

07,08

Анизотропия резонансной магнитоупругости кристаллов NaCl в магнитном поле Земли

© В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петржик

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
Москва, Россия

E-mail: alshits@ns.crys.ras.ru

(Поступила в Редакцию 17 июля 2012 г.)

Экспериментально изучена резонансная релаксация дислокационной структуры в нескольких сериях кристаллов с разным примесным составом под действием скрещенных магнитных полей: постоянного поля Земли $\mathbf{V}_{\text{Earth}}$ и переменного радиочастотного поля \mathbf{V} . Варьировались частота ν и направление поля накачки \mathbf{V} , а также ориентация образцов в магнитном поле Земли. Измеренные пики дислокационных пробегов $l(\nu)$ различались высотой и положением резонансной частоты ν_{res} . Максимальный эффект возникал для дислокаций с направлением \mathbf{L} , ортогональным плоскости магнитных полей, когда векторы $\{\mathbf{L}, \mathbf{V}, \mathbf{V}_{\text{Earth}}\}$ были взаимно перпендикулярны и принадлежали вместе с ребрами образца $\{\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}\}$ системе $\langle 100 \rangle$. При этом вариации концентрации C примеси Ca в кристаллах серии NaCl_{Ca} изменяли только высоту пика: $l_{\text{max}} \propto 1/\sqrt{C}$. Повороты поля \mathbf{V} в плоскости (\mathbf{b}, \mathbf{c}) от положения $\mathbf{V} \perp \mathbf{V}_{\text{Earth}}$ до $\mathbf{V} \parallel \mathbf{V}_{\text{Earth}}$ также не меняли частоту резонанса, но влияли на его амплитуду. В зависимости от типа кристалла это влияние варьировалось от незначительного (в кристаллах серии $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$) до полного подавления эффекта (в кристаллах серии NaCl_{NiK}). Частота ν_{res} оказалась чувствительной к ориентации образца по отношению к полю $\mathbf{V}_{\text{Earth}}$. Поворот кристалла вокруг ребра $\mathbf{a} \perp \mathbf{V}_{\text{Earth}}$ на угол $\theta = \angle(\mathbf{c}, \mathbf{V}_{\text{Earth}})$ заменяет исходный пик для дислокаций $\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$ при ориентации образца $\theta = 0$ и частоте ν_{res}^0 на пару пиков с частотами $\nu_{1,2} \approx \nu_{\text{res}}^0 \cos \theta_{1,2}$, где $\theta_1 = 90^\circ - \theta$, $\theta_2 = \theta$. Ранее эти пики наблюдались в кристаллах NaCl_{NiK} порознь: один при $\mathbf{V} \parallel \mathbf{c}$, а другой при $\mathbf{V} \parallel \mathbf{b}$. В настоящей работе оба пика реализованы одновременно при обеих ориентациях поля \mathbf{V} в кристаллах $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ и NaCl_{Ca} , где нет полного подавления резонанса в полях $\mathbf{V} \parallel \mathbf{V}_{\text{Earth}}$.

Работа поддержана грантами РФФИ № 10-02-01099 и Президиума РАН (программа фундаментальных исследований № 24).

1. Введение

Магнитоупругость немагнитных кристаллов — относительно молодое явление, изучение которого началось с наблюдения перемещений индивидуальных дислокаций в кристаллах NaCl, помещенных в постоянное магнитное поле $B \sim 1$ Т в отсутствие других внешних воздействий [1]. Этот эффект связан с магнитным преобразованием структуры примесных центров, изменяющим силу их взаимодействия с дислокациями, а следовательно и релаксационную подвижность последних [2,3]. Роль магнитного поля заключается в стимулировании эволюции спиновых систем в примесных комплексах к состоянию, в котором снимается квантовый запрет на определенный электронный переход, вследствие чего и происходит трансформация пиннинг-центра. Такого рода спин-зависимые процессы в магнитном поле хорошо известны в химической физике [4,5].

Последующие широкие исследования магнитоупругого эффекта (МПУ) в ряде независимых групп подтвердили эту интерпретацию эффекта и значительно расширили как круг материалов, где он проявляется, так и многообразие этих проявлений (см. обзоры [6–10]). В частности, было показано, что в зависимости от типа примеси в магнитном поле может наблюдаться как пластификация, так и упрочнение кристаллов [11].

Магнитное влияние на микро- и макроупругость обычно наблюдается *in situ* и исчезает после выключения магнитного поля. Это обстоятельство указывает на то, что дислокации при движении участвуют в преобразовании примесных центров. В некоторых кристаллах также обнаружены эффекты магнитной „памяти“, т.е. изменение механических свойств материала (на какое-то время) после его магнитной обработки. Это проявляется как в перемещениях дислокаций, введенных после экспозиции образца в поле (в частности, в кристаллах NaCl [12] и Si [13]), так и в макросвойствах материалов (например, в изменениях микротвердости кристаллов LiF [14], NaCl [15] и ZnO [16]).

Спиновая природа эффектов магнитоупругости обоих типов получила прямое подтверждение в резонансных экспериментах [17–20], когда образцы подвергались действию скрещенных магнитных полей, постоянного (B) и переменного (\tilde{B}) на частоте ν в условиях, когда величина B варьировалась вблизи значения B_{res} , отвечающего условию ЭПР

$$h\nu = g\mu_B B_{\text{res}}, \quad (1)$$

где h — постоянная Планка, μ_B — магнетон Бора и g — фактор Ланде или g -фактор. В работах [17,18] наблюдались, в частности, пики дислокационных перемещений $l(B)$, происходивших в процессе выдержки

образцов NaCl в скрещенных полях. В работах [19,20] было обнаружено резонансное уменьшение подвижности дислокаций в кристаллах кремния в режиме эффекта памяти, т.е. после их предварительной обработки в аналогичных скрещенных полях. Во всех случаях при $g \approx 2$, $B \approx B_{\text{res}}$ наблюдались достаточно яркие резонансы дислокационных пробегов или стартовых напряжений для движения дислокаций.

Большая часть экспериментов [17–20] была выполнена в условиях стандартного ЭПР на частоте $\nu \approx 9.5$ GHz, когда $B_{\text{res}} \approx 0.3$ Т. Резонанс наблюдался в перпендикулярных магнитных полях $\mathbf{B} \perp \tilde{\mathbf{B}}$ и исчезал при их параллельной ориентации $\mathbf{B} \parallel \tilde{\mathbf{B}}$, как при классическом ЭПР. При этом не было замечено какой-либо анизотропии эффекта по отношению к ориентации кристалла или направлению дислокаций. Понижение частоты поля накачки на два порядка до уровня $\nu \approx 152$ MHz [18] не отразилось на этих свойствах резонанса.

