

# Влияние магнитного поля на скорость микропластической деформации монокристаллов $C_{60}$

© Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, Р.К. Николаев\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Институт физики твердого тела Российской академии наук,  
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 1 марта 2002 г.)

Микропластическая деформация в магнитном поле и вне его, а также после предварительного воздействия магнитным полем на кристаллы  $C_{60}$  исследована с помощью лазерного интерферометра, позволяющего измерять скорость деформации на базе линейных перемещений  $0.15 \mu\text{m}$ . Показано, что введение и выведение образца из поля с индукцией  $0.2 \text{ T}$  непосредственно в процессе деформации образца приводит к изменению ее скорости, причем при уменьшении скорости наблюдается непродолжительная остановка деформации. Знак эффекта зависит от температуры: при комнатной температуре магнитное поле ускоряет деформацию, при  $100 \text{ K}$  замедляет. Аналогичным оказалось влияние на скорость деформации предварительной выдержки в поле с индукцией  $0.2$  и  $2 \text{ T}$ . Рассмотрены возможные причины наблюдаемых проявлений магнитопластического эффекта в  $C_{60}$  и связь его знака с фазовым переходом при температуре  $260 \text{ K}$ .

Работа выполнена в рамках государственной программы МПНТ РФ по фуллеренам и при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 00-01-00482).

В последнее время возрос интерес к исследованиям магнитопластических эффектов (МПЭ) в различных по своей природе диамагнетиках (см., например, обзор [1], а также работы, выполненные на щелочно-галогенидных кристаллах [2,3], сегнетоэлектрическом кристалле  $\text{NaNO}_2$  [4] и фуллерите  $C_{60}$  [5]). При этом подчеркиваются особенности МПЭ в разных кристаллах. Так, в [4] эффект увеличения скорости деформации в магнитном поле наблюдался только в определенном диапазоне скоростей; в [5] была обнаружена инверсия знака МПЭ при температуре фазового перехода  $T_c \approx 260 \text{ K}$  образцов  $C_{60}$  по измерению их микротвердости при комнатной температуре после предварительного воздействия кратковременного импульса магнитного поля при различных температурах. Для хрупких низкопрочных кристаллов, какими являются фуллериты, возможности исследования их механических свойств в неупругой области, по-видимому, ограничиваются измерениями микротвердости и скорости затухающей микропластической деформации. Различие между этими двумя методами заключается прежде всего в том, что первый отражает свойства поверхности кристалла, а второй — объема; последний поэтому менее чувствителен к возможному влиянию на поверхность окружающей среды. Кроме того, исследования скорости микропластической деформации позволяют также разделить влияние предварительного воздействия магнитного поля (т.е. влияние на структурное состояние кристалла) и влияние на эту скорость непосредственно в процессе нагружения. Чтобы различать эти эффекты, будем называть первый из них магнитопластическим последствием (МПП), а второй — магнитопластическим эффектом. В настоящей работе оба этих эффекта исследовались экспериментально

на кристаллах  $C_{60}$  с использованием метода лазерной интерферометрии для измерения скорости и величины микропластической деформации.

## 1. Экспериментальная методика

Монокристаллы  $C_{60}$  были выращены из паровой фазы, причем в качестве исходного материала были выбраны мелкие кристаллы  $C_{60}$ , предварительно очищенные многократной вакуумной сублимацией. Выращивание монокристаллов проводилось в следующих условиях: температура сублимации  $873 \text{ K}$ , температура кристаллизации  $813 \text{ K}$ , время роста  $8\text{--}12 \text{ h}$ . Полученные по такой методике хорошо ограненные монокристаллы  $C_{60}$  весом до  $30 \text{ mg}$  имели размеры до нескольких  $\text{mm}$ . Поскольку в дальнейшем кристаллы подвергались одноосному сжатию, для удобства нагружения выбирались такие кристаллы, которые содержали две симметрично расположенные параллельные грани. Расстояние между этими гранями (размер вдоль направления сжимающей силы, „высота“ образца) составляло  $2\text{--}2.5 \text{ mm}$ ; средняя площадь сечения, перпендикулярного силе,  $8\text{--}9 \text{ mm}^2$ .

