

CÂMARA PARA APLICAÇÃO DE PRESSÃO UNIAXIAL A  
BAIXAS TEMPERATURAS

Maria Lucia Netto Grillo,  
Instituto de Física, UERJ  
Rua S. Francisco Xavier 524, 20550  
Rio de Janeiro - RJ

L.C.Scavarda do Carmo, A.Prieto Picon  
Departamento de Física, PUC/RJ  
C.P.38071, 22452, Rio de Janeiro - RJ

Construiu-se um sistema de alinhamento de domínios em cristais que apresentam fase ferroelástica a baixas temperaturas por meio de pressão uniaxial, permitindo a análise de modos nodomínios por técnicas óticas e RPE. O sistema permite a formação de defeitos por irradiação com raios-X até a temperatura de 77K.

Criogenia, ferroelasticidade, pressão

1) INTRODUÇÃO

Um cristal é dito ferroelástico se apresentar: a) dois ou mais estados (orientações) coexistentes na ausência de tensão mecânica externa e b) se estes estados puderem ser transformados em outros pela aplicação de tensão mecânica que provoque leves movimentos dos átomos (1). Esses estados são chamados domínios elásticos e são semelhantes aos domínios elétricos e magnéticos e são muitas vezes encontrados nas fases de cristalização de baixas temperaturas em cristais simples. A transformação de um domínio para outro é irreversível, isto é, permanece mesmo que a pressão uniaxial seja retirada (analogamente a uma estrutura ferroelétrica sob um campo elétrico). Esta transformação é independente da temperatura (nos limites da fase ferroelástica do cristal), está relacionada com mudanças nas dimensões macroscópicas cristalinas (2) e pode ser representada por uma certa operação de um grupo de rota

ções (incluindo a inversão). Em geral há mais de uma operação que pode representar a transformação de um domínio em outro.

Construiu-se uma câmara de pressão uniaxial que permite o estudo de domínios individuais em cristais que são ferroselásticos a baixas temperaturas e que de outra forma apresentariam uma estrutura de multidomínios. Isto permite estudar impurezas, centros de cor e defeitos, por exemplo resultantes de danos de radiação, utilizando-se as técnicas de RPE, absorção e emissão óticas, antes e depois da aplicação de tensão uniaxial. Resultados obtidos por RPE mostraram alinhamento efetivo.

A pressão uniaxial aplicada a um cristal age como uma perturbação externa, analogamente à aplicação de um campo magnético que é uma perturbação representada pela interação Zeeman.

A aplicação da pressão uniaxial muitas vezes levanta degenerescências e é de interesse para o estudo feito com pressão uniaxial saber o nº de componentes desdobradas bem como a intensidade das mesmas e a variação de energia sofrida por componente. É importante também saber a simetria do tensor pressão uniaxial aplicado e dos poços de potencial associados à reorientação molecular.

No caso mais comum, o desdobramento provém do fato de o defeito ser anisotrópico e de suas orientações serem equivalentes apenas antes da aplicação da pressão uniaxial.

Para calcular o efeito da pressão uniaxial aplicada, nas propriedades do cristal, precisamos saber a forma da hamiltoniana da pressão correspondente. Considerando a rede como osciladores harmônicos com coordenadas  $Q_i$ , esta hamiltoniana pode ser escrita como:

$$H_p = \sum_i F_i Q_i$$

onde  $F_i$  é a componente da força constante aplicada em cada oscilador (3).

O efeito da pressão uniaxial é tirar da posição de equilíbrio cada oscilador. A perturbação nos estados do centro é

feita através da interação elétron-rede.

A pressão uniaxial pode ser representada por um tensor  $\sigma$  com componentes  $\sigma_{ij} = n_i n_j p$ , onde  $n_i$  e  $n_j$  são os cossenos diretores entre os eixos  $i$  e  $j$  e a direção da pressão cuja intensidade é representada por  $p$  (4). Este tensor é simétrico e possui 6 componentes independentes (5).

Por exemplo, em um cristal cúbico de simetria  $O_h$ , se a pressão aplicada for na direção  $\langle 100 \rangle$ , as componentes presentes são as da representação  $E_g$ , enquanto que se a pressão for na direção  $\langle 110 \rangle$  as componentes são  $E_g$  e  $T_{2g}$  (simetrias tetragonal e trigonal respectivamente).

