

Влияние постоянного магнитного поля до 15 Т на эффект Портевена–Ле Шателье в кристаллах NaCl:Eu

© Л.Р. Дунин-Барковский, Р.Б. Моргунов, Y. Tanimoto*

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

* Hiroshima University,

Higashi Hiroshima, Japan

(Поступила в Редакцию 11 августа 2004 г.)

Обнаружено влияние постоянного магнитного поля (МП) на неустойчивость пластического течения (эффект Портевена–Ле Шателье) в закаленных кристаллах NaCl:Eu. МП приводит к уменьшению предела текучести, снижению вероятности возникновения и амплитуды скачков пластической деформации, а также к хаотизации распределения скачков по величине. Полосы сдвига на поверхности кристаллов, деформированных в МП, образуются вдвое реже по сравнению с кристаллами, деформированными в отсутствие МП.

Работа выполнена в рамках Президентской программы поддержки исследований молодых докторов наук (проект № 02-15-99302), при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 04-02-17577), а также государственной программы РАН „Спинтроника“.

Магнитопластический эффект в ионных кристаллах обнаружен в работе [1], где было установлено, что в постоянном магнитном поле (МП) с индукцией ~ 1 Т происходит смещение индивидуальных дислокаций под действием внутренних напряжений. В дальнейшем были обнаружены другие магнитопластические эффекты, которые заключались в уменьшении микротвердости [2], внутреннего трения [3], предела текучести [4], коэффициента деформационного упрочнения [5] (подробные обзоры работ, посвященных магнитопластическим эффектам в ионных кристаллах, можно найти в [6–8]). Все эти макроскопические характеристики пластичности сложным и неоднозначным образом связаны с подвижностью индивидуальных дислокаций и элементарными процессами, происходящими в МП. Представляется важным исследование магнитопластического эффекта на мезоуровне в условиях, когда пластическая деформация проявляется в виде скачков на диаграмме деформирования, ступенек на поверхности кристалла, полос сдвига, дислокационных полос скольжения и т. п. Известно, что в кристаллах NaCl:Eu при определенных концентрациях примеси наблюдается скачкообразное пластическое течение — эффект Портевена–Ле Шателье (ПЛШ) [9]. Он обусловлен динамическим старением дислокаций, т. е. образованием примесных облаков Коттрелла или Сноэка вокруг ядер дислокаций. Этот процесс сопровождается кластеризацией изолированных примесно-вакансионных диполей. Поскольку в [10–13] было показано, что МП влияет на структуру малоатомных кластеров Eu^{2+} , которые образуются в кристаллах NaCl:Eu при агрегации примеси или движении дислокаций, можно предполагать, что эффект ПЛШ должен быть чувствителен к МП. Поэтому исследование ПЛШ в МП представляет интерес с точки зрения установления взаимосвязи между структурой кластеров Eu и режимом движения дислокаций.

Цель настоящей работы заключалась в создании экспериментальных условий для исследования эффекта ПЛШ в постоянном МП и обнаружении влияния МП на мезоскопические характеристики пластического течения и корреляцию движения крупных ансамблей дислокаций в кристаллах NaCl:Eu.

1. Методика

В экспериментах по исследованию влияния МП на пластичность использовались кристаллы NaCl:Eu (600 ppm) размером $2 \times 2 \times 5$ mm. Закаливание кристаллов производилось посредством выдержки в течение 2 h при 770 К и последующего резкого охлаждения до 293 К на металлической пластине. Деформирование кристаллов одноосным сжатием осуществлялось в двух режимах: 1) в „жесткой“ деформационной машине Instron, задающей линейное во времени нарастание относительной деформации $\varepsilon \sim t$ и измеряющей величину механического напряжения σ ; 2) в „мягкой“ машине, задающей линейное во времени нарастание механических напряжений $\sigma \sim t$ и измеряющей деформацию ε . Известно, что при исследовании эффекта ПЛШ „мягкая“ машина обладает значительными преимуществами, поскольку при анализе полученных экспериментальных данных отпадает необходимость учета упругих характеристик самой машины, а уровень ее собственных шумов значительно ниже [14]. Специально было проверено, что собственная частота колебаний „мягкой“ деформационной машины на два порядка превышает среднюю частоту скачков, характерную для эффекта ПЛШ в исследуемых кристаллах. Постоянная времени датчика, записывающего деформацию, была равна ~ 1 ms, что на три порядка меньше времени ожидания исследуемых нами скачков деформации ~ 1 s. Разрешение датчика по абсолютной величине смещения составляло 0.1 μm . Это

