

07,08

Электростимуляция магнитоэластического эффекта в кристаллах LiF „внутренним“ электрическим полем, возникающим при индентировании

© М.В. Галусташвили, Д.Г. Дриаев, Ф.Х. Акопов, С.Д. Цакадзе

Институт физики им. Э. Андроникашвили,
Тбилиси, Грузия

E-mail: maxsvet@yahoo.com

(Поступила в Редакцию 28 декабря 2012 г.
В окончательной редакции 23 января 2013 г.)

В индентированных кристаллах LiF наблюдалось изменение длины лучей дислокационной розетки при экспозиции в совместно действующих постоянных магнитном и электрическом полях. Показано, что в магнитном поле с индукцией $B = 1$ Т имеет место как электростимуляция, так и электроподавление магнитоэластичности в зависимости от величины и направления внешнего электрического поля по отношению к „внутреннему“, создаваемому переносом заряда движущимися при индентировании дислокациями.

1. Введение

Микроиндентирование является одним из методов, который используется в исследовании магнитоэластического эффекта (МПЭ) — воздействия на пластичность немагнитных кристаллов слабого магнитного поля [1–6]. После индентирования в кристалле возникает сложная дислокационная структура и создается неоднородное поле остаточных внутренних напряжений. Длина лучей l дислокационной розетки, образующейся вокруг отпечатка индентора, является прямой характеристикой подвижности дислокаций. Как правило, к какому-либо внешнему воздействию этот параметр более чувствителен, чем микротвердость; например, введение радиационных дефектов на длине лучей l сказывается существеннее, чем на микротвердости [7]. Поэтому величина l может служить хорошим индикатором изменений в состоянии дислокаций и пиннинг-центров, инициированных в кристалле слабым магнитным полем.

Как показано в [8] в щелочногалоидных кристаллах (ЩГК) магнитоэластичность обладает исключительной чувствительностью к параллельному действию слабого электрического поля напряженностью $E \sim (1–10)$ кВ/м — интенсивность МПЭ (в частности, пробег краевых дислокаций) с ростом E возрастает экспоненциально. Предполагается, что это явление связано с увеличением числа магнитоактивных центров на дислокациях, происходящим благодаря электромиграции заряженных дефектов вблизи дислокаций.

Известно, что в ЩГК краевые дислокации, возникающие при деформации и движущиеся сквозь кристалл, переносят заряд [9,10]. При индентировании однонаправленное и одновременное перемещение большого количества дислокаций создает между укалываемой и противоположной гранями кристалла электрическое поле, которое может сыграть определенную роль в электромиграции заряженных дефектов, способствуя изменению

числа магнитоактивных центров пиннинга. Оценка и экспериментальные результаты показывают [11,12], что напряженность этого „внутреннего“ поля может достигать ~ 1 кВ/м, т.е. той же величины, при которой имеет место электростимуляция магнитоэластичности [8].

В данной работе поставлена задача исследовать воздействие на магнитоэластичность ЩГК „внутреннего“ электрического поля, путем наблюдения за эволюцией дислокационной розетки вокруг отпечатка индентора, когда после активной пластической деформации идет процесс релаксации структуры под действием внутренних остаточных напряжений.

2. Методика эксперимента

Исследовались образцы LiF из нескольких партий, отличающихся своим происхождением, и только в одном типе кристаллов, с данными приведенными ниже, наблюден описываемый нами эффект. В этих кристаллах, по данным спектрального анализа, содержались примесь двухвалентного металла Mg^{2+} ($1 \cdot 10^{-2}$ wt.%), а также другие примеси (Fe, Ni, Al, Pb) в количестве, не превышающем $\sim 10^{-4}$ wt.%; образцы отличались относительно высокой ионной проводимостью ($4 \cdot 10^{-16} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ при комнатной температуре) и низкой концентрацией ионов гидроксидов OH^- ($3 \cdot 10^{-2}$ mol.%), определенной по инфракрасным спектрам поглощения. Оба эти фактора повышают концентрацию катионных вакансий, которые, как известно, обуславливают отрицательный заряд дислокаций [9,10]. (Для сравнения приведем данные одной из партий кристаллов, в которых магнитоэластический эффект не наблюдался: общей концентрация двухвалентных катионных примесей была ниже ($2 \cdot 10^{-3}$ wt.%), а ионов гидроксидов выше (0.12 mol.%), чем в вышеописанных кристаллах. Ионы гидроксидов могут связывать Mg^{2+} в комплексы типа $Mg^{2+}(OH^-)_2$ и $Mg^{2+}(F^-OH^-)$. Эти обстоятельства значительно