## 2) DESCRIÇÃO DA CÂMARA

A figura 1 apresenta um esquema geral da montagem para aplicação da pressão uniaxial. No tubo, à direita, coloca-se uma conexão para a aplicação da pressão através do uso de nitrogênio pressurizado. O cristal pode ser visto na extremidade inferior do criostato. Este sistema é compatível com um sistema previamente projetado que utilizava o mesmo tipo de criostato e também possuía sistema de trocas (6).

A tampa, com orifício para a entrada do criostato, é mostrada na figura 2. Esta tampa é móvel, podendo girar sobre um "o'ring".

A parte inferior da câmara contém 3 terminações para serem usadas em RPE, ótica e raios-X. A vista de baixo da câmara é mostrada na figura 3.

O êmbolo usado para pressionar o cristal faz parte de um sistema hidráulico. A peça de aplicação da pressão é mostrada na figura 4.

Na figura 5 pode ser vista a montagem da câmara em detalhes, com o tubo de quartzo (terminação de RPE), diodo para medidas de temperatura e sistema hidráulico.

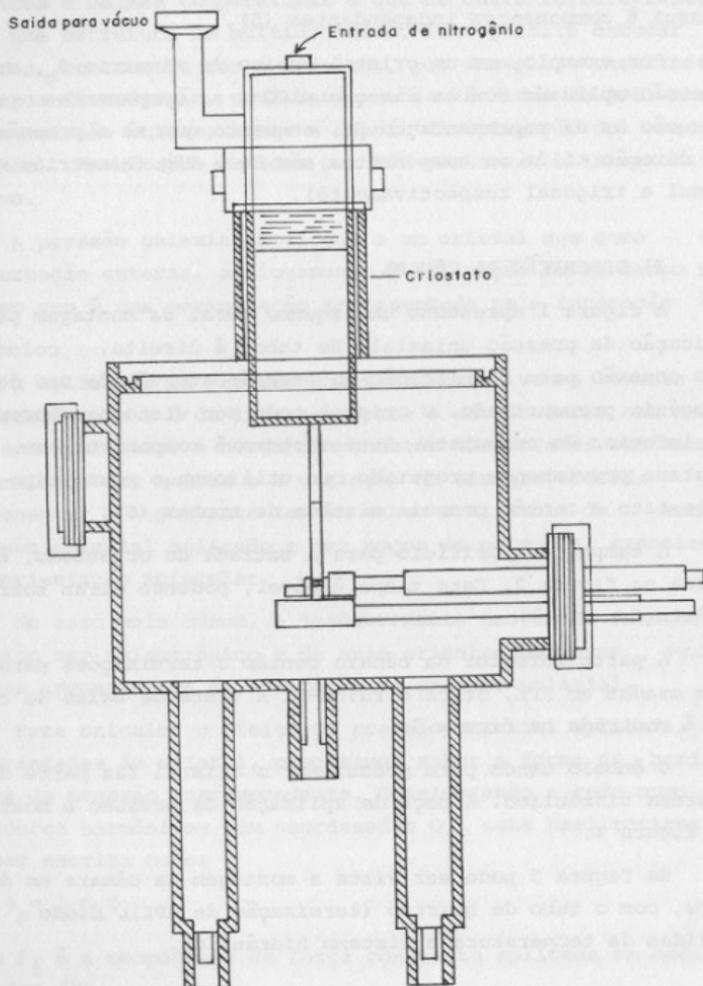


Fig.1— Câmara com criostato

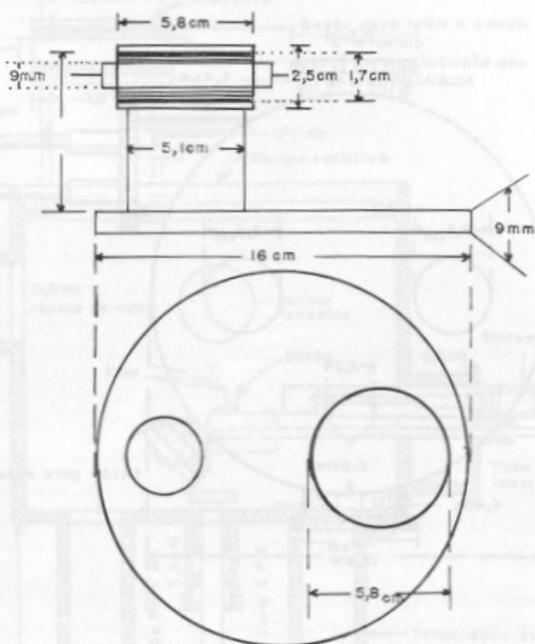


Fig. 4 - Tampa da câmara

Fig. 5 - Câmara para teste de compressão e aplicação de pressão externa e interna sobre o espécime

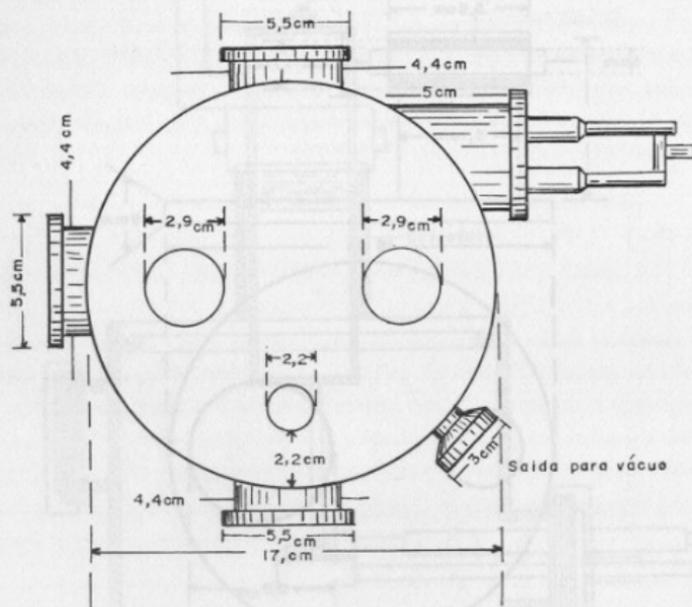


Fig.- 3 — Vista de baixo da câmara

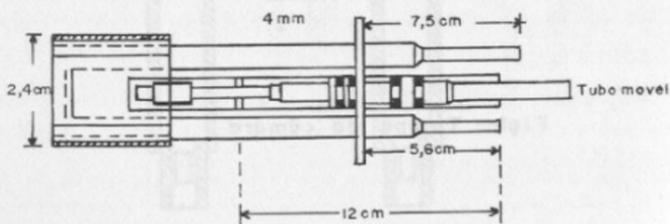


Fig. 4— Peça para aplicação da pressão

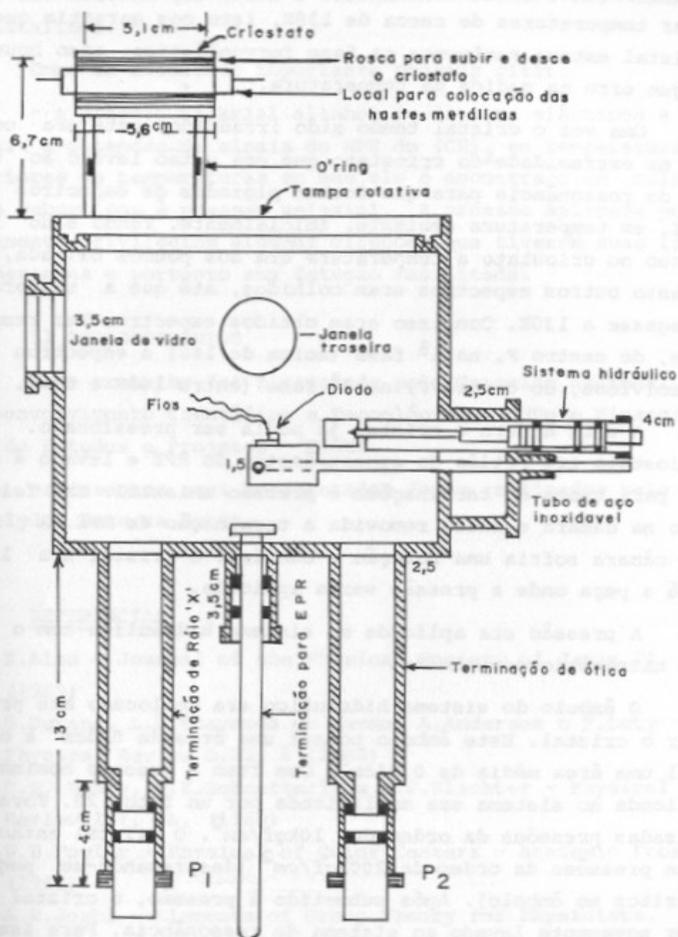


Fig. 5— Câmara para troca de terminações e aplicação de pressão uniaxial a baixas temperaturas

