

## Воздействие магнитного поля на поляризацию кристаллов LiF при микроиндентировании

© М.В. Галусташвили, Ф.Х. Акопов, Д.Г. Дриаев, В.Г. Квачадзе, С.Д. Цакадзе

Институт физики им. Э. Андроникашвили,  
Тбилиси, Грузия

E-mail: maxsvet@yahoo.com

(Поступила в Редакцию 16 июня 2015 г.)

Исследованы процессы поляризации и деполяризации кристалла LiF при индентировании после экспозиции в постоянном магнитном поле ( $B = 0.9 \text{ T}$ ,  $t = 30 \text{ min}$ ). Показано, что разность потенциалов, возникающая вследствие перемещения заряженных дислокаций, в экспонированном кристалле возрастает более чем в 2 раза по сравнению с исходным образцом, а последующее зарядовое равновесие в таких образцах устанавливается примерно в 1.5 раза быстрее. Эти обстоятельства свидетельствуют о значительном возрастании концентрации свободных катионных вакансий, обусловленном воздействием магнитного поля.

Работа выполнена при финансовой поддержке Национального научного фонда им. Шота Руставели (грант FR/144/6-130/13).

### 1. Введение

При анализе исследований по воздействию слабого магнитного поля ( $B \sim 1 \text{ T}$ ) на пластичность диамагнитных твердых тел [1–4] выделяются две группы явлений.

1. Эффекты *in situ*, проявляющиеся в пластификации (или упрочнении) кристалла непосредственно во время экспозиции в магнитном поле. Показано, что явление обусловлено изменением взаимодействия движущейся дислокации со стопорами в результате спин-зависимой перестройки структуры примесных центров в системе дислокация-стопор.

2. Эффекты „магнитной памяти“, которые имеют место после экспозиции в магнитном поле и не требуют присутствия и движения дислокаций в моменты приложения поля. В этом случае в магнитном поле происходит спин-зависимая эволюция локальной структуры примесных дефектов (их агрегация или диспергирование), изменяется соотношение одиночных дефектов, их пар, троек и кластеров. Это новое состояние примесной системы сохраняется в течение некоторого промежутка времени после магнитной обработки и проявляется в изменении пластических (и других) свойств материала в последующих испытаниях.

В ионных кристаллах краевые дислокации, возникающие при деформации и движущиеся сквозь кристалл, переносят заряд, создавая в объеме образца неравновесное распределение заряда. Со временем после деформации кристалл деполяризуется: в результате дрейфа заряженных частиц в электрическом поле дислокации происходит экранирование ее заряда облаком точечных дефектов противоположного знака (облако Дебая–Хюккеля) и кристалл приходит в зарядовое равновесие.

Поскольку и процесс заряджения дислокаций, и процесс установления зарядового равновесия связаны с состоянием примесных ионов, можно предположить, что

модификация магниточувствительных комплексов под действием магнитного поля (МП) должна повлиять на указанные процессы и обнаружиться в виде магнитной памяти. Изучение этих процессов является целью настоящей работы.

### 2. Методика эксперимента

Эксперименты проводились на кристаллах LiF с преобладанием примеси двухвалентного металла Mg ( $10^{-2} \text{ wt.}\%$ ), которая создает избыток катионных вакансий, обуславливающих отрицательный заряд дислокаций в исследованных образцах [5,6]. Кристаллы отжигались в течение 2 h при 970 K, а затем быстро охлаждались со средней скоростью  $\sim 5 \text{ K/min}$  до комнатной температуры и выдерживались около двух суток. Как показано в нашей предыдущей работе [7], такая термообработка наиболее благоприятна для генерации магниточувствительных примесно-вакансионных комплексов, которые образуются в процессе медленной диффузионной агрегации.

На две широкие грани образцов размером  $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}$  напылялись серебряные пленки, играющие роль токосъемных электродов. Образец помещался на керамическую подложку с таким же серебряным электродом, который был соединен с входом электрометрического усилителя У5-11, работающего в режиме повторителя; напряжение  $U$  с выхода усилителя регистрировалось нановольтметром Кейттли. На верхнюю широкую грань (001) наносились уколы алмазной пирамидкой Виккерса; максимальная нагрузка  $P$  на индентор составляла 4.8 N.