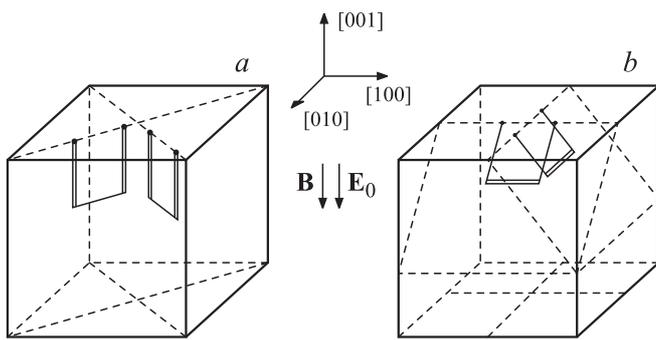


Рис. 1. Схема эксперимента и расположение дислокационных петель, возникающих в плоскостях скольжения при уколе индентора в грань (001) кристалла LiF: *a* — $\{110\}_{90}$ и *b* — $\{110\}_{45}$. Краевые компоненты петель отмечены двойной линией.

уменьшают концентрацию подвижных катионных вакансий, о чем свидетельствует низкая ионная проводимость этих кристаллов ($10^{-17} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$). Вместе с тем анионная примесь OH^- может сделать знак заряда дислокаций положительным.)

Перед измерениями образцы отжигались при 970 К два часа, затем закалялись от этой температуры на воздухе и выдерживались в течение двух суток при комнатной температуре. Такой режим обработки оказался наиболее благоприятным для генерации магниточувствительных примесно-вакансионных комплексов, которые образуются в процессе медленной диффузионной агрегации. Все измерения проводились при комнатной температуре.

Магниточувствительность исследуемых кристаллов была выявлена с применением методики, описанной в [13], по понижению предела текучести σ_y при одноосном сжатии в постоянном магнитном поле. Эти эксперименты показали, что без отжига и последующей закалки в данных образцах действие МП не наблюдается; в закаленных образцах предел текучести понижается от значения $\sigma_y = 2.5 \cdot 10^6 \text{ Pa}$ в $\sim 1.5\text{--}2$ раза (при $B = 1 \text{ T}$).

Индентирование проводилось алмазной пирамидой Виккерса, размеры отпечатка и дислокационная картина, проявляющаяся на поверхности образца после химического травления, фиксировались с помощью оптического микроскопа, изображение с которого передавалось на монитор компьютера.

Из обработанных вышеописанным способом кристаллов по плоскостям спайности $\{100\}$ выкалывались образцы — тонкие пластинки размером $5 \times 5 \times 0.5 \text{ mm}$, которые химически протравливались для выявления исходного дислокационного фона. На большую грань (001) образцов при нагрузке на индентор 0.2 N и длительности нагружения 10 s наносились отпечатки, дислокационная картина вокруг них фиксировалась повторным травлением, после чего измерялись длины l лучей дислокационной розетки. Погрешность в определении l не

превышала $10 \mu\text{m}$. Все эксперименты проводились на подготовленных таким способом образцах.

