

In situ исследование влияния магнитного поля на подвижность дислокаций в деформируемых монокристаллах KCl:Ca

© Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов, В.Е. Иванов

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
392622 Тамбов, Россия

(Поступила в Редакцию 4 ноября 1996 г.)

Представлены результаты экспериментального исследования подвижности краевых дислокаций в монокристаллах KCl:Ca и влияния на нее постоянного магнитного поля с индукцией 0.3 Т. Исследование подвижности дислокаций в магнитном поле производилось с помощью высокоразрешающей (1 ms) методики, позволяющей *in situ* в процессе деформирования образца измерять его электрический дипольный момент, обусловленный смещением заряженных дислокаций. Обнаружено, что в магнитном поле понижаются стартовые напряжения и увеличивается активационный объем преодоления дислокациями точечных дефектов. Установлено, что магнитное поле приводит к увеличению интенсивности движения дислокаций на начальной стадии деформирования (до размножения) и не влияет на их подвижность на стадии размножения.

В настоящее время известно о парадоксальном на первый взгляд влиянии постоянного магнитного поля (МП) с индукцией ~ 1 Т на пластичность диамагнитных ионных кристаллов. После обнаружения повышенной подвижности индивидуальных дислокаций в МП в этих кристаллах [1] проведено большое число экспериментов, подтверждающих чувствительность дефектов структуры к наличию поля [2–7]. Однако окончательный вывод о природе этого явления в настоящее время не сделан. Актуальным вопросом, решение которого может способствовать установлению механизмов влияния МП на пластичность кристаллов, является исследование реальной кинетики дислокационного движения в МП. В [2] предпринята попытка изучения этого вопроса с помощью методики непрерывного травления, позволившей с разрешением 1–10 с наблюдать "прерывистое" смещение индивидуальных дислокаций, движущихся в поле внутренних напряжений кристалла. Более детальную информацию о кинетике дислокационного движения в МП можно получить, увеличивая разрешение во времени. Представляет интерес также исследование кинетики движения дислокаций в кристаллах, деформируемых внешней механической нагрузкой в МП. В [3,4] сообщалось, что и в этом случае наблюдается заметное разупрочняющее действие МП, которое может быть обнаружено по изменению макропластических характеристик кристаллов и подвижности индивидуальных дислокаций.

Поэтому цель настоящей работы заключалась в исследовании влияния постоянного МП на кинетику дислокационного движения в ионных кристаллах *in situ* с временным разрешением 1 ms в процессе их деформирования внешними механическими напряжениями, а также в выделении стадий дислокационного движения, чувствительных к МП.

В экспериментах использовались кристаллы KCl с примесью Ca (концентрация 0.01 mol.%) размером $3 \times 5 \times 10$ mm. Для непрерывного во времени слежения за перемещением заряженных краевых дислокаций в нагружаемых кристаллах использовалась методика измерения электрического дипольного момента образца,

разработанная авторами [8]. Введение в кристалл дислокаций преимущественно одного механического знака (производимое четырехточечным изгибом [9]) позволяло с помощью антенн, соединенных с высокоомным усилителем, наблюдать накопление дипольного момента образца P в процессе его одноосного сжатия вдоль длинной стороны (см. врезку на рис. 1). Как показано в [8], накопление P обусловлено смещением заряженных дислокаций в направлении, выделенном изгибом кристалла, а величина $P(t)$, достигаемая к моменту времени t после начала нагружения (меньшему максвелловского времени релаксации $\sim 10^2$ s для наших кристаллов), однозначно связана с количествами N_+ , N_- и средним пробегом дислокаций L разного механического знака соотношением