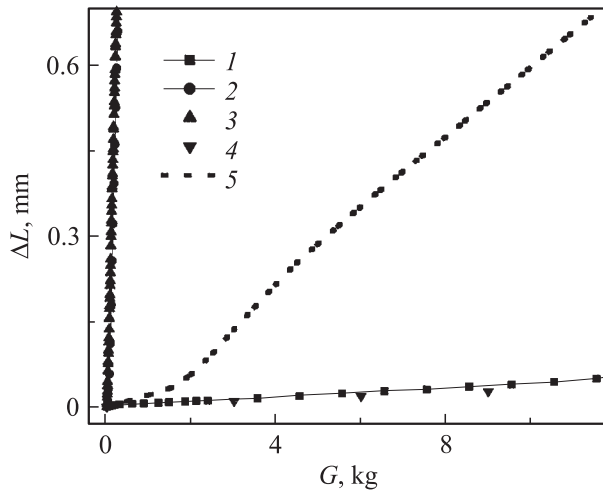


Рис. 1. Зависимость смещения верхнего штока ΔL от нагрузки G в деформирующей машине „мягкого“ типа. Нагружающий верхний шток в отсутствие образца жестко упирается в неподвижный нижний шток (1, 4) или свободно висит на упругом подвесе (2, 3). Зависимости 1, 2 получены в магнитном поле 15 Т; 3, 4 — в отсутствие магнитного поля. 5 — диаграмма деформирования образца NaCl:Eu.

соответствует относительной деформации $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-5}$ для кристаллов высотой 5 мм.

„Жесткая“ деформационная машина Instron была снабжена электромагнитом с максимальной индукцией 0.9 Т. В процессе деформирования кристаллов МП включалось на короткие промежутки времени (10–100 с). „Мягкая“ деформационная машина располагалась на сверхпроводящем магните JMTD-LH15T40, обеспечивающем максимальное МП с индукцией 15 Т при комнатной температуре. Поскольку включение МП в таком магните занимает несколько часов (что превышает длительность деформирования кристалла ~ 30 min), для проведения контрольных измерений без МП деформирующую машину переносили со сверхпроводящего магнита на отдельную станину. В опытах, где требовалось произвести измерения при различных значениях $B < 15$ Т, длины штоков изменялись так, чтобы область расположения образца оказывалась в точке вертикальной шахты сверхпроводящего магнита с известным значением индукции МП.

Были предприняты особые меры для предотвращения артефактов, связанных с влиянием магнитного поля на работу деформирующей установки. Оба типа деформирующих машин были снабжены кварцевыми штоками для устранения втягивания подвижных частей машины в МП и неконтролируемого изменения эффективной нагрузки на кристалл. Было проверено, что в „мягкой“ машине перемещение верхнего кварцевого штока, свободно подвешенного на мягких пружинах и нагружаемого линейно нарастающей нагрузкой, не зависело от наличия МП (рис. 1). При нагружении верхнего штока, установленного на неподвижном латунном ниж-

нем штоке, МП также не изменяло зависимости $\varepsilon(\sigma)$, характеризующей в данном случае упругие свойства машины (рис. 1). Эти факты, а также отсутствие различий деформационных кривых, построенных в МП и без него для незакаленных *as grown* кристаллов (см. далее), свидетельствуют о том, что в случае обнаружения каких-либо изменений диаграммы деформирования в МП их нельзя будет объяснить влиянием поля на работу деформирующего устройства и датчика смещений. Кроме того, из рис. 1 видно, что упругие характеристики „мягкой“ деформирующей машины не могли вносить значительных изменений в диаграмму деформирования образца, имеющую средний наклон, существенно отличающийся от наклонов деформационных кривых в тестовых испытаниях без образца. Пространственная неоднородность пластической деформации на поверхности кристалла исследовалась с помощью оптического микроскопа Neophot-32.

2. Результаты и обсуждение

В экспериментах с „жесткой“ деформационной машиной использовались свежезакаленные кристаллы NaCl:Eu. При их деформировании со скоростью $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ после предела текучести наблюдались скачки деформирующего напряжения, т.е. эффект ПЛШ (рис. 2). Включение постоянного МП с индукцией 0.9 Т вызывало уменьшение амплитуды скачков, т.е. кривая деформирования становилась более гладкой (рис. 2). Этот магнитопластический эффект можно было повторить несколько раз при деформировании одного и того же кристалла. Данный эффект обнаружен и на других образцах.

В экспериментах с „мягкой“ деформационной машиной также использовались закаленные кристаллы NaCl:Eu. Средняя скорость деформации составляла

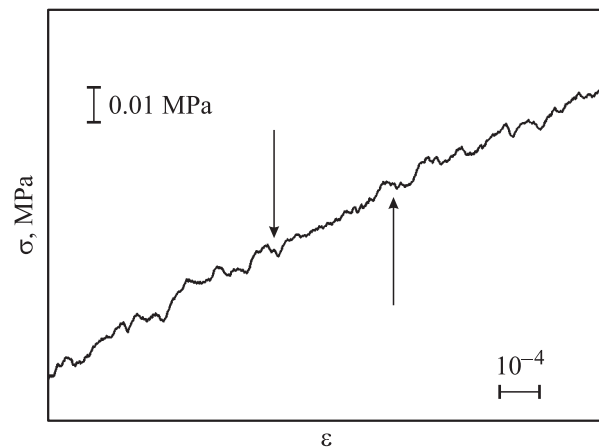


Рис. 2. Типичный фрагмент диаграммы деформирования свежезакаленного кристалла NaCl:Eu в „жесткой“ деформационной машине Instron. Стрелками показаны моменты включения и выключения магнитного поля 0.9 Т.

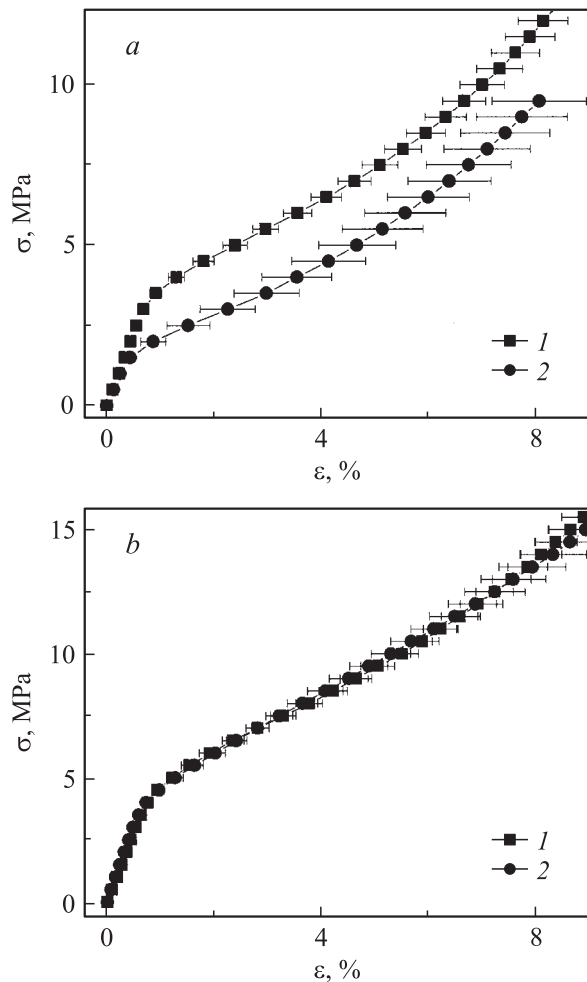


Рис. 3. Усредненные диаграммы деформирования свежезакаленных (*a*) и состаренных, не подвергавшихся специальной термообработке (*b*) образцов NaCl:Eu. Диаграммы деформирования получены в нулевом магнитном поле (1) и в магнитном поле 15 Т (2).

$\sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. При определении предела текучести учитывался фактор формы образцов, т.е. предел текучести нормировался на отношение сторон основания образца. Усреднение десяти кривых деформирования, полученных в МП 15 Т, и десяти кривых, измеренных в отсутствие МП, позволило обнаружить двукратное понижение предела текучести под действием МП (рис. 3, *a*). Это сопоставимо с изменениями предела текучести кристаллов NaCl:Eu в МП с индукцией $B < 1 \text{ Т}$ [4]. В незакаленных кристаллах NaCl:Eu различия усредненных кривых деформирования, полученных в МП с индукциями 15 и 0 Т, обнаружено не было (рис. 3, *b*).

Эффект ПЛШ при испытаниях в „мягкой“ деформирующей машине реализуется иначе, чем в „жесткой“ [14]. Он проявляется в виде ступенчатой деформации (рис. 4). В МП наблюдается существенное изменение параметров скачкообразной деформации. На рис. 4 приведены типичные диаграммы деформирования в МП и без него. Присутствие МП сильно уменьшало вероятность

возникновения скачков деформации. На рис. 5 показана доля кристаллов, характеризующихся сглаженной кривой деформирования N_{smooth} , от общего числа образцов $N_{\text{total}} = 10$ в зависимости от индукции МП. Видно, что МП приводит к увеличению параметра $N_{\text{smooth}}/N_{\text{total}}$ до 4 раз.

