ЕФЕКТИ "МАГНЕТНОЇ ПАМ'ЯТІ" У ВИСОКОЧИСТОМУ БЕРИЛІЇ

Є. І. КУРЕК, І. Г. КУРЕК, А. В. ОЛІЙНИЧ-ЛИСЮК, М. Д. РАРАНСЬКИЙ, О. Ю. ТАЩУК

Чернівецький національний університет ім. Юрія Федьковича

Досліджено магністермічний берилієвий конденсат під час природного старіння після кількох обробок слабким постійним магнетним полем. Проаналізовано амплітудно-часові залежності ефективного модуля зсуву ($G_{\rm ef} \sim f^2$), низькочастотного внутрішнього тертя, параметра r та відношення швидкостей руху дислокацій $V_{\rm afef}/V_0$. Зафіксовано зникнення гістерезису на кривих $f^2(\gamma)$ через ~ 120 h природного старіння, інверсію знака $r(\gamma)$ та $V_{\rm afef}/V_0(\gamma)$. Природа виявлених ефектів пов'язана з появою мікротріщин на стадії пружної деформації та їх заліковуванням внаслідок в'язкого руху незакріплених дислокацій у полі точкових дефектів у базисній площині ковзання.

Ключові слова: діамагнетний берилій, ефективний модуль зсуву, низькочастотне внутрішнє тертя, швидкість руху дислокацій, "магнетна пам'ять", поява/заліковування мікротріщин.

Експериментально встановлено [1], що слабке магнетне поле (МП) з індукцією $B \le 1$ Т здатне ефективно впливати на макро- та мікроскопічні властивості діамагнетних твердих тіл (внутрішнє тертя, мікротвердість, текучість тощо), що дає можливість керувати фізико-механічними властивостями реальних кристалів не тільки за дії МП *in situ*, але й після його вимкнення (т. зв. "магнетна пам'ять"). У цьому випадку фізико-механічні властивості кристалів змінюються через певний час (від кількох хвилин до тисяч годин) після припинення дії МП [2].

Ефекти "магнетної пам'яті" виявлені у різноманітних матеріалах з різним типом хімічного зв'язку [3], але механізми цього явища остаточно не з'ясовані.

Раніше показано [4, 5], що ефекти "магнетної пам'яті" в іонних кристалах мають дві причини виникнення та два механізми, що їх пояснюють. Перша пов'язана з "дислокаційною пам'яттю", а друга – зумовлена впливом МП на спінзалежну еволюцію домішкових іонів та кластерів (їх агрегацію чи диспергування) [5]. Перший із механізмів пов'язаний з низькоенергетичним відкріпленням (депінігом) дислокацій, а другий – з еволюцією стопорів – їх дифузійним переміщенням, формуванням з них димерів та кластерів з їх подальшим розпадом.

Кілька механізмів "магнетної пам'яті" присутні у магнієтермічному берилієвому конденсаті (МТК Ве) за одночасної дії слабкого постійного магнетного та змінного температурного полів [6]. Виявлені максимуми на температурних і температурно-часових залежностях V_{afef}/V_0 , які свідчили про зміну динаміки руху дислокацій.

Нижче подані результати досліджень впливу слабкого постійного МП та циклічного навантаження за кімнатної температури на кінетику пружних і непружних характеристик МТК Ве, а також на релаксацію його дислокаційнодомішкової підсистеми під час природного старіння для уточнення механізмів "магнетної пам'яті".

Контактна особа: А. В. ОЛІЙНИЧ-ЛИСЮК, e-mail: a_oliynich@ukr.net

Методика досліджень. Досліджували магнієтермічний берилієвий конденсат, який містить 99,95% Ве. МТК Ве – це полікристалічний матеріал, який отримують із парової фази шляхом конденсації Ве, відновленого магнієм, на підкладках з температурою 500...600°С. Методика виготовлення зразків, їх хімічний склад та морфологія описані раніше [6–8].

Зразки МТК Ве тричі витримували у слабкому постійному магнетному полі з індукцією $B \sim 0,005...0,04$ Т. Час кожної експозиції 40 min. Між першою і другою експозиціями затримка 12 days, а між другою і третьою – 24 h. Впродовж експерименту до, під час та після дії МП досліджували амплітудні залежності пружних та непружних характеристик МТК Ве, а саме, ефективного модуля зсуву ($G_{\rm ef} \sim f^2$) та низькочастотного (~ 1 Hz) внутрішнього тертя (ВТ, Q^{-1}), відповідно. Вимірювали на напівавтоматичному релаксометрі типу зворотного крутильного маятника у вакуумі 10⁻³ Ра за кімнатної температури і відносних деформацій кручення $\gamma \sim (8...30) \cdot 10^{-6}$. Слабке постійне МП створювали за допомогою соленоїда на струмах насичення. Відносна похибка вимірювань – 1% для внутрішнього тертя та 0,1% – для ефективного модуля зсуву.