$$P(t) = k(N_+ - N_-)Lqf. \quad (1)$$

Здесь $k \sim 1$ — коэффициент, учитывающий форму дислокационных петель и геометрию расположения плоскостей скольжения по отношению к антеннам, $q \sim 10^{-11}$ C/m — линейная плотность заряда дислокаций в наших кристаллах, f — их средняя длина. Экспериментальные данные, полученные в [2–7], свидетельствуют об одинаковом влиянии МП на подвижность дислокаций разного механического знака. Следовательно, в рамках описанной методики можно было *in situ* (с разрешением до 1 ms) отслеживать движение избытка дислокаций одного механического знака $N = N_+ - N_-$ и влияние МП на подвижность этих дислокаций. Нагружение кристаллов производилось с помощью импульсов сжатия двух видов: стандартного прямоугольной формы и линейно нарастающей со временем нагрузки (импульс треугольной формы).

В первой серии опытов кристаллы после изгиба нагружались прямоугольным калиброванным импульсом механической нагрузки (амплитудой $\sigma_m = 2$ МПа, длительностью $t_p = 100$ ms и длительностью фронтов $t_f = 5$ ms). При деформировании кристалла в МП с индукцией 0.3 Т в любой момент процедуры нагружения P было больше,

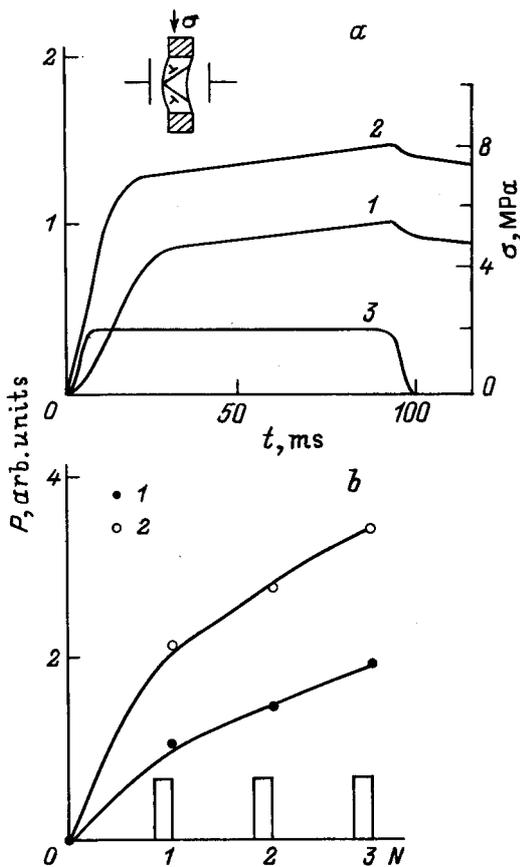


Рис. 1. Зависимости электрического дипольного момента P , накопленного кристаллом, от времени нагружения (*a*) и от количества прямоугольных импульсов нагружения длительностью 100 мс (обозначены прямоугольниками) (*b*) без МП (1) и в МП $B = 0.3$ Т (2). Кривая 3 (*a*) — зависимость механического напряжения от времени нагружения. На врезке (*a*) — расположение изогнутого образца по отношению к антеннам и нагружающим штокам.

чем при деформировании того же образца без поля (рис. 1, *a*). Однако различие в кинетике накопления P наблюдалось преимущественно на начальном этапе нагружения, немного превышающем по длительности t_f . Оно заключалось в увеличении наклона графика $P(t)$ на начальном этапе деформирования, в то время как на второй стадии наклон не менялся в МП. Как показано далее, изменение кинетики электрической поляризации в МП характеризует влияние поля на подвижность дислокаций. Следовательно, через 10–20 мс после начала деформирования кристалла движение дислокаций происходило в режиме, нечувствительном к наличию МП. Этот вывод качественно совпадает с результатами, полученными в [4] химическим травлением относительно эффективности влияния поля на подвижность индивидуальных дислокаций в кристаллах NaCl. Многократное повторение одинаковых импульсов механической нагрузки, прикладываемых к одному и тому же образцу, приводило к накоплению различия величины P для

