

На правах рукописи

ШАШКОВ Иван Владимирович

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ КОЛЛЕКТИВНЫХ
ПРОЦЕССОВ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ
КРИСТАЛЛОВ И ПЕРЕМАГНИЧИВАНИИ ГЕТЕРОФАЗНЫХ
МАГНЕТИКОВ**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Автореферат

**диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук**

Черноголовка 2014

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики твёрдого тела Российской академии наук

Научный руководитель: Владимир Степанович Горнаков,
доктор физико-математических наук

Официальные оппоненты: Попков Анатолий Федорович,
доктор физико-математических наук,
«Национальный исследовательский университет «МИЭТ», профессор

Якимов Евгений Борисович,
доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, заведующий лабораторией локальной диагностики полупроводниковых материалов

Ведущая организация: Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова

Защита состоится « _____ » _____ 2014 года в _____ на заседании диссертационного совета Д 002.100.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики твёрдого тела Российской академии наук по адресу: 142432, Московская область г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 2, ИФТТ РАН

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФТТ РАН и на сайте:
<http://www.issp.ac.ru/main/dis-council.html>

Автореферат разослан « ____ » _____ 2014 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Зверев Владимир Николаевич

© Шашков И.В. 2014

©ИФТТ РАН, 2014

©ИПХФ

Общая характеристика работы

Актуальность темы диссертационной работы

Пластическая деформация и перемагничивание кристаллов характеризуются сугубо нелинейными процессами зарождения и движения топологических дефектов в атомарной и магнитной подсистемах — дислокаций при механическом нагружении кристаллов и доменных границ (ДГ) при перемагничивании ферромагнетиков. Многочисленные исследования показали, что каждый ансамбль таких дефектов представляет собой нелинейную диссипативную динамическую систему, в которой взаимодействие между различными её составляющими может привести к самоорганизации. Некоторые свойства коллективной динамики являются общими для динамических систем из разных областей, таких как физика, механика, химия и биология [1, 2]. Каждую такую систему можно отнести к определённому классу универсальности, а её динамику часто можно описать с учетом масштабной инвариантности, или самоподобия, которое проявляется через степенные соотношения.

Процессы самоорганизации дефектов нередко приводят к ряду очень сложных явлений. Так было установлено, что кооперация коллектива дислокаций реализуется как в пространстве – возникновение пространственных дислокационных структур, так и во времени – появление прерывистой пластической деформации [6]. В случае перемагничивания магнетиков на петле гистерезиса наблюдается немонотонность намагниченности – скачки Баркгаузена [3], обусловленные движением ансамбля доменных границ. Такие процессы не являются случайными. В зависимости от материала и внешних условий, кооперативная динамика дефектов может проявляться на различных масштабах и приводить к различным эффектам самоорганизации, представляющим как универсальные, так и уникальные свойства этих дефектов.

Основными задачами исследований процессов самоорганизации, протекающих в различных системах, является определение пределов континуального подхода к описанию коллективных явлений и нахождение связи между элементарными актами пластической деформации и перемагничивания, с одной стороны, и макроскопическим откликом материалов на внутренние изменения – с другой. Понимание такого поведения на различных масштабах особенно **актуально**, поскольку технологические разработки поворачиваются в направлении микро- и наносистем с размерностями, сопоставимыми с масштабами, налагаемыми коллективными процессами в системе топологических дефектов. При этом единство подходов к изучению кооперативной динамики в атомарной и магнитных подсистемах даёт возможность использовать знания, полученные для одной системы, при изучении другой.

В настоящее время одним из направлений изучения коллективного поведения дефектов на разных масштабах во время пластической деформации и перемагничивания является всесторонний (статистический, мультифрактальный (МФ) и рекуррентный) анализ экспериментальных данных, полученных в результате приложения соответствующей внешней силы.

Цель работы

Исходя из современных задач по изучению процессов нелинейной динамики дефектов, в настоящей диссертационной работе были определены следующие основные цели экспериментальных исследований. Во-первых, изучить процессы самоорганизации коллектива дислокаций с помощью акустической эмиссии (АЭ) на различных временных масштабах во время деформации сплава AlMg в условиях макроскопически неустойчивого пластического течения; охарактеризовать соотношения между корреляциями деформационных процессов на очень коротких временных масштабах, соответствующих “элементарным” акустическим событиям, и корреляциями на больших временных масштабах сопоставимых с масштабом деформационной кривой; а также проверить влияние степени деформации и/или скорости деформации на наблюдаемое статистическое поведение. Во-вторых, провести прямое экспериментальное изучение коллективного движения доменных границ и их взаимодействия со структурными дефектами на различных временных масштабах с помощью магнитооптических (МО) методов в обменно-связанных ферромагнетик (ФМ)/антиферромагнетик (АФМ) двухслойных плёнках: NiFe/NiO, Co/IrMn и NiFe/IrMn; выявить закономерности формирования доменной структуры в присутствии этих дефектов.

Научная новизна результатов

В диссертационной работе получены следующие новые результаты:

1. На примере сплавов AlMg и MgZr, деформация которых контролируется разными микромеханизмами – дислокационным скольжением в AlMg и комбинацией скольжения и двойникования в MgZr, установлено, что статистическое распределение амплитуд АЭ, сопровождающей пластическое течение, в обоих случаях подчиняется степенному закону. Этот результат свидетельствует о лавинообразном характере пластических процессов в этих материалах.

2. Важным результатом статистического анализа является то, что влияние критериев, используемых для выделения отдельных событий АЭ, на статистику амплитуд событий слабое и потому может не учитываться при анализе распределений амплитуд событий.

3. Изучено гладкое и прерывистое течение сплава AlMg с помощью АЭ на различных временных масштабах. Выявлено, что АЭ состоит из отдельных импульсов, как во время скачков напряжения, так и во время гладкого течения, а амплитуды импульсов в обоих случаях лежат в одном и том же интервале значений.

4. Проведён комплексный – статистический, мультифрактальный и спектральный, анализ непрерывно записанных сигналов АЭ во время гладкой и прерывистой (эффект Портевена-Ле Шателье (ПЛШ)) деформации сплава AlMg. Обнаружена зависимость наклона степенных распределений амплитуд событий АЭ от микроструктуры, в частности размера зерна и микроструктурных изменений, вызванных накоплением дислокаций.

Обнаружено ослабление корреляций между дислокациями с увеличением пластической деформации, т.е. стохастизация пластических процессов.

5. Установлено наличие корреляций между деформационными процессами при пластическом течении в условиях эффекта ПЛШ в очень широком диапазоне времен. Эти корреляции возникают под действием внутренних напряжений. Для некоторых сигналов АЭ обнаружено изменение наклонов масштабных («скейлинговых») зависимостей при изменении временного масштаба в микросекундном диапазоне. Это указывает на наличие ещё одного механизма корреляций на данном масштабе, например, передача пластической активности через двойное поперечное скольжение дислокаций.

6. Получено доказательство того, что синхронизация движения дислокаций приводит к возникновению характерного временного масштаба, связанного с резкими падениями напряжений (поведение типа В и типа С эффекта ПЛШ) и соответствующего миллисекундному диапазону.

7. Показано, что нестационарная динамика ДГ в ФМ слое, обусловленная взаимодействием с дефектами в АФМ слое, не является стохастической в обменно-связанных гетероструктурах NiFe/NiO, NiFe/IrMn, Co/IrMn.