Недавно было установлено, что резонансный МПЭ существует и в радиодиапазоне частот $\nu \sim 1$ MHz, когда в качестве постоянной компоненты магнитного поля используется поле Земли $B_{\text{Earth}} \sim 10^{-4}$ Т [21–23]. В этих условиях опять наблюдаются и резонанс *in situ* (на кристаллах NaCl [21,22]), и резонансный эффект памяти [23], проявляющийся в изменении микротвердости кристаллов ZnO, триглицинсульфата и гидрофталата калия. Однако в отличие от ранее наблюдавшихся эффектов низкочастотный резонанс оказался сильно анизотропным по отношению к взаимной ориентации кристалла и скрещенных магнитных полей. В частности, в кристаллах NaCl была обнаружена [21,22] высокая анизотропия g -фактора в уравнении (1). Для образца, сориентированного так, чтобы грань (\mathbf{b} , \mathbf{c}) была параллельна магнитному полю Земли B_{Earth} , для дислокаций $\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$ (рис. 1) возникают два пика пробегов $l(\nu)$ вблизи резонансных частот $\nu_{1,2}$, задаваемых уравнением

$$h\nu_{1,2} \approx g\mu_B B_{\text{Earth}} \cos \theta_{1,2}, \quad (2)$$

где, как и в (1), $g \approx 2$, а дополнительный косинус берется от углов $\theta_{1,2}$, образуемых вектором $\mathbf{B}_{\text{Earth}}$ с

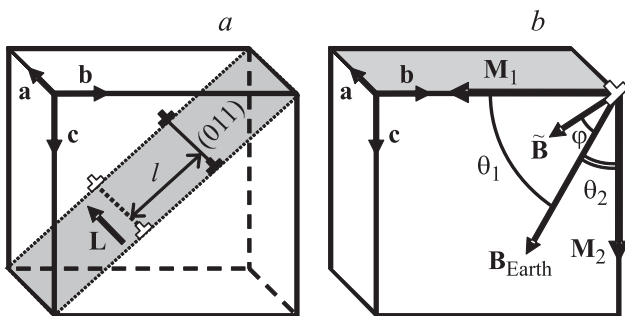


Рис. 1. Геометрия дислокационного движения в кристалле NaCl, помещенном в скрещенные магнитные поля: (а) перемещение l краевой дислокации \mathbf{L} , параллельной ребру $\mathbf{a} = [100]$ в плоскости скольжения (011); (б) ориентации полей $\mathbf{B}_{\text{Earth}}$ и $\tilde{\mathbf{B}}$, а также магнитных моментов \mathbf{M}_1 и \mathbf{M}_2 стопоров на дислокации $\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$ по отношению к образцу.

ребрами \mathbf{b} и \mathbf{c} образца. Наблюдавшиеся пики отвечали углам $\theta_1 \approx 67.5^\circ$ и $\theta_2 \approx 22.5^\circ$ [21,22], а также $\theta_2 = 0$ [22]. Эмпирическая формула (2) выглядит так, как будто наблюдаемый ЭПР на пиннинг-центрах, закрепляющих дислокации, лимитируется „замороженными“ магнитными моментами $\mathbf{M}_{1,2}$, ориентированными вдоль направлений $\langle 100 \rangle$, ортогональных дислокациям (для $\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$: $\mathbf{M}_1 \parallel \mathbf{b}$, $\mathbf{M}_2 \parallel \mathbf{c}$ — рис. 1, б).

Целью настоящей работы является систематическое экспериментальное изучение анизотропии того же эффекта в серии кристаллов NaCl разного происхождения. Будет показано, что изменение взаимной ориентации полей $\mathbf{B}_{\text{Earth}}$ и $\tilde{\mathbf{B}}$ по-разному проявляет себя в этих кристаллах. В частности, полное подавление эффекта в параллельных полях $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ отнюдь не является общим свойством и наблюдается только в одном типе кристаллов из трех. С другой стороны, во всех кристаллах частота резонанса зависит только от ориентации образца в магнитном поле Земли и удовлетворительно описывается формулой (2).

2. Методика экспериментов

Исследования проводились на монокристаллах NaCl, различных по происхождению, составу и концентрации примеси. Кристаллы NaCl_{Ni} и $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ были выращены методом Киропулоса на Никольском заводе и в Ленинградском оптико-механическом объединении (ЛОМО) соответственно, с сопоставимой общей концентрацией примеси (преимущественно Ca), не превышающей 10 ppm. Кристаллы NaCl_{Ca} были выращены методом Стокбаргера в Институте физики и оптики (г. Будапешт, Венгрия) с четырьмя разными концентрациями C примеси Ca: 0,5, 1, 10 и 100 ppm.

Образцы выкалывались по плоскостям спайности $\{100\}$ в виде параллелепипеда с примерными размерами $3 \times 3 \times 5$ mm, после чего отжигались и химически полировались. Непосредственно перед экспериментом в них легким ударом вводились свежие дислокации с плотностью ρ_{fr} , сопоставимой с исходной плотностью ρ_{old} „старенных“ дислокаций.

Положение дислокаций до и после магнитной обработки фиксировалось избирательным химическим травлением. Перемещались как краевые, так и винтовые дислокации; в настоящей работе все исследования касались только краевых дислокаций. Их средний пробег l находился из гистограмм, построенных по нескольким десяткам, а иногда и сотен перемещений. Разброс средних значений пробегов составлял 10–15%. Представляя экспериментальные данные на графиках, часто удобно использовать безразмерную величину $l\sqrt{\rho}$ — отношение среднего пробега l к среднему расстоянию $1/\sqrt{\rho}$ между дислокациями, где $\rho = \rho_{\text{old}} + \rho_{\text{fr}}$ — полная средняя плотность дислокаций ($\rho \sim 10^4 \text{ cm}^{-2}$). Наряду с нормированными пробегами, для характеристики эффекта использовалась также относительная плотность подвижных дислокаций $\rho_{\text{m}}/\rho_{\text{fr}}$.

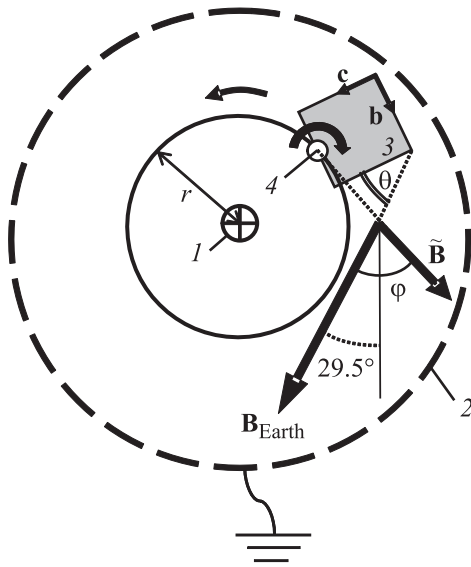


Рис. 2. Схема эксперимента. Коаксиальная камера: 1 — центральный провод, 2 — заземленный экран; 3 — образец; 4 — втулка поворота гнезда с образцом.