образцов, деформируемых в МП и без него (рис. 1, *b*). Сопоставление рис. 1, *a* и *b* позволяет предполагать, что МП эффективно облегчает движение дислокаций на участках с $d\sigma/dt = 0$ или в паузах между импульсами в процессе релаксации дефектов структуры. Первое предположение маловероятно, так как МП может влиять на подвижность дислокаций и в режиме ползучести, т. е. при постоянных механических напряжениях [4,10]. Кроме того, влияние МП на кинетику поляризации кристаллов через 5–10 мс после окончания фронта прямоугольного импульса (рис. 1, *a*) свидетельствует о том, что механизм разупрочняющего действия поля не требует выполнения условия $d\sigma/dt \neq 0$. Вместе с тем потеря чувствительности кристалла к МП при нарастании внутренних упругих напряжений может иметь место, поскольку в соответствии с результатами [3,11] сильные стопоры (например, дислокации "леса") препятствуют проявлению эффекта разупрочнения кристаллов в МП. Кроме того, из рис. 1 следует, что перегиб на кривой $P(t)$ (как в МП, так и без него) возникает несколько позже момента выхода импульса механической нагрузки на плато. Это дает возможность предполагать, что наблюдаются две стадии дислокационного движения. Для их выявления, а также для установления роли фронта механических напряжений была выполнена вторая серия опытов. В этой серии кристаллы нагружались одинаковыми по длительности и амплитуде импульсами механических напряжений треугольной формы $\sigma \sim t$, длительность которых составляла $t_p = 200$ мс, а амплитуда $\sigma_m = 2.6$ МПа (рис. 2). С одной стороны, обнаружение стадий дислокационного движения при таком способе нагружения позволило бы исключить из рассмотрения возможные причины появления стадий, связанные с неравномерностью изменения внешних механических напряжений. С другой стороны, в случае реализации какого-либо механизма влияния поля, требующего отличной от нуля производной $d\sigma/dt$, можно было бы ожидать эффектив-

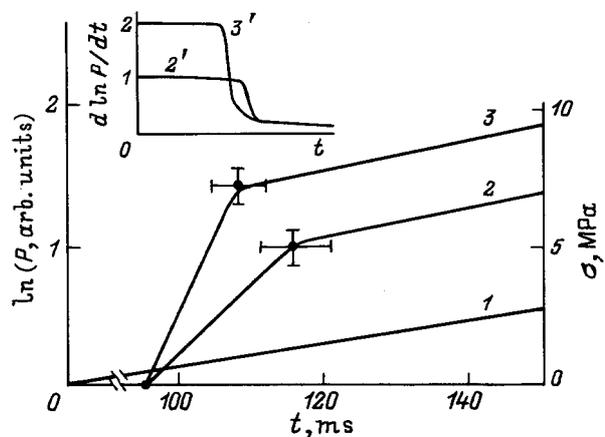


Рис. 2. Зависимости механической нагрузки (1) и электрического дипольного момента образцов (2, 3) от времени нагружения без МП (2) и в МП $B = 0.3$ Т (3). Кривые 2' и 3' на врезке — схематическое изображение зависимостей тангенсов углов наклона кривых 2 и 3 от времени нагружения.

ного влияния поля на подвижность дислокаций в течение всего времени действия нарастающей нагрузки. Наличие стадий на кривой $P(t)$ было обнаружено и в этой серии опытов (рис. 2) и свидетельствовало о существовании по меньшей мере двух режимов движения дислокаций в кристалле, причем переход от одного режима к другому не связан с изменением условий нагружения (например, при переходе напряжений с фронта на плато). И в этом случае МП изменяло кинетику поляризации образца только на первой стадии движения дислокаций, увеличивая скорость нарастания $\ln P$ и укорачивая длительность этой стадии (рис. 2).