Интерферометрический способ записи деформации во времени в виде последовательных биений [6], который применен в данной работе, позволяет измерять ее скорость  $\dot{\epsilon}$  на базе малых изменений длины образца с погрешностью не более  $5\%$ . Одно биение на интерферограмме равно приращению деформации  $|\Delta l| = 0.3 \mu\text{m}$ . Скорость деформации в настоящей работе определялась по измерению длительности одного полупериода, т.е. на базе  $|\Delta l| = 0.15 \mu\text{m}$ , по формуле  $\dot{\epsilon} = \lambda\nu/2l_0$ , где  $\lambda = 0.63 \mu\text{m}$  — длина волны излучения лазера,

**Таблица 1.** Изменение скорости деформации кристалла  $C_{60}$  после выдержки в течение 4 h в магнитном поле с индукцией 2 Т при 293 и 77 К

№ п/п	Условия испытаний и предварительного воздействия	Скорость деформации $\dot{\epsilon}$ , $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ( $\sigma = 0.3 \text{ МПа}$ , $T = 293 \text{ К}$ )
1	Исходный кристалл	0.14
2	4 h в поле при 290 К	1.06
3	№ 2 + отдых без поля в течение 4 суток	0.16
4	4 h в поле при 77 К	0.09
5	№ 4 + отдых без поля в течение 4 суток	0.20

**Таблица 2.** Изменение скорости деформации кристалла  $C_{60}$  после выдержки различной длительности в магнитном поле с  $B = 0.2 \text{ Т}$  при 293 К

№ п/п	Условия испытаний и предварительного воздействия	Скорость деформации $\dot{\epsilon}$ , $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ( $\sigma = 0.3 \text{ МПа}$ , $T = 293 \text{ К}$ )
1	6 суток при $B = 0.2 \text{ Т}$	0.2
2	20 суток при $B = 0.2 \text{ Т}$	0.8
3	№ 2 + деформация при $\sigma = 0.3 \text{ МПа}$ в течение 22 min	0.19
4	№ 3 + отдых без поля в течение 2 суток	0.12
5	№ 4 + 20 суток при $B = 0.2 \text{ Т}$	0.16
6	№ 5 + 35 суток при $B = 0.2 \text{ Т}$	0.45

Примечание. Все измерения, кроме № 4, проводились в поле с  $B = 0.2 \text{ Т}$ .

$\nu$  — частота биений,  $l_0$  — размер образца в направлении действия силы.

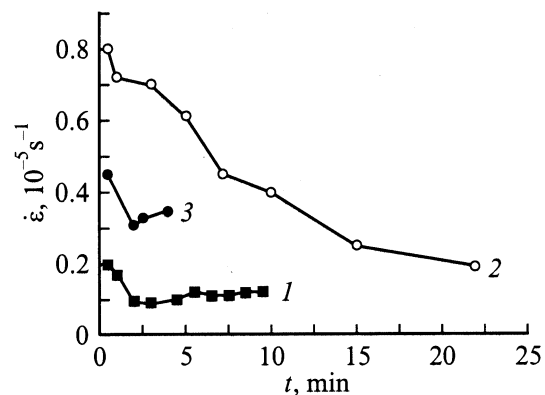
В опытах с магнитным полем использовались два постоянных магнита: один с индукцией  $B = 0.2 \text{ Т}$ , который мог перемещаться таким образом, чтобы образец, находящийся в установке для испытаний на сжатие, оказывался в магнитном поле или вне его, и второй с индукцией 2 Т, который применялся только для предварительной выдержки образцов в магнитном поле.