Для оцінки впливу МП на динаміку руху дислокацій за методикою [6, 8] розраховані відношення швидкостей руху дислокацій за формулою



де V_{afef} – швидкість руху дислокацій після магнетних експозицій під час природного старіння, V_0 – швидкість руху дислокацій до дії МП, f_n – частота власних згасаючих крутильних коливань зразка.

Основні результати досліджень. Подані (рис. 1) амплітудні залежності пружних характеристик берилію за збільшення та зменшення амплітуди відносної деформації під час природного старіння. До дії МП на МТК Ве спостерігали гістерезис кривих ефективного модуля зсуву (рис. 1*a*, криві *1*, *2*). Результат кожної магнетної дії на МТК Ве – незначне зростання ефективного модуля зсуву та зменшення гістерезису кривих $f^2(\gamma)$. Гістерезис повністю зникав через ~ 120 h після третьої експозиції у магнетному полі (рис. 1*a*, криві *3*, *4*) і з'являвся знову ще через ~ 360 h природного старіння (рис. 1*a*, криві *5*, *6*).

Внутрішнє тертя під час старіння майже не змінювалося – $Q^{-1} \sim 60...80$. Зауважимо, що до дії МП існувала точка інверсії гістерезису кривих $Q^{-1}(\gamma)$ за амплітуд відносної деформації $\gamma_i \sim 18 \cdot 10^{-6}$ (рис. 1*b*, криві *1*, 2). Через 120 h після третьої експозиції у МП петлі гістерезису звужувались і ВТ дещо зростало (рис. 1*b*, криві *3*, *4*), а через 480 h точка інверсії гістерезису кривих $Q^{-1}(\gamma)$ зсувалася в бік менших амплітуд деформації $\gamma_i \sim 12 \cdot 10^{-6}$, а ВТ зменшувалося (рис. 1*b*, криві *5*, *6*).

Очікували, що після 120 h природного старіння дислокаційно-домішкова підсистема МТК Ве повністю релаксує. Проте одночасне зростання $f^2(\gamma)$ (рис. 1*a*, криві 3, 4) та $Q^{-1}(\gamma)$ (рис. 1*b*, криві 3, 4) під час старіння є аномальним і вказує на нестабільність дефектної підсистеми, оскільки для рівноважних кристалів збільшення $f^2(\gamma)$ повинно супроводжуватися зменшенням ВТ і навпаки.

Таку аномалію можна пояснити квазів'язким гальмуванням дислокацій самоорганізованими точковими дефектами [9]. Відмітимо, що такий механізм перетворення енергії властивий некрайовим дислокаціям. Лише через 480 h після магнетної обробки залежності $f^2(\gamma)$ та $Q^{-1}(\gamma)$ стають характерними для рівноважних кристалів, що свідчить про релаксацію дефектної підсистеми.



Рис. 1. Амплітудні залежності ефективного модуля пружності (*a*) та внутрішнього тертя (*b*) МТК Ве до дії МП (*1*, *2*) та через 120 (*3*, *4*) і 480 h (*5*, *6*) після третьої експозиції у магнетному полі. Криві *1*, *3*, *5* отримані за зростання амплітуди відносної деформації γ, а 2, 4, 6 – за її зменшення.

Fig. 1. Amplitude dependences of effective shear modulus (*a*) and internal friction (*b*) in magnesium-thermal beryllium condensate before the action of magnetic field (1, 2) and after 120 (3, 4) and 480 h (5, 6) following the third magnetic field treatment. Curves 1, 3, 5 were

obtained at the increase of the amplitude of relative deformation γ , and 2, 4, 6 – at its decrease.

Параметр r, який характеризує співвідношення між внутрішнім розсіянням пружної енергії та дефектом модуля пружності за циклічного навантаження, залежність якого від γ дає змогу визначити домінуючий механізм руху дефектів [10], можна записати так:

$$r(\gamma) = \frac{Q^{-1}(\gamma)}{\frac{\Delta G_{\text{ef}}}{G_{\text{ef}}}(\gamma)} \sim \frac{Q^{-1}(\gamma)}{\frac{\Delta f^2}{f^2}(\gamma)}$$

Отримані результати показують, що $r(\gamma)$ монотонно зростає (знижується) за збільшення (зменшення) амплітуди відносної деформації лише при $\gamma > 10 \cdot 10^{-6}$ (рис. 2), що свідчить про в'язкий рух дислокацій в МТК Ве через атмосферу точкових дефектів у базисній площині ковзання [10], єдиній активній площині ковзання за кімнатної температури.