Наличие стадий дислокационного движения наблюдалось и ранее при анализе статистики пробегов индивидуальных дислокаций [12] и при исследовании подвижности полос скольжения [13]. Такая стадийность до сих пор не получила исчерпывающего объяснения. Для установления причин смены режима движения дислокаций кристалл подвергался химическому травлению три раза: до начала треугольного импульса, в конце первой стадии (для чего нагружение прерывали) и после прохождения всего импульса. На второй стадии в отличие от первой наблюдалось образование новых полос скольжения, т.е. происходило размножение дислокаций. Зарождающиеся полосы с одинаковой вероятностью могли продвигаться во всех плоскостях скольжения, приводя к торможению дислокаций, введенных изгибом, и вместе с тем не вносили заметного вклада в результирующий дипольный момент. Таким образом, полученные результаты подтверждают предположение, сделанное а priori в [3], о нечувствительности к наличию МП процесса торможения дислокаций в дальнедействующих упругих полях внутренних напряжений, создаваемых полосами скольжения. Преодоление точечных дефектов, напротив, облегчается в МП. Об этом свидетельствует понижение стартовых напряжений в МП, обнаруженное в следующей серии опытов.

В этой серии для измерения стартовых напряжений дислокаций σ_{st} в МП и без него кристаллы также подвергались нагружению линейно нарастающей механической нагрузкой. Начало роста P соответствовало σ_{st} (рис. 3). В целях уменьшения разброса значений P эта серия опытов производилась на одном и том же образце, многократно нагружаемом одинаковыми треугольными импульсами. В отсутствие МП повторные нагружения всегда приводили к увеличению σ_{st} в каждом следующем импульсе. Например, стартовые напряжения при втором импульсе σ_{st2} были больше, чем при первом σ_{st1} (рис. 3). Однако, если после второго нагружения, произведенного без МП, третье нагружение кристалла происходило в МП, стартовые напряжения σ_{st3} могли понижаться по сравнению с σ_{st2} , т.е. выполнялось неравенство $\sigma_{st3} < \sigma_{st2}$ (рис. 3). Следовательно, МП стимулировало уменьшение σ_{st} и приводило к уменьшению эффективной энергии связи дислокаций с точечными дефектами. К такому же выводу пришли авторы [14] при исследовании влияния МП на внутреннее трение в ионных кристаллах.

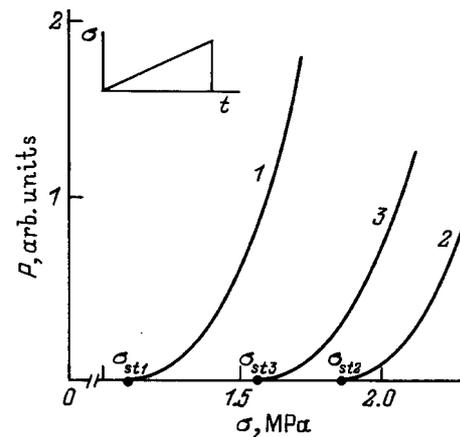


Рис. 3. Зависимости электрического дипольного момента образца от времени действия линейно нарастающей нагрузки при первом нагружении без МП (1), при втором нагружении без МП (2) и при третьем нагружении в МП $B = 0.3$ Т (3). На врезке — схематическое изображение зависимости механического напряжения от времени.