Схема эксперимента и дислокационных петель, возникающих в плоскостях скольжения при индентировании кристалла LiF, представлена на рис. 1. Короткие лучи розетки l_1 (вдоль $\langle 100 \rangle$) и диагональные лучи l_2 (вдоль $\langle 110 \rangle$) представляют собой выходы на поверхность дислокационных полупетель в плоскостях скольжения $\{110\}_{45}$ и $\{110\}_{90}$ соответственно; краевыми дислокациями являются участки полупетель в плоскостях $\{110\}_{90}$, перпендикулярные укалываемой грани (001), и участки полупетель в плоскостях $\{110\}_{45}$, параллельные этой грани [7]. Такая геометрия позволяет в одном эксперименте испытать воздействие магнитного и электрического полей на различно ориентированные по отношению к ним краевые дислокации.

Постоянное магнитное поле создавалось набором пластин из SmCo_5 . Путем увеличения количества пластин, магнитную индукцию можно было довести до максимального значения 1 Т.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Были проведены две серии экспериментов по воздействию магнитного и электрического полей на дислокационную структуру в индентированных кристаллах LiF.

3.1. Воздействие магнитного поля. Отпечатки наносились одновременно на два образца; после травления один из них сразу же помещался (на 20 min) в постоянное магнитное поле, вектор индукции \mathbf{B} которого был направлен перпендикулярно укалываемой грани; второй (контрольный) столько же времени выдерживался без поля. Затем оба образца снова протравливались (третье травление) и измерялись величины l_1 и l_2 . В контрольном образце изменений в дислокационной розетке не наблюдалось (рис. 2, *a*). Экспозиция же в поле с индукцией $B = 1 \text{ T}$ приводит к возрастанию l_1 , тогда как на l_2 не сказывается (рис. 2, *b*). (Отметим, что в исследованных кристаллах при полях ниже 0.9 Т изменения длины лучей не наблюдалось.) Если образец поместить в магнитное поле не сразу после укола, а спустя некоторый промежуток времени t , то с ростом t , эффект магнитного поля ослабевает и примерно через 1 час исчезает.

Исследования МПЭ показали [1–3,13], что магнитное поле влияет на подвижность краевой дислокации, когда вектор \mathbf{B} перпендикулярен линии дислокации \mathbf{l} , и не изменяет их пробегов, когда \mathbf{B} параллелен \mathbf{l} . Из рис. 1 видно, что условие $\mathbf{l} \perp \mathbf{B}$ при геометрии нашего эксперимента выполняется только для краевых участков петель, лежащих в плоскостях $\{110\}_{45}$; наблюдаемое в эксперименте (рис. 2, *b*) удлинение l_1 свидетельствует о возрастании подвижности именно этих дислокаций, тогда как неизменность l_2 указывает, что на подвижность дислокаций, лежащих в плоскостях $\{110\}_{90}$ ($\mathbf{l} \parallel \mathbf{B}$),

