\kappa_{12})$  для различных степеней деформации:  $\bigcirc$  — для отожженного кристалла,  $\triangle$  — после воздействия электростатического поля с напряженностью 3  $\kappa_{\theta}/c_{\mathcal{M}}$ ,  $\bigcirc$  — после воздействия электростатического поля с напряженностью 6  $\kappa_{\theta}/c_{\mathcal{M}}$ .

Следует заметить, что пики, восстановленные после электростатического воздействия, перемещаются в зависимости от частоты так же, как и основные пики поглощения ультразвука. Облучение рентгеновскими лучами вновь приводит к подавлению пика (рис. 2). При частотах порядка 120 кгу и выше в области температур 400°К и 500°К наряду с основными максимумами поглощения наблюдается также нестабильный пик, образовавшийся после теплового воздействия, который исчезает в процессе измерения.

Для нестабильного пика из полулогарифмической кривой  $\ln\Delta \sim \frac{1}{T}$ , где  $\Delta$ —поглощение ультразвука, Т—температура, для энергии активации процесса было получено значение 0,4 эв. Этот результат достаточно хорошо согласуется со значением, полученым Артманом [6].

В области высокотемпературного максимума наблюдается скачкообразное изменение дефекта модуля в зависимости от температуры, которое исчезает при отжиге вместе с максимумом поглощения (рис. 4). Вышеска-

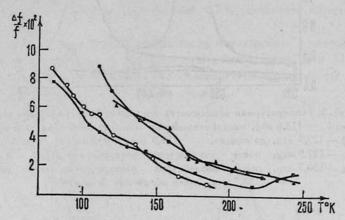


Рис. 4. Температурная зависимость дефекта модуля: — неотожженный кристалл, с частотой 80,1 кгу, — неотожженный кристалл, с частотой 90,2 кгу, — отожженный кристалл, с частотой 90,2 кгу, — неотожженный кристалл, с частотой 100,6 кгу.

занное наводит на мысль, что наблюдаемый максимум должен иметь релаксационный характер. При таком предположении

$$\Delta = \Delta_0 \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2},$$

где  $\Delta_0=2$   $\Delta$  (из условия максимума поглощения  $\omega \tau=1$ ),  $\omega=2$   $\pi f$  — циклическая частота,  $\tau=\tau_0\,e^{\frac{H}{kT}}$  — время релаксации, H — энергия активации, k — постоянная Больцмана,  $\tau_0$  — временная характеристика релаксации.

Предполагая, что в области максимума  $\tau_0$  мало зависит от температуры, из частотного смещения максимума поглощения ( $\omega \tau = 1$ ) для энергии активации было получено значение  $\sim 0,0056$  эв, а  $\tau_0 = 1,1\cdot 10^{-6}$  сек. Пики с такой энергией активации должны наблюдаться при температурах ниже  $70^{\circ}$ K, так как при этом H всегда должна быть больше kT. Однако высокотемпературный максимум при изменении частоты наблюдался до  $450^{\circ}$ K.

Энергия активации, рассчитанная для этого процесса при помощи полулогарифмических графиков в области максимума поглощения, равна ~0,05 эв, т. е. на порядок больше значения, полученного первым методом. Эта величина согласуется с результатом (0,06 эв), приведенным Фриделем [8] для дислокационного затухания.

В предположении, что  $\tau_0$  есть величина постоянная и энергия активации релаксационного процесса порядка 0,05 эв, для  $\frac{dT_{\text{max}}}{df}$  получается значение 0,29  $\imath \rho a a / \kappa \imath y$ , тогда как экспериментальные результаты дают для  $\frac{dT_{\text{max}}}{df}$  значение 7,7  $\imath \rho \alpha a / \kappa \imath y$ .

Эти противоречия указывают на то, что временная характеристика релаксаций в кварце является температурно зависимой величиной, которая изменяется в пределах  $10^{-8}$  —  $3.7 \cdot 10^{-7}$  сек при изменении температуры от 110 до 453°К. Следовательно, можно предполагать, что наблюдаемый релаксационный процесс обусловлен взаимодействием дислокаций с точечными дефектами.

Действительно, поведение амплитудной зависимости поглощения ультразвука при комнатной температуре и температуре в области максимума (рис. 5) согласуется с расчетной кривой, полученной Сварцем и Виртма-

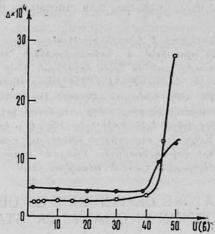


Рис. 5. Амплитудная зависимость декремента затухания: — с частотой 99,5 кгу, T = 293°К, — с частотой 127,9 кгу, T = 453°К.