Как показывают литературные данные и наш опыт работы с кристаллами NaCl, большинство дислокаций при использованном методе их введения являются примерно прямолинейными. Они направлены параллельно ребрам кристалла (см. векторы $\mathbf{a} = [100]$, $\mathbf{b} = [010]$, $\mathbf{c} = [001]$ на рис. 1). В рамках одного эксперимента измерялись одновременно пробеги l и относительная плотность ρ_m/ρ_{fr} подвижных дислокаций двух или трех типов: $-\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$, $\mathbf{L} \parallel \mathbf{b}$, $\mathbf{L} \parallel \mathbf{c}$. Во всех экспериментах образцы устанавливались так, чтобы дислокации \mathbf{a} -типа были ортогональными к обоим магнитным полям.

Магнитная обработка проводилась в скрещенных магнитных полях — поле Земли \mathbf{V}_{Earth} и поле накачки $\tilde{\mathbf{V}}$ переменного тока (рис. 2). Амплитуда и направление магнитного поля Земли были измерены непосредственно в месте нахождения образца в установке. Вектор поля \mathbf{V}_{Earth} составлял с вертикалью угол $\theta_{Earth} \approx 29.5^\circ$, а его величина была $V_{Earth} \approx 49.97 \mu\text{T}$. Концентрическое переменное магнитное поле создавалось в экранированной (2) коаксиальной камере (рис. 2) вокруг прямолинейного проводника I , по которому пропускался синусоидальный ток заданной частоты. Как правило, в экспериментах величина тока выбиралась такой, чтобы амплитуда поля накачки равнялась $\tilde{V}_m = 2.5 \mu\text{T}$. Лишь в одном из опытов использовалось поле $\tilde{V}_m = 3.12 \mu\text{T}$ (см. рис. 6 в разделе 4). Далее на всех рисунках, где величина \tilde{V}_m не указана, она равна $2.5 \mu\text{T}$.

Варьировались частота поля $\tilde{\mathbf{V}}$ ($\nu = 0.5\text{--}1.5 \text{ MHz}$) и его направление в плоскости $\{\mathbf{b}, \mathbf{c}\}$. Изменение ориентации поля $\tilde{\mathbf{V}}$, измеряемого углом $\varphi = \angle(\tilde{\mathbf{V}}, \mathbf{V}_{Earth})$, осуществлялось перемещением гнезда с образцом по окружности радиуса $r \approx 10 \text{ mm}$ (рис. 2). Требуемая ориентация образца (угол θ) по отношению к полю

Земли \mathbf{V}_{Earth} устанавливалась поворотом гнезда вокруг втулки 4. В терминах θ углы $\theta_{1,2}$, задающие направления магнитных моментов $\mathbf{M}_{1,2}$ в формуле (2) и на рис. 1, b , очевидно равны $\theta_1 = 90^\circ - \theta$, $\theta_2 = \theta$.

Время экспозиции образцов в скрещенных полях во всех экспериментах составляло 5 min.

3. Влияние взаимной ориентации магнитных полей \mathbf{V}_{Earth} и $\tilde{\mathbf{V}}$

3.1. Магнитный резонанс в перпендикулярных и параллельных полях. Исследование было начато с геометрии, отвечающей ориентации кристалла $\mathbf{c} \parallel \mathbf{V}_{Earth}$ (т.е. $\theta = 0$, рис. 2), когда в формуле (2) следует положить $\theta_2 = 0$, и она принимает вид классического условия ЭПР (1). Опыты, выполненные при ориентации I поля накачки: $\tilde{\mathbf{V}} \perp \mathbf{V}_{Earth}$, $\tilde{\mathbf{V}} \parallel \mathbf{b}$ (т.е. $\varphi = 90^\circ$), для всех трех типов исследовавшихся кристаллов дали острые пики пробегов $l(\nu)$ дислокаций \mathbf{a} -типа с максимумом при резонансной частоте $\nu_{res} = 1.38 \text{ MHz}$, соответствующей условию (1): $h\nu_{res} = g\mu_B V_{Earth}$ при $g \approx 2$. На рис. 3, a кривая l изображает такой пик

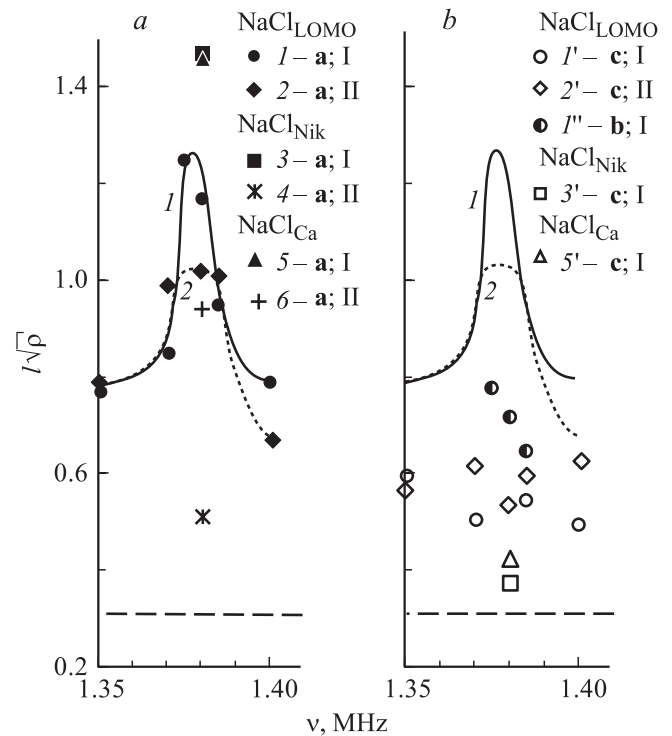


Рис. 3. Зависимости среднего нормированного пробега $l\sqrt{\rho}$ дислокаций \mathbf{a} -, \mathbf{b} - и \mathbf{c} -типа от частоты ν поля $\tilde{\mathbf{V}}$ для кристаллов NaCl_{LOMO} ($1, 2, 1', 2'; 1''$), NaCl_{NiK} ($3, 4, 3'$) и NaCl_{Ca} ($\text{Ca}: 0.5 \text{ ppm}$) ($5, 6, 5'$) с ориентацией $\mathbf{c} \parallel \mathbf{V}_{Earth}$ при $\tilde{\mathbf{V}} \perp \mathbf{V}_{Earth}$ (геометрия I) и $\tilde{\mathbf{V}} \parallel \mathbf{V}_{Earth}$ (геометрия II). (a) Дислокации \mathbf{a} -типа при $\tilde{\mathbf{V}} \perp \mathbf{V}_{Earth}$ [$\mathbf{a}; I$], а также дислокации \mathbf{a} - и \mathbf{b} -типа при $\tilde{\mathbf{V}} \parallel \mathbf{V}_{Earth}$ [$\mathbf{a}, \mathbf{b}; II$]; (b) дислокации \mathbf{b} - и \mathbf{c} -типа при $\tilde{\mathbf{V}} \perp \mathbf{V}_{Earth}$ [$\mathbf{b}; I$ и $\mathbf{c}; I$ соответственно] и дислокации \mathbf{c} -типа при $\tilde{\mathbf{V}} \parallel \mathbf{V}_{Earth}$ [$\mathbf{c}; II$].