8. Изучено влияние кристаллических дефектов на перемагничивание гетероструктуры NiFe/NiO/MgO(001). Обнаружено, что при перемагничивании краевые дислокации, сгруппированные вдоль плоскостей скольжения дислокаций $\langle 110 \rangle$, могут приводить к формированию в плёнке пермаллоя ориентированных вдоль этих плоскостей квазиодномерных доменов с наведённой анизотропией.

Научная ценность работы

Представленные в работе исследования вносят важный вклад в экспериментальное изучение явлений самоорганизации в целом, и в понимание коллективных процессов протекающих в материале во время пластической деформации или перемагничивания, в частности. На основании анализа АЭ получена информация о протекании пластических процессов на различных временных масштабах соответствующих АЭ во время гладкого и скачкообразного течения.

С использованием метода магнитооптических индикаторных плёнок (МОИП) изучены закономерности нестационарного движения доменных границ в процессе перемагничивания обменно-связанных АФМ/ФМ гетероструктур. Применение статистических методов, развитых при исследовании механизмов движения и нелинейной динамики дислокаций в металлических сплавах, позволило впервые выявить влияние кристаллических дефектов в АФМ слое на динамические свойства доменных границ в ферромагнитном слое, обменно-связанном с антиферромагнетиком.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту

1. Исследовано влияние критериев, используемых для выделения событий из акустических сигналов, на статистические распределения амплитуд

событий. Сделан вывод об их слабом влиянии на результаты статистического анализа. Этот вывод был проверен на примере акустических сигналов, записанных во время пластической деформации сплавов AlMg и MgZr.

2. Исследовано поведение коллектива дислокаций во время гладкой и прерывистой деформации сплава AlMg с помощью метода АЭ. Показано, что движение групп дислокаций в этом сплаве на масштабе АЭ имеет прерывистый характер, как во время скачков напряжения, так и во время гладкого течения. Установлено, что на статистические и мультифрактальные свойства пластических событий влияют разные факторы, такие как размер зерна, степень деформации и скорость деформации.

3. Изучена нестационарная динамика ДГ в обменно-связанной ферромагнетик/антиферромагнетик гетероструктуре. Обнаружено, что движение ДГ не является стохастическим. Также исследовано влияние кристаллических дефектов на характер взаимодействия АФМ и ФМ спинов на интерфейсе гетероструктур. Показано, что краевые дислокации влияют на распределение спинов в АФМ слое. Это влияние приводит к формированию субдоменов в ферромагнитном слое вблизи плоскостей скольжения этих дефектов.

Апробация работы

Результаты, изложенные в работе, докладывались и обсуждались на следующих конференциях: 1th Int. Conf. "Experimental Chaos and Complexity", ECC11, Juin 2010, Lille, France; Colloque Plasticité, Lille, France, April 4-6, 2011; 12th International Symposium on Physics of Materials, Prague, September 4 - 8, 2011; Colloque Plasticité, Metz, France, April 11-13, 2012; V Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism", Владивосток, сентябрь 15-21, 2013; THERMEC'2013, Las Vegas, USA, December 2-6, 2013; MISM-2014, Москва, 29 июня-3 июля, 2014.

Основные результаты диссертации отражены в 8 печатных работах и материалах международных конференций.

Личный вклад автора в диссертационную работу состоял в постановке задач исследований и непосредственном участии в проведении экспериментальных измерений и последующем анализе полученных данных, а также в обсуждении результатов и их подготовке к публикации.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 165 страницах и содержит 62 рисунка. Список литературы включает 178 ссылок.

Основное содержание работы

Во *введении* обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы основные цели и задачи работы, кратко изложены научная новизна и содержание работы.

В *первой главе* дан обзор литературы связанной с исследованием коллективных явлений в физике твердого тела. Наиболее полно рассмотрены вопросы, непосредственно касающиеся сформулированных во введении задач данной работы и необходимых для понимания результатов диссертации.

В начале данной главы кратко излагаются наблюдения лавинообразных процессов в конденсированных средах, особое внимание уделено масштабно-инвариантному поведению топологических дефектов при пластической деформации в кристаллах и эффекту Баркгаузена в ферромагнетиках, вводятся некоторые понятия о нелинейных динамических системах, и даётся теоретическая основа для объяснения степенной статистики. Общее представление завершается более детальным описанием эффекта Портевена-Ле Шателье, который будет одним из главных объектов исследования. После короткого описания макроскопического проявления и микроскопического механизма эффекта, представлены экспериментальные наблюдения и компьютерное моделирование. В конце данной главы даны результаты исследований шума Баркгаузена в тонких плёнках и описаны особенности движения доменных границ в слоистых структурах типа антиферромагнетик /ферромагнетик. На основании данного обзора в завершении главы сформулированы основные задачи, поставленные в работе.

Во *второй главе* кратко описаны объекты исследований, экспериментальные и аналитические методики.

Механические испытания проводилось на серии образцов из сплава Al-5% вес.Mg. Образцы имели размер деформируемой области $30 \times 7 \times 1 \text{ мм}^3$ и были вырезаны из холодно-прокатанных листов поперек направления прокатки. Половина образцов деформировались непосредственно после вырезания, а вторая половина после отжига в течении 2ч. при температуре 400°C и последующей закалки в воде. Размер зерна до отжига был равен 4-6 мкм, после примерно 10-12 мкм. Дополнительно проводились испытания на образцах из сплавов MgZr, с содержанием Zr 0.04 вес.%, 0.15 вес.%, и 0.35 вес.% и средним размером зерна 550 мкм, 360 мкм и 170 мкм, соответственно. Образцы были получены литьём из расплава с последующим отжигом в течении 1ч. при температуре 250°C и имели квадратное поперечное сечение $5 \times 5 \text{ мм}^2$ и длину деформируемого участка 25 мм.

Механические испытания проводились на машине *Zwick/Roell 1476* при постоянной скорости подвижного захвата V , которая варьировалась в широком диапазоне значений соответствующем номинальной приложенной скорости деформации (относящейся к начальной длине образца) в диапазоне $\dot{\epsilon}_a = 2 \times 10^{-5} \div 2 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Все опыты были проведены при комнатной температуре.

Акустическая эмиссия захватывалась с помощью пьезоэлектрического преобразователя (Micro-80 PAC) присоединённого к поверхности образца и затем записывалась с помощью системы Euro Physical Acoustics (PCI-2 18-bit A/D PAC) с частотой оцифровки 2 МГц.

Магнитные измерения проводились на следующих структурах: NiFe(10нм)/NiO(50нм)/ MgO{001}, NiFe(15нм)/NiO(200нм)/Si и Ta(5 нм)/Ir₂₀Mn₈₀(10нм) /ФМ/Ta(5нм)/SiO₂/Si, где ФМ обозначает ферромагнитный слой либо Co (4нм или 10нм), либо NiFe (10нм). Во всех образцах однонаправленная анизотропия была наведена однородным полем $H^{ext}=300\text{Э}$ в плоскости подложки в процессе осаждения ФМ- и АФМ-слоёв.

Изучение процессов преобразования доменной структуры и движения ДГ при перемагничивании образцов осуществлялось с помощью метода МОИП. Измерительная установка была собранная на базе отражающего поляризованного микроскопа ПОЛАМ-312.

Глава завершается описанием аналитических методик, которые использовались при анализе данных, а именно, статистического, Фурье и мультифрактального анализов.