## 2. Экспериментальные результаты и обсуждение

В результате опытов с предварительной выдержкой при 293 К кристаллов  $C_{60}$  в магнитном поле было установлено, что МПП выражается в увеличении скорости микропластической деформации, которое зависит от ряда факторов: величины магнитной индукции, времени пребывания образца в магнитном поле, времени отдыха (между действием поля и нагружением), а также от магнитно-силовой предыстории кристалла. Перечислим основные свойства МПП. Чем больше магнитная индукция и время экспозиции в поле, тем больше эффект. Его величина уменьшается с ростом времени отдыха, а выдержка под нагрузкой значительно ускоряет это уменьшение. Если после действия нагрузки, полностью подавившего эффект, попытаться вызвать его снова, то для этого придется либо увеличить экспозицию в поле прежней величины, либо увеличить индукцию, либо

длительное время выдержать образец без воздействия нагрузки и магнитного поля.

Некоторые типичные примеры проявления МПП и его особенностей при комнатной температуре демонстрируются в табл. 1, 2 и на рис. 1. В табл. 1 приведены скорости деформации, измеренные через одно и то же время после приложения нагрузки, для кристалла  $C_{60}$ , последовательно проходившего различные операции: выдержку в магнитном поле, нагружение в поле и вне его, отдых. Как видно из табл. 1 и 2, после выдержки образца в магнитном поле с индукцией 2 Т в течение 4 h

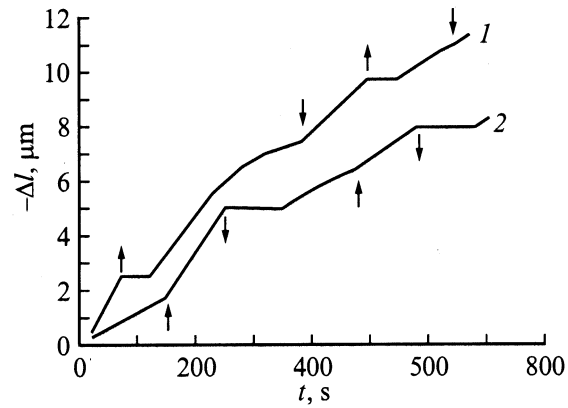


**Рис. 1.** Изменение скорости микропластической деформации в зависимости от времени действия нагрузки.  $\sigma = 0.3 \text{ МПа}$ . Предварительная выдержка в магнитном поле с индукцией 0.2 Т в течение 6 (1), 20 (2) и 20 + 35 суток (3). Кривая 3 соответствует повторному нагружению образца 2 после отдыха без поля в течение 2 суток и выдержки в магнитном поле.

или в поле с индукцией 0.2 Т в течение 20 суток скорость деформации при напряжении  $\sigma = 0.3$  МПа возрастает в 6–8 раз (строки 2 в табл. 1 и 2). Однако отдых в течение 2–4 суток возвращает образец в исходное состояние (см. строку 3 в табл. 1 и строку 4 в табл. 2). Изменение скорости деформации со временем при  $\sigma = 0.3$  МПа и эффект повторных воздействий магнитного поля показаны на рис. 1. Если кристалл был разгружен при малой скорости деформации и снова выдержан в магнитном поле, то, чтобы заметить возрастание начальной скорости деформации, пришлось более чем вдвое увеличить время выдержки в поле той же величины (см. строки 4–6 в табл. 2). Уменьшение скорости деформации со временем действия нагрузки происходит неравномерно и довольно медленно по сравнению с подобным уменьшением в других хрупких материалах, где практически нулевая скорость устанавливается после  $|\Delta l_0| = 1\text{--}2 \mu\text{m}$  [7]. Восстановление (релаксация) структуры осуществляется еще медленнее: требуются десятки суток, чтобы воспроизвести эффект МПП. Заметим, что релаксационные процессы, связанные только с механическим воздействием, имеют значительно более высокие скорости. Так, интервалы между нагружениями при снятии температурного спектра скоростей деформации в [8] составляли всего несколько минут. Таким образом, обнаруженное в работе влияние времени нагружения на продолжительность отдыха, требуемого для восстановления исходного состояния, свидетельствует о том, что структурные перестройки в  $C_{60}$  при воздействии нагрузок и магнитного поля связаны между собой, однако эта связь не является простой, аддитивной.