В экспериментах измерялся электрический сигнал, возникающий при локальной деформации кристалла. Как

показали контрольные измерения, высокое сопротивление керамической подложки, а также высокая электроизоляция измерительной цепи исключали неконтролируемую утечку заряда с кристалла за время эксперимента. Разность потенциалов  $U$  между противоположными гранями кристалла регистрировалась как непосредственно в момент укола, так и спустя определенные промежутки времени после него. В последнем случае в момент укола кристалл был отключен от измерительной цепи, которая спустя заданное время замыкалась и фиксировалась остаточная разность потенциалов. После прекращения импульсного внедрения индентора кристалл не разгружался (снятие нагрузки обуславливает релаксацию дислокационной структуры деформированной индентором области кристалла, что усложняет интерпретацию результатов измерений).

Магнитная обработка состояла в экспозиции образцов в течение 30 min в постоянном магнитном поле ( $B = 0.9$  Т), создаваемом набором пластин из  $\text{SmCo}_5$ ; измерения  $U$  начинались сразу же после окончания экспозиции.

Отклик примесной структуры на предварительное магнитное воздействие фиксировался по изменению диагонали отпечатка  $d$  и вычисленной микротвердости  $H$ . Все приводимые результаты являются усреднением не менее десяти измерений размеров отпечатка. Погрешность в определении разности потенциалов  $U$  составляет не более 5%, микротвердости  $H$  — 3%.

Все эксперименты проводились при комнатной температуре.

### 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Результаты измерений микротвердости и кинетики поляризации кристаллов LiF приведены в таблице и на рис. 1.

Как видно из таблицы, выдержка в МП приводит к хорошо известному из литературы понижению микротвердости, что свидетельствует о магниточувствительности дефектной структуры исследуемых образцов.

Поляризация кристалла проходит две стадии (рис. 1): в момент индентирования разность потенциалов  $U$  возрастает скачком (стадия I), после чего следует дальнейшее, но уже медленное нарастание сигнала (стадия II).

Значения микротвердости  $H$  и разности потенциалов  $U_{\max}$ , возникающей в кристалле LiF при деформации

Образец	$U_{\max}$ , мВ	Диагональ отпечатка, $d$ , $10^{-6}$ м	Микротвердость $H$ , МПа
Исходный	60	80.0	1390
После выдержки в МП ( $B = 0.9$ Т)	126	86.5	1189

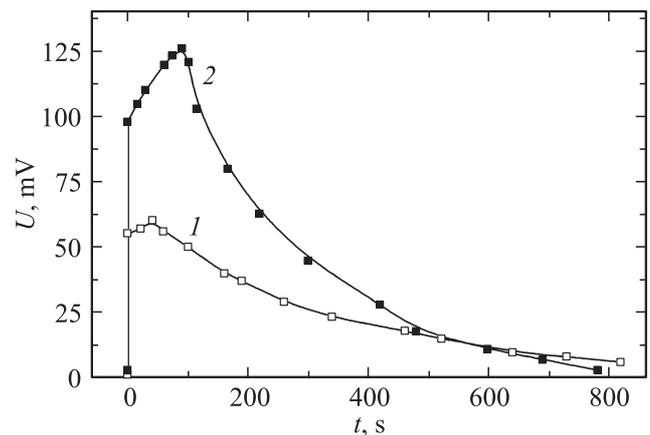


Рис. 1. Зависимость остаточной разности потенциалов  $U$  от времени  $t$  после индентирования кристаллов LiF. 1 — исходный образец, 2 — экспонированный в постоянном магнитном поле 0.9 Т в течение 30 min.

