

Влияние магнитного поля на дислокационную неупругость и пластичность кристаллов LiF с различными примесями

© Н.А. Тяпунина, В.Л. Красников*, Э.П. Белозёрова**, В.Н. Виноградов**

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
119899 Москва, Россия

* Костромской государственный университет им. Н.А. Некрасова,
Кострома, Россия

** Костромской государственный технологический университет,
156005 Кострома, Россия

E-mail: ovg@kstu.edu.ru

(Поступила в Редакцию 20 февраля 2002 г.
В окончательной редакции 22 апреля 2002 г.)

С помощью метода двухкомпонентного резонансного осциллятора на частоте 80 kHz исследовано влияние магнитного поля с индукцией 0.04–0.8 Т на амплитудную зависимость внутреннего трения кристаллов LiF с различным составом примесей. За состоянием образцов следили *in situ* по вольт-амперным характеристикам составного осциллятора. Установлено, что в присутствии магнитного поля изменяется состояние системы дислокации–закрепляющие центры и, как следствие этого, возрастают внутреннее трение и пластичность образцов. Эффект действия магнитного поля чувствителен к составу примесей в кристалле.

Известно, что неупругие свойства кристаллов, такие как внутреннее трение (ВТ) и дефект упругих модулей (ДМ), в килогерцевом диапазоне частот определяются дислокационными механизмами. При комнатной температуре потери механической энергии обусловлены переходом энергии от колеблющихся дислокаций к фоновой подсистеме кристалла. Опыты показывают, что ВТ и ДМ реагируют и на такие внешние воздействия, которые непосредственно влияют на электронную подсистему кристаллов. Так, неупругие свойства щелочно-галогидных кристаллов (ЩГК) изменяются под действием магнитного поля [1–3].

Цель данной работы — исследовать влияние магнитного поля на неупругость кристаллов LiF с различным составом примесей. Представляло, в частности, интерес выяснить, как на неупругость кристаллов LiF влияет примесь Ni. Согласно [4], присутствие примеси Ni значительно увеличивает магнитоэластический эффект в ЩГК.

1. Техника эксперимента и исследованные материалы

Для исследования влияния магнитного поля на ВТ и дефект модуля Юнга ЩГК в килогерцевом диапазоне частот применялся метод составного пьезокварцевого осциллятора [5]. На основной частоте 80 kHz возбуждалась продольная стоячая ультразвуковая волна по длине образца. Максимальная амплитуда относительной деформации в пучности стоячей волны ϵ_0 варьировалась от 10^{-7} до 10^{-3} .

Магнитное поле с вектором индукции \mathbf{B} , перпендикулярным направлению распространения ультразвука, создавалось с помощью постоянного магнита (0.04–0.3 Т) и электромагнита (0.4–1 Т).

За изменением состояния образца следили *in situ* по вольт-амперным характеристикам составного осциллятора [6,7]. Плотность и распределение дислокаций контролировались с помощью метода избирательного травления. Данные об исходном состоянии кристаллов приведены в табл. 1.

Таблица 1. Данные об исходном состоянии исследованных кристаллов LiF

Материал, маркировка	Основные примеси	Предел текучести $\sigma_{ст}$, МПа	Плотность дислокаций ρ , 10^9 м^{-2}	Внутреннее трение δ_0 , 10^{-4}
LiF _I	Mg	7.8	2–6	0.9
LiF _{II}	Ca, Ba	3.9	3–8	2.4
LiF _{III}	Mg, Ni	10.3	0.8–2	0.5

Примечание. Состав примесей определялся спектрографическим методом. Суммарная концентрация примесей $C \sim 10^{-5}$ мольных долей.

Образцы в форме стержней выкальвались из кристаллов по плоскостям спайности. Длина образца соответствовала условию резонансного возбуждения осциллятора на основной частоте. После приготовления образцы подвергались длительному (в течение трех лет) старению при комнатной температуре. Свежие дислокации перед началом измерений в образцы не вводились.

2. Результаты опытов и их обсуждение

Рассмотрим сначала, что происходит с образцами LiF под действием магнитного и ультразвукового полей в отдельности.