На части образцов, деформированных в МП, скачки все равно оставались. Сравнение тех участков кривых деформирования кристаллов в МП, на которых наблюдалась скачкообразная деформация, с полученными для контрольных образцов, деформированных без МП, показало, что МП приводит к хаотизации размеров ступенек, т.е. время ожидания скачка, пропорциональное приросту механических напряжений $\Delta\sigma$, и глубина скачка деформации $\Delta\varepsilon$ становятся менее регулярными (рис. 6). Зависимость средней глубины скачка деформации $\langle\Delta\varepsilon\rangle$, полученного путем усреднения отдельных скачков по десяти образцам, от индукции магнитного

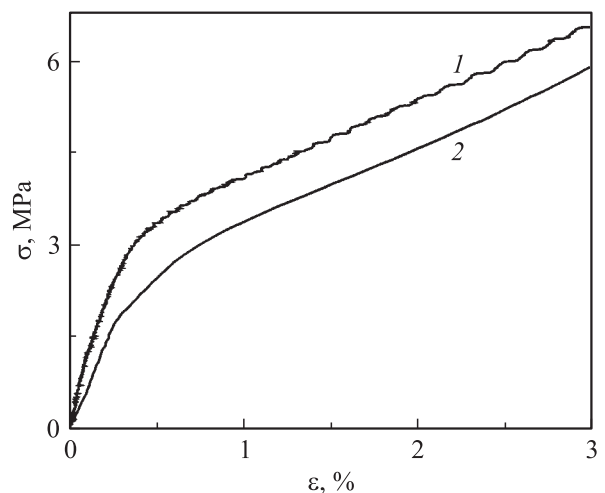


Рис. 4. Типичные диаграммы деформирования образцов NaCl:Eu, полученные в нулевом магнитном поле (1) и в магнитном поле 15 Т (2).

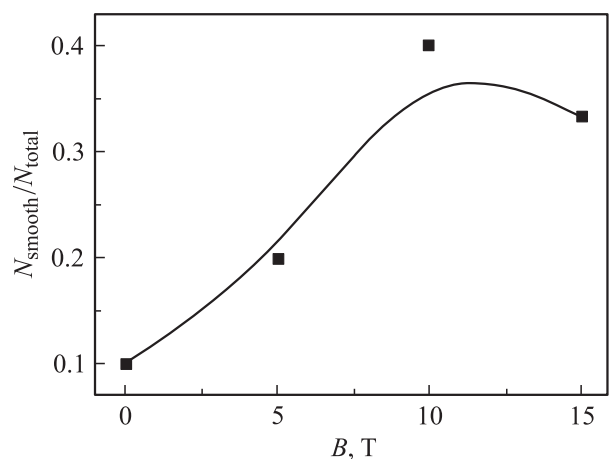


Рис. 5. Зависимость доли образцов, на которых не наблюдается неустойчивости ПЛШ, от индукции магнитного поля B .

поля демонстрирует почти двукратное уменьшение этой величины по мере нарастания поля и насыщение в МП с индукцией $B > 10$ Т (рис. 7).

Как правило, неоднородность пластической деформации во времени сопровождается пространственной