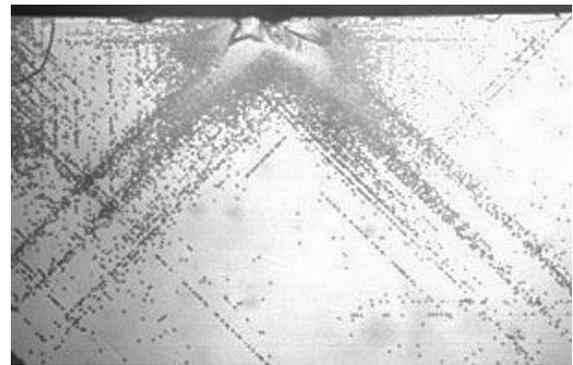


Рис. 2. Дислокационные «усы» в объеме образца, разбегающиеся от места укола по плоскостям  $\{110\}_{45}$  под углом  $45^\circ$  к укальваемой грани (001) и обуславливающие наблюдаемую разность потенциалов.

Затем идет процесс деполяризации. У экспонированного в МП кристалла значение  $U$  почти в 2 раза выше, чем в исходном (контрольном) образце. Кроме того, в этом образце в отличие от исходного стадия II длится значительно дольше и выражена более четко.

Известно, что при вдавливании индентора в грань (001) кристалла рождаются дислокационные полупетли, лежащие в плоскостях  $\{110\}$  под углами  $90$  и  $45^\circ$  к укальваемой грани [8]. В глубь образца электрический заряд (в нашем случае отрицательный) переносят краевые компоненты петель  $\{110\}_{45}$  (рис. 2), создавая неравное распределение заряда и соответственно разность потенциалов  $U$  между укальваемой и противоположной гранями. По мере проникновения петель в глубь кристалла сигнал нарастает и достигает максимума, когда дислокации доходят до противоположной грани. Перенос заряда осуществляется путем «заметания вакансий», как лежащих на пути дислокации в плоскости скольже-

ния, так и мигрирующих к ней из объема [5,6], причем степень „заметания“ и, следовательно, величина заряда зависят от ее скорости  $v$ . Очевидно, что разность потенциалов  $U$  наряду с величиной переносимого дислокациями заряда, определяется глубиной их проникновения.

Как показано в работе [9], при индентировании LiF формирование дислокационной розетки происходит в два этапа. За время первого этапа (не более 10 ms) формируется 70–80%, а оставшиеся 20–30% — в течение единиц-десятков секунд. Предполагая, что наблюдаемые в эксперименте (рис. 1) быстрая стадия I и медленная стадия II нарастания сигнала  $U$  соответствуют этим этапам, можно оценить скорость дислокаций, формирующих дислокационную розетку. В наших опытах при нагрузке 4.8 N дислокации проходят в глубь кристалла на  $\sim 0.6$  mm, из которых  $\sim 0.45$  mm приходится на быструю стадию, остальное — на медленную.

Отсюда следует, что в начальный момент индентирования ( $\sim 10$  ms) дислокации двигаются со скоростями  $v \sim 0.05$  m/s. Эти высокие скорости соответствуют надбарьерному движению дислокаций, при котором их взаимодействие со стопорами отсутствует, и глубина проникновения дислокаций как в исходном, так и в экспонированном образцах должна быть одинаковой. Следовательно, более высокая разность потенциалов, фиксируемая на стадии I в магнитообработанном образце (рис. 1), может быть обусловлена только большей величиной переносимого дислокациями заряда, который она приобретает, захватывая встречающиеся в плоскости скольжения изолированные катионные вакансии (или вакансии от диполей примесь–вакансия).

Медленная стадия II в экспонированном кристалле длится около 90 s (рис. 1), в течение которых сигнал непрерывно растет. Очевидно, что это обусловлено дальнейшим перемещением дислокаций в течение второго этапа (20–30%) формирования розетки. Скорость дислокаций в этом процессе, как легко оценить из приведенных выше данных, составляет  $\sim 10^{-6}$  m/s. При таких низких скоростях, близких к скорости миграции катионных вакансий, они успевают мигрировать к дислокации из объема (в отличие от быстрой стадии здесь помимо захвата вакансий, лежащих в плоскости скольжения, имеет место диффузионный механизм переноса заряда [6]). Это ведет к увеличению заряда, переносимого дислокациями, и соответствующему возрастанию  $U$ . Кроме того, в предыдущих экспериментах мы показали [7], что после выдержки в МП увеличивается пробег в глубь кристалла краевых компонент петель  $\{110\}_{45}$ ; при этом дислокации приносят заряд ближе к нижней токосъемной грани, что также приводит к возрастанию  $U$ , отраженному на рис. 1. Разделить два описанных выше процесса и количественно оценить вклад каждого из них в повышение  $U$  на данном этапе исследований не представляется возможным.