Мультифрактальный анализ применялся как к сигналу АЭ, так и к последовательности скачков намагниченности M . Идея анализа заключается в следующем: исследуемый отрезок времени T покрывается сеткой с шагом δt . Затем для каждой ячейки вычисляется локальная мера, равная сумме амплитуд сигнала по всей ячейке δt , нормированной на сумму по всему отрезку T . В случае АЭ анализировалась только положительная часть сигнала. Самоподобная структура сигнала проверялась с помощью частичных функций $Z_q(\delta t) = \sum \mu_i^q(\delta t)$, где q – вещественное число. А именно, сигнал является самоподобным, если выполняются следующее соотношение скейлинга [5]: $Z_q \sim \delta t^{(q-1)D(q)}$, где $D(q)$ – обобщённые фрактальные размерности. В случае случайного сигнала $D(q) \equiv 1$.

В *третьей главе* на примере двух типов сигналов АЭ, записанных во время деформации образцов AlMg и MgZr, рассмотрено влияние суперпозиции событий АЭ на видимую степенную статистику амплитуд.

Это исследование затрагивает общий вопрос, всплывающий при экспериментальном изучении лавинных процессов различной природы: являются ли результаты статистического анализа подверженными влиянию суперпозиции анализируемых событий? В самом деле, суперпозиция может появляться по нескольким причинам, например, из-за почти одновременного появления лавин или из-за недостаточного разрешения отдельных событий. Понимание этого влияния является необходимым базисом для количественной оценки критических индексов характеризующих степенные распределения амплитуд событий.

Для ответа на данный вопрос была выбрана следующая стратегия: из непрерывно записанного сигнала АЭ выделялись и затем анализировались

наборы событий, которые были получены варьированием одного из параметров идентификации, используемых для выделения акустических событий. Алгоритм извлечения события из сигнала использует четыре параметра (Рис. 1):

- Пороговое напряжение U_0 , его задача отрезать часть акустического сигнала ниже уровня шума. Событие считается начавшимся, когда сигнал превышает U_0 .
- Время определения всплеска HDT (hit definition time). Событие считается закончившимся, если сигнал остаётся ниже U_0 дольше, чем длительность HDT.
- Время определения пика PDT (peak definition time) определяет пиковую амплитуду события A . A именно, определяется локальный максимум сигнала и сравнивается с текущим значением абсолютного максимума. Текущий глобальный максимум записывается, как пиковая амплитуда события A , если он не был превышен в течение периода равного PDT. В противном случае он присваивается новой величине и отсчёт времени запускается вновь. Этот параметр полагался равным половине HDT.
- Время записи всплеска HLT (hit lockout time), или мёртвое время. После нахождения конца события, измерения не производятся в течении HLT в целях фильтрации звуковых отражений. HLT запускается сразу по окончании HDT.

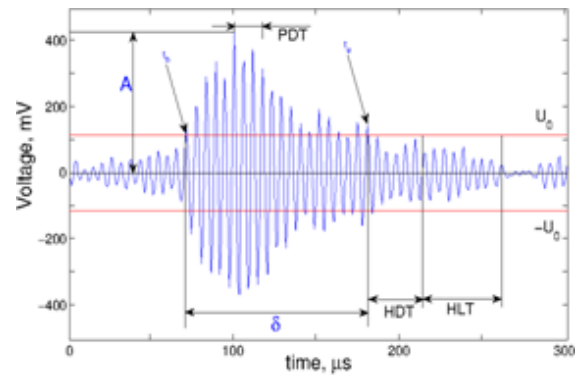


Рисунок 1. Схема выделения события.

Используя эти параметры, определяются различные характеристики для каждого акустического события, среди которых: пиковая амплитуда A , время начала t_b , длительность δ и т.д. Статистический анализ проводился для квадрата пиковой амплитуды события, поскольку эта величина отражает энергию E , излучённую пластическим процессом в деформируемом образце.

На Рис. 2 приведён пример вычисления статистики амплитуд, иллюстрирующий эффект U_0 для одного частного выбора временных

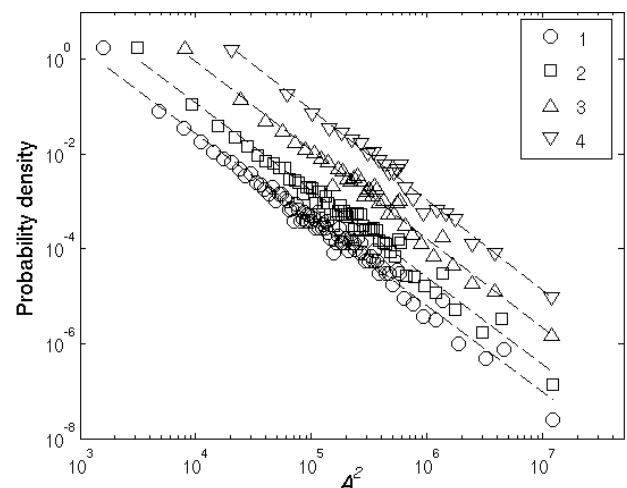


Рисунок 2. Распределение амплитуд событий АЭ 1) $U_0 = 9\text{ мВ}$, 2) $U_0 = 15.3\text{ мВ}$, 3) $U_0 = 30.5\text{ мВ}$, 4) $U_0 = 60.1\text{ мВ}$.

параметров, HDT = 50 мкс и HLT = 100 мкс, для одного и того же сплава Mg-0.35%Zr. Видно, что все распределения подчиняются степенному закону в широком диапазоне U_0 , а соответствующие наклоны достаточно устойчивы. Основной эффект увеличения U_0 заключается в уменьшении числа событий и соответствующем ограничении интервала A^2 из-за отсека событий с малой амплитудой. Несмотря на это обнаружено некоторое увеличение наклона: $\beta = 1.80 \pm 0.05$ для $U_0 = 9$ мВ и $\beta = 1.87 \pm 0.02$ для $U_0 = 60.1$ мВ.

Используя семейства таких кривых, были получены зависимости β от U_0 , HDT, и HLT в больших диапазонах изменения каждого параметра. Рис. 3 представляет $\beta(U_0)$ -кривые для трех сплавов MgZr и двух наборов временных параметров. Установлено, что β относительно сильно зависит от U_0 только в узком диапазоне значений $U_0 < 10$ мВ (даже в нём, все изменения показателя степени β не превышают 0.2). Зависимость ослабевает с увеличением U_0 . Показано, что начальные низкие значения β можно объяснить слиянием последовательных событий АЭ, когда порог U_0 является низким. Такое объединение событий приводит к уменьшению числа событий наименьшей амплитуды, т.е. видимый наклон распределения становится более пологим, чем истинный. Слабая зависимость, которая может быть обнаружена в практически насыщенной области, может быть вызвана истощением статистики. В любом случае, важным выводом следующим из этого эксперимента является то, что наблюдаемый эффект незначителен в широком диапазоне значений U_0 . Влияние параметров HDT и HLT также оказалось практически незаметным.

Аналогичный анализ влияния параметров идентификации на статистику также был проведён на образцах AlMg при трёх значениях скорости деформации. В этом случае наблюдаются события АЭ большой длительности, что затрудняет правильную идентификацию событий. Тем не менее, даже в этом случае влияние параметров индивидуализации событий достаточно слабое в широком диапазоне изменения параметров. В частности, изменения величины β по причине варьирования параметров идентификации обычно ограничиваются в диапазоне нескольких десятых, что сильно уже, чем разница (примерно от 1 до 1.5) между значениями β , наблюдаемыми для сплавов AlMg и MgZr.