В табл. 1 приведены также результаты исследования МПП после выдержки образца в магните с  $B = 2$  Т при 77 К в течение 4 ч. Видно, что знак эффекта является противоположным по сравнению с МПП после выдержки в магните при комнатной температуре: магнитное поле замедляет процесс деформации, а длительный отдых приводит к возврату в исходное состояние, т.е. увеличивает скорость деформации.

На рис. 2 приведены результаты исследования МПЭ по стандартной для этого эффекта методике, а именно: образец в процессе ползучести быстро вводится в магнитное поле или выводится из него. Эта процедура повторяется несколько раз, пока заметна ползучесть. Напряжение  $\sigma$  в опыте составляло 0.7 МПа. Сравнивались кривые ползучести при температурах выше (293 К) и ниже (100–110 К) температуры фазового перехода из гранецентрированной кубической решетки в простую кубическую (ГЦК–ПК). Поскольку в последнем случае термостатирование обеспечить не удавалось, абсолютные значения скорости могли быть несколько завышены, однако это не могло отразиться на изменении скорости деформации в момент скачкообразного изменения величины магнитного поля. Как видно из рис. 2, каждое изменение магнитной индукции приводит к изменению скорости ползучести. При этом увеличение скорости всегда начинается сразу после скачка  $B$ , в случае



**Рис. 2.** Кривые сжатия кристалла  $C_{60}$  при 100 (1) и 290 К (2).  $\sigma = 0.7$  МПа. Стрелками показаны моменты включения (↑) и выключения (↓) магнитного поля.

же уменьшения скорости после скачка  $B$  сначала наблюдается остановка ползучести, а затем деформация продолжается с меньшей скоростью, чем до скачка. Подобный эффект наблюдался ранее при исследовании термоактивационных характеристик деформации и внутренних напряжений дифференциальным методом при скачках напряжения, температуры или скорости деформации, приводящих к уменьшению скорости. Иногда даже наблюдали отрицательную ползучесть, когда образец деформировался в направлении, противоположном направлению действия силы [9,10]. В многочисленных дискуссиях (проходивших в 70–80-е годы) о возможности использования дифференциальных методик для определения активационных характеристик деформации наличие „задержки деформации“ (инкубационного периода) использовалось как аргумент, подтверждающий, что при скачках происходит изменение структуры и внутренних напряжений [10]. Позже аналогичная „задержка деформации“ наблюдалась при исследовании микропластичности высокотемпературных сверхпроводников в момент их перехода под действием транспортного тока или магнитного поля из сверхпроводящего состояния в нормальное [11]. Появление задержки обычно связывали с наличием встречных внутренних напряжений, на уменьшение которых (перестройку структуры) требуется время, в течение которого действующих напряжений недостаточно для продолжения деформации в новых условиях. Так, например, в [11] предполагалось, что время уходит на увеличение числа дислокаций в скоплениях для того, чтобы компенсировать появившуюся в нормальном состоянии электронную составляющую сопротивления движению дислокаций. Появление инкубационного периода в исследованиях, представленных в настоящей работе, также вполне объяснимо, поскольку времена структурных перестроек, как это видно из табл. 1 и 2, в кристаллах  $C_{60}$  достаточно велики.

Сравнение МПЭ при температурах выше и ниже температуры фазового перехода ГЦК–ПК обнаруживает

их существенное различие (рис. 2). При комнатной температуре в ГЦК-решетке фуллерита  $C_{60}$  магнитное поле приводит к ускорению деформации, в то время как в ПК-решетке (при 110 К) МПЭ имеет обратный знак. Этот результат коррелирует с найденным в [5] изменением в точке фазового перехода знака приращения микротвердости, вызванного импульсом магнитного поля. В [5] предполагается, что это может быть связано как с разным влиянием магнитного поля на ПК- и ГЦК-структуры, так и с влиянием поля на кинетику фазового перехода. Последнее для использованных в настоящей работе полей маловероятно. Контрольные опыты, в которых нами сравнивались спектры, полученные с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), образцов до и после воздействия магнитного поля с  $B = 2T$ , не обнаружили каких-либо изменений пика в области фазового перехода. Объяснение эффекта разным влиянием поля на ПК- и ГЦК-структуры, с нашей точки зрения, предпочтительнее, хотя противопоставлять их, возможно, не следовало бы, поскольку, например, в [12] предварительное сжатие  $C_{60}$  при температурах 293 и 77 К по-разному влияло на структуру кристалла, о чем судили по значительному уширению пика ДСК при 260 К после сжатия при 293 К, в то время как после воздействия при 77 К изменение формы пика было незначительным.