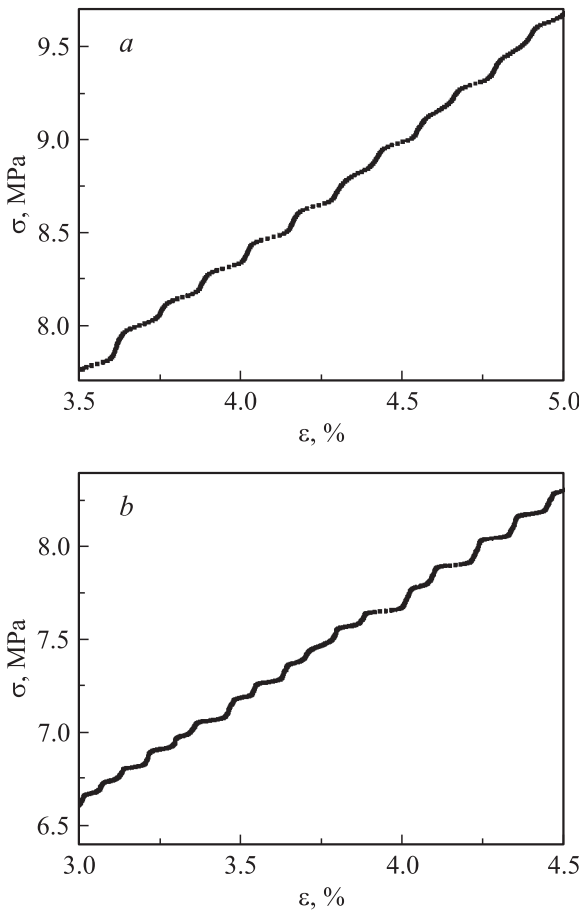


Рис. 6. Фрагменты диаграмм деформирования образцов NaCl:Eu, на которых наблюдается неустойчивость пластического течения. *a* — в нулевом магнитном поле, *b* — в магнитном поле 15 Т.

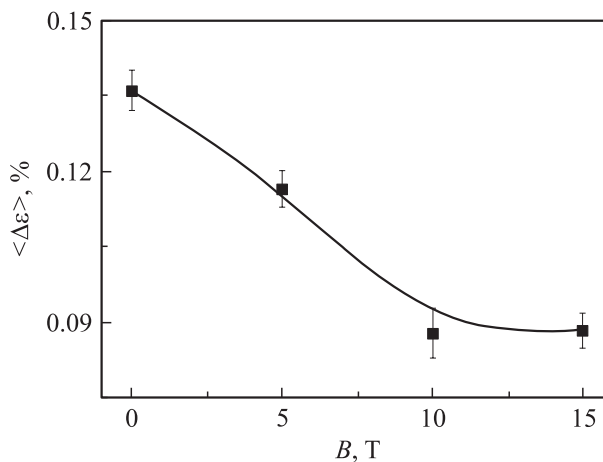


Рис. 7. Зависимость средней глубины скачка деформации (или ширины ступеньки на рис. 6) $\langle \Delta \epsilon \rangle$ от индукции магнитного поля B .

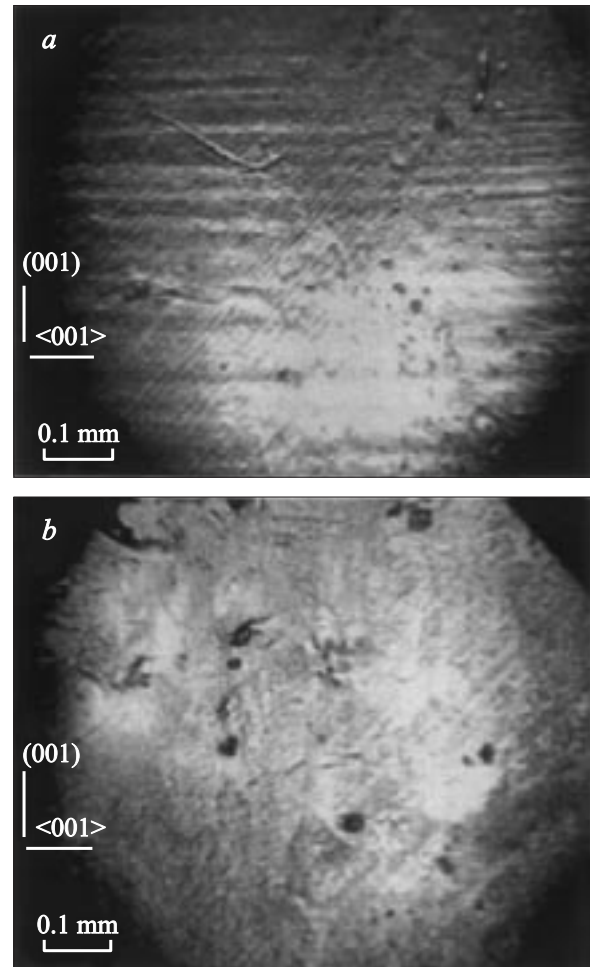


Рис. 8. Фотография поверхности образцов NaCl:Eu после деформирования. *a* — в нулевом магнитном поле, *b* — в магнитном поле 15 Т. Фрагменты деформационных кривых для этих образцов представлены на рис. 6.