Рис. 2. Амплітудні залежності параметра *r* до дії МП (1, 2) та через 120 (3, 4) і 480 h (5, 6) після третьої експозиції у магнетному полі. Криві 1, 3, 5 отримані за зростання амплітуди відносної деформації γ, а 2, 4, 6 – за її зменшення.



Fig. 2. Amplitude dependences of parameter *r* before the action of magnetic field (1, 2) and after 120 (3, 4) and 480 h (5, 6) following the third magnetic field treatment. Curves *1*, *3*, *5* were obtained at the increase of the amplitude of relative deformation γ , and curves *2*, *4*, *6* – at its decrease.

Проте, як видно з викладки на рис. 2, залежність $r(\gamma)$ в інтервалі $\gamma \sim (9...10) \cdot 10^{-6}$ аномальна. У природно зістарених упродовж двох років зразках МТК Ве накла-

дання зовнішніх механічних напруг до дії МП призвело до різкого зростання $r(\gamma)$ – майже у 5 разів (рис. 2, крива *1*) у цьому інтервалі амплітуд деформації, а після трикратної обробки МП відбулася незворотна інверсія значень $r(\gamma)$. Зі збільшенням часу природного старіння (рис. 2, криві *3*, *5*) значення параметра *r*, залишаючись від'ємними в цій області амплітуд, зростають за модулем також майже у 5 разів. Таку поведінку $r(\gamma)$ спостерігали й на інших зразках МТК Ве в аналогічних умовах експерименту. Це, з одного боку, підтверджує спін-залежний характер взаємодії в системі "дислокація–стопор" за накладання МП, а з іншого, вказує на різну поведінку дефектів у Ве до і після обробки магнетним полем. Залежність $r(\gamma)$ (рис. 2, криві *1*, *5*) корелює з аналогічними залежностями пружних (рис. 1*а*) та непружних (рис. 1*b*) характеристик МТК Ве та підтверджує припущення про перехід дефектної підсистеми берилію у новий рівноважний стан.

Різка зміна $r(\gamma)$ при $\gamma \sim (9...10) \cdot 10^{-6}$ може свідчити й про те, що дефекти рухаються зі швидкостями, близькими до швидкості звуку у берилії, а вузький інтервал зміни γ вказує на можливе виникнення мікророзривів на стадії пружної деформації (рис. 2). Це складний механізм, що полягає у зародженні дислокаційних тріщин внаслідок блокування руху дислокацій деякими перешкодами (наприклад, межами зерен чи самоорганізованими включеннями), та їх заліковуванні завдяки в'язкому руху дислокацій в оточенні точкових дефектів у площині ковзання [11, 12]. Відмітимо, що одразу після магнетних обробок тріщини не утворюються – $r(\gamma)$ змінюється плавно, вказуючи на вільний рух дислокацій. І лише під час старіння дислокації знову блокуються, що і стає причиною виникнення нових мікророзривів.

Отримані амплітудні залежності відношення швидкостей руху дислокацій V_{afef}/V_0 та їх кореляція із залежностями $r(\gamma)$ лише підтверджує припущення про динаміку дефектної підсистеми берилію: різке зростання та інверсія V_{afef}/V_0 в околі $\gamma \sim 10 \cdot 10^{-6}$ свідчить про досить швидкий рух дислокацій і можливість появи мікротріщин, а незалежність V_{afef}/V_0 від амплітуди деформації вище $\gamma \sim 12 \cdot 10^{-6}$ – про в'язкий рух дислокацій в оточенні точкових дефектів у базисній площині ковзання з постійним відношенням $V_{afef}/V_0 \cong 1,5$.

Амплітудно-часові зрізи пружних та непружних характеристик МТК Ве (рис. 3), на яких позначками МГ вказані моменти дії магнетного поля *in situ*, підтверджують перехід кристалів МТК Ве у рівноважний стан через 480 h природного старіння.



Рис. 3. Часово-амплітудні зрізи ефективного модуля зсуву (1, 2)та внутрішнього тертя (3, 4), одержані при $\gamma = 10 \cdot 10^{-6}$. Криві 1, 3 отримані за зростання амплітуди відносної деформації γ , а 2, 4 – за її зменшення.