## 3) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A aplicação da pressão uniaxial foi feita em cristais de KCN irradiados com raios-X e sempre feita na faixa de temperatura entre 168K e 83K, onde o cristal apresenta um comportamento ferroelástico, após a 1ª transição de fase. Preferiu-se usar temperaturas de cerca de 130K, isto nos garantia que o cristal estava realmente na fase ferroelástica, caso houvesse algum erro na medida da temperatura.

Uma vez o cristal tendo sido irradiado, este era colocado na extremidade do criostato que era então levado ao sistema de ressonância para que fossem plotados os espectros de RPE, em temperatura ambiente, inicialmente. Tendo sido feito vácuo no criostato a temperatura era aos poucos baixada, enquanto outros espectros eram colhidos, até que a temperatura chegasse a 130K. Com isso eram obtidos espectros bem resolvidos, do centro F, na 1ª fase (acima de 168) e espectros não resolvidos, do centro F, na 2ª fase (entre 168K e 83K).

A esta altura o cristal já podia ser pressionado. O criostato era retirado do espectrômetro de RPE e levado à câmara para troca de terminações e pressão uniaxial. Era feito vácuo na câmara e então removida a terminação de RPE. A tampa da câmara sofria uma rotação e com isso o cristal era levado até a peça onde a pressão seria aplicada.

A pressão era aplicada no sistema hidráulico com o uso de nitrogênio comprimido.

O êmbolo do sistema hidráulico era deslocado até pressionar o cristal. Este êmbolo possui uma área de  $0,8\text{cm}^2$  e o cristal uma área média de  $0,04\text{cm}^2$ . Com isso a pressão nominal aplicada no sistema era amplificada por um fator 20. Foram utilizadas pressões da ordem de  $10\text{kgf/cm}^2$ . O cristal então recebia pressões da ordem de  $200\text{kgf/cm}^2$  (desprezando-se pequenos atritos no êmbolo). Após submetido à pressão, o cristal podia ser novamente levado ao sistema de ressonância. Para isso a tampa da câmara era novamente girada até que o cristal ficasse exatamente sobre a terminação de RPE, que era novamente colocada no criostato.

#### 4) RESULTADOS E CONCLUSÕES

Os resultados são obtidos através da comparação dos espectros de RPE antes e depois da aplicação da pressão uniaxial. Através deles pudemos observar diferenças importantes que nos mostram que houve o alinhamento efetivo dos domínios cristalinos.

Como um resultado importante podemos citar:

- a pressão uniaxial alinhou os dipolos elásticos e permitiu a obtenção de sinais de RPE do  $(CN)_2$  em temperaturas superiores às temperaturas em que ele é encontrado em cristais não submetidos à pressão uniaxial. A pressão aplicada possivelmente privilegiou algumas direções que tiveram suas linhas aumentadas e portanto sua detecção facilitada.

#### 5) AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq e Financiadora de Estudos e Projetos - FINEP.

Os desenhos aqui apresentados foram realizados pelo Sr. Euclides Bezerra Netto.

#### REFERÊNCIAS

1. K.Aizu - Journal of the Physical Society of Japan 27, 2 (1969)
2. D.Durand, L.C.Scavarda do Carmo, A.Anderson e F.Luty - Physical Review B, 22, 8 (1980)
3. C.H. Henry, S.E.Schnatterly e C.P.Slichter - Physical Review 137, 2A, (1965)
4. W.B.Fowler - Physical of Color Centers - Academic Press (1968)
5. A.W.Joshi - Elements of Group Theory for Physicists. Wiley Eastern Limited - (1978)
6. J.P.von der Weid - Rev. Bras. Fis. 6, 1 (1976)