

Влияние предварительной магнитной и термомагнитной обработки на микротвердость кристаллов KDP

© А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер*, А.Э. Волошин

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,
119333 Москва, Россия

* Университет дружбы народов,
Москва, Россия

E-mail: asmirnov46@mail.ru

(Поступила в Редакцию 16 июля 2004 г.

В окончательной редакции 17 ноября 2004 г.)

Обнаружено влияние предварительной выдержки кристаллов KDP в постоянном магнитном поле 0.5 Т в течение 1 h на величину их микротвердости. Показано, что зависимость микротвердости от времени t после „намагничивания“ имеет немонотонный характер и содержит выраженный максимум при $t = 4$ суток. Указанное время уменьшается до трех суток, если до „намагничивания“ подвергнуть образцы закалке.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант № 03-02-16423).

В 1987 г. была опубликована первая работа [1] по изучению влияния предварительной магнитной обработки на микротвердость кристаллов LiF. Эксперимент проводился по следующей схеме: предварительная магнитная обработка, выдержка в течение некоторого времени, детектирование. Опыты показали, что микротвердость образцов LiF сразу после „намагничивания“ не отличалась от наблюдаемой для исходного („ненамагниченного“) кристалла. Затем микротвердость возрастала и достигала максимума примерно через двое суток после „намагничивания“. В дальнейшем эффект постепенно исчезал. К сожалению, в этих экспериментах не проводились исследования для контрольного образца, не подвергавшегося магнитному воздействию. Тем не менее в указанной работе, по-видимому, впервые было показано, что микротвердость „чувствует“ магнитную обработку: эффект возрастал с увеличением напряженности магнитного поля (МП) и длительности процесса „намагничивания“. Высказанное в [1] предположение о преобразовании парамагнитных центров под действием МП нашло подтверждение в опытах других авторов, которым удалось разделить во времени магнитное и механическое воздействия [2,3].

В [4] мы изучали влияние предварительного „намагничивания“ на предел текучести кристаллов NaCl, содержащих парамагнитную примесь Ni. На основании анализа зависимостей предела текучести от времени предварительной магнитной обработки и от времени, прошедшего после обработки, было показано, что в обоих случаях речь идет о магнитном преобразовании примесной подсистемы во времени.

В [5] было исследовано влияние предварительной термомагнитной обработки на предел текучести кристаллов NaCl:Eu, а затем в [6] — NaCl:Ni по схеме термообработка, выдержка в течение некоторого времени, магнитная обработка, детектирование. Так, в [6] обнаружено, что после отжига (1000 К, 3 h) и закаливания образцов в жидком азоте с последующей

выдержкой их при комнатной температуре от 0 до 240 h при регулярном измерении предела текучести величина последнего изменяется немонотонно: вначале она постоянна, после экспозиции в течение ~ 40 h заметно падает, а с увеличением времени выдержки снова возрастает.

Очевидно, что указанные явления определяются магнитной „памятью“ материалов, а именно: в результате магнитной или термомагнитной обработки создается эволюционирующая во времени примесная структура, отклик которой на магнитное воздействие и фиксируется по изменению микротвердости или предела текучести кристаллов. Наблюдаемые эффекты носят релаксационный характер и связаны с перераспределением уже имеющейся в кристалле внутренней энергии.

Цель настоящей работы состоит в изучении влияния предварительной магнитной и термомагнитной обработки на микротвердость кристаллов $\text{KН}_2\text{РO}_4$ (KDP), выращенных из раствора в ИК РАН.

Для состаренных выпиленных, механически шлифованных и полированных образцов размером $5 \times 5 \times 1$ mm определялась исходная микротвердость с помощью микротвердомера ПМТ-3 при нагрузке 5 g. Образцы были разделены на две группы.

В первой серии опытов один из двух образцов с известными значениями исходной микротвердости „намагничивался“ в поле 0.5 Т в течение 1 h, после чего снова измерялась микротвердость этого и контрольного („ненамагниченного“) кристаллов. Затем их выдерживали в течение 14 суток, регулярно проводя измерения микротвердости. Разброс значений микротвердости составляет ± 4 kg/mm².

Во второй серии экспериментов (термомагнитная обработка) „намагничиванию“ одного из двух образцов предшествовал его отжиг (437 К, 1 h) с последующей закалкой до комнатной температуры. Условия термообработки обусловлены хрупкостью кристаллов KDP, в частности их неустойчивостью к нагреву и термоудару.