Контрольные опыты методом повторного избирательного травления до и после выдержки образцов в маг-

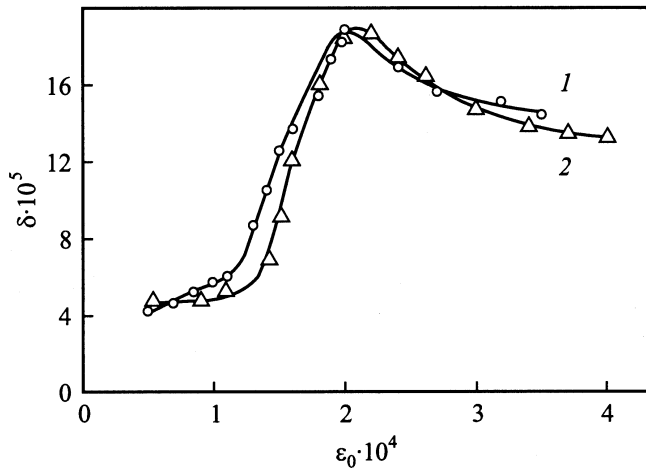


Рис. 1. Амплитудная зависимость внутреннего трения образца LiF_{III}. 1 — первое испытание, 2 — второе испытание, проведенное через 1.5 h после первого.

нитном поле с индукцией $B < 1$ Т не обнаружили ни движения, ни размножения дислокаций. Однако на неупругие свойства кристаллов LiF (ВТ и дефект модуля Юнга) предварительная длительная выдержка образцов в магнитном поле оказывала заметное влияние, что было описано ранее в работах [8,9].

Под действием ультразвука могут иметь место и обратимые, и необратимые изменения дислокационной структуры кристаллов, о чем можно судить по вольт-амперным характеристикам осциллятора и данным измерения ВТ.

Проанализируем характерную для LiF зависимость ВТ от амплитуды деформации при $B = 0$ (рис. 1). Кривые 1 и 2 на рис. 1 соответствуют двум последовательным испытаниям образца LiF_{III}. Из рис. 1 видно, что при амплитуде $\varepsilon_0 \approx 2 \cdot 10^{-4}$ появляется пик ВТ, высота и положение которого сохраняются при повторном испытании.

Возрастающие ветви пиков ВТ спрямляются в координатах Гранато–Люкке [10], так что

$$\ln[(\delta(\varepsilon_0) - \delta_{01})\varepsilon_0] = C_0 - \Gamma\varepsilon_0^{-1}, \quad (1)$$

где δ_{01} — амплитудно-независимое ВТ со стороны малых ε_0 ; C_0 и Γ — постоянные величины, связанные с параметрами дислокационной структуры. В обоих случаях квадраты коэффициентов корреляции составили $r^2 = 0.97$.

На убывающих ветвях пиков ВТ оказывается пропорциональным ε_0^{-2} с $r^2 = 0.79$ и 0.96 при первом и втором испытаниях соответственно. Следовательно, пики ВТ обусловлены гистерезисным механизмом дислокационного внутреннего трения, и для их интерпретации можно использовать модель Роджерса–Супруна [11,12].

Влияние совместного действия ультразвука и магнитного поля на неупругость кристаллов LiF исследовалось

как на серии образцов, так и на одном и том же образце. В опытах на одном и том же образце измерения ВТ и ДМ проводились в режиме чередования испытаний в присутствии магнитного поля и без него.

Влияние магнитного поля видно из рис. 2 и 3, где представлены вольт-амперные характеристики $V_p(V)$ составного осциллятора с образцами LiF_{II} и LiF_{III} соответственно. В качестве отклика на действие магнитного поля рассматривалась величина V_p , пропорциональная амплитуде относительной деформации в пучности стоячей волны ε_0 . При включении магнитного поля в случае постоянного напряжения V , подаваемого на обкладки кварца, величины V_p , а следовательно, и ε_0 уменьшаются. Данный факт свидетельствует о том, что при включении магнитного поля скачком возрастает ВТ и образец становится более пластичным. Ранее было показано, что этот эффект не является следствием появления вихревого электрического поля в момент включения и выключения магнитного поля [1,3].