В *четвёртой главе* проводится анализ АЭ, записанной во время гладкого и прерывистого течения сплава AlMg, на различных временных масштабах, используя различные аналитические методики.

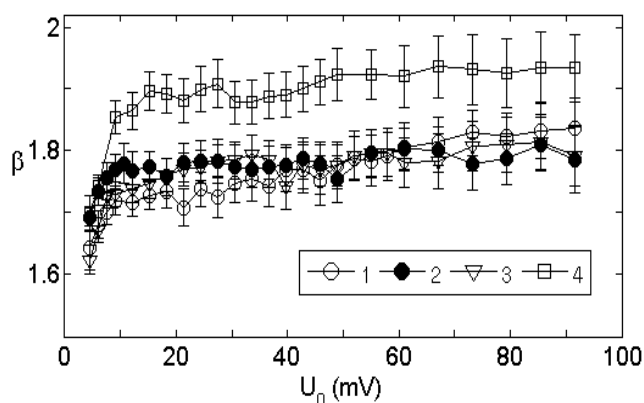


Рисунок 3. Влияние параметра U_0 на показатель степени β для образцов MgZr. 1 и 2 – Mg-0.35%Zr, 3 – Mg-0.15%Zr, 4 – Mg-0.04%Zr. HLT = 100 мкс; HDT = 800 мкс, исключая случай (2), где HDT = 50 мкс.

Деформация образцов AlMg проводилась при четырёх скоростях деформации и носила скачкообразный характер. При варьировании $\dot{\epsilon}_a$ наблюдались все три общепринятых типа деформационных кривых С, В, и А. Наиболее подробно дано описание АЭ, записанной во время пластической деформации в условиях эффекта ПЛШ, в случае самой низкой скорости деформации, т.к. она отвечает наилучшим образом цели сравнения между АЭ, генерируемой до и во время прерывистого течения. На масштабе деформационной кривой АЭ имеет вид непрерывного сигнала с редкими наложенными импульсами большой амплитуды. На рисунках 4 (а) и (б) проиллюстрирован сигнал АЭ на коротких временных интервалах, выбранных, соответственно, до и после начала эффекта ПЛШ. На этих рисунках уровень шума выглядит как черные горизонтальные полосы. Можно заметить, что на временном масштабе рисунков сигнал, превышающий уровень шума, имеет устойчивый дискретный характер. Дискретные события появляются вдоль всей деформационной кривой, т.е., не только в моменты падений напряжения, но также во время гладкого пластического течения между ними. Стоит отметить, что амплитуды событий АЭ в моменты глубоких падений напряжения имеют значения близкие к амплитудам событий между ними.

Дальнейшее увеличение временного разрешения позволяет различить две принципиальные волновые формы наблюдаемых событий АЭ, которые представлены на рис. 5 (а) и (б). В первом случае наблюдается очень короткий изолированный импульс с передним фронтом несколько

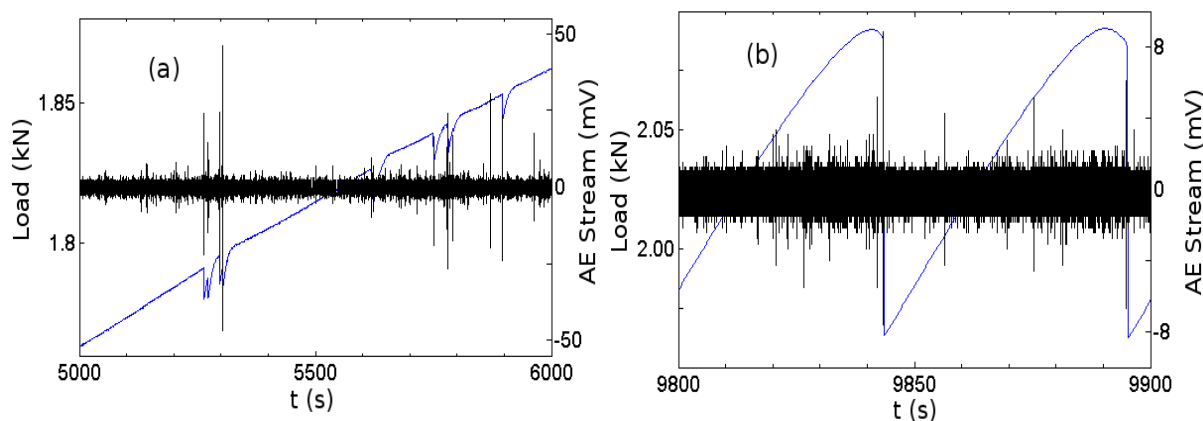


Рисунок 4. Участки кривой нагрузка-время и сопровождающий их сигнал АЭ для отождённого образца AlMg: (а) временной интервал, соответствующий стадии деформации до начала эффекта ПЛШ; (б) после начала эффекта.

микросекунд и длительностью несколько десятков микросекунд. Такие отдельные импульсы в основном возникают во время макроскопически гладкого пластического течения. События второго типа обычно возникают в моменты падений напряжения и характеризуются большой длительностью от сотен микросекунд до десятков или даже сотен миллисекунд. Эти события выглядят практически стационарно на миллисекундном временном масштабе. Проведенные в работе наблюдения приводят к предположению,

что эти события являются результатом слияния “элементарных” импульсов, близко следующих друг за другом. Например, малые скачки нагрузки часто сопровождаются плотной последовательностью коротких импульсов, которые могут оставаться изолированными друг от друга. Кроме того, увеличение частоты появления этих импульсов нередко предшествует глубоким скачкам нагрузки. Возникновение событий большой длительности, вероятно, отражает синхронизацию [8] в динамике пластических процессов, которые ответственны за большие скачки напряжения. Действительно, при достаточно низкой скорости деформации внутренние напряжения, вызванные деформационной полосой, эффективно релаксируют во время медленного нагружения, следующего за соответствующим падением напряжения. Поэтому, когда порог неустойчивости достигается в некотором месте в кристалле, соседние области также приближаются к этому порогу. Таким образом, всплеск пластической активности в этом месте приведёт к последовательному запуску пластических процессов в соседних областях, т.е. к возникновению события большой длительности.

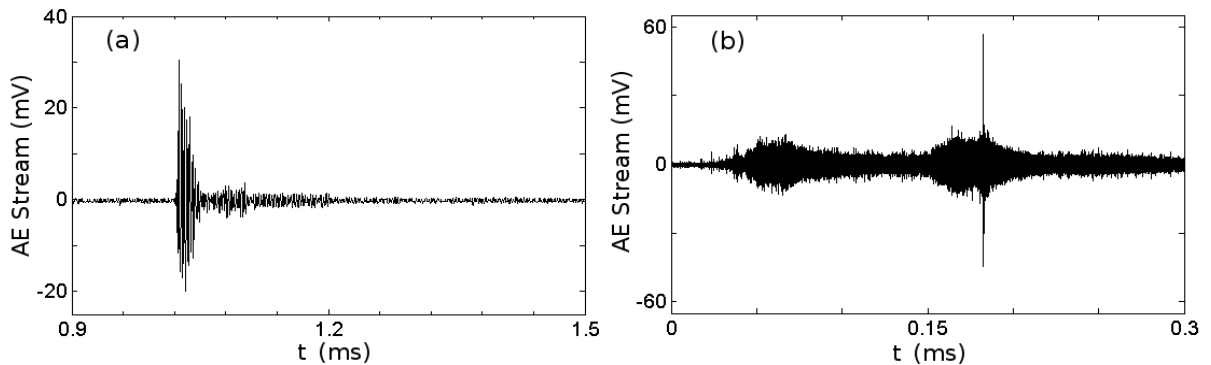


Рисунок 5. Волновые формы событий АЭ: а) изолированный импульс; б) событие с большой длительностью.