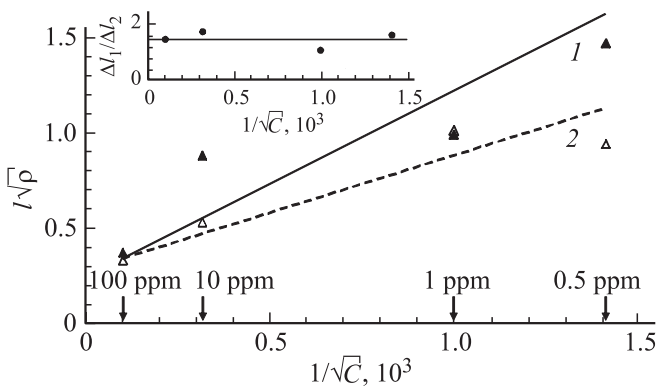


Рис. 4. Зависимости среднего нормированного пробега а-дислокаций в условиях резонанса ($\nu_{\text{res}} = 1.38$ MHz, $\mathbf{c} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$) от обратного корня из концентрации C [ppm] примеси Са в кристаллах NaCl_{Ca} для ориентаций магнитных полей $\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (1) и $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (2). На вставке — отношение разностей $\Delta l_1/\Delta l_2$ в условиях ориентаций 1 и 2 в зависимости от $1/\sqrt{C}$.

нормированных пробегов $l\sqrt{\rho}$ а-дислокаций в кристалле $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$. Штриховой линией на рисунке показан средний уровень технологического фона $l_0\sqrt{\rho} \approx 0.3$, вызванного смещением дислокаций при травлении и постановке образцов в установку.

Для б- и с-дислокаций в той же геометрии I ($\varphi = 90^\circ$) пробеги в резонансной области (точки I'' и I' на рис. 3, b) оказались существенно ниже, но все же заметно превышали технологический фон. Для удобства сравнения кривые 1 и 2 с рис. 3, a повторены и на рис. 3, b. Следует иметь в виду, что в рассматриваемой геометрии б-дислокации ортогональны полю Земли, но параллельны полю накачки, а с-дислокации, наоборот, параллельны полю Земли и ортогональны полю накачки. Из рис. 3, b видно, что в этих двух ориентациях эффект подавляется неодинаково: с-дислокации характеризуются самой низкой амплитудой резонанса из всех трех типов дислокаций. Возможно, ненулевой уровень максимума в этом случае является мерой вклада в резонанс непрямолинейных дислокаций (например, петель), сосуществующих с прямолинейными.

Также исследовалась геометрия II, когда при неизменной ориентации кристалла $\mathbf{c} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ ($\theta = 0$) переменное поле \mathbf{B} направлялось вдоль поля Земли: $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (т. е. $\varphi = 0$). При этом а- и б-дислокации ориентационно эквивалентны, поскольку перпендикулярны обоим магнитным полям. Такое изменение ориентации поля накачки по-разному сказывалось на высоте резонансного пика в кристаллах изучавшихся типов. В кристаллах $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ пики пробегов несколько понижались, оставаясь, однако, соизмеримой высоты с пиками в случае $\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$, и отвечая той же частоте резонанса. На рис. 3, a это видно из сравнения кривых 1 ($\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$) и 2 ($\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$), отличающихся только взаимной ориентацией полей.

В кристалле NaCl_{Ca} аналогичная смена ориентации поля накачки \mathbf{B} приводит к более существенному по-

нижению пробега на резонансной частоте, но отнюдь не „убивает“ эффект: об этом свидетельствует сравнение точек 5 и 6 на рис. 3, a. С другой стороны, в кристалле NaCl_{NiK} поворот поля накачки в позицию $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ приводит к радикальному подавлению резонанса. При этом средний пробег а- и б-дислокаций на резонансной частоте резко уменьшается (точка 4 на рис. 3, a) по сравнению с пробегом 3 в геометрии I ($\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$). Пробеги с-дислокаций оказываются низкими в обеих геометриях во всех трех типах кристаллов (см. для примера точки 1' и 2' для кристалла $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ на рис. 3, b).

Для кристаллов NaCl_{Ca} изучалось также влияние концентрации примеси Са на высоту резонансных пиков. На рис. 4 представлена зависимость среднего нормированного пробега а-дислокаций при резонансной частоте $\nu_{\text{res}} = 1.38$ MHz от обратного корня из концентрации C примеси Са в кристаллах NaCl_{Ca} для двух исследуемых ориентаций магнитных полей: $\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (линия 1) и $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (линия 2). Уменьшение наклона прямой 2 по сравнению с 1 иллюстрирует уже отмеченное выше влияние неблагоприятной ориентации полей $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$.

Для нас здесь более важно, что при обеих ориентациях поля \mathbf{B} наблюдается линейная зависимость разности $l - l_0 \equiv \Delta l \propto 1/\sqrt{C}$, как и в постоянном магнитном поле [6,10]. Об этом свидетельствует и приведенная на врезке практическая независимость отношения измеренных функций $\Delta l_1(C)$ и $\Delta l_2(C)$ от концентрации C . Величина $1/\sqrt{aC}$ (a — параметр решетки, C — объемная концентрация примеси) является примерным расстоянием между рядами центров пиннинга в плоскости скольжения. Поэтому сохранение зависимости $\Delta l \propto 1/\sqrt{C}$ в резонансных опытах указывает на то, что кинематика движения дислокаций через случайную сетку точечных препятствий не меняется, несмотря на смену элементарного механизма магнитного открепления дислокации от отдельного центра.