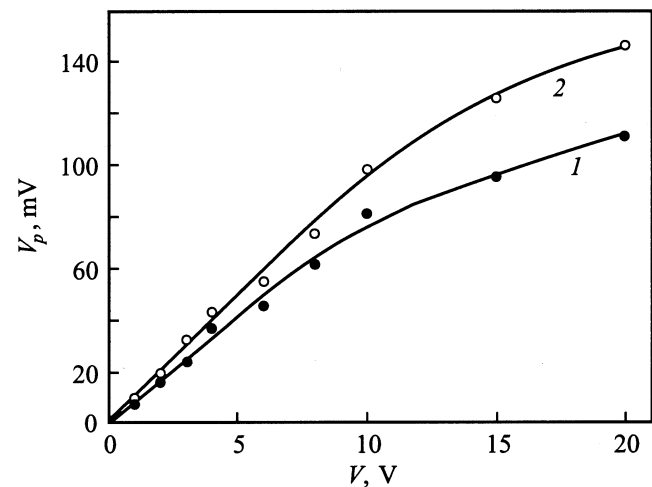


Рис. 2. Вольт-амперные характеристики образца LiF_{II} при испытаниях в магнитном поле $B = 0.3$ Т (1) и при $B = 0$ (2).

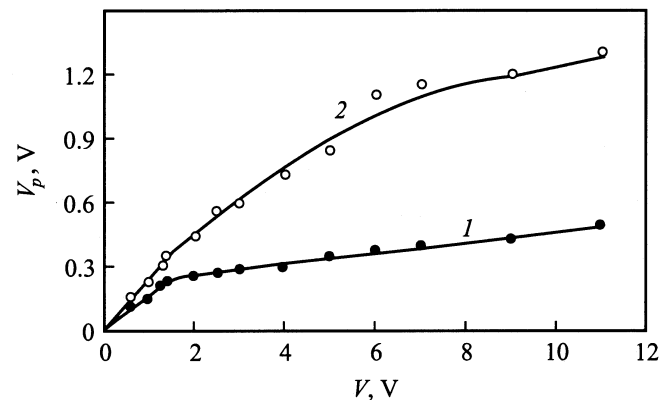


Рис. 3. Вольт-амперные характеристики образца LiF_{III} в магнитном поле $B = 0.08$ Т (1) и при $B = 0$ (2).

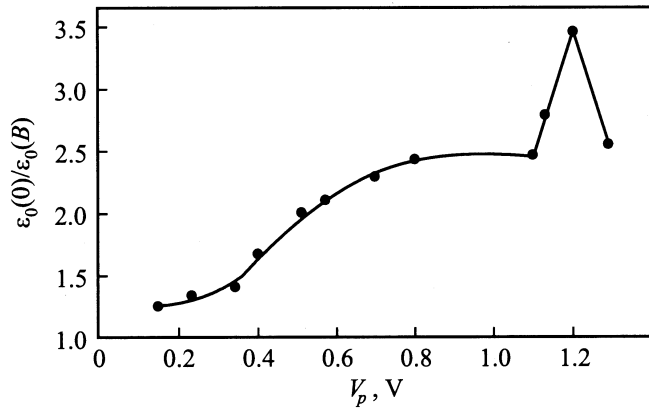


Рис. 4. Зависимость $\varepsilon_0(0)/\varepsilon_0(B)$ от величины V_p для образца LiF_{III}. Величина V_p пропорциональна амплитуде $\varepsilon_0(0)$ перед включением магнитного поля.