В большинстве выполненных работ слабые магнитные поля приводят к ускорению деформации немагнитных материалов, что обычно связывают с изменениями в структуре ядра дислокаций или с ослаблением взаимодействия дислокаций со стопорами под действием поля [1]. Первая причина, предложенная в [13] для объяснения особенностей температурной зависимости микротвердости  $C_{60}$ , может быть использована в нашем случае для трактовки МПЭ при комнатной температуре, но не объясняет остальных эффектов.

Что касается изменения структуры стопоров под действием поля, приводящего к ослаблению их связи с дислокациями, то этот механизм может быть использован для описания и МПЭ, и МПП при  $T > T_c$ , но поскольку время воздействия поля для получения эффекта в этих двух случаях существенно различается, представляется более правомерным применять его для МПП. То, что при  $T < T_c$  магнитное поле приводит к замедлению деформации (МПП и МПЭ подтверждают это), может быть связано, как предполагалось в [5,12], с влиянием процесса перераспределения молекул  $C_{60}$  пентагональной и гексагональной конфигураций на рассеяние энергии движущейся дислокации или на перестройку структуры стопора.

Таким образом, в настоящей работе установлено, что скорость микропластической деформации кристаллов  $C_{60}$  изменяется при воздействии магнитного поля, как предварительного, так и действующего непосредственно в процессе деформации. Подтверждено, что это изменение имеет разный знак при температурах выше и ниже температуры  $T_c$  фазового перехода ГЦК-ПК, что

согласуется с данными по микротвердости [5]. Обнаружена задержка деформации при введении образца  $C_{60}$  в магнитное поле для  $T < T_c$  и при выведении его из поля для  $T > T_c$ .

## Список литературы

- [1] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. *Материаловедение* 3-6, 2 (2000).
- [2] А.А. Урусовская, В.И. Альшиц, Н.Н. Беккауер, А.Е. Смирнов. *ФТТ* **42**, 2, 267 (2000).
- [3] В.И. Альшиц, А.А. Урусовская, А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер. *ФТТ* **42**, 2, 270 (2000).
- [4] Б.И. Смирнов, Н.Н. Песчанская, В.И. Николаев. *ФТТ* **43**, 12, 2154 (2001).
- [5] Ю.А. Осипьян, Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов, Р.К. Николаев, И.А. Пушкин, С.З. Шмурак. *ФТТ* **43**, 7, 1333 (2001).
- [6] Н.Н. Песчанская, А.Б. Синани, В.В. Шпейзман, П.Н. Якушев. *Изв. РАН. Сер. физ.* **63**, 9, 882 (1999).
- [7] Н.А. Златин, Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман. *ЖТФ* **57**, 7, 1438 (1987).
- [8] В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, В.М. Егоров, В.И. Николаев, Р.К. Николаев, Б.И. Смирнов. *ФТТ* **42**, 9, 1721 (2000).
- [9] А. Ивенс, Р. Роулингс. В сб.: *Термически активированные процессы в кристаллах*. Мир, М. (1973). С. 172.
- [10] P.W. Davies, B. Wilshire. *Scripta Met.* **5**, 6, 475 (1971).
- [11] В.В. Шпейзман, Б.И. Смирнов, Н.Н. Песчанская, Л.К. Марков. *ФТТ* **33**, 7, 2198 (1991).
- [12] В.М. Егоров, В.И. Николаев, Р.К. Николаев, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман. *ФТТ* **41**, 3, 550 (1999).
- [13] В.Д. Нацик, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко. *ФНТ* **22**, 3, 337 (1996).