3.2. Плавный переход от ориентации $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ к ориентации $\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$. Как мы видели (рис. 3 и 4), при повороте поля накачки \mathbf{B} из положения $\mathbf{B} \perp \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (I) в положение $\mathbf{B} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ (II) высота резонансных пиков изменялась в зависимости от типа кристаллов: либо резко уменьшалась, опускаясь почти на уровень фона (NaCl_{NiK}), либо понижалась незначительно ($\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$), либо демонстрировала промежуточное поведение (NaCl_{Ca}). При этом во всех случаях резонансная частота пиков для обеих ориентаций совпадала. Представляло интерес измерить для тех же кристаллов полную зависимость высоты пиков от угла φ между полями \mathbf{B} и $\mathbf{B}_{\text{Earth}}$.

На рис. 5 показаны искомые экспериментальные зависимости среднего пробега l дислокаций от угла φ между магнитными полями на резонансной частоте 1.38 MHz. Образец ставился так же, как на рис. 3 ($\mathbf{c} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$), а направление поля накачки варьировалось от параллельности до перпендикулярности полю Земли. Дислокации а-типа в кристаллах $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ (кривая 2 на рис. 5) дают

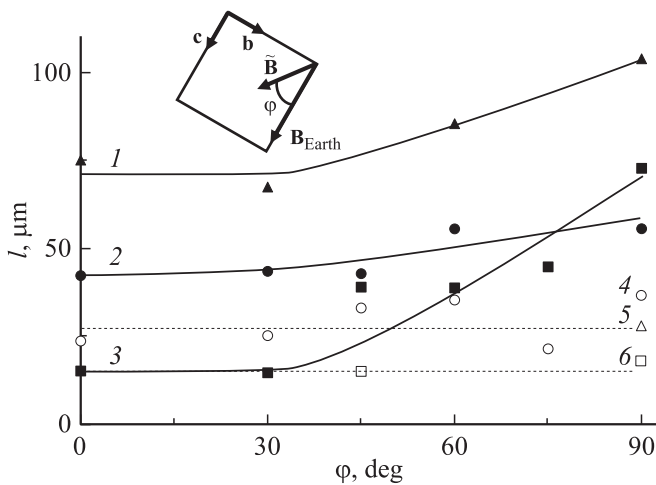


Рис. 5. Зависимости среднего пробега дислокаций в условиях резонанса ($\nu_{\text{res}} = 1.38 \text{ MHz}$, $\mathbf{c} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$) от угла φ между скрещенными магнитными полями для кристаллов NaCl_{Ca} (1, 5), $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ (2, 4) и NaCl_{NiK} (3, 6) для дислокаций $\mathbf{L} \parallel \mathbf{a}$ (1–3) и $\mathbf{L} \parallel \mathbf{c}$ (4–6).

довольно слабую зависимость от угла между полями. В кристаллах NaCl_{Ca} (Ca: 0.5 ppm) зависимость более выражена (кривая 1). В кристаллах NaCl_{NiK} в интервале углов $0 < \varphi < 30^\circ$ резонанс сильно подавлен, а затем с увеличением угла φ наблюдается существенный рост подвижности (кривая 3). В последнем случае пробеги а-дислокаций при $\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$ практически совпадают с пробегами с-дислокаций (штриховая прямая 6). Это радикально отличает кристалл NaCl_{NiK} от кристаллов NaCl_{Ca} и $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$, для которых кривые 1 и 2 для а-дислокаций даже при малых углах φ остаются значительно выше уровня соответствующих пробегов 4 и 5 с-дислокаций.

Таким образом, в кристаллах NaCl трех типов амплитуда исследуемого дислокационного резонанса имеет различную чувствительность к изменению ориентации поля накачки. По-видимому, это связано с деталями реальной примесной структуры кристаллов разного происхождения.

4. Зависимость резонанса от ориентации кристалла в поле Земли

Напомним, что во всех предыдущих экспериментах положение кристалла по отношению к магнитному полю Земли оставалось неизменным: $\mathbf{c} \parallel \mathbf{B}_{\text{Earth}}$, изменялась только ориентация поля накачки $\tilde{\mathbf{B}}$ в плоскости грани (\mathbf{b} , \mathbf{c}) (рис. 1, b). При этом амплитуда пика менялась (хотя и в разной степени в зависимости от типа кристалла), а резонансная частота оставалась постоянной, не реагируя на вариации направления поля $\tilde{\mathbf{B}}$. Это вполне согласуется с формулой (2), которая не зависит от $\tilde{\mathbf{B}}$.

Формула (2), полученная в [21,22] из простых модельных соображений, уже подтверждена в тех же работах экспериментальными значениями трех резонансных частот для кристалла NaCl_{NiK} (см. Введение). В этом разделе мы проверим формулу (2) также и на других сериях кристаллов NaCl. В том числе будет проверено вытекающее из (2) предсказание, что для $\theta = 45^\circ$, когда $\theta_1 = \theta_2$, должно происходить слияние двух пиков в один.

Сначала образцы ставились на горизонтальную подставку так, чтобы поле Земли находилось в плоскости (\mathbf{b} , \mathbf{c}) (рис. 6). Вектор индукции $\tilde{\mathbf{B}}$ переменного магнитного поля направлялся в той же плоскости вертикально ($\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{c}$, рис. 6, a) или горизонтально ($\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{b}$, рис. 6, b). Для обеих ориентаций поля $\tilde{\mathbf{B}}$ в кристаллах $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ (точки 1) и NaCl_{Ca} (точки 2) для а-дислокаций, перпендикулярных магнитным полям, наблюдаются сразу два пика при частотах $\nu_1 \approx 0.65 \text{ MHz}$ и $\nu_2 \approx 1.18 \text{ MHz}$. Нетрудно убедиться, что эти частоты хорошо описываются формулой (2) при $g \approx 2$ для поля Земли $B_{\text{Earth}} \approx 50 \mu\text{T}$, составляющего с вертикалью угол $\theta \approx 29.5^\circ$.

В кристаллах NaCl_{NiK} при аналогичных условиях пики наблюдались раздельно [21,22]: один при $\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{c}$ (I), а другой при $\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{b}$ (II) (см. вставки, приведенные на рис. 6, a и 6, b для сравнения). Резонансные частоты на вставках (1.3 и 3.0 MHz) существенно отличаются от частот, измеренных в этой работе, что, впрочем, вполне естественно. Действительно, эксперименты [21,22] выполнялись в С.-Петербурге, где на магнитное поле Земли накладывался довольно высокий лабораторный фон, так что совокупное поле в месте нахождения образца было равно $117 \mu\text{T}$ и составляло с вертикалью угол 22.5° . Легко проверить, что частоты резонансных пиков на вставках к рис. 6, a и 6, b тоже согласуются с формулой (2).