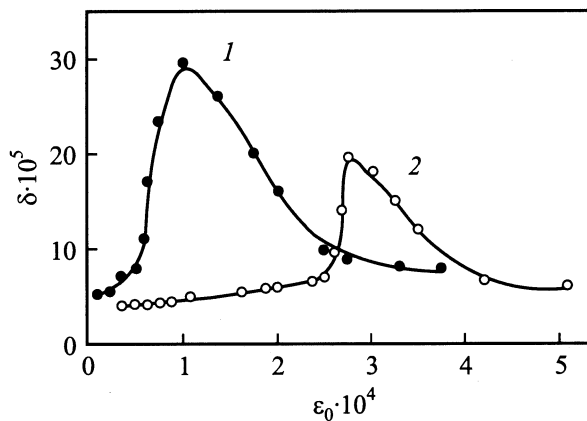


Рис. 5. Амплитудная зависимость внутреннего трения образца LiF_{III} при испытаниях в магнитном поле $B = 0.08$ Т (1) и при $B = 0$ (2).

Скачок амплитуды относительно деформации под действием магнитного поля можно характеризовать отношением $\varepsilon_0(0)/\varepsilon_0(B)$, где $\varepsilon_0(0)$ — амплитуда в отсутствие магнитного поля, а $\varepsilon_0(B)$ — в магнитном поле. Значение этого отношения при фиксированном V изменяется в зависимости от индукции магнитного поля B и амплитуды ультразвука ε_0 . Зависимость указанного отношения от ε_0 для LiF_{III} при $B = 0.08$ Т показана на рис. 4. Значения $V_p \sim \varepsilon_0$, отложенные по оси абсцисс, получены в отсутствие магнитного поля. Видно, что при некоторой амплитуде ε_{0m} отношение $\varepsilon_0(0)/\varepsilon_0(B)$ достигает максимального значения, а затем уменьшается с ростом ε_0 . Аналогичный характер зависимости отношения $\varepsilon_0(0)/\varepsilon_0(B)$ от ε_0 наблюдался и для образцов LiF_{II} [1], однако сами значения $\varepsilon_0(0)/\varepsilon_0(B)$ и величина ε_{0m} были другими, т.е. они зависели от примесного состава кристалла.

Результаты измерений ВТ, полученные на образце LiF_{III} в режиме чередования испытаний в магнитном поле и без него, приведены на рис. 5. Точки, соответствующие

кривой 1 на рис. 5, получены в магнитном поле $B = 0.08$ Т, а соответствующие кривой 2 — при $B = 0$. Из сравнения кривых 1 и 2 (рис. 5) видно, что высота пика ВТ в магнитном поле возрастает (в данном случае $\delta_{\max}(B)/\delta_{\max}(0) = 1.54$), а положение пика сдвигается в сторону меньших амплитуд ε_0 .

На рис. 6 представлены амплитудные зависимости дефекта модуля Юнга того же образца LiF_{III} при амплитудах, отвечающих возрастающим участкам пиков ВТ на рис. 5. Точки кривой 1 на рис. 6 получены в магнитном поле $B = 0.08$ Т, точки кривой 2 — при $B = 0$. Видно, что в присутствии магнитного поля амплитудная зависимость ДМ обнаруживается при меньших ε_0 , а достигаемые значения оказываются выше, чем при $B = 0$.

Амплитудные зависимости $\delta(\varepsilon_0)$ при различных значениях индукции магнитного поля B показаны на рис. 7 и 8. Кривые на рис. 7 получены для трех образцов LiF_{II}, имеющих зеркальные сколы, при $B = 0$ (кривая 1), 0.3 (кривая 2) и 0.6 Т (кривая 3). Кривые 1–5 на рис. 8

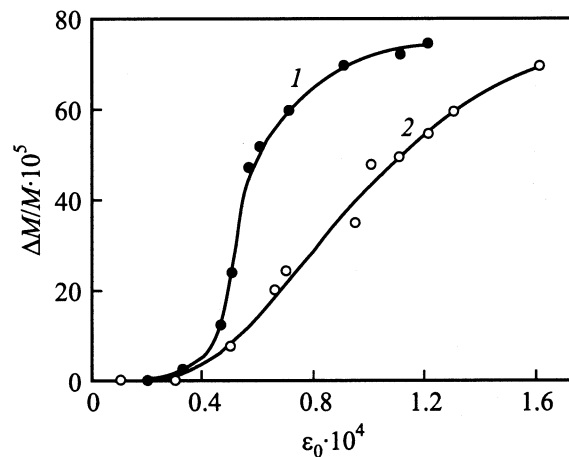


Рис. 6. Амплитудные зависимости дефекта модуля Юнга образца LiF_{III} при испытаниях в магнитном поле $B = 0.08$ Т (1) и при $B = 0$ (2).