висновки

Підтверджена дія механізму спін-залежних реакцій у системі "дислокаціястопор" під час накладання на зразки МТК Ве магнетного поля. Виявлено незворотну інверсію знака параметра $r(\gamma)$ та $V_{afef}(\gamma)/V_0(\gamma)$ у вузькому інтервалі значень відносної амплітуди деформації $\gamma \sim (9...10) \cdot 10^{-6}$. Отримані результати проаналізовано з позицій появи/заліковування мікротріщин у берилії на стадії пружної деформації та в'язкого руху незакріплених дислокацій у полі точкових дефектів. Показано, що перехід дефектної підсистеми берилію у новий рівноважний стан після останньої експозиції у магнетному полі відбувається через 480 h природного старіння.

РЕЗЮМЕ. Исследовано магнийтермический бериллиевый конденсат во время естественного старения после нескольких обработок слабым постоянным магнитным полем. Проанализированы амплитудно-временные зависимости эффективного модуля сдвига $(G_{\rm ef} \sim f^2)$, низкочастотного внутреннего трения, параметра *r* и отношения скоростей движения дислокаций $V_{\rm afef}/V_0$. Зафиксировано исчезновение гистерезиса на кривых $f^2(\gamma)$ после ~ 120 h естественного старения, инверсию знака $r(\gamma)$ и $V_{\rm afef}/V_0(\gamma)$. Природа выявленных эффектов связана с появлением микротрещин на стадии упругой деформации и их залечиванием вследствие вязкого движения незакрепленных дислокаций в поле точечных дефектов в базисной плоскости скольжения.

SUMMARY. The magnesium-thermal beryllium condensate in the natural aging process at room temperature after the treatments with the weak permanent magnetic field was investigated. The behavior of the amplitude and time dependences of the effective shear modulus ($G_{\rm ef} \sim f^2$), low-frequency internal friction, the parameter r and the relations of motion rates of dislocations $V_{\rm afef}/V_0$ were analyzed. The disappearance of hysteresis curves $f^2(\gamma)$ after ~ 120 h of natural aging, the inversion of $r(\gamma)$ and $V_{\rm afef}/V_0(\gamma)$ were recorded. The nature of revealed effects was related with the emergence of microcracks at the stage of elastic deformation and their healing due to the viscous motion of loose dislocations in the field of point defects in the basis slip plane.

- 1. *Моргунов Р. Б.* Спиновая микромеханика в физике пластичности тел // УФН. 2004. **174**, вып. 2. С. 131–153.
- О влиянии слабого импульсного магнитного поля на реальную структуру твердых тел / Г. И. Дистлер, В. М. Каневский, В. В. Москвин, С. Н. Постников, Л. А. Рябинин, В. П. Сидоров, Г. Д. Шнырев // ДАН СССР. – 1983. – 268, № 3. – С. 591–593.
- 3. Головин Ю. И. Магнитопластичность твердых тел // ФТТ. 2004. **46**, № 5. С. 769-803.
- 4. *Бучаченко А. Л.* Физическая кинетика магнитопластичности диамагнитных кристаллов // ЖЭТФ. – 2007. – **132**, № 4 (10). – С. 827–830.
- 5. *Моргунов Р. Б., Бучаченко А. Л.* Магнитопластичность и магнитная память в диамагнитных твердых телах // ЖЭТФ. 2009. **136**, № 3 (9). С. 505–515.
- Об особенностях магнитного последействия в высокочистом диамагнитном бериллии / Е. И. Курек, И. Г. Курек, А. В. Олейнич-Лысюк, Н. Д. Раранский // ФТТ. – 2014. – 56, № 8. – С. 1546–1553.
- О природе магнитопластического эффекта в бериллиевом конденсате / Е. И. Курек, И. Г. Курек, А. В. Олейнич-Лысюк, Н. Д. Раранский // ФТТ. – 2013. – 55, № 10. – С. 1897–1902.
- 8. Олейнич-Лысюк А. В., Раранский Н. Д. Особенности магнитопластического эффекта в бериллиевом конденсате // ФТТ. 2012. 54, №. 3. С. 417–421.
- 9. Малашенко В. В. Коллективное взаимодействие точечных дефектов с движущейся винтовой дислокацией // ФТТ. 1997. **39**, № 3. С. 493–494.
- 10. Головин С. А., Пушкар А., Левин Д. М. Упругие и демпфирующие свойства конструкционных металлических материалов. – М.: Металлургия, 1987. – 190 с.
- Терентьев В. Ф., Колмаков А. Г., Курганова Ю. А. Теория и практика повышения надежности и работоспособности конструкционных металлических материалов. – Ульяновск: УлГТУ, 2010. – 268 с.
- Башков О. В., Панин С. В., Башкова Т. И. Исследование и идентификация механизмов деформации стали 12Х18Н10Т методом акустической эмиссии // Ученые записи Комсомольского-на-Амуре гос. техн. ун-та. – 2010. – **II**, вып. 1 (2). – С. 145–154.

Одержано 08.10.2014