Обсудим теперь причины раздельного наблюдения этих пиков для двух ориентаций поля накачки $\tilde{\mathbf{B}}$ в кристаллах NaCl_{NiK} , в отличие от кристаллов $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$ и NaCl_{Ca} , где они сосуществуют при обеих ориентациях. В модели, предложенной в работах [21,22], два пика, описываемые формулой (2), отвечают резонансному откреплению дислокаций от двух типов пиннинг-центров, связанных с двухвалентными атомами (Ca), находящимися в разных позициях: выше или ниже плоскости скольжения. Применительно к рассматриваемой ориентации кристалла такие примеси формируют на а-дислокациях горизонтальные и вертикальные „гантели“ (Ca^+Cl^-). Они содержат спиновые радикальные пары и магнитные моменты $\mathbf{M}_{1,2}$, которые предполагаются направленными вдоль магнитных осей центров: $\mathbf{M}_1 \parallel \mathbf{b}$ и $\mathbf{M}_2 \parallel \mathbf{c}$ (рис. 1, b). В соответствии с формулой (2) магнитное поле Земли своей горизонтальной компонентой задает частоту ЭПР на центрах \mathbf{M}_1 , а вертикальной компонентой — на центрах \mathbf{M}_2 . Как мы видели в предыдущем разделе (см. рис. 3 и 5), в кристаллах NaCl_{NiK} резонанс в параллельных полях подавлен. Поэтому при вертикальной ориентации поля накачки $\tilde{\mathbf{B}} \parallel \mathbf{c}$ в этих

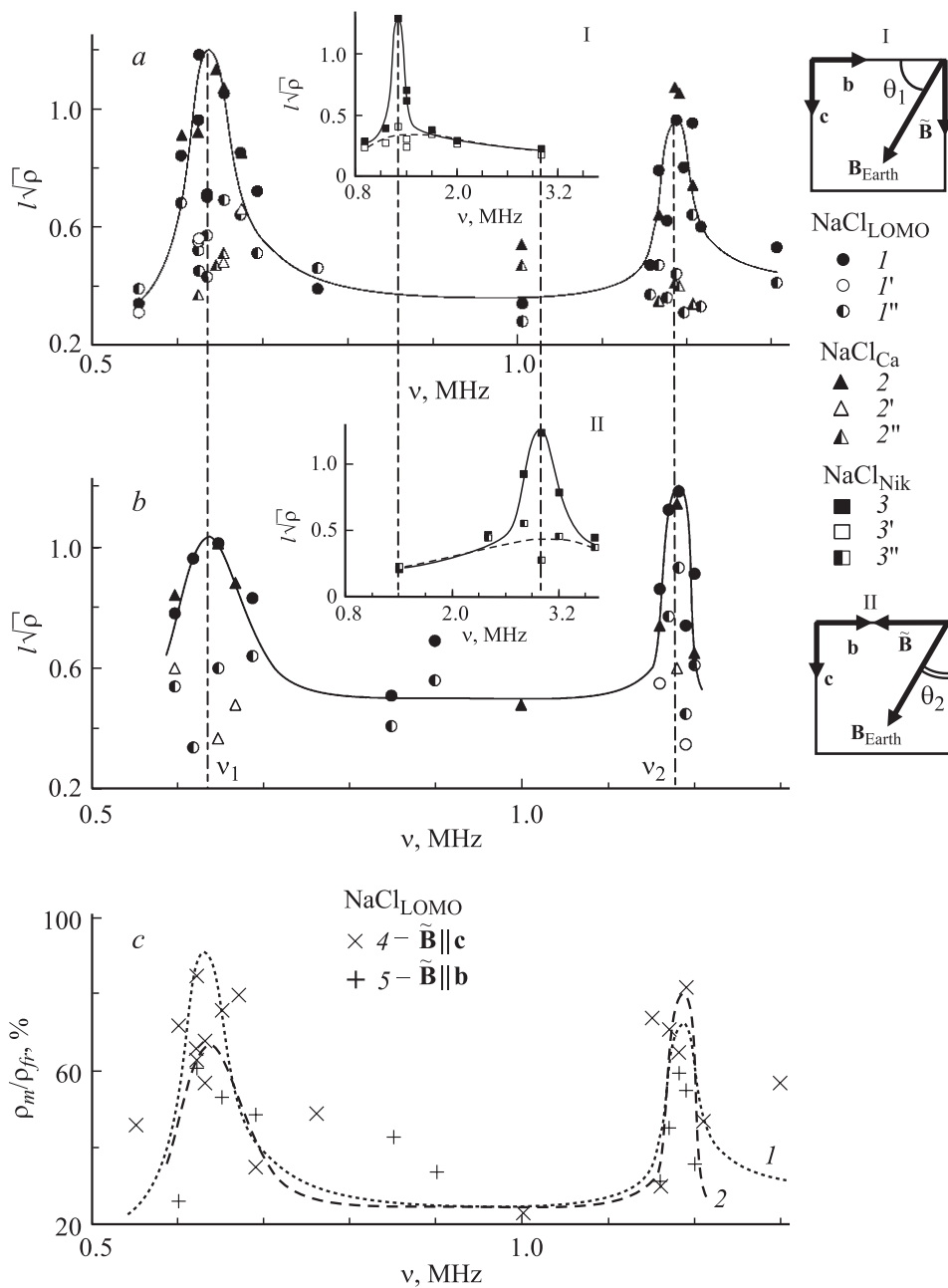


Рис. 6. Частотные зависимости среднего нормированного пробега дислокаций в кристаллах NaCl_{LOMO} ($\vec{B}_m = 3.12 \mu\text{T}$) и NaCl_{Ca} ($\vec{B} = 2.5 \mu\text{T}$) при $\theta_2 = 29.5^\circ$ для двух ориентаций поля накачки: I — $\vec{B} \parallel \vec{c}$ (a) и II — $\vec{B} \parallel \vec{b}$ (b). На вставках — данные для кристалла NaCl_{NiK} ($\vec{B}_m = 2.67 \mu\text{T}$) в аналогичных геометриях [21,22]. Показаны точки для дислокаций $\vec{L} \parallel \vec{a}$ — 1, 2, 3; $\vec{L} \parallel \vec{c}$ — 1', 2', 3'; $\vec{L} \parallel \vec{b}$ — 1'', 2'', 3''. (c) — частотные зависимости относительной плотности подвижных дислокаций $\vec{L} \parallel \vec{a}$ в кристаллах NaCl_{LOMO} в геометрии I (точки 4) и II (точки 5); кривые 1, 2 скопированы с рис. 6, a и 6, b соответственно.