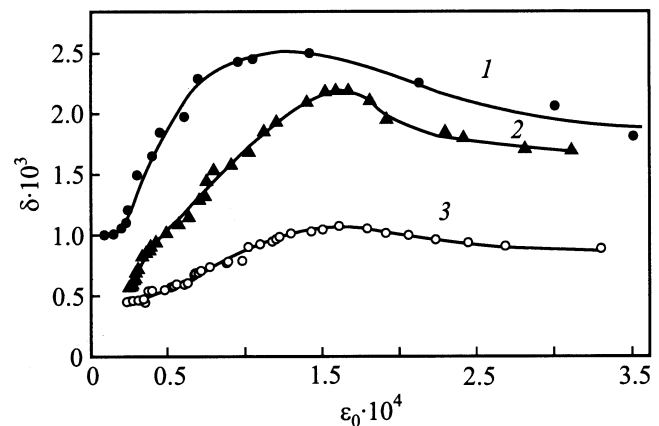


Рис. 7. Влияние магнитного поля на амплитудные зависимости внутреннего трения образцов LiF_{II}. B , Т: 1 — 0, 2 — 0.3, 3 — 0.6.

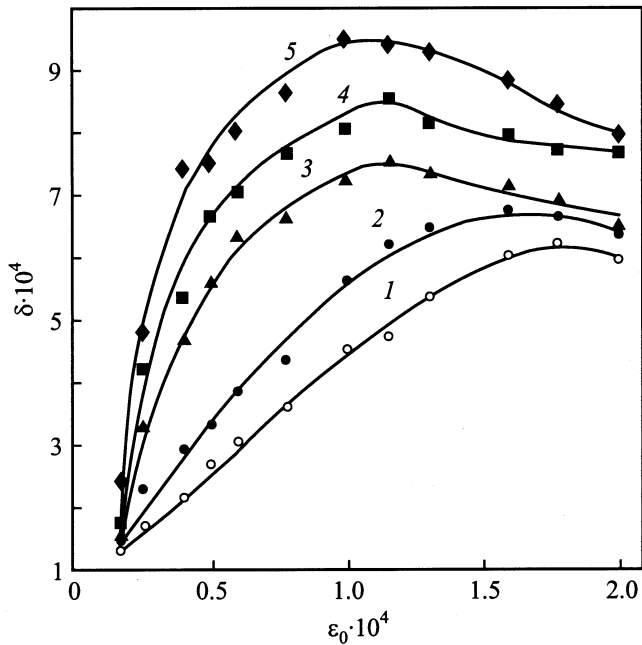


Рис. 8. Амплитудные зависимости внутреннего трения образца LiF_I при различных значениях индукции магнитного поля, B , Т: 1 — 0, 2 — 0.25, 3 — 0.35, 4 — 0.6, 5 — 0.8.

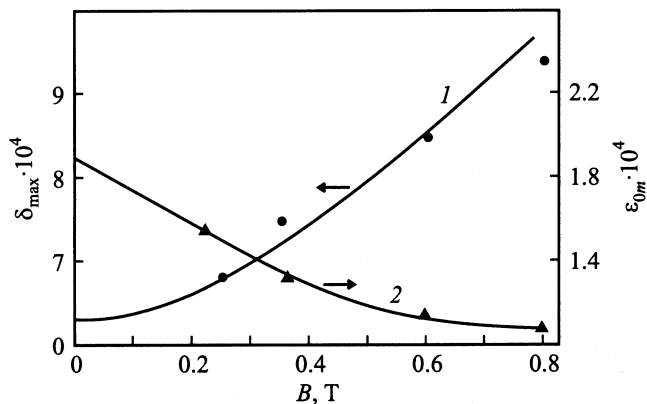


Рис. 9. Зависимости от индукции магнитного поля высот пиков δ_{\max} (1) и соответствующих им амплитуд ϵ_{0m} (2) для образца LiF_I.