Анализ волновых форм АЭ в случае образцов не подверженных температурной обработке не выявил значимых отличий. Однако, максимальная амплитуда импульсов АЭ может достигать в два раза больших величин, чем в случае отожжённых образцов. Для выявления возможных количественных изменений, вызванных температурной обработкой материала, был применён статистический анализ. В результате было установлено, что отжиг приводит к росту плотности вероятности событий малой амплитуды.

В целом поведение АЭ на временном масштабе, равном длительности опыта схожее для всего диапазона $\dot{\epsilon}_a$. Наблюдения, сделанные для поведения при самой низкой скорости деформации, остаются в силе для случая средней скорости деформации. При самой высокой скорости деформации импульсы с не очень высокой амплитудой сложно выделить, так что АЭ становится практически непрерывным сигналом, на который наложены редкие сильные импульсы.

Для выяснения влияния степени пластической деформации на свойства сигнала АЭ был применён статистический анализ квадратов амплитуд событий. Пример результатов этого анализа приведён на рис. 6. Степенные функции распределения были найдены практически для всех экспериментальных данных. В зависимости от приложенной скорости деформации $\dot{\epsilon}_a$ наклон распределений β принимал значения от 1.8 до 2.4 в начале пластической деформации. Затем он возрастал и изменялся от 2 до 3.2. Можно заметить, что β

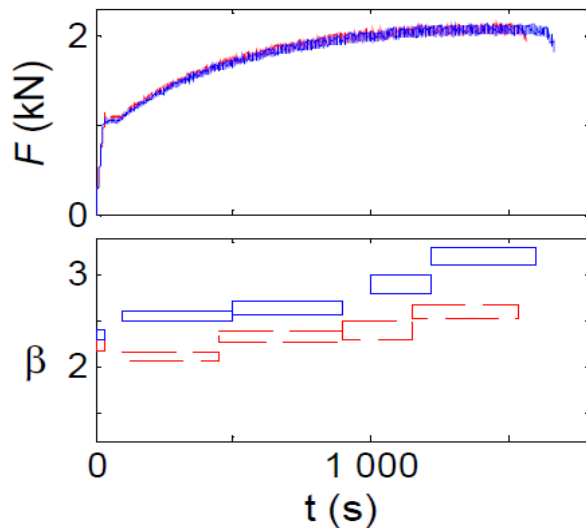


Рисунок 6. Сопоставление деформационных кривых и эволюции наклона β для распределений энергии событий АЭ. Прямоугольники обозначают временные интервалы соответствующие статистически стационарным сериям событий АЭ; их высоты дают ошибку определения β . Красный и синий цвета обозначают неотожженный и отождженный образцы.

меньше в случае неотожженных образцов, т.е. вероятность появления событий с большой амплитудой выше в образцах с меньшим размером зерна. Этот результат согласуется с гипотезой, что границы зёрен могут способствовать появлению более мощных лавин дислокаций из-за запуска новых источников дислокаций в соседних зёрнах. Наблюдаемое увеличение наклонов распределений β с ростом пластической деформации обусловлено увеличением плотности дислокаций леса, которые препятствуют скольжению дислокаций. Этот результат предполагает стохастизацию процессов в динамике дислокаций, которая вызвана микроструктурными изменениями.

В заключение главы приведены результаты мультифрактального анализа волновых форм аку-

стического сигнала. Данный анализ хорошо себя зарекомендовал при изучении временных корреляций между скачками нагрузки на кривой деформации [7]. Рис. 7(b) представляет функции $D(q)$ (далее МФ спектры) для двух больших временных участков АЭ. Один участок (не показан) был записан во время гладкого пластического течения до начала эффекта ПЛШ, а второй, представленный на рис. 7(a), соответствует скачкообразной деформации во время неустойчивости ПЛШ. Мультифрактальный характер сигнала был установлен для первого случая, что доказывает наличие корреляций в динамике дислокаций до появления сильных эффектов самоорганизации, связанных с макроскопической пластической неустойчивостью. Также, нетривиальные МФ спектры были найдены для всех условий пластической деформации. Анализ показал,

что спектры постепенно расширяются (см. рис. 7(b)) и вырождаются с ростом пластической деформации, что указывает на рост неоднородности сигнала. Наконец, мультифрактальное поведение не было обнаружено на стадии перед разрывом образца. Эти результаты не согласуются с гипотезой о стохастизации пластических процессов, которая предполагает схлопывание мультифрактального спектра к тривиальному значению, $D(q) \equiv 1$. Возможное объяснение расширения МФ спектра с ростом пластической деформации связано с тенденцией к синхронизации дислокаций в условиях эффекта ПЛШ, которая может приводить к возникновению характерных масштабов и тем самым усиливать неоднородность. Таким образом, два конкурирующих фактора определяют эволюцию статистики и МФ спектров АЭ во время пластической деформации AlMg. С одной стороны деформационное упрочнение создаёт препятствия для движения мобильных дислокаций и должно ухудшать корреляции между ними. С другой стороны, это приводит к гомогенизации поля внутренних напряжений и, таким образом, способствует синхронизации дислокационных лавин. Кроме того, анализ временных интервалов разной длины дал подтверждение того, что один механизм корреляций может работать в широком диапазоне времён.

С помощью МФ анализа также была изучена структура отдельных собы-

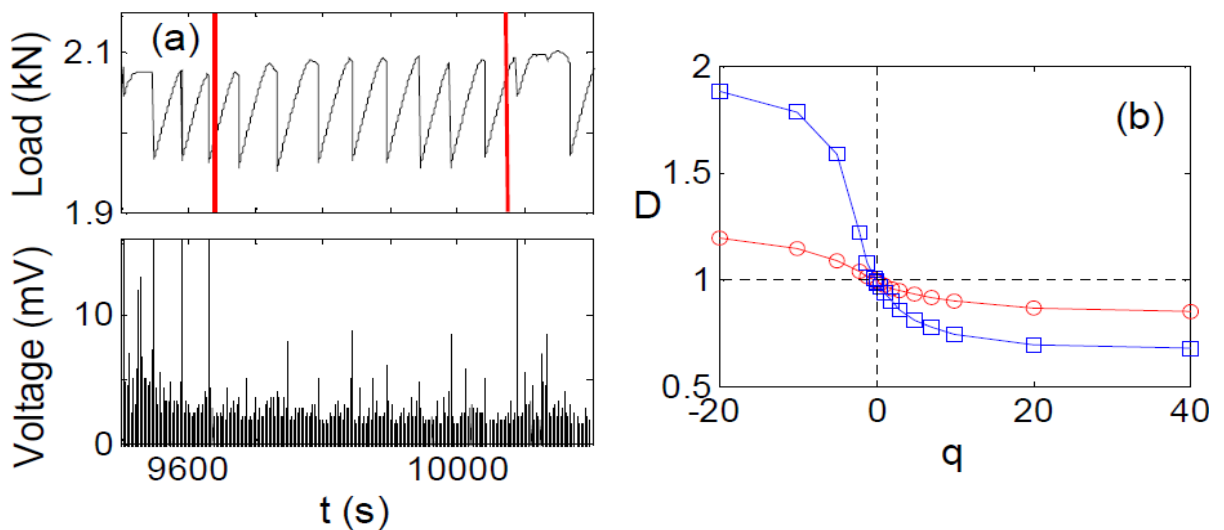


Рисунок 7. (a) Участок деформационной кривой и сопровождающий его сигнал АЭ. (b) МФ спектры для временных интервалов до (круги) и после (квадраты) начала скачкообразной деформации. Красные вертикальные линии обозначают анализируемый временной интервал.