кристаллах должен подавляться пик на частоте ν_2 , а при горизонтальной — пик на частоте ν_1 . В кристаллах NaCl_{LOMO} и NaCl_{Ca} (см. те же рисунки) уменьшение амплитуды резонанса в параллельных полях выражено значительно слабее. Соответственно, вместо полного подавления соответствующих пиков для \vec{a} -дислокаций, на рис. 6, a и 6, b наблюдается лишь некоторое их снижение. Пробеги \vec{b} - и \vec{c} -дислокаций в этих кристаллах при тех же условиях существенно ниже, но все же

заметно больше, чем в кристалле NaCl_{NiK} (см. врезки на рис. 6, a и 6, b).

Как мы видели, одновременное наблюдение двух пиков в кристаллах NaCl_{LOMO} и NaCl_{Ca}, где нет подавления резонанса в параллельных полях, и раздельное их наблюдение в кристалле NaCl_{NiK}, где резонанс в параллельных полях полностью подавлен, однозначно следуют из модели „замороженных“ магнитных моментов и, тем самым, являются ее экспериментальным подтверждением.

ем. С другой стороны, физическую природу различного поведения этих кристаллов в параллельных магнитных полях еще предстоит выяснить.

На рис. 6, *c* представлены результаты измерений относительной плотности подвижных дислокаций от частоты переменного магнитного поля для геометрии опытов, отвечающих рис. 6, *a* и 6, *b* (точки 4 отвечают ориентации I ($\vec{B} \parallel \vec{c}$), а точки 5 — ориентации II ($\vec{B} \parallel \vec{b}$). Для наглядности, на экспериментальные точки для плотности подвижных дислокаций наложены кривые пробегов 1 и 2, скопированные с рис. 6, *a* и 6, *b*. Видно, что при резонансных частотах в процессе экспозиции кристаллов в них перемещаются 80–90% свежевведенных дислокаций.

Как уже отмечалось, еще одним предсказанием формулы (2) является возможность управления положением резонансных частот: поворачивая кристалл вокруг ребра *a* можно раздвигать или сдвигать пики и при $\theta_1 = \theta_2 = 45^\circ$ получить из двух пиков один. Ожидаемая частота такого резонанса в условиях наших опытов равна $\nu_{\text{res}} \approx 1$ МГц. Экспериментальная проверка подтверждает эти ожидания. На рис. 7 показан пик дислокационных пробегов, обнаруженный при $\theta = 45^\circ$ как раз в окрестности этой частоты. Измерения проводились на кристаллах NaCl_{ЛОМО} при $\vec{B} \perp \vec{B}_{\text{Earth}}$. Как и прежде, дислокации *a*-типа демонстрируют наиболее

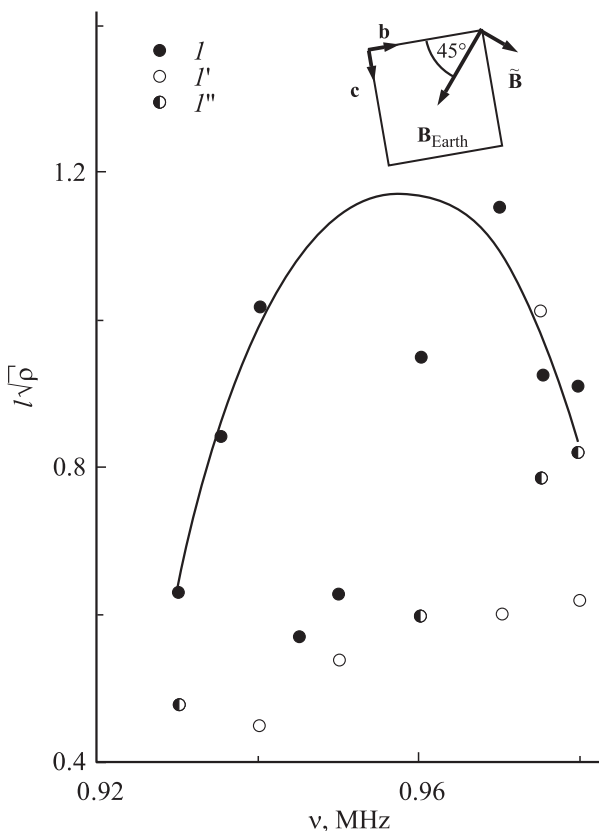


Рис. 7. Зависимости среднего нормированного пробега $l\sqrt{\rho}$ дислокаций *a*-, *b*- и *c*-типа (*I*, *I''* и *I'''* соответственно) от частоты ν поля \vec{B} для кристаллов NaCl_{ЛОМО} при $\theta = 45^\circ$ и $\vec{B} \perp \vec{B}_{\text{Earth}}$.

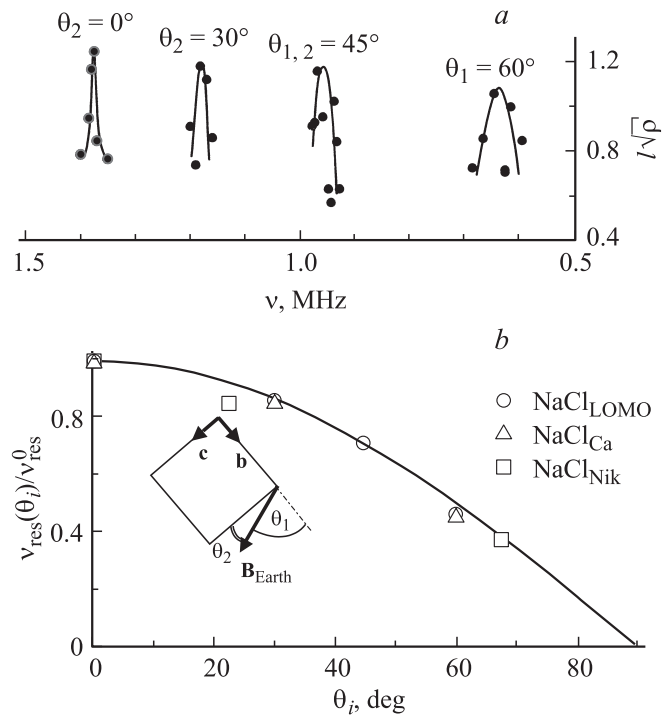


Рис. 8. Зависимости среднего нормированного пробега дислокаций *a*-типа в кристаллах NaCl_{ЛОМО} от частоты для разных углов $\theta_{1,2}$ (*a*) и отношения резонансных частот $\nu_{\text{res}}(\theta_i)/\nu_{\text{res}}^0$ от угла θ_i для трех типов кристаллов NaCl (*b*), график $\cos \theta_i$ показан сплошной кривой.

яркий резонанс. При этом дислокации *b*- и *c*-типов, которые в данном случае оказываются симметрией эквивалентными по отношению к ориентации магнитных полей, вновь реагируют на резонансное воздействие гораздо меньшими пробегами.