неоднородностью деформации образца, которая часто проявляется в виде ступенек деформации или полос сдвига на его поверхности [15]. Поскольку типичная глубина скачков деформации, регистрируемых на диаграмме деформирования, составляла в наших опытах $\sim 1\text{--}10\ \mu\text{m}$, можно было ожидать, что эти скачки соответствуют определенным пространственным неоднородностям деформации с близким масштабом. Наблюдение в оптический микроскоп поверхностей позволило выявить чередующиеся зоны пластической деформации со средней шириной $\sim 20\ \mu\text{m}$ (рис. 8, *a*). Эти зоны были параллельны плоскости (001), к которой прикладывалась механическая нагрузка. В кристаллах, деформированных с МП с индукцией 15 Т, наблюдалось уменьшение числа зон деформации (ср. рис. 8, *a* и *b*). Поскольку количество зон отражало предьстроию деформирования кристалла, на шести парах образцов (контрольных и деформированных в МП) был произведен подсчет суммарного количества зон неоднородной деформации. Сравнение показало, что в кристаллах, подвергнутых действию

поля, число полос деформации в среднем вдвое меньше, чем в отсутствие поля.

Для анализа полученных экспериментальных данных в опытах с „мягкой“ деформационной машиной использовалась следующая последовательность процедур. Для тех образцов, в которых наблюдалась неустойчивость, сначала находили производную диаграммы деформирования. Это превращало монотонную кривую в зависимость $d\sigma/d\varepsilon$ с максимумами и делало скачки деформации более удобными для подсчета и анализа. Затем с помощью компьютера определялись координаты всех пиков на зависимости $d\sigma/d\varepsilon$ и строились гистограммы распределения промежутков между пиками, т.е. глубин скачков деформации $\Delta\varepsilon$. Полученные гистограммы распределения скачков по их величине усреднялись для всех кристаллов с одинаковыми условиями деформирования. Из рис. 9, *a* видно, что в контрольных опытах при $B = 0$ наблюдается максимум распределения усредненной гистограммы с центром при $\Delta\varepsilon = 0.15\%$. В опытах с МП максимум распределения отсутствует либо сдвинут в сторону очень маленьких скачков (рис. 9, *b*).

Различались также плотности вероятности распределения ступенек по амплитуде p (рис. 10). Этот параметр

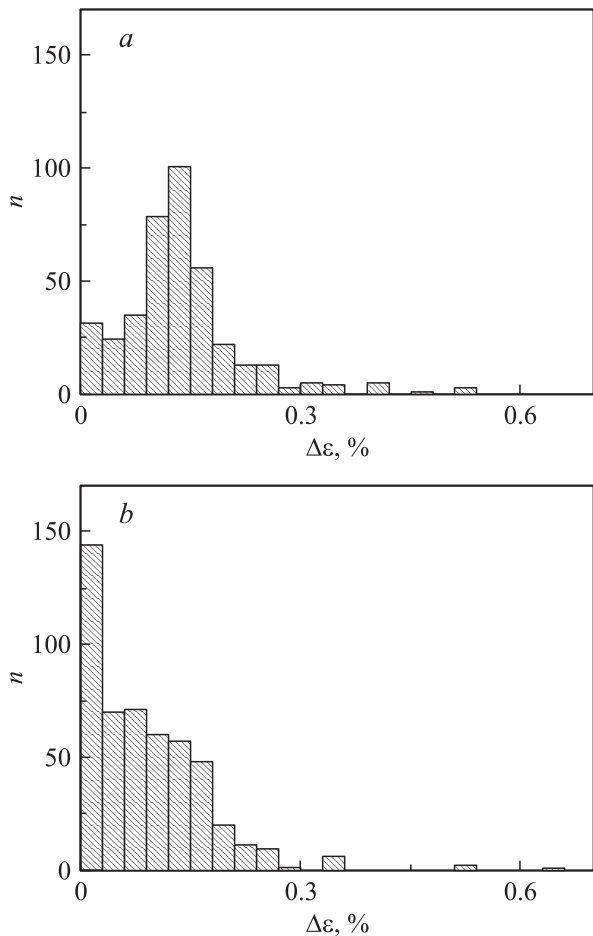


Рис. 9. Усредненные гистограммы распределения ширины ступенек (скачков деформации) по величине $\Delta\varepsilon$. *a* — в нулевом магнитном поле, *b* — в магнитном поле 15 Т.

