

Динамика нанодфектов на поверхности нагруженного золота

© В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступила в Редакцию 17 апреля 1998 г.)

При помощи туннельной микроскопии проведены исследования динамики дефектов с линейными размерами от ≈ 1 до ≈ 100 нм на поверхности Au под нагрузкой. Обнаружено, что зарождение, рост и рассасывание дефектов вызваны смещениями полос материала шириной от 5 до 50 нм параллельно плоскостям легкого скольжения $\{111\}$. Дефекты можно разделить на две группы: нестационарные, время жизни которых не превышает 15 мин, а глубина ≤ 20 нм, и квазистационарные со временем жизни на три порядка больше первых. Предполагается, что нестационарные дефекты образуются при перестройке ансамбля дислокаций, а квазистационарные — в моменты формирования субструктур дислокаций при ползучести нагруженного металла.

В предыдущих работах [1–3] при помощи туннельной микроскопии были начаты систематические исследования субмикроскопических дефектов, образующихся на поверхностях нагруженных металлов. Обнаружено, что в первую очередь появляются дефекты, имеющие вид отпечатка призмы с определенными для каждого металла размерами и углами при вершине. Для примера на рис. 1 показан "первичный" дефект на поверхности Au, образовавшийся через 2 h после приложения растягивающего напряжения 350 МПа. Глубина дефекта составляет ≈ 20 нм, а размеры в плоскости поверхности $\approx 60 \times 100$ нм. Три стенки дефекта приблизительно перпендикулярны плоскости поверхности образца, а четвертая составляет с ней угол $\approx 30^\circ$. Угол при вершине дефекта — $\approx 70^\circ$.

Со временем размеры дефектов увеличивались. Этот процесс имеет скачкообразный характер: в течение некоторого интервала Δt размеры оставались неизменными, а затем за время $\approx 0.1\Delta t$ увеличивались или уменьшались на несколько десятков нм, вновь стабилизировались, еще раз изменялись и т.п. Подобный характер эволюции дефектов позволил разделить их на две группы: к одной были отнесены квазистационарные дефекты со временем жизни Δt , а к другой — нестационарные, "живущие" на порядок меньше первых. Оказалось [1,2], что глубина H_s квазистационарных дефектов приблизительно кратна глубине "первичных" H_0 : $H_s \approx nH_0$, где n — целое число. Затем было обнаружено [3], что значения углов при вершине дефектов близки к углам между плоскостями скольжения, а стенки ориентированы параллельно таким плоскостям. На этом основании образование дефектов было объяснено выходом дислокаций на поверхность нагруженного металла по пересекающимся плоскостям скольжения. Скачкообразный характер роста дефектов был объяснен на основе модели, предложенной Коттреллом [4], а именно было предположено, что дефекты образуются в результате объединения дислокаций, заторможенных "сидячей" дислокацией на линии пересечения плоскостей скольжения [5].

Настоящая работа продолжает цикл этих исследований. Если модель Коттрелла действительно описывает

образование дефектов, то они должны появляться со скