

АНОМАЛИИ БАРИЧЕСКИХ И ТЕМПЕРАТУРНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК ЛЬДА ПРИ ТВЕРДОФАЗНОЙ АМОРФИЗАЦИИ И ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ В АМОРФНОМ СОСТОЯНИИ

Е. Л. Громницкая, О. В. Стальгорова, В. В. Бражкин

Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина
Российской академии наук
142092, Троицк, Московская обл., Россия

Поступила в редакцию 29 октября 1996 г.

Впервые при температуре 77 К определены барические зависимости упругих характеристик льда до давлений 1.7 ГПа, а также особенности в их изменении, связанные с фазовым превращением гексагонального льда Ih в аморфный лед высокой плотности hda . Экспериментально получено подтверждение упругой неустойчивости решетки льда перед твердофазной аморфизацией. Также впервые наблюдалась упругая нестабильность при переходе из одного аморфного состояния в другое аморфное, что имело место при отогреве льда hda при $p = 0.05$ ГПа от $T = 77$ К

1. ВВЕДЕНИЕ

Известно, что вода является не только широко распространенным на Земле и в мировом пространстве веществом, но и интереснейшим объектом для научных исследований, имеющих практическое применение. Фазовая диаграмма воды, изучавшаяся при переменных температурах T и давлениях p , которые в значительной степени соответствуют реально существующим на планетах солнечной системы условиям, демонстрирует более десяти кристаллических модификаций льда, обладающих различными физическими свойствами, и является предметом многочисленных, но далеко не полных исследований [1–16].

Кроме того, обнаруженное не так давно фазовое превращение гексагонального льда Ih (фазы атмосферного давления) в аморфный лед высокой плотности (hda) и переход льда из hda в аморфный лед низкой плотности (lda) представляют интерес с точки зрения изучения явления твердофазной аморфизации и переходов из одного аморфного состояния в другое. Установлено [1, 2], что при $T = 77$ К под воздействием высокого давления происходит превращение $Ih-hda$ при $p \approx 1.1$ ГПа, причем при снятии давления фаза hda сохраняется. Отогрев льда hda при атмосферном давлении вызывает последовательно переходы, как показано методами рентгеновской дифракции, $hda-l da$ при $T \approx 120$ К, затем $lda-Ic$ (кубическая модификация) при $T \approx 140-145$ К и, наконец, $Ic-Ih$ при $T \approx 160$ К [1–4, 6, 8].

Явлению твердофазной аморфизации под давлением посвящено более сотни публикаций, имеются достаточно полные обзоры (например, [5, 17]). В то же время механизм данного явления остается во многом неясным. Наиболее популярной концепцией, объясняющей феномен твердофазной аморфизации, в настоящее время является модель «упругой неустойчивости» кристаллической решетки при определенных p и T .

Смягчение упругих характеристик перед аморфизацией, возникающей под воздействием облучения, при пересыщении твердых растворов или полученной другими методами, ранее наблюдалось многократно [18, 19]. Однако экспериментальных исследований упругих свойств решетки при твердофазной аморфизации под влиянием давления до недавнего времени не было.

Что касается превращений в аморфном состоянии, то к настоящему времени достаточно надежно установлены факты «полиморфизма» под давлением между аморфными модификациями, а также экспериментально исследованы структура, оптические свойства и объемные характеристики H_2O , GeO_2 , SiO_2 при переходах в аморфном состоянии [1–5, 20–23]. Однако разработка микроскопической теории превращений в аморфном состоянии требует дополнительной экспериментальной информации.