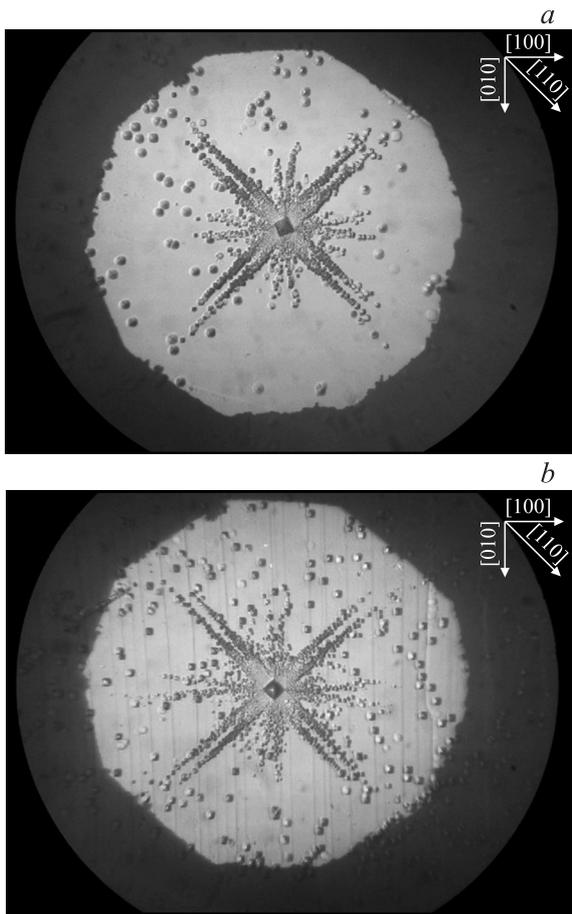


Рис. 2. Дислокационная розетка на грани (001) кристаллов LiF (третье травление): *a* — контрольный образец через 20 min после укола; *b* — образец после 20 min экспозиции в магнитном поле $B = 1$ Т. Лучи розетки l_1 вдоль $\langle 100 \rangle$ и l_2 вдоль $\langle 110 \rangle$ представляют собой выходы на поверхность дислокационных полупетель в плоскостях скольжения $\{110\}_{45}$ и $\{110\}_{90}$ соответственно.

магнитное поле не влияет; отсюда следует, что этот результат является проявлением магнитоэластического эффекта.

3.2. Совместное воздействие магнитного и электрического полей. Два протравленных образца приставлялись „спиной“ друг к другу так, что индентированные грани были обращены в противоположные стороны, и помещались в одновременно приложенные постоянные магнитное и электрическое поля, векторы \mathbf{B} и \mathbf{E}_0 которых были параллельны друг другу и ортогональны укальзываемой (001) грани (рис. 1). При такой геометрии краевая составляющая петель, лежащих в плоскостях $\{110\}_{45}$, перпендикулярна как магнитному, так и электрическому полям (что является необходимым условием электростимуляции МПЭ [8]), тогда как в плоскостях $\{110\}_{90}$ $\mathbf{I} \parallel \mathbf{B} \parallel \mathbf{E}_0$. После экспозиции в течение 20 min образцы вновь протравливались и измерялись длины лучей дислокационной розетки.

В исследованных кристаллах дислокации при индентировании переносят в глубь образца отрицательный заряд, создавая в кристалле „внутреннее“ электрическое поле \mathbf{E} , направленное от укальзываемой грани к противоположной. Полярность возникающего поля \mathbf{E} в одном из образцов совпадала ($\mathbf{E}_0 \uparrow \uparrow \mathbf{E}$), а в другом была противоположна ($\mathbf{E}_0 \uparrow \downarrow \mathbf{E}$) полярности внешнего поля \mathbf{E}_0 , напряженность которого варьировалась от 0.1 до 1.5 kV/m (при $B = 1$ Т). Как оказалось, результат существенно зависит от направления (и величины) внешнего поля \mathbf{E}_0 по отношению к внутреннему \mathbf{E} .

В образце, в котором $\mathbf{E}_0 \uparrow \uparrow \mathbf{E}$, начиная с $E_0 \sim 0.3$ kV/m, эффект магнитного поля резко усиливается: помимо существенного удлинения лучей l_1 (рис. 3, *a*), наблюдается их уширение, что свидетельствует об облегченном движении дислокаций (под действием остаточных внутренних напряжений) и интенсификации поперечного скольжения, т. е. о „размягчении“ кристалла. Таким образом, имеет место электростимуляция магнитоэластичности результирующим полем $E' = E_0 + E$.

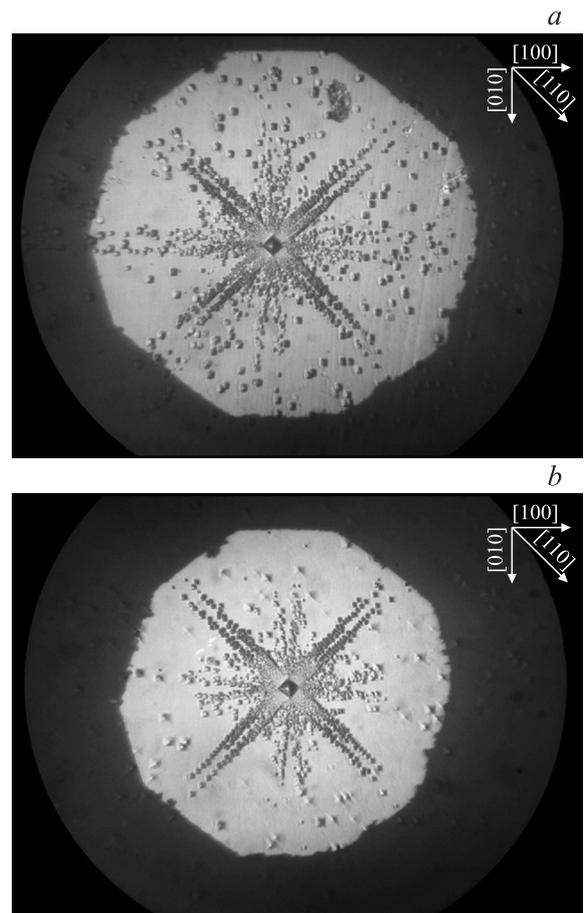


Рис. 3. Дислокационная розетка на грани (001) кристаллов LiF после 20 min экспозиции в совместно действующих внешних магнитном ($B = 1$ Т) и электрическом ($E_0 = 0.5$ kV/m) полях: *a* — направления напряженности внешнего \mathbf{E}_0 и „внутреннего“ \mathbf{E} электрических полей совпадают; *b* — \mathbf{E}_0 и \mathbf{E} направлены противоположно.

Зависимость длины лучей l_1 дислокационной розетки от величины и направления напряженности E_0 внешнего электрического поля (при $B = 1$ Т)

E_0 , kV/m	0	0.5 ($E_0 \uparrow \uparrow E$)	0.5 ($E_0 \uparrow \downarrow E$)
l_1 , μm	105	170	110

(Изменений l_2 , как и ожидалось в соответствии с описанной выше геометрией эксперимента, не наблюдалось.)

Как и в первой серии экспериментов, наблюдаемый эффект имеет место сразу же после активной пластической деформации, когда под действием внутренних остаточных напряжений происходит преобразование дефектной структуры под отпечатком; на „состаренных“ образцах ($t > 1$ h) никаких изменений в дислокационной розетке не наблюдается. За такой же промежуток времени происходит деполяризация подобных кристаллов и формирование вокруг дислокации облака компенсирующих ее заряд дефектов противоположного знака (облако Дебая–Хюккеля) [12].

Во втором образце пары, в котором результирующее поле $E' = E_0 - E$, изменения в дислокационной розетке выражены очень слабо (рис. 3, b); можно отметить, что здесь мы видим электроподавление магнитоэластичности внешним полем, когда оно компенсирует (полностью или частично) „внутреннее“ поле. Подобная картина слабо выраженной магнитоэластичности наблюдается во внешних полях E_0 от ~ 0.3 до 0.7 kV/m. Отсюда можно заключить, что „внутреннее“ электрическое поле E в условиях данного эксперимента лежит внутри этого интервала и составляет около 0.5 kV/m.

Мы попытались установить зависимость длины лучей l_1 от индукции магнитного поля B и напряженности электрического E_0 , однако эти усилия не увенчались успехом — достоверную количественную закономерность установить не удалось. Тем не менее, безусловно воспроизводимая качественная оценка эффекта позволяет заключить, что длина лучей l_1 , при экспозиции образца в магнитном поле 1 Т, зависит от направления внешнего поля E_0 по отношению к внутреннему E , что видно из экспериментальных данных, представленных в таблице.

В исследованных кристаллах по способу, описанному в [9], была оценена линейная плотность заряда дислокации q . Заряд Q , перенесенный от укальзываемой грани к противоположной всеми дислокациями, определяется как произведение линейной плотности заряда q на общую длину L краевых компонент дислокационных петель; L находится как произведение числа порожденных индентором дислокаций h/b (h — глубина отпечатка индентора, b — вектор Бюргерса) на длину l краевого участка дислокационной петли, среднее значение которого принимается примерно равным длине лучей l_1 . Заряды $+Q$ и $-Q$ на противоположных гранях кристалла