тий большой длительности и плотной последовательности отдельных импульсов. В этих случаях сигнал демонстрирует мультифрактальный характер на микросекундном временном масштабе, что указывает на наличие короткодействующих временных корреляций между деформационными процессами.

Наблюдения корреляций между деформационными процессами в широком диапазоне временных масштабов согласуются с общепринятой концепцией, что корреляции возникают под действием полей внутренних напряжений в микроструктуре дислокаций.

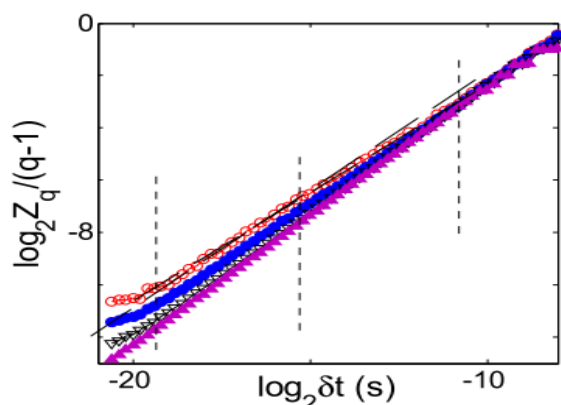


Рисунок 8. Частичные функции события АЭ большой длительности. Линии сверху вниз соответствуют $q = 10, 5, 1, 0$. Вертикальные линии соответствуют двум интервалам скейлинга.

Интересный результат, был найден для некоторых событий большой длительности. На первый взгляд, частичные функции (см. рис. 8), которые характеризуют структуру этих событий, демонстрируют линейное поведение в диапазоне δt , превышающем два порядка величины. Однако, МФ спектр имеет несколько резких изгибов, т.е. характер сигнала не является мультифрактальным. Более тщательный анализ частичных функций выявил переход от одного семейства наклонов к другому, оба семей-

ства дают гладкий спектр. Такое поведение мультифрактальных спектров может отражать наличие ещё одного механизмов корреляций действующего на малых временных масштабах. Например, корреляции могут возникать из-за двойного поперечного скольжения дислокаций [4].

В *пятой главе* с использованием метода МОИП изучены закономерности нестационарного движения доменных границ в процессе перемагничивания обменно-связанных АФМ/ФМ гетероструктур.

На рис. 9 представлена петля гистерезиса для образцов Co/IrMn, полученная с помощью метода МОИП, а также доменная структура возникающая в этих плёнках во время перемагничивания ФМ слоя. В случае плёнок Co/IrMn перемагничивание происходит через зарождение и последующий рост домена с противоположным значением намагниченности. Образец с толщиной ФМ слоя 4 нм иллюстрирует сильную асимметрию при зарождении и росте ФМ доменов в процессе перемагничивания. Нисходящая ветвь петли гистерезиса характеризуется формированием больших магнитных доменов с зигзагообразной границей, в тоже время как восходящая ветвь представляет более мелкие домены с достаточно длинными прямолинейными резкими границами. Сравнение средней амплитуды скачков намагниченности показывает, что они примерно в два раза больше во время увеличения абсолютного значения магнитного поля, что обусловлено. Это явление было отнесено к

асимметрией активности центров зарождения доменов и пиннинга доменных границ.

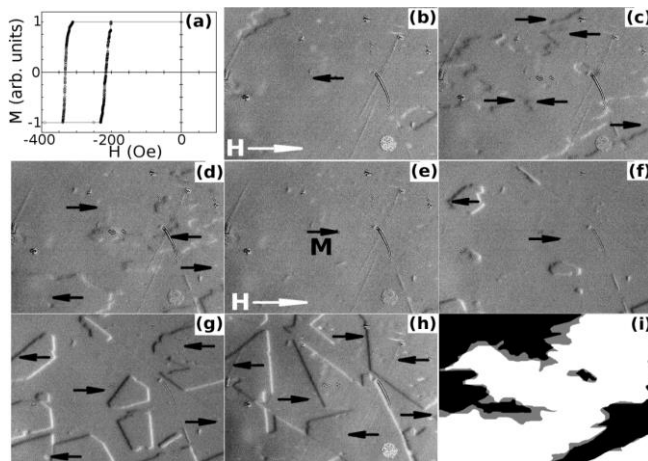


Рисунок 9. МОИП изображения доменной структуры, полученные во время перемагничивания Co(4нм)/IrMn образца. Черные стрелки указывают направление намагниченности в доменах. (a) – петля гистерезиса; $H = -322$ Э (b); -331 Э (c); -340 Э (d); -342 Э (e); -227 Э (f); -220 Э (g); -216 Э (h); (i) – черно-белое изображение рисунка (c), чёрный и белый цвет обозначают направление намагниченности в доменах, серым цветом обозначено увеличение чёрных доменов через 1с.

регулярной сетки доменов, эволюция которой обуславливает процесс перемагничивания.

Для проведения статистического анализа полученные петли гистерезиса численно дифференцировались. Пример зависимостей намагниченности и её производной от времени представлен на вставке рис. 10 (a). Из них следует, что перемагничивание происходит не непрерывно, а скачками. На рис. 10 представлены распределения этих скачков для нисходящей и восходящей ветвей петли гистерезиса. Во всех случаях степенное поведение хорошо определяется на более чем одном порядке величины размера скачка. Распределения отклоняются от степенной статистики на малых масштабах, наиболее вероятной причиной такого поведения является недостаточность разрешения магнитооптического метода. Важно отметить, что, не смотря на сильную асимметрию в среднем размере скачков намагниченности в образце Co(4 нм)/IrMn с различными центрами зарождения доменов и пиннинга ДГ на двух ветвях петли гистерезиса, наклон степенных зависимостей приблизительно одинаковый в пределах ошибки измерений, $\beta = 1.3 \pm 0.1$. Совпадение величин β во

В образце с толщиной слоя кобальта 10 нм зигзагообразные границы магнитных доменов наблюдались на обеих ветвях петли гистерезиса, а средний размер скачков был в несколько раз больше, чем в плёнке с толщиной кобальта 4 нм. Это различие объясняется тем, что в образцах с более тонким слоем Co ДГ ориентируются вдоль некоторых предпочтительных направлений. Наблюдаемая в этом образце асимметрия была менее выраженной, что обусловлено увеличением толщины ФМ слоя и, следовательно, уменьшением влияния антиферромагнетика IrMn на процесс перемагничивания.

Другой тип поведения наблюдался в образце NiFe/NiO. В этом случае, множество микродоменов одновременно возникает в разных местах плёнки, приводя к возникновению квази-

время перемагничивания вперед и обратно подтверждается данными для образца со слоем Co толщиной 10 нм. Однако, эти распределения имеют меньший наклон, $\beta = 1.1 \pm 0.1$, т.е., большую вероятность больших скачков. Вместе со средним размером скачков намагниченности в таких образцах, это наблюдение согласуется с предположением о влиянии толщины слоя Co на пиннинг ДГ.