ном [9] с учетом взаимодействия примесных атомов с дислокациями. Кроме того, кривая частотной зависимости максимумов поглощения в координатах Гранато и Люкке при длине петли дислокации  $\sim 10^{-4}$  см. и  $\omega_0 = 10^9$  сек $^{-1}$  качественно совпадает с теоретической кривой Гранато и Люкке [5] с коэффициентом деформирования D=5.

Полученные результаты позволяют предположить, что при электростатическом воздействии на кристалл происходит деформация или освобождение дислокаций от точечных дефектов, что приводит к дислокационному механизму поглощения.

Ереванский государственный университет

Поступила 12.V.1973-

## **ЛИТЕРАТУРА**

- 1. H. E. Bömmel, W. P. Meson, A. W. Warner. Phys. Rev., 99, 1894 (1955).
- 2. H. E. Bömmel, W. P. Meson, A. W. Warner, Phys. Rev., 102, 64 (1956).
- 3. J. C. King. Phys. Rev., 109, 1552 (1958).
- 4. Y. Hiki. J. Phys. Soc. Japan, 16, 664 (1961).
- 5. A. Granato, K. Lücke. J. Appl. Phys., 27, 583 (1956).
- 6. R. Artman. J. Appl. Phys., 23, 475 (1952).
- 7. Е. Г. Швидковский, А. А. Дургарян. Научные доклады высшей школы, серия физ.-мат. наук, № 5, 211 (1958).
- 8. Ж. Фридель. Дислокации, Изд. Мир. М., 1968.
- 9. J. C. Swartz, J. Weertman. J. Appl. Phys., 32, 1860 (1961).

## ՈՒԼՏՐԱՁԱՅՆԻ ԿԼԱՆՄԱՆ ՋԵՐՄԱՍՏԻՃԱՆԱՅԻՆ ԿԱԽՈՒՄԸ ԿՎԱՐՑԻ ԲՅՈՒՐԵՂՆԵՐՈՒՄ

Ա. Հ. ԴՈՒՐԴԱՐՅԱՆ, Մ. Ս. ՍԱՔԱՆՑԱՆ, Ռ. Ս. ԳԱՐԴԻԼՅԱՆ, Ս. Վ. ԿԱՍՊԱՐՈՎԱ

Աշխատանքում ուսումնասիրված է կվարցի բյուրեղներում ուլարաձայնի կլանումը 79—500° K ջերմաստիճանային տիրույթում և հաճախությունների 80,1—127,9 Կեց ինտեր-մալում։ Ստացվել է ուլարաձայնի կլանման երկու մաքսիմում։ Ցածր ջերմաստիճանային մաք-սիմումը (85° K) կախված չէ հաճախությունից, իսկ բարձր ջերմաստիճանայինը (110° K) ունի ռելակսացիոն բնույթ, որին համապատասխանում է 0,05 էվ ակտիվացման էներ-դիա։ Պարզվում է, որ ժամանակային բնութադիրը ուսումնասիրվող պրոցեսի համար հասատուն մեծություն չէ և փոփոխվում է 10-8 մինչև 3,7·10-7 ՎՐԿ, երբ ջերմաստիճանը փոփո-վում է 110° K մինչև 453° K։Կլանման ռելաքսացիոն մաքսիմումը բացատրվում է դիսլոկացիա-ների և կետային դեֆեկտների փոխաղդեցությամբ։ Ստացված արդյունըները համեմատված են Գլանստոյի և Լյուկկեյի դիսլոկացիոն կլանման տեսության հետ։

## THE TEMPERATURE DEPENDENCE OF ULTRASOUND ABSORPION IN QUARTZ CRYSTALS

A. H. DURGARYAN, M. S. SAKANYAN, R. S. GARDILYAN, S. V. KASPAROVA

The temperature dependence of ultrasound absorption in quartz was investigated in a temparature range 79-500°K at friquencies from 80,1 to 127,9 Khz. Two absorption peaks were observed: the low-temperature peak which does not depend on the frequency and high-temperature one (110°K) having a relaxation character with an energy of activation equal to 0,05 eV. The time characteristic for this process was shown to change from 10<sup>-8</sup> to 3,7·10<sup>-7</sup> sec with the increase of temperature from 110 to 453°K. The relaxation maximum of absorption could be explained as due to the interaction of dislocations with point defects. The results obtained were compared with predictions of dislocation absorption theory by Granato and Lücke.