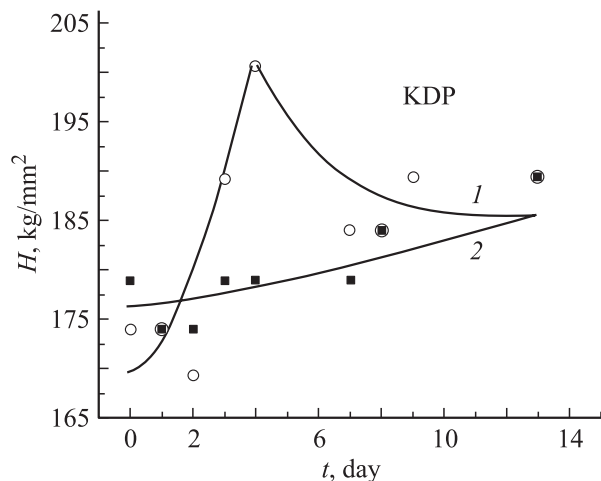


Рис. 1. Сравнение зависимостей величины микротвердости от времени выдержки для образца после магнитной обработки (1) и для контрольного („ненамагниченного“) образца (2).

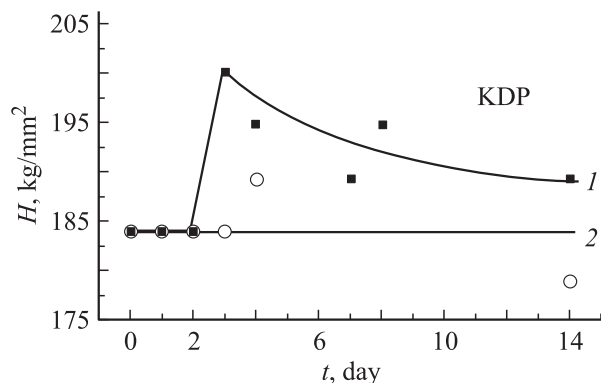


Рис. 2. Сравнение зависимостей величины микротвердости от времени выдержки для образца после термомагнитной обработки (1) и для контрольного („ненамагниченного“) образца (2).

На рис. 1 представлена зависимость величины микротвердости от времени после магнитной обработки кристаллов KDP (кривая 1), а также изменение со временем микротвердости контрольного („ненамагниченного“) образца (кривая 2). Видно, что микротвердость контрольного кристалла со временем несколько возрастает, тогда как микротвердость предварительно „намагниченного“ образца вначале (первые двое суток) остается примерно постоянной, близкой к исходной; затем заметно увеличивается, достигая максимума после четырех суток выдержки. При дальнейшем увеличении экспозиции эффект ослабевает: величина микротвердости падает до фоновых значений, полученных на контрольном образце.

Аналогичная зависимость наблюдается и во второй серии опытов (рис. 2) с той разницей, что после термообработки максимум упрочняющего эффекта сдвигается на одни сутки влево: он возникает после трехсуточной

выдержки при сохранении своей величины (кривая 1). Кроме того, в этом случае не обнаружен рост со временем микротвердости контрольного (термически обработанного, но не помещенного в МП) образца (кривая 2). Последнее обстоятельство мы связываем с тем, что механическая обработка образцов (их резка на водяной нитяной пиле, шлифовка и полировка) приводит к созданию насыщенного водой приповерхностного кристаллического слоя. В ходе термообработки вода испаряется, что обеспечивает постоянную микротвердость кристалла. Испарение воды из образца, не подвергнутого термообработке (кривая 2 на рис. 1), оказывается растянутым во времени, что обуславливает постепенное увеличение микротвердости образца.

Предполагается, что создание режима чувствительности немагнитных кристаллов к МП и благоприятных условий для реализации в них спинового перехода, снимающего запрет на переход электронный, требует неравновесности исходной примесной структуры. Этого, например, можно достичь при предварительной термообработке кристаллов. Тогда в процессе эволюции примесной подсистемы вероятно более раннее образование магниточувствительных состояний — таких комплексов точечных дефектов, которые реагируют на последующее магнитное воздействие. Отжиг приводит к распаду примесных комплексов, закалка „замораживает“ распавшиеся центры, и вновь сформированная примесная структура диффузионным образом эволюционирует в сторону укрупнения мелких парамагнитных центров, что находит отражение в немонотонном характере зависимости микротвердости от времени выдержки с максимумом эффекта при выдержке в течение трех суток (рис. 2). Подобная зависимость наблюдается и при отсутствии термообработки, однако в этом случае для достижения максимума эффекта требуется несколько более длительная выдержка $t = 4$ суток (рис. 1).

Авторы выражают благодарность В.И. Альшицу за полезные обсуждения.

А.Е. Смирнов и А.Э. Волошин благодарят Российский фонд фундаментальных исследований за финансовую поддержку работы.

Список литературы

- [1] А.Е. Смирнов, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 3, 852 (1987).
- [2] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. Письма в ЖЭТФ **58**, 3, 189 (1993).
- [3] Н.А. Тяпунина, В.Л. Красников, Э.П. Белозерова. Кристаллография **45**, 1, 156 (2000).
- [4] А.А. Урусовская, А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер. Тр. XXXVI Междунар. семинара „Актуальные проблемы прочности“. Витебск (2000). Ч. I. С. 294.
- [5] Р.Б. Моргунов, А.А. Баскаков. ФТТ **43**, 9, 1632 (2001).
- [6] А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер, В.В. Садчиков. Кристаллография **48**, 6, 1040 (2003).