Переходы во льду $1h-hda$ и $hda-lda$ происходят в экспериментально доступном диапазоне давлений и температур, что делает лед чрезвычайно привлекательным модельным объектом для проверки различных концепций твердофазной аморфизации и переходов в аморфном состоянии. Изучение упругих свойств как кристаллических, так и аморфных модификаций льда, а также исследование их особенностей при твердофазной аморфизации и при переходах в аморфном состоянии внесло бы большой вклад в решение указанных проблем. Однако соответствующих экспериментальных работ имеется не так много [10–16]. Ранее упругие свойства льда $1h$ были исследованы методом бриллюэновского рассеяния под давлением до 0.28 ГПа при $T = 237.5$ К [10] и в ультразвуковых измерениях до $p = 0.7$ ГПа при $T = 248$ К [11]. Недавние исследования методом бриллюэновского рассеяния позволили определить модули упругости монокристаллов льдов VI, VII при комнатной температуре и III при $T = 253$ К [13–16]. В работе [12] нами впервые было представлено экспериментальное подтверждение «упругой неустойчивости» кристаллической структуры льда $1h$ перед переходом в аморфное состояние под воздействием высокого давления при $T = 77$ К.

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Настоящая работа более полно представляет и уточняет результаты исследований упругих свойств льда импульсным ультразвуковым методом, начатые ранее в [12]. Впервые получены p - T -зависимости скоростей распространения продольных и поперечных ультразвуковых волн для льда в диапазоне давлений от нуля до 1.7 ГПа и температуре $T = 77$ К, а также в режиме естественного отогрева от $T = 77$ К до $T = 180$ К при постоянном давлении $p = 0.05$ ГПа. Установлены и исследованы особенности поведения упругих свойств льда при переходах $1h-hda$, $hda-lda$, $lda-1c$.

В данной работе использовался ультразвуковой пьезометр для исследований при низких температурах, описанный в [24]. Образцы льда изготавливались из дистиллированной воды путем быстрого охлаждения в целях получения однородного поликристалла. После изготовления образцы в форме цилиндров высотой 8–10 мм и диаметром ≈ 17 мм в тонкостенных (≈ 0.04 мм) свинцовых оболочках помещались в ячейку высокого давления и по торцам изолировались от пуансонов тонкой медной фольгой (0.02 мм). В ходе эксперимента изменения времен пробега продольных — $\Delta t_l(p)$ либо $\Delta t_l(T)$ — и поперечных — $\Delta t_t(p)$ либо $\Delta t_t(T)$ — ультразвуковых волн определялись методом визуального наложения сигналов [25]. В качестве пьезодатчиков использовались кварцевые пластины x - и y -срезов с несущей частотой 5 или 3 МГц соответственно.

Изменение высоты образца — $\Delta l(p)$ либо $\Delta l(T)$ — определялось с помощью микронных индикаторов часового типа, вынесенных из зоны низких температур.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ОБСУЖДЕНИЯ

3.1. Измерения при $T = \text{const} = 77 \text{ К}$

Измерения при температуре $T = 77 \text{ К}$ проводились в режиме полного погружения блока высокого давления в емкость с жидким азотом. Температура в рабочем объеме измерялась с помощью четырех медь-константановых термопар, установленных в непосредственной близости от образца. Давление в камере определялось по усилию пресса и коэффициенту мультипликации с учетом деформации канала пьезометра с давлением и температурой. Достаточная точность такого способа измерения давления показана при определении давления фазового превращения в цезии CsI–CsII: $p = (2.25 \pm 0.02) \text{ ГПа}$ [26].

Измерение барических зависимостей $\Delta t_l(p)$, $\Delta t_t(p)$, $\Delta l(p)$ проводилось в интервале давлений от нуля до 1.7 ГПа при повышении и снятии давления после стабилизации температуры $T = 77 \text{ К}$ во всех точках ультразвукового пьезометра. Из полученных зависимостей были рассчитаны скорости продольных, $v_l(p)$, и поперечных, $v_t(p)$, ультразвуковых волн, что позволило определить сжатие $x = V(p)/V_0$ льда, адиабатический модуль объемной упругости $K_S(p)$, модуль сдвига $G(p)$, модуль Юнга $E(p)$ и коэффициент Пуассона $\sigma(p)$, которые представлены на рис. 1, 2. В расчетах были использованы результаты пяти экспериментов по определению $v_l(p)$ и четырех — по $v_t(p)$. При расчетах учитывались поправки на трение в канале пьезометра, а также на деформацию камеры с давлением и температурой, которые определялись в отдельных экспериментах.