создают „внутреннее“ электрическое поле, для оценки напряженности которого можно использовать формулу $E = Q/\epsilon_0 \epsilon S$, где ϵ_0 — электрическая постоянная, ϵ — диэлектрическая проницаемость, S — площадь укальзываемой грани. После подстановки $Q = qhl/b$ выражение для напряженности „внутреннего“ поля примет вид: $E = qhl/\epsilon_0 \epsilon Sb$. Подставляя $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ F/m, $\epsilon = 9$, $b = 3 \cdot 10^{-10}$ m, и данные эксперимента $S = 25 \cdot 10^{-6}$ m², $h = 5 \cdot 10^{-6}$ m, $l = 10^{-4}$ m, получим связь напряженности „внутреннего“ электрического поля с линейной плотностью заряда дислокаций: $E = 10^{15} q$ (V/m). Полученным нами значениям $E \sim 0.5$ kV/m соответствует $q \sim 5 \cdot 10^{-13}$ C/m, что вполне согласуется с литературными данными по реальному заряду дислокаций в ЦГК [9,10].

4. Заключение

Результаты данной работы свидетельствуют, что в кристаллах LiF, сопутствующее индентированию „внутреннее“ электрическое поле, возникающее в результате перемещения заряженных дислокаций, играет роль стимулятора магнитоэластичности; когда это поле компенсируется внешним электрическим полем, магнитоэластический эффект в магнитном поле $B = 1$ Т практически не проявляется.

Отметим одно немаловажное обстоятельство, связанное с электрическим зарядом дислокаций. Напряженность поля дислокации E_d с линейным зарядом q на расстоянии r от нее можно оценить по формуле для равномерно заряженной бесконечной линии: $E_d = q/2\pi\epsilon_0\epsilon r$. В ЦГК со временем после деформации вокруг дислокации образуется облако компенсирующих ее заряд дефектов противоположного знака (облако Дебая–Хюккеля). Эти процессы перемещения заряженных дефектов, происходящие в электрическом поле дислокации, не могут не отразиться на формировании магнитоактивных центров, ответственных за пластификацию (или упрочнение) кристалла, тем более, что оно является довольно значительным. Так, в LiF, на расстоянии трех параметров решетки ($r = 1.2 \cdot 10^{-9}$ m), напряженность поля дислокации, как заряженной нити с линейным зарядом $q \sim 5 \cdot 10^{-13}$ C/m, составляет $E_d \sim 10^3$ kV/m. В связи с этим остается открытым вопрос: каким образом на этом фоне внешнее поле, меньшее по напряженности на 2–3 порядка, может воздействовать на процессы образования магниточувствительных пиннинг-центров? Надеемся, что дальнейшие эксперименты дадут ответ на эти вопросы.

Список литературы

- [1] V.I. Alshits, E.V. Darinskaya, M.V. Koldaeva, E.A. Petrzhik. In: Dislocations in Solids / ed. J.P. Hirth. Elsevier, Amsterdam. **14** (2008). С. 333.
- [2] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 5, 7723 (2004).

- [3] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 2, 131 (2004).
- [4] А.Л. Бучаченко. ЖЭТФ **129**, 5, 909 (2006).
- [5] А.Е. Смирнов, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 3, 852 (1987).
- [6] Yu.I. Golovin, R.B. Morgunov, D.V. Lopatin, A.A. Baskakov. Phys. Status Solidi A **160**, R3 (1997).
- [7] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). С. 109.
- [8] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петрижик. Письма в ЖЭТФ **88**, 7, 500 (2008).
- [9] R.W. Whitworth. Adv. Phys. **24**, 2, 203 (1975).
- [10] Н.А. Тяпунина, Э.П. Белозерова. УФН **156**, 4 (1988).
- [11] M.V. Galustashvili, D.G. Driaev, I.A. Politiv, Z.K. Saralidze. Phys. Status Solidi A **114**, 99 (1989).
- [12] Н.Г. Политов, М.В. Галусташвили, И.М. Паперно. Кристаллография **18**, 1, 200 (1973).
- [13] М.В. Галусташвили, М.Г. Абрамишвили, Д.Г. Дриаев, В.Г. Квачадзе. ФТТ **53**, 7, 1340 (2011).