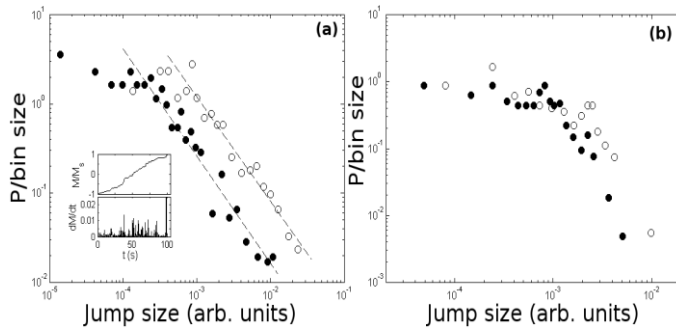


Рисунок 10. Функции плотностей вероятности скачков намагниченности в Co(4 нм)/IrMn (a) и NiFe/NiO (b) двухслойных плёнках. Светлые (тёмные) круги обозначают данные для восходящей (нисходящей) ветви. Вставка иллюстрирует зависимости намагниченности и её производной от времени для восходящей ветви в случае образца Co(4 нм)/IrMn.

Статистический анализ не выявил очевидных степенных зависимостей для двухслойных плёнок NiFe/NiO, как следует из Рис. 10 (b). Тем не менее, соответствующие гистограммы не являются Гауссовыми. Другими словами, даже в случае одновременного зарождения множества микродоменов некоторые корреляции присутствуют между ними, и процесс намагничивания не является случайным.

Результаты мультифрактального анализа (см. рис. 11 (a)) серий скачков намагниченности в образцах Co/IrMn и NiFe/IrMn согласуются со степенным статистическим поведением и являются свидетельством того, что динамика ДГ характеризуется временными корреляциями типичными для процессов каскадного типа. Кроме того, МФ спектры для нисходящей и восходящей ветвей петли гистерезиса достаточно

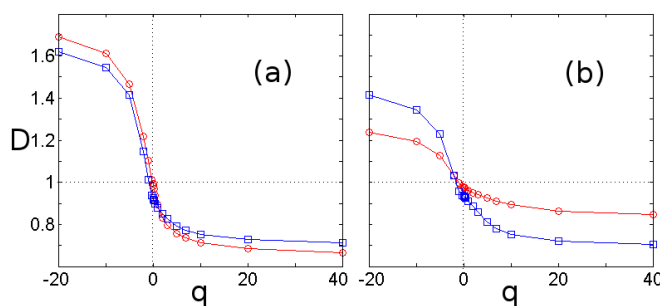


Рисунок 11. МФ спектры для восходящей (круги) и нисходящей (квадраты) ветвей петли гистерезиса для образцов Co(4 нм)/IrMn (a) и NiFe/NiO (b).

близко лежат друг к другу, таким образом, подтверждая результаты статистического анализа и указывая на одинаковую природу корреляций характеризующих оба процесса. В случае двухслойной плёнки NiFe/NiO, МФ анализ (см. рис. 11(a)) подтвердил вывод о неслучайном характере скачков намагниченности, следующим из их статистического анализа.

Во второй части главы рассмотрено влияние дислокаций на элементарные акты перемагничивания эпитаксиальной гетероструктуры NiFe/NiO/MgO(001). Характерной особенно-

стью перемагничивания этого образца из основного состояния является возникновение неоднородного черно-белого контраста вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ (слева на рис. 12(a)) в областях образца, замечаемых смещающимися доменными границами. Этот контраст сохранялся даже при увеличении отрицательного поля до значений, существенно превышающих поле насыщения образца, регистрируемого на петле гистерезиса (см. рис. 12(b)). При этом вдоль полос наблюдалось лишь ослабление этого контраста. При обратном перемагничивании в полностью перемагниченных областях неоднородные прямолинейные области с черно-белым контрастом отсутствовали (см. рис. 12(c)).

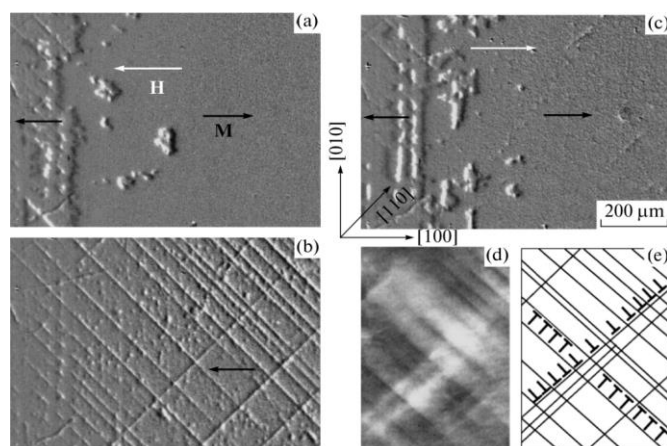


Рисунок 12. МО изображения участка образца после приложения полей $H = -58$ Э (a); -66 Э (b); $+9$ Э (c). (d)– Полученное с помощью метода фотоупругости распределение полей напряжений, наведенных краевыми дислокациями. (e) – Схема распределения краевых дислокаций.

контраст совпадает по направлению с распределением полей напряжений (см. рис. 12 (d)), которые создаются краевыми дислокациями в MgO, сгруппированными в плоскостях скольжения $\langle 110 \rangle$. Таким образом, из эксперимента следует, что появление МО контраста означает формирование квазиодномерных доменов. Эти домены локализованы вблизи дислокационных плоскостей скольжения с ориентацией M, отличной от ориентации в основной части ФМ-слоя с наведенной обменной анизотропией. Анализ перемагничивания данных доменов выявил, что намагниченность в них лежит под углом 90° к оси однонаправленной анизотропии в бездефектной части образца. Установлено, что анизотропия в данных областях также является однонаправленной, что, является результатом влияния краевых дислокаций на распределение спинов в антиферромагнетике.

В заключении сформулированы основные выводы по диссертации:

1. На примере сплавов AlMg и MgZr, деформация которых контролируется разными микроскопическими механизмами – дислокационным скольжением в AlMg и комбинацией скольжения и двойникования в MgZr, установлено, что статистическое распределение амплитуд АЭ, сопровождающей пластическое течение, в обоих случаях подчиняется степенному закону. Наблюдение такой масштабно-инвариантной статистики свидетельствует о лавинообразном

поведении, внутренне присущем деформационным процессам, схожим с явлением самоорганизующейся критичности.

2. Важным результатом статистического анализа является тот факт, что критерии, используемые для выделения отдельных событий АЭ, практически не влияют на наблюдаемую статистику амплитуд событий. Этот результат является общим и важен для изучения динамических систем различной природы, которые характеризуются лавинообразным поведением, т.к. он свидетельствует о слабом влиянии суперпозиции событий на статистические распределения.

3. Изучена структура АЭ во время гладкого и прерывистого течения сплава AlMg на различных временных масштабах. Выявлено, что АЭ состоит из отдельных импульсов, как во время скачков напряжения, так и во время гладкого течения. Амплитуды импульсов в обоих случаях лежат в одном и том же интервале значений.