Картину изменения свойств льда в исследуемом диапазоне давлений можно разбить на несколько участков. При росте давления от нуля до 1.1 ГПа полученные зависимости характеризуют гексагональную фазу льда Ih , затем от 1.1 ГПа до 1.4 ГПа — фазовое превращение гексагонального льда Ih в аморфную фазу льда высокой плотности hda , далее при подъеме давления от 1.4 ГПа до 1.7 ГПа и затем при снятии давления лед hda сохраняет свое метастабильное состояние.

Сжатие гексагонального льда Ih вызывает увеличение его плотности к началу перехода приблизительно на 10%, при этом модуль объемной упругости $K_S(p)$ возрастает с давлением нелинейно. При приближении к переходу в аморфное состояние ($p \sim 1.0 \text{ ГПа}$) рост модуля $K_S(p)$ замедляется, так что производная по давлению $\partial K_S(p)/\partial p$ уменьшается в 1.5 раза по сравнению с исходной. Такое поведение $K_S(p)$ может быть объяснено увеличением отрицательного вклада модуля упругости $c_{13}(p)$ [27]:

$$K_S^2 = \frac{[c_{33}(c_{11} + c_{12}) - 2c_{13}^2] [2(c_{11} + c_{12}) + c_{33} + 4c_{13}]}{9(c_{11} + c_{12} + 2c_{33} - 4c_{13})},$$

который, согласно [10], с давлением возрастает быстрее, чем остальные модули упругости c_{ij} .

Наиболее интересным явлением, предворяющим аморфизацию льда Ih , следует считать уменьшение с давлением скорости поперечных ультразвуковых волн $v_t(p)$ и, соответственно, модуля сдвига $G(p)$. Такой характер изменения сдвиговых характеристик указывает на потерю устойчивости кристаллической решетки за счет «смягчения»

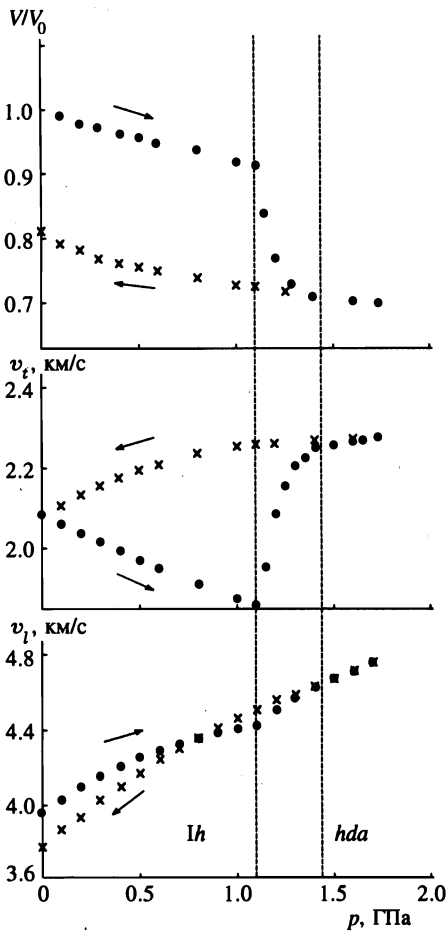


Рис. 1. Твердофазная аморфизация льда, переход Ih-hda. Барические зависимости при $T = \text{const} = 77$ К сжатия V/V_0 , скоростей продольных v_l и поперечных v_t ультразвуковых волн при повышении (●) и снятии (×) давления; v_l ($p = 0, T = 77$ К) и v_t ($p = 0, T = 77$ К) по данным [9–11]