относятся к одному образцу LiF_I. Каждая серия точек, отвечающих одной и той же амплитуде ϵ_0 на этих кривых, получена при значениях индукции $B = 0, 0.25, 0.35, 0.6$ и 0.8 Т соответственно. Высота пика ВТ и его положение на оси амплитуд ϵ_0 зависят от индукции магнитного поля B . Это видно из рис. 9, где приведены зависимости от индукции магнитного поля высоты пиков δ_{\max} (кривая 1) и значения амплитуд ϵ_{0m} , при которых они наблюдаются (кривая 2).

Таким образом, опыты показали следующее.

1) Магнитное поле влияет на ВТ и ДМ и в амплитудно-независимой, и в амплитудно-зависимой областях. По аналогии с магнитоэластическим и фотоакустичес-

ким эффектами назовем изменение неупругих свойств кристаллов при совместном действии ультразвука и магнитного поля магнитоакустическим эффектом (МАЭ). Наибольший МАЭ наблюдается при амплитудах ультразвука, соответствующих откреплению дислокаций от примесных центров.

2) Существует пороговое значение индукции магнитного поля B_0 , начиная с которого обнаруживается его влияние на неупругость ЩГК. Значения B_0 для кристаллов LiF с разным составом примесей значительно отличались друг от друга. Так, для кристаллов LiF_{II} пороговое значение $B_0 = 0.14$ Т, а для LiF_{III}, содержащего Ni, $B_0 < 0.08$ Т.

Таблица 2. Параметры дислокационной структуры образцов LiF_I

Параметр	$B = 0.3$ Т	Контрольный образец ($B = 0$)
$\epsilon_{0m}, 10^{-4}$	1.0	2.1
$\rho, 10^9 \text{ м}^{-2}$	3	3
$\Gamma, 10^{-4}$	1.61	4.92
$L_N, 10^{-6} \text{ м}$	1.0	0.6
N_0	3	4
$F_m, 10^{-10} \text{ Н}$	5.24	6.88
$U, \text{ eV}$	0.93	1.22
$\tau_{st}, \text{ МПа}$	0.73	1.20

Таблица 3. Параметры дислокационной структуры образцов LiF_{II}

Параметр	$B = 0.3$ Т	Контрольный образец ($B = 0$)
$\epsilon_{0m}, 10^{-4}$	1.60	1.65
$\rho, 10^9 \text{ м}^{-2}$	3	3
$\Gamma, 10^{-4}$	1.81	4.58
$L_N, 10^{-6} \text{ м}$	0.45	0.39
N_0	3	7
$F_m, 10^{-10} \text{ Н}$	3.17	3.99
$U, \text{ eV}$	0.56	0.71
$\tau_{st}, \text{ МПа}$	0.27	0.42

Таблица 4. Параметры дислокационной структуры образцов LiF_{III}

Параметр	$B = 0.08$ Т	Контрольный образец ($B = 0$)
$\epsilon_{0m}, 10^{-4}$	1.0	2.6
$\rho, 10^9 \text{ м}^{-2}$	1.0	1.0
$\Gamma, 10^{-4}$	2.03	3.74
$L_N, 10^{-6} \text{ м}$	0.87	0.36
N_0	3	4
$F_m, 10^{-10} \text{ Н}$	4.39	6.62
$U, \text{ eV}$	0.78	1.18
$\tau_{st}, \text{ МПа}$	0.63	1.10

Таблица 5. Изменение параметров дислокационной структуры кристаллов LiF в магнитном поле

Отношение параметров	LiF _I (Mg), B = 0.3 T	LiF _{II} (Ca, Ba), B = 0.3 T	LiF _{III} (Mg, Ni), B = 0.08 T
$\varepsilon_{0m}(B)/\varepsilon_{0m}(0)$	0.48	0.97	0.38
$\rho(B)/\rho(0)$	1	1	1
$\Gamma(B)/\Gamma(0)$	0.33	0.40	0.54
$L_N(B)/L_N(0)$	1.66	1.15	2.40
$N_0(B)/N_0(0)$	0.75	0.43	0.75
$F_m(B)/F_m(0)$	0.76	0.79	0.66
$U(B)/U(0)$	0.76	0.79	0.66
$\tau_{st}(B)/\tau_{st}(0)$	0.61	0.64	0.57