Облегченное скольжение дислокаций и повышение их заряда в экспонированном образце свидетельствуют

о том, что магнитное поле способствует распаду стопорящих дислокацию примесных комплексов на более слабые (более мелкие): изолированные вакансии, диполи примесь–вакансия и малоразмерные кластеры. Этот вывод, следующий из наших экспериментов, находится в полном согласии с литературными данными (например, [10]). При этом из повышения заряда дислокаций следует, что среди указанных продуктов распада значительную часть составляют изолированные катионные вакансии.

Спадающее крыло обеих зависимостей  $U(t)$  на рис. 1 отражает описанный во Введении процесс деполяризации, который происходит в результате миграции заряженных частиц в электрическом поле дислокации. Анализ кривых деполяризации показывает, что в согласии с теорией [11] установление в диэлектрических кристаллах зарядового равновесия протекает по экспоненте (зависимости  $U(t)$  в координатах  $\ln U-t$  представляют собой прямые линии); время релаксации этого процесса составляет для исходного образца 310 s, для экспонированного в МП — 200 s, т.е. процесс деполяризации в экспонированном кристалле идет в 1.5 раза быстрее. Как известно [11], в диэлектрике время релаксации  $\tau$  неравновесного распределения заряда определяется главным образом удельной проводимостью  $\sigma$ :  $\tau \sim 1/\sigma$ . С другой стороны, согласно соотношению Нернста–Эйнштейна [12], при данной температуре и носителях одного сорта ионная проводимость  $\sigma \sim n$ , где  $n$  — концентрация носителей, которыми в исследованных нами образцах являются катионные вакансии. Таким образом, время релаксации обратно пропорционально концентрации катионных вакансий:  $\tau \sim 1/n$ , и из сравнения приведенных выше времен релаксации следует, что концентрация катионных вакансий в экспонированном образце примерно в 1.5 раза больше, чем в исходном.

## 4. Заключение

Использование метода поляризации кристалла LiF при индентировании позволило среди множества дефектов–продуктов стимулированного магнитным полем распада примесно-вакансионных комплексов — выделить роль свободных катионных вакансий в поляризации и деполяризации кристалла и сделать заключение, что в результате воздействия постоянного магнитного поля ( $B = 0.9$  T,  $t = 30$  min) их концентрация значительно (почти в 1.5 раза) возрастает.

## Список литературы

- [1] V.I. Alshits, E.V. Darinskaya, M.V. Koldaeva, E.A. Petrzhik. In: Dislocations in solids / Ed. J.P. Hirth. Elsevier, Amsterdam (2008). V. 14. P. 333–437.
- [2] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 5, 7723 (2004).
- [3] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 2, 131 (2004).

- [4] А.Л. Бучаченко. ЖЭТФ **129**, 5, 909 (2006).
- [5] R.W. Whitworth. Adv. Phys. **24**, 2, 203 (1975).
- [6] Н.А. Тяпунина, Э.П. Белозерова. УФН **156**, 4 (1988).
- [7] М.В. Галусташвили, Д.Г. Дриаев, Ф.Х. Акопов, С.Д. Цакадзе. ФТТ **55**, 8, 1565 (2013).
- [8] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). С. 54.
- [9] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. ФТТ, **39**, 2, 318 (1997).
- [10] Р.Б. Моргунов, А.Л. Бучаченко. ЖЭТФ **136**, 3(9), 505 (2009).
- [11] А.Н. Губкин. Физика диэлектриков. Высш. шк., М. (1982). С. 106–107.
- [12] А. Лидьярд. Ионная проводимость кристаллов. ИИЛ, М. (1982). С. 166.