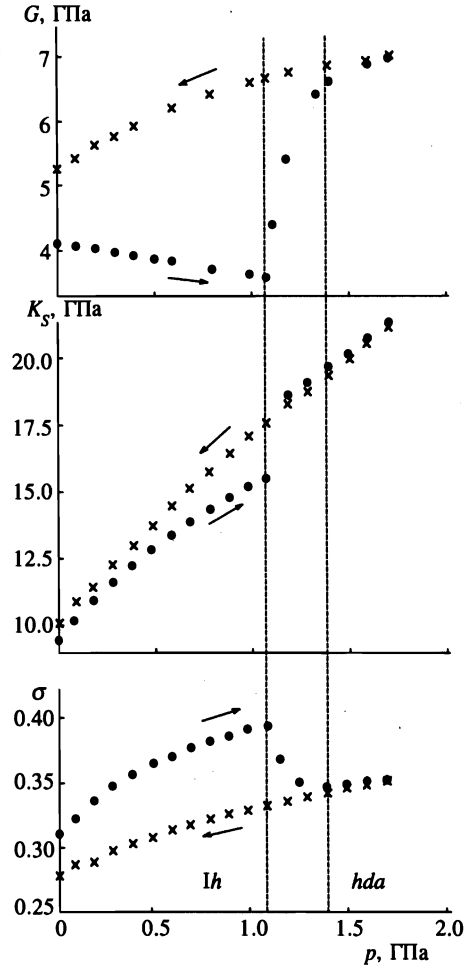


Рис. 2. Твердофазная аморфизация льда, переход Ih-hda. Барические зависимости при $T = \text{const} = 77$ К адиабатического модуля объемной упругости K_S , модуля сдвига G и коэффициента Пуассона σ при повышении (●) и снятии (×) давления

одной из сдвиговых мод (TA_1), что более подробно обсуждалось в [12]. Сильное увеличение с давлением коэффициента Пуассона (27%) свидетельствует об уменьшении степени ковалентности связей или же, другими словами, об уменьшении жесткости связей в некоторых кристаллографических направлениях в гексагональной структуре льда (Ih).

В ряде случаев процесс сжатия льда Ih сопровождался резким сухим треском, что может быть вызвано «простреливанием, проскальзыванием» соответствующих плоскостей, в которых накапливаются микродефекты, определяющие уменьшение сопротивления сдвигу. В [28] отмечалось, что механическое сопротивление сдвигу для льда Ih

уменьшается с давлением, а экстраполяция его барической зависимости к нулю приводит к значению давления 1.0–1.5 ГПа, что хорошо согласуется со значением давления перехода $Ih-hda$. Таким образом, поведение льда под давлением при низких температурах дает яркий пример связи смягчения упругих констант, определяемых межатоомным взаимодействием на микроскопическом уровне, и соответствующего спада макроскопических механических характеристик.

Фазовый переход $Ih-hda$ регистрировался по сильным изменениям всех измеряемых параметров ($\Delta t_l/t_0 = 19.0\%$, $\Delta t_t/t_0 = 38.0\%$, $\Delta l/l_0 = 20.0 \pm 0.5\%$), которые происходили особенно интенсивно при давлении $p \approx 1.1 \pm 0.1$ ГПа, а к $p = 1.4$ ГПа этот переход можно считать в основном завершившимся. Значение давления $p \approx 1.1 \pm 0.1$ ГПа принималось нами за давление фазового перехода $Ih-hda$, что хорошо согласуется с данными из работ других авторов [1–4, 6, 8].

Сильное увеличение плотности ($\approx 20.0 \pm 0.5\%$) при переходе $Ih-hda$, измеренное в данной работе, практически совпадает с величиной скачка, определенной в работах [2, 4, 6, 8]. Как уже отмечалось в [12], скорость поперечных ультразвуковых волн $v_t(p)$ значительно возрастает (19%), тогда как скорость продольных ультразвуковых волн увеличивается при переходе всего на 2%. Рост адиабатического модуля объемной упругости (26.0%), модуля сдвига (70.0%) и уменьшение коэффициента Пуассона (16.0%) свидетельствуют об усилении жесткости связей при переходе льда Ih в hda -фазу.

Барические зависимости упругих характеристик при повышении давления от 1.4 ГПа до 1.7 ГПа и последующем полном снятии нагрузки совпадают и не показывают каких-либо аномалий (рис. 1, 2), из чего следует, что аморфный лед высокой плотности сохраняется в метастабильном состоянии вплоть до атмосферного давления. Отметим, что аморфный лед высокой плотности и лед Ih имеют весьма близкие зависимости от давления, характеризующие способность вещества реагировать на объемные деформации под давлением ($v_t(p)$, $K_S(p)$). Из поведения под давлением сдвиговых упругих характеристик $v_t(p)$, $G(p)$, а также коэффициента Пуассона следует, что лед hda обладает большей жесткостью и большей степенью ковалентности, нежели гексагональный лед Ih .

Абсолютные значения модулей $K_S(p)$ и $G(p)$ аморфного льда hda заметно превышают соответствующие значения для кристаллических льдов Ih , II, III, V, экстраполированных к нашим p - T -условиям, и уступают на 10–30% значениям модулей льда VI, VII, VIII [11, 13–15]. Как правило [29–32], аморфная фаза имеет значения $K_S(p)$ на 5–30% и $G(p)$ на 15–50% меньше, чем соответствующие кристаллические прототипы. В [33, 34] на основании полученных экспериментальных данных о структуре и спектрах колебаний был сделан вывод о близости структур ближнего порядка hda -льда и кристаллических модификаций VI и VII. Значения упругих модулей, полученные в нашей работе, также подтверждают этот вывод.

3.2. Измерения при $p = \text{const} = 0.05$ ГПа

Исследование последовательности фазовых превращений льда $hda-lda-Ic$ было проведено в условиях отогрева при фиксированном давлении $p = 0.05$ ГПа. Скорость отогрева составляла ≈ 0.8 град/мин в интервале температур 77 К–110 К и 0.5 град/мин в интервале 110–200 К. Характеристики отогрева и использование однотипных камер высокого давления показывают, что условия эксперимента Мишимы [1–4] практически совпадают с нашими.

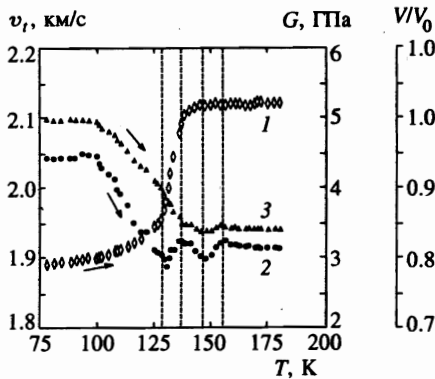


Рис. 3. Фазовое превращение аморфного льда высокой плотности в аморфный лед низкой плотности (*hda-lda*). Температурные зависимости при $p = \text{const} = 0.05$ ГПа сжатия V/V_0 (1), скорости поперечных ультразвуковых волн v_t (2) и модуля сдвига G (3)

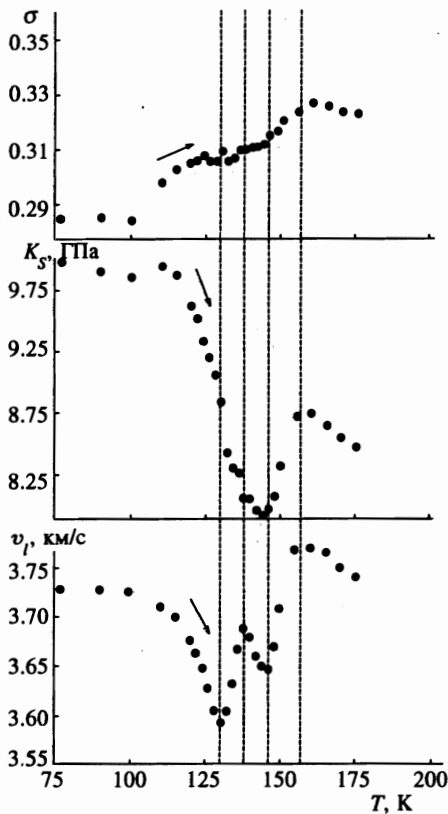


Рис. 4. Фазовое превращение аморфного льда высокой плотности в аморфный лед низкой плотности (*hda-lda*). Температурные зависимости при $p = \text{const} = 0.05$ ГПа скорости продольных ультразвуковых волн v_l , адиабатического модуля объемной упругости K_s и коэффициента Пуассона σ

Температурные зависимости скоростей ультразвука v_l и v_t (рис. 3, 4) при отогреве льда, впервые измеренные в данной работе, показали особенности, связанные с фазовыми переходами льда в интервале температур 77–180 К. Было проведено по три эксперимента по определению $v_l(T)$ и $v_t(T)$. Следует отметить высокую чувствительность ультразвукового метода исследования переходов между разупорядоченными состояниями и при кристаллизации аморфной фазы. Аномалии, связанные с этими перехода-

ми, проявились в виде экстремумов зависимостей $v_l(T)$, $v_t(T)$. По расположению этих аномалий можно выделить участки, соответствующие, как мы полагаем согласно [1–4], различным стадиям фазовых превращений: участок существования аморфного льда высокой плотности hda (77–130 К), область его перехода в аморфный лед низкой плотности lda (130–140 К), узкий участок метастабильного существования льда lda (140–148 К) и кристаллизация льда lda в лед Ic (кубическая модификация) при $T \approx 148$ –157 К.

Значительный интерес представляет явление перехода из одного аморфного состояния (hda) в другое, также аморфное состояние (lda), которые различаются между собой по плотности приблизительно на 20%. Интенсивное увеличение объема $V(T)/V_0$ на участке 130–140 К и минимумы температурных зависимостей $v_l(T)$ и $v_t(T)$ при $T = 130$ К логично связать с переходом hda – lda . Предшествующие этому необычно сильное уменьшение величин $v_l(T)$, $v_t(T)$ и характер изменения $V(T)/V_0$ при $T = 110$ –130 К указывают на смягчение аморфной сетки льда перед переходом из одного аморфного состояния в другое аморфное состояние, что также наблюдалось впервые. Аномальны также сильный спад зависимостей $K_S(T)$ и $G(T)$ в преддверии перехода hda – lda , который начинается после $T = 100$ К, и ускорение роста производных $\partial v_t(T)/\partial T$, $\partial K_S(T)/\partial T$, $\partial G(T)/\partial T$ при приближении к температуре $T = 130$ К.

Заметим, что сильное смягчение модулей в фазе hda при нагреве от 100 К до 130 К (25% для $G(T)$ и 11% для $K_S(T)$) не может быть объяснено обычной температурной зависимостью из-за теплового расширения, поскольку характерные изменения величин $G(T)$ и $K_S(T)$ с температурой для различных кристаллических модификаций льда составляют около 0.1–0.2% на градус. Таким образом, сильный спад модулей также, по-видимому, связан с аномальным смягчением аморфной сетки перед превращением hda – lda .

Максимумы на зависимостях $v_l(T)$ и $v_t(T)$ при $T = 140$ К и завершение объемных эффектов к этому моменту естественно связать с окончанием перехода hda – lda , а экспериментальные зависимости упругих характеристик при $T = 140$ –148 К полагать характеризующими свойства фазы льда lda (температурный интервал согласуется с данными Мишима [2–4]). Заметим, что модули $K_S(T)$, $G(T)$ для аморфной фазы льда lda уступают по величине на 5–10% соответствующим значениям для льдов Ic и Ih (рис. 3, 4). Это является дополнительным свидетельством того, что структура ближнего порядка аморфного льда lda , по-видимому, базируется на структуре льда Ic или Ih.