Рассмотрим различные возможности влияния МП на кинетику поляризации деформируемых кристаллов. В принципе изменение кинетики поляризации кристаллов в МП могло бы объясняться влиянием поля на каждый из четырех параметров (N , q , k , L) в формуле (1). Например, изменение состояния дислокационного ядра в МП, обнаруженное в [5], могло бы сопровождаться изменением q , а влияние силы Лоренца на движение заряженных ступеней (предполагаемое в [15]) должно было бы приводить к изменению коэффициента формы дислокационных петель k . Если допустить, что эти причины играют определяющую роль, то зависимость $d \ln P / dt = (dP/dt) / P$ от времени должна быть нечувствительной к изменению q и k в МП, так как она характеризует скорость роста P , нормированную на дипольный момент, зависящий (как и dP/dt) линейно от q и k . Однако врезка на рис. 2 свидетельствует об обратном. Следовательно, причиной изменения кинетики поляризации кристаллов в МП является изменение подвижности дислокаций, а скорость изменения дипольного момента образца была пропорциональной произведению числа движущихся дислокаций N на их среднюю скорость v . Согласно соотношению Орована $d\varepsilon/dt = bNv/S$ (где ε — относительная деформация образца, b — средний вектор Бюргера дислокаций, S — площадь боковой поверхности кристалла), произведение Nv с точностью до постоянного численного множителя равно скорости пластического деформирования кристалла. Поэтому участки линейных зависимостей $\ln P$ от t (линейные также и в координатах $\ln P - \sigma$ в силу $\sigma \sim t$ (рис. 2)) свидетельствуют о термоактивационном движении дислокаций и позволяют сопоставить активационные объемы процессов преодоления стопоров дислокациями γ на разных стадиях их движения, а также сделать заключение о влиянии МП на γ . В соответствии

со сказанным выше относительно пропорциональности $d\varepsilon/dt \sim dP/dt$ и с учетом аррениусовской зависимости $\varepsilon(\sigma)$ справедливо выражение

$$\gamma_1/\gamma_2 = \ln(dP/dt)_1 - \ln(dP/dt)_2, \quad (2)$$

в котором индексы 1 и 2 нумеруют сравниваемые участки зависимости $P(t)$. Использование (2) позволяет сделать следующие выводы: 1) МП приводит к увеличению γ в ~ 1.4 раза (а следовательно, к уменьшению количества точек закрепления дислокаций) только на начальном участке деформирования; 2) на втором этапе деформирования величина активационного объема уменьшается по сравнению с первым и является нечувствительной к МП в пределах точности эксперимента.

Таким образом установлено, что МП способствует откреплению дислокаций только от точечных дефектов, существовавших в кристалле до начала размножения дислокаций, а смена типа стопоров, происходящая при появлении новых дислокаций, приводит к потере чувствительности пластического течения кристаллов к МП.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Госкомитетом РФ по высшему образованию проекта 95-0-7.1-58.

Список литературы

- [1] Н.В. Загоруйко. Кристаллография **10**, 1, 81 (1965).
- [2] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Е.А. Петржик. ФТТ **33**, 10, 3001 (1991).
- [3] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. Письма в ЖЭТФ **61**, 7, 583 (1995).
- [4] Ю.И. Головин, О.Л. Казакова, Р.Б. Моргунов. ФТТ **35**, 5, 1384 (1993).
- [5] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. Письма в ЖЭТФ **58**, 3, 189 (1993).
- [6] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. ФТТ **35**, 9, 2582 (1993).
- [7] Yu.I. Golovin, R.B. Morgunov, A.V. Tutunnik. Phys. Stat. Sol. (b) **189**, 75 (1995).
- [8] Ю.И. Головин, Т.П. Дьячек, В.М. Долгова. Кристаллография **32**, 6, 289 (1987).
- [9] R.W. Whitworth. Adv. Phys. **24**, 2, 203 (1975).
- [10] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов, С.Е. Жуликов. Изв. РАН. Сер. физ. **60**, 9, 15 (1996).
- [11] V.I. Alshits, E.V. Darinskaya, O.L. Kazakova et al. J. All. Comp. **211/212**, 548 (1994).
- [12] В.А. Макара, Р.Р. Новиков, О.В. Руденко, С.М. Чумак. ФТТ **16**, 5, 1505 (1974).
- [13] О.В. Клявин, С.Г. Симашко, А.В. Степанов. ФТТ **14**, 1, 532 (1972).
- [14] Э.П. Белозерова, А.А. Светашов, В.П. Красников. Тез. докл. Междунар. конф. "Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений". Тамбов (1996). С. 144.
- [15] V.P. Kisel. Phil. Mag. **A67**, 3, 343 (1993).