Таблица 6. Изменение предела текучести кристаллов LiF по действию магнитного поля

Изменение предела текучести	B, T					Образец
	0.1	0.2	0.3	0.4	0.48	
$\sigma_{cr}(0)/\sigma_{cr}B$	1	1.3	2.07	2.6	2.7	LiF(Mg) [14]
$\tau_{st}(0)/\tau_{st}(B) = \sigma_{cr}(0)/\sigma_{cr}(B)$	—	1.44	2.2	—	2.5	LiF _I (Mg) LiF _{II} (Ca, Ba)

Анализ данных ВТ и ДМ позволил установить, что в присутствии магнитного поля изменяются параметры, характеризующие движение дислокаций: стартовые напряжения τ_{st} , длина дислокационного сегмента L_N , число точек закрепления N_0 на отрезке L_N , максимальная сила взаимодействия дислокации с центром закрепления F_m и энергия связи U . Эти данные приведены в табл. 2–4 для образцов LiF_I, LiF_{II} и LiF_{III} соответственно.

Сравнительные данные изменения параметров дислокационной структуры в магнитном поле для указанных выше кристаллов LiF с различными примесями приведены в табл. 5.

Из табл. 5 видно, что во всех кристаллах в исследованных диапазонах амплитуд ультразвука и индукции магнитного поля плотность дислокаций ρ оставалась неизменной. Сравним сначала данные для LiF_I и LiF_{II} с данными для LiF_{III}. Предел текучести σ_{cr} (табл. 1) кристаллов LiF_{II} в 2 раза меньше, чем у LiF_I и в 2.5 раза меньше, чем у LiF_{III}. Можно заключить, что кристалл LiF_{II} наиболее „мягкий“. Как видно из табл. 5, параметры дислокационной структуры LiF_{II} под влиянием магнитного поля изменились менее всего. У образцов LiF_I и LiF_{III} значения σ_{cr} одного порядка. Но МАЭ для LiF_{III} выражен значительно ярче, чем в остальных кристаллах. Высота пика ВТ в магнитном поле $B = 0.08$ Т существенно возрастает, смещение пика в область меньших амплитуд при $B = 0.08$ Т превосходит аналогичное смещение у образца LiF_I при $B = 0.3$ Т. Длина петли L_N в присутствии магнитного поля у LiF_{III} возрастает более чем в 2 раза (строка 4 в табл. 5), в то время

как у LiF_I и LiF_{II} соответственно в 1.66 и 1.15 раза. Энергия связи примесного центра и дислокации, а также стартовые напряжения в присутствии магнитного поля для LiF_{III} понижаются больше, чем для кристаллов, не содержащих примеси Ni (строки 7, 8 в табл. 5).

По данным стартовых напряжений τ_{st} можно оценить изменения в магнитном поле макроскопически измеряемого предела текучести кристаллов σ_{cr} . Действительно, σ_{cr} и τ_{st} связаны линейной зависимостью [13]. Зная отношение $\tau_{st}(0)/\tau_{st}(B)$, можно найти изменение предела текучести под влиянием магнитного поля. Результаты такой оценки для кристаллов LiF_I и LiF_{II} содержатся в табл. 6, где приводятся также данные прямых измерений, полученные для кристаллов LiF с примесью Mg [14].

Из табл. 6 видно, что для образцов с примесью Mg наши данные и данные [14] близки. Пределы текучести кристаллов σ_{cr} с различным составом примесей при одинаковых значениях индукции магнитного поля изменяются по-разному. Так, при $B = 0.48$ Т σ_{cr} для кристаллов LiF_I уменьшается в 2.5 раза, а для LiF_{II} — в 1.7 раза.