Как установлено в [2], плотности аморфного льда lda , льда кубической модификации Ic и гексагонального льда Ih в исследуемой p – T -области очень близки между собой, поэтому зависимость $V(T)/V_0$ не имеет особенностей при $T > 145$ К. Однако на экспериментальных зависимостях $v_l(T)$, $v_t(T)$ имеются экстремумы при $T = 148$ К и $T = 157$ К, которые, очевидно, отражают аномалии, наблюдаемые в веществе при фазовом переходе lda –Ic ($T = 148$ –157 К). Как уже отмечалось, переход из аморфной фазы в кристаллическую происходит при заметном увеличении адиабатического модуля объемной упругости ($\approx 11\%$) и модуля сдвига ($\approx 3\%$), что связано с ростом упорядочения и усилением связей в решетке. При этом коэффициент Пуассона $\sigma(T)$ меняется незначительно (увеличивается на 2–3%), следовательно, степень «ковалентности» структуры заметно не меняется, что и должно наблюдаться при кристаллизации аморфной фазы в кристаллический прототип со сходным ближним порядком.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Итак, впервые определены барические зависимости упругих характеристик льда до давлений 1.7 ГПа при температуре 77 К, а также особенности в их изменениях, связанные с фазовым превращением гексагонального льда I_h в аморфный лед высокой плотности hda . Экспериментально получено подтверждение упругой неустойчивости решетки перед таким фазовым переходом. Упругая неустойчивость впервые наблюдалась также при переходе из одного аморфного состояния в другое аморфное, что имело место при отогреве льда hda при $p = 0.05$ ГПа от $T = 77$ К. Применение ультразвуковой методики позволило установить полную последовательность фазовых превращений $hda-lda-Ic$ при этом отогреве, что затруднительно сделать при использовании объемных измерений.

Таким образом, в настоящей работе на примере льда как модельного объекта было исследовано поведение упругих характеристик перед превращением кристалл-аморфная фаза и аморфное состояние-аморфное состояние, а также непосредственно при этих превращениях. Была подтверждена модель упругой неустойчивости как причины твердофазной аморфизации. Для превращения между двумя аморфными фазами также впервые наблюдалось смягчение упругих характеристик в области, предшествующей переходу. Этот экспериментальный факт, по-видимому, следует учитывать при разработке теоретических моделей полиморфизма аморфного состояния. Ранее в [35–37] был сделан вывод о наличии спинодалей для перехода $lda-hda$, вблизи которых формы льда hda и lda теряют термодинамическую и, по-видимому, механическую, устойчивость. Экспериментальные данные настоящей работы косвенно подтверждают наличие таких спинодалей.

Кроме того, в данной работе получен большой справочный материал по упругим свойствам фаз льда в широкой p - T -области. Лед при данных параметрах p и T присутствует, по-видимому, в ледяных спутниках Юпитера и Сатурна, таких как Ганимед, Каллисто, Титан и другие. Информация об упругих свойствах различных модификаций льда представляет чрезвычайно большой интерес, поскольку скорости упругих волн внутри планет солнечной системы и их спутников являются зачастую чуть ли не единственно доступной информацией о физико-механических свойствах наряду с массой и размерами небесного тела.

В дальнейшем представляется интересным провести исследование упругих характеристик при переходе $lda-hda$ при изменении p и T , а также изучение фазовых превращений с использованием монокристаллов льда.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 95-02-03677).

Литература

1. O. Mishima, L. D. Calvert, and E. Whalley, *Nature* **310**, 393 (1(84)).
2. O. Mishima, L. D. Calvert, and E. Whalley, *Nature* **314**, 76 (1985).
3. O. Mishima, K. Takemura, and K. Aoke, *Science* **254**, 406 (1991).
4. O. Mishima, *J. Chem. Phys.* **100**, 5910 (1994).