4. Проведён комплексный – статистический, мультифрактальный и спектральный, анализ непрерывно записанных сигналов АЭ во время гладкой и прерывистой (эффект Портевена-Ле Шателье) деформации сплава AlMg. Установлено, что наклон степенных распределений амплитуд событий АЭ зависит от размера зерна и микроструктурных изменений, индуцированных деформацией и накоплением дислокаций. Эти результаты дают прямое доказательство важной роли локальных концентраций напряжения на границах зерен в коллективной динамике дислокаций. Также показано что, упрочнение за счёт роста концентрации дислокаций леса приводит к увеличению вероятности низко-амплитудных событий АЭ. Этот результат указывает на постепенное ослабление корреляций между дислокациями, т.е. стохастизации процессов пластической деформации.

5. С использованием мультифрактального анализа, количественно охарактеризованы корреляции между деформационными процессами на различных временных масштабах. Показано, что в условиях эффекта ПЛШ временные корреляции между пластическими процессами наблюдаются в широком диапазоне масштабов времён, приблизительно от ста миллисекунд до сотен секунд, и, наиболее вероятно, обусловлены распределением внутренних напряжений. Для некоторых сигналов АЭ обнаружено изменение наклонов масштабных («скейлинговых») зависимостей при изменении временного масштаба в микросекундном диапазоне. Это указывает на наличие ещё одного механизма корреляций на данном масштабе, например, передача пластической активности через двойное поперечное скольжение дислокаций.

6. Получен ряд доказательств того, что при невысоких скоростях деформации во время глубоких падений нагрузки возникает явление синхронизации движений дислокаций. Это явление приводит к возникновению характерного временного масштаба, соответствующего миллисекундному диапазону, а также к увеличению ширины мультифрактального спектра с ростом пластической деформации.

7. С использованием метода МОИП изучены закономерности нестационарного движения доменных границ в процессе перемагничивания обменно-связанных АФМ/ФМ гетероструктур. Применение статистических методов, развитых при исследовании механизмов движения и нелинейной динамики дислокаций в металлических сплавах, позволило впервые выявить влияние кристаллических дефектов в АФМ слое на динамические свойства доменных границ в ферромагнитном слое, обменно-связанном с антиферромагнетиком.

8. Показано, что нестационарная динамика ДГ в ФМ слое, обусловленная взаимодействием с дефектами в АФМ слое, не является стохастической в обменно-связанных гетероструктурах NiFe/NiO, NiFe/IrMn, Co/IrMn. В образцах NiFe/IrMn и Co/IrMn амплитуды скачков намагниченности отвечают степенным распределениям, что характерно для лавинообразных процессов. Не смотря на асимметрию в процессах зарождения и роста магнитных доменов на восходящей и нисходящей ветвях петли гистерезиса установлена одинаковая природа корреляций во время обоих процессов. Показано, что перемагничивание образцов NiFe/NiO происходило за счет зарождения большого числа случайно распределённых доменов и их последующего роста, в то время как перемагничивание гетероструктур Co/IrMn и NiFe/IrMn сопровождалось зарождением и последующим ростом одного домена. В этом случае также установлено наличие корреляций в структуре скачков намагниченности.

9. Установлено, что в тонкопленочной гетероструктуре NiFe/NiO краевые дислокации, сгруппированные вдоль плоскостей скольжения $\langle 110 \rangle$, создают поля напряжений влияющие на распределение спинов в антиферромагнитном слое. Это влияние приводит к возникновению вдоль этих плоскостей в ферромагнитном слое субдоменов с направлением намагниченности, отличающимся на 90° от направления намагниченности в доменах в бездефектной части образца.

Основные результаты опубликованы в следующих работах:

1. Lebyodkin M.A. On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow in dilute alloys / M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, T.A. Lebedkina, I.V. Shashkov // *Acta Materialia*, – 2012 – V.60 – P.844–850.
2. Shashkov I.V. Acoustic-emission study of intermittency of plastic flow during twinning and dislocation glide / Shashkov I.V., Lebyodkin M.A., Lebedkina T.A., Dobron P., Chmelik F., Kral R., Parfenenko K., Mathis K. // *Acta Physica Polonica A*, – 2012 – V.122 – P.430-434.
3. Lebyodkin M.A. On the similarity of plastic flow processes during smooth and jerky flow: statistical analysis / M.A. Lebyodkin, N.P. Kobelev, Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, V.S. Gornakov, T.A. Lebedkina, I.V. Shashkov // *Acta Materialia*, – 2012 – V.60 – P.3729-3740.

4. Shashkov I.V., Multiscale study of acoustic emission during smooth and jerky flow in an AlMg alloy, / I.V. Shashkov, M.A. Lebyodkin, T.A. Lebedkina // *Acta Materialia*, – 2012 – V.60 – P.6842-6850.
5. Горнаков В.С., Прямое экспериментальное изучение влияния дислокаций на перемагничивание квазидвумерного ферромагнетика с однонаправленной анизотропией / В.С. Горнаков, В.И. Никитенко, И.В. Шашков, М.А. Лебёдкин, Р.Д. Шулл // *Письма в ЖЭТФ*, – 2013 – Т.97 – С.319-325.
6. Lebyodkin M.A. Role of superposition of dislocation avalanches in the statistics of acoustic emission during plastic deformation / Lebyodkin M.A., Shashkov I.V., Lebedkina T.A., Mathis K., Dobron P., Chmelik F. // *Phys.Rev.E*, – 2013 – V.88 – P.042402.
7. Shashkov I.V. Statistical and multifractal properties of Barkhausen jumps in exchange-coupled antiferromagnetic/ferromagnetic bilayer / I.V. Shashkov, M.A. Lebyodkin, V. S. Gornakov // *Solid State Phenomena*, – 2014 – V.215768 – P.35-40.
8. Lebyodkin M.A. Multiscale analysis of acoustic emission during plastic flow of Al and Mg alloys: from microseconds to minute / M.A. Lebyodkin, I.V. Shashkov, T.A. Lebedkina, V.S. Gornakov // *Material Science Forum*, – 2014 – V.768 – P.204-209.

Цитируемая литература

1. Николис Г. Самоорганизация в неравновесных системах: От диссипативных структур к упорядоченности через флуктуации / Г. Николис, И. Пригожин – М.: Мир, 1979.
2. Хакен Г. Синергетика. / Г. Хакен – М.: Мир, 1980.
3. Bertotti G. Hysteresis in magnetism / G. Bertotti – Boston: Academic Press, 1998.
4. Chevy J. Characterizing short-range vs. long-range spatial correlations in dislocation distributions / J. Chevy, C. Fressengeas, M. Lebyodkin, V. Taupin, P. Bastie, P. Duval // *Acta Mater.* – 2010. – V. 58 – № 5 – P.1837–1849
5. Halsey T. Fractal measures and their singularities: The characterization of strange sets / T. Halsey, M. Jensen, L. Kadanoff, I. Procaccia, B. Shraiman // *Phys. Rev. A* – 1986. – V. 33 – № 2 – P.1141–1151.
6. Kubin L.P. Collective behaviour of dislocations in plasticity / L.P. Kubin, C. Fressengeas, Ananta // *Dislocations in Solids*, ed. F.R.N. Nabarro, M.S. Duesbery. Elsevier, 2002. – P.101–192.
7. Lebyodkin M.A. Multifractal analysis of unstable plastic flow / M. A. Lebyodkin, T. A. Lebedkina, A. Jacques – NY: Nova Science, 2009.
8. Strogatz S.H. From Kuramoto to Crawford: exploring the onset of synchronization in populations of coupled oscillators / S. H. Strogatz // *Phys. D Nonlinear Phenom.* – 2000. – V. 143 – № 1-4 – P.1–20.