Формула (2) предсказывает, что резонансные частоты пиков на рис. 3, 6 и 7 должны укладываться на косинусоиду: $\nu_{\text{res}}(\theta_{1,2}) = \nu_{\text{res}}^0 \cos \theta_{1,2}$. На рис. 8, *a* представлены все измеренные нами пики для разных углов $\theta_{1,2}$. Соответствующие им и пикам из работ [21,22] отношения $\nu_{\text{res}}(\theta_i)/\nu_{\text{res}}^0$ сопоставлены с функцией $\cos \theta_i$ (рис. 8, *b*). Это сопоставление показывает, что для кристаллов NaCl всех изучавшихся типов модельная формула (2) вполне удовлетворительно описывает зависимость резонансной частоты ν_{res} от углов θ_i .

5. Заключение и выводы

Проведенное исследование магнитоиндуцированных релаксационных перемещений дислокаций в кристаллах NaCl в процессе их резонансной обработки в ультранизких скрещенных магнитных полях, поле Земли и переменном радиочастотном поле, показало, что наблюдаемый резонанс ЭПР-типа имеет весьма специфические сильно анизотропные свойства. Систематическое изучение пиков $l(\nu)$ дислокационных пробегов для различных

взаимных ориентаций магнитных полей и дислокаций позволяет сделать следующие выводы.

1) Во всех кристаллах наиболее яркий резонанс наблюдается на дислокациях ортогональных плоскости скрещенных магнитных полей ($\mathbf{V}_{\text{Earth}}$, $\tilde{\mathbf{V}}$). Дислокации, принадлежащие этой плоскости, демонстрируют пики значительно меньшей высоты и большей ширины.

2) Изменение концентрации C примеси Ca в кристалле NaCl_{Ca} изменяет высоту резонансного пика $I_{\text{max}} \propto 1/\sqrt{C}$ (рис. 4), но не влияет на частоту резонанса.

3) При фиксированной ориентации образца по отношению к магнитному полю Земли $\mathbf{V}_{\text{Earth}}$ варьирование ориентации переменного поля $\tilde{\mathbf{V}}$ в плоскости, ортогональной исследуемым дислокациям, тоже не сказывается на частоте резонанса, а высота пиков $I(\nu)$ при этом может изменяться сильно или слабо в зависимости от типа кристалла.

4) Во всех исследованных кристаллах максимальный эффект наблюдается при $\tilde{\mathbf{V}} \perp \mathbf{V}_{\text{Earth}}$, а минимальный — при $\tilde{\mathbf{V}} \parallel \mathbf{V}_{\text{Earth}}$. При этом в кристаллах NaCl_{Ni} в параллельных полях эффект подавляется практически полностью, в кристаллах $\text{NaCl}_{\text{LOMO}}$, наоборот, подавление выражено слабо, а в кристаллах NaCl_{Ca} — ситуация промежуточная (рис. 5).

5) Частота резонанса ν_{res} зависит только от ориентации образца по отношению к полю Земли. Максимальная частота $\nu_{\text{res}}^{\text{max}}$ наблюдается при $\mathbf{c} \parallel \mathbf{V}_{\text{Earth}}$ (рис. 3) и описывается выражением $\nu_{\text{res}}^{\text{max}} = g\mu_B V_{\text{Earth}}/h$ (при $g \approx 2$), являющимся классическим для ЭПР. При повороте образца вокруг ребра $\mathbf{a} \perp \mathbf{V}_{\text{Earth}}$ на угол θ наблюдаются два резонанса на частотах, приближенно описываемых формулой $\nu_{1,2} \approx \mu_{\text{res}}^{\text{max}} \cos \theta_{1,2}$, где $\theta_1 = 90^\circ - \theta$, $\theta_2 = \theta$ (см. рис. 8).

Авторы признательны С.А. Минюкову за полезные обсуждения результатов.

Список литературы

- [1] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Т.М. Перекалина, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 467 (1987).
- [2] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Е.А. Петржик. Изв. вузов. Чер. металлургия **10**, 85 (1990).
- [3] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Е.А. Петржик. ФТТ **33**, 3001 (1991); **34**, 155 (1992); **35**, 320 (1993).
- [4] Я.Б. Зельдович, А.Л. Бучаченко, Е.Л. Франкевич. УФН **155**, 3 (1988).
- [5] А.Л. Бучаченко. Успехи химии **68**, 99 (1999).
- [6] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петржик. Кристаллография **48**, 826 (2003).
- [7] А.А. Урусовская, В.И. Альшиц, А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккавер. Кристаллография **48**, 855 (2003).
- [8] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 769 (2004).
- [9] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 131 (2004).
- [10] V.I. Alshits, E.V. Darinskaya, M.V. Koldaeva, E.A. Petrzhik. Magnetoplastic effect in nonmagnetic crystals. In: Dislocations in Solids. V. 14 / Ed. J.P. Hirth. Elsevier, Amsterdam (2008). P. 333.
- [11] Е.В. Даринская, М.В. Колдаева. Письма в ЖЭТФ **70**, 226 (1999).
- [12] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. Письма в ЖЭТФ **58**, 189 (1993).
- [13] А.А. Скворцов, А.М. Орлов, Л.И. Гончар. ЖЭТФ **120**, 134 (2001).
- [14] А.Е. Смирнов, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 852 (1987).
- [15] Yu.I. Golovin, R.B. Morgunov, D.V. Lopatin, A.A. Baskakov. Phys. Status Solidi A **160**, R3 (1997).
- [16] Е.А. Петржик, Е.В. Даринская, Л.Н. Демьянец. ФТТ **50**, 614 (2008).
- [17] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов, В.Е. Иванов, С.Е. Жуликов, А.А. Дмитриевский. Письма в ЖЭТФ **68**, 400 (1998).
- [18] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов, В.Е. Иванов, А.А. Дмитриевский. ЖЭТФ **117**, 1080 (2000).
- [19] Ю.А. Осипьян, Р.Б. Моргунов, А.А. Баскаков, А.М. Орлов, А.А. Скворцов, Е.Н. Инкина, Й. Танимото. Письма в ЖЭТФ **79**, 158 (2004).
- [20] M.V. Badylevich, V.V. Kveder, V.I. Orlov, Yu.A. Osip'yan. Phys. Status Solidi C **2**, 1869 (2005).
- [21] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, В.А. Морозов, В.М. Кац, А.А. Лукин. Письма в ЖЭТФ **91**, 97 (2010).
- [22] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, В.А. Морозов, В.М. Кац, А.А. Лукин. ФТТ **53**, 2010 (2011).
- [23] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петржик. ФТТ **54**, 305 (2012).