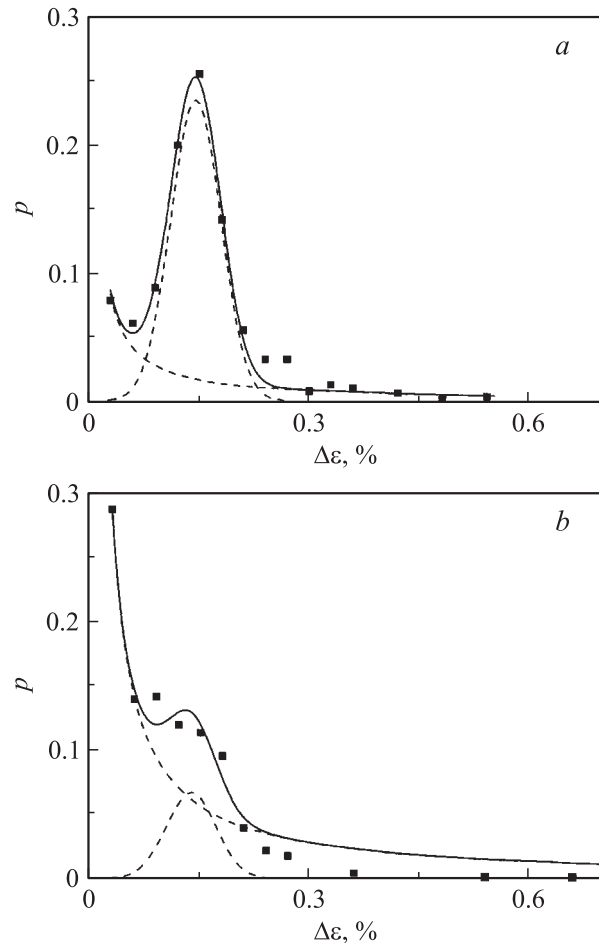


Рис. 10. Плотность вероятности распределения скачков деформации p по ширине $\Delta\varepsilon$ и ее аппроксимация (сплошная линия) суммой гауссовой функции с амплитудой A_1 и функции $A_2/\Delta\varepsilon$ (штриховые линии). *a* — в нулевом магнитном поле, *b* — в магнитном поле 15 Т.

определялся по формуле $p = N_i(\Delta\varepsilon)/(\varepsilon_i - \varepsilon_{i-1})N_{\text{total}}$, где $N_i(\Delta\varepsilon)$ — число скачков в диапазоне $\varepsilon_i - \varepsilon_{i-1}$. Рис. 10 позволяет предполагать, что распределение плотности вероятности скачков различной величины состоит из двух компонент: распределения Гаусса с амплитудой A_1 и шумоподобного распределения, описываемого функцией вида $A_2/\Delta\varepsilon$ с амплитудой A_2 . Другими словами, пластическая деформация кристаллов осуществляется двумя аддитивными потоками событий: движением скоррелированных ансамблей дислокаций и независимым шумоподобным перемещением групп дислокаций. В рамках этого предположения полученные распределения плотности вероятности аппроксимировались суммой двух упомянутых выше функций. Расчетные кривые хорошо описывают экспериментальные данные как в случае опытов, проведенных в МП, так и в случае контрольных измерений (рис. 10). Это позволило построить зависимости амплитуд A_1 и A_2 от индукции МП (рис. 11). Видно, что МП уменьшает вклад коррелированной компоненты движения дислокаций и увеличивает вклад шумовой

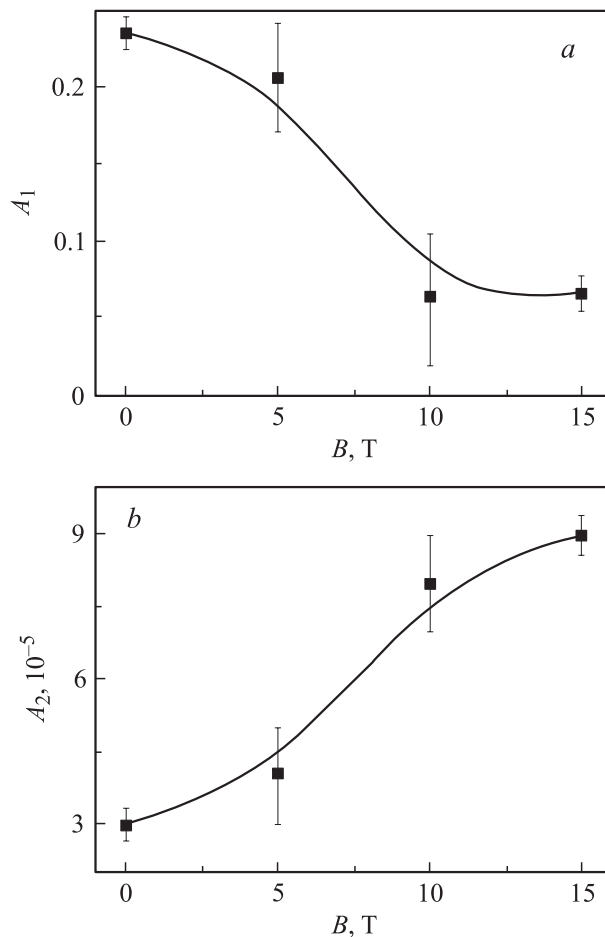


Рис. 11. Зависимости амплитуд разложения плотности вероятности p размера скачков на гауссову функцию A_1 (a) и функцию $A_2/\Delta\epsilon$ (b) от индукции магнитного поля B .