Образцы LiF_{III} с содержанием Ni были исследованы нами при $B = 0, 0.04$ и 0.08 Т. Рассчитанное по данным вольт-амперных характеристик отношение $\sigma_{cr}(0)/\sigma_{cr}(B)$ при $B = 0.04$ Т оказалось равным единице, в то время как при $B = 0.08$ Т оно составило 1.88. Из сравнения этих результатов с приведенными в табл. 6 данными для LiF_I следует, что значение критического поля B , при котором начинается спад предела текучести, для кристаллов LiF_{III} оказывается ниже, чем для кристаллов LiF_I, не содержащих Ni. Отношение $\sigma_{cr}(0)/\sigma_{cr}(B)$ при $B = 0.08$ Т для LiF_{III} оказалось в 1.3 раза больше соответствующего отношения для LiF_{II} при $B = 0.3$ Т. Полученные данные о существенном влиянии примеси Ni на величину предела текучести ЦГК в магнитном поле согласуются с результатами прямых измерений [15].

Таким образом, приведенные выше результаты позволяют заключить, что МАЭ чувствителен к составу примесей и что присутствие примеси Ni усиливает МАЭ аналогично тому, как это имеет место для магнитоэластического эффекта. Поскольку плотность дислокаций в результате воздействия магнитного поля на кристалл сохранялась неизменной, а параметры, характеризующие систему дислокации–закрепляющие их центры, существенно изменялись, можно заключить, что магнитное поле оказывает влияние на взаимодействие дислокаций с закрепляющими центрами и на структуру самих центров. Магнитоэластические центры, содержащие примесь Ni, оказываются наиболее чувствительными к действию магнитного поля (наименьшее пороговое значение B_0), и их структура претерпевает наибольшие изменения под действием магнитного поля. Об этом свидетельствуют наибольшие изменения стартовых напряжений и энергии связи дислокации и примесного центра в кристаллах LiF с содержанием Ni.

Список литературы

- [1] Н.А. Тяпунина, Э.П. Белозёрова, В.Л. Красников. Материаловедение **12**, 21 (1999).
- [2] Н.А. Тяпунина, Э.П. Белозёрова, В.Л. Красников. Материаловедение **2**, 29 (2000).
- [3] Н.А. Тяпунина, В.Л. Красников, Э.П. Белозёрова. ФТТ **41**, 6, 1035 (1999).
- [4] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, О.Л. Казакова, Е.Ю. Михина, Е.А. Петржик. Изв. РАН. Сер. физ. **57**, 11, 2 (1993).
- [5] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. Наука, М. (1985). 250 с.
- [6] Э.П. Белозерова. Деп. в ВИНТИ, рег. № 5059. Деп. (1984). 18 с.
- [7] Е.К. Наими. Деп. в ВИНТИ, рег. № 2589. Деп. (1985). 17 с.
- [8] Н.А. Тяпунина, Э.П. Белозерова, В.Л. Красников, В.Н. Виноградов. Вестн. Тамбов. ун-та. Сер. Естеств. и техн. науки **5**, 3, 345 (2000).
- [9] Н.А. Тяпунина, В.Л. Красников, Э.П. Белозерова. Изв. РАН. Сер. физ. **64**, 9, 1776 (2000).
- [10] А. Гранато, К. Люкке. В сб.: Ультразвуковые методы исследования дислокаций. ИЛ, М. (1963). С. 27.
- [11] D.G. Blair, T.S. Hutchison, D.H. Rogers. Can. J. Phys. **49**, 6, 635 (1971).
- [12] I.T. Suprun. Phys. Stat. Sol. (a) **120**, 363 (1990).
- [13] Н.А. Тяпунина, Е.К. Наими, Г.М. Зименкова. Действие ультразвука на кристаллы с дефектами. Изд-во МГУ, М. (1999). С. 126.
- [14] А.А. Урусовская, В.И. Альшиц, А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер. Письма в ЖЭТФ **65**, 6, 470 (1997).
- [15] А.А. Урусовская, В.И. Альшиц, А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер. Тез. докл. Междунар. конф. по росту и физике кристаллов. МИСиС, М. (1998). С. 190.