5. E. G. Ponyatovsky and O. I. Barkalov, *Mat. Sci. Rep.* **8**, 147 (1992).
6. M. A. Floriano, Y. P. Handa, D. D. Klug, and E. Whalley, *J. Chem. Phys.* **91**, 7187 (1989).
7. R. J. Hemley, L. C. Chen, and H. K. Mao, *Nature* **338**, 638 (1989).
8. A. Bizid, L. Bosio, A. Defrain, and M. Oumerzzine, *J. Chem.* **87**, 2225 (1987).
9. L. F. Baez and P. Clancy, *J. Chem. Phys.* **103**, 22 (1985).
10. R. E. Gagnon, H. Kiefte, and M. J. Clouter, *J. Chem. Phys.* **89**, 4522 (1988).
11. G. H. Shaw, *J. Chem. Phys.* **84**, 5862 (1986).
12. О. В. Стальгорова, Е. Л. Громницкая, В. В. Бражкин, *Письма в ЖЭТФ* **62**, 334 (1995).
13. H. Shimizu, T. Nabeteni, T. Nishiba, and S. Sasaki, *Phys. Rev. B* **53**, 6107 (1996).
14. H. Shimizu, M. Ohnishi, and S. Sasaki, *Phys. Rev. Lett.* **74**, 2820 (1995).
15. C. A. Tulk, R. E. Gagnon, H. Kiefte, and M. J. Clouter, *J. Chem. Phys.* **101**, 2350 (1994).
16. A. Polian and M. Grimsditch, *Rhys. Rev. B* **27**, 6409 (1983).
17. V. V. Brazhkin and A. G. Lyapin, *High Press. Res.* **15**, 9 (1996).
18. J. Koike, *Phys. Rev. B* **47**, 7700 (1993).
19. Ch. Ettl and K. Samwer, *Mat. Sci. Eng. A* **178**, 245 (1994).
20. J. Schroeder, T. G. Bilodeau, and X.-S. Zhao, *High Press. Res.* **4**, 531 (1990).
21. G. H. Wolf, S. Wang, C. A. Herbst et al., in *High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences*, ed. by Y. Syono and M. H. Manghnani, Terra Scientific Publishing Company (TERRAPUB), Tokyo / American Geophysical Union, Washington D. C. (1992), p. 503.
22. R. J. Hemley, L. C. Chen, and H. K. Mao, *Nature* **338**, 638 (1989).
23. M. Grimsditch, *Phys. Rev. Lett.* **52**, 2379 (1984).
24. О. В. Стальгорова, Е. Л. Громницкая, Д. Р. Дмитриев, Ф. Ф. Воронов, *ПТЭ* **39**(6), 101 (1996).
25. E. P. Papadakis, *Rev. Sci. Instr.* **47**, 805 (1976).
26. Ф. Ф. Воронов, О. В. Стальгорова, Е. Л. Громницкая, *ЖЭТФ* **105**, 1456 (1994).
27. G. I. Peresada, *Phys. Stat. Sol. (a)* **4**, K23 (1971).
28. S. H. Kirby, W. B. Durham, M. L. Beeman, H. C. Heard, and M. A. Daley, *J. Phys., Coll. C1* **48**, 227 (1987).
29. N. Soga, R. Ota, and M. Kunugi, in *Mechanical behavior of materials*, ed. by S. Taira, M. Kunugi, Soc. of Mater. Sci. Japan, Kyoto (1972), Vol. 4, p. 366.
30. L. R. Testardi and J. J. Hauser, *Sol. State Com.* **21**, 1039 (1977).
31. N. Soga, M. Kunugi, and R. Ota, *J. Phys. Chem. Sol.* **34**, 2143 (1973).
32. B. Golding, B. G. Bagley, and F. S. Hsu, *Phys. Rev. Lett.* **29**, 68 (1972).
33. M.-C. Bellissent-Funel, J. Teixeira, and L. Bosio et al., in *Physics and Chemistry of Ice*, ed. by N. Maeno, Hokkaido University Press, Sapporo (1992), p. 98.
34. A. I. Kolesnikov, V. V. Sinitzyn, E. G. Ponyatovsky et al., *J. Phys. Cond. Matter* **6**, 375 (1994).
35. Е. Г. Понятовский, В. В. Сеницын, Т. А. Позднякова, *Письма в ЖЭТФ* **60**, 352 (1994).
36. P. H. Pool, U. Essmann, F. Sciortino et al., *Phys. Rev. E* **48**, 4605 (1993).
37. H. E. Stanley, C. A. Angell, U. Essmann et al., *Physica A* **205**, 122 (1994).