компоненты. Это означает потерю преимущественного масштаба скачков и приближение их распределения с МП к шумоподобному. На рис. 8 можно заметить дислокационные полосы скольжения, направленные под углом 45° к оси деформирования (001). Вероятно, эти полосы соответствуют вкладу шумоподобной части распределения скачков деформации. Полосы, параллельные (001), число которых уменьшается в МП, возможно, вносят вклад в распределение в виде гауссовой функции.

Ранее было показано [10–13], что одним из каналов влияния МП на пластичность кристаллов NaCl:Eu является изменение спинового состояния и атомарной структуры дислокационных препятствий — неравновесных малоатомных кластеров Eu, которые могут образовываться в процессе агрегации отдельных примесно-вакансионных диполей или при перерезании дислокациями крупных преципитатов. МП стимулирует образование преципитатов из неравновесных кластеров, получившихся в процессе пластической деформации. В то же время в [9] было установлено, что наличие преципитатов в кристаллах NaCl:Eu приводит к подавлению эффекта ПЛШ. Поэтому ускоренное образование

преципитатов в МП в наших опытах позволяет объяснить исчезновение эффекта ПЛШ изменением времен отрыва дислокаций от препятствий, которыми являются крупные кластеры, и выходом режима пластического деформирования кристаллов из области неустойчивости. Не исключено, что в сильном МП могут иметь значение и дополнительные каналы действия поля: перемещение групп парамагнитных ионов вдоль ядра дислокаций под действием градиента МП, действие силы Лоренца на движущиеся заряженные дислокации и др.

Таким образом, постоянное МП с индукцией до 15 Т частично подавляет эффект ПЛШ в закаленных кристаллах NaCl:Eu. Это проявляется в уменьшении амплитуды и вероятности возникновения скачков на диаграмме деформирования, хаотизации в распределении амплитуд скачков, а также в уменьшении числа полос сдвига на поверхности деформированных кристаллов. Эффект ПЛШ наблюдается во многих металлах и сплавах, важных для практического применения. ПЛШ играет, как правило, негативную роль, приводя к гетерогенности пластического течения и преждевременному разрушению материалов. Поэтому одной из прикладных задач исследования ПЛШ является обнаружение методов подавления скачкообразной пластической деформации. В настоящей работе показано, что это может быть достигнуто путем приложения постоянного МП.

Список литературы

- [1] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Т.М. Перекалина, А.А. Урусовская. ФТТ **29**, 2, 467 (1987).
- [2] Yu. I. Golovin, R.B. Morgunov, A.A. Baskakov, D.V. Lopatin. Phys. Stat. Sol. (a) **160**, R 58 (1997).
- [3] Н.А. Тяпунина, В.Л. Красников, Э.П. Белозерова, В.Н. Виноградов. ФТТ **45**, 1, 95 (2003).
- [4] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, Т.М. Перекалина, А.А. Урусовская. ЖЭТФ **115**, 3, 951 (1999).
- [5] Ю.И. Головин, Р.Б. Моргунов. Письма в ЖЭТФ **61**, 7, 583 (1995).
- [6] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петрижик. Кристаллография **48**, 6, 768 (2003).
- [7] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 5, 769 (2004).
- [8] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 2, 131 (2004).
- [9] E. Orozco, F. Agullo-Lopez. Acta Metall. **34**, 9, 1701 (1986).
- [10] Р.Б. Моргунов, С.З. Шмурак, А.А. Баскаков, Й. Танимото. ЖЭТФ **124**, 4 (10), 840 (2003).
- [11] Р.Б. Моргунов, С.З. Шмурак, А.А. Баскаков, Б.К. Пономарев, В.И. Кулаков. Письма в ЖЭТФ **76**, 5, 366 (2002).
- [12] Р.Б. Моргунов, А.А. Баскаков. ФТТ **45**, 1, 91 (2003).
- [13] А.А. Баскаков, Р.Б. Моргунов, Л.Р. Дунин-Барковский, Й. Танимото, С.З. Шмурак. ЖЭТФ **125**, 12, 1632 (2004).
- [14] L.P. Kubin, Y. Estrin. Acta Metall. **33**, 3, 397 (1985).
- [15] P. Penning. Acta Metall. **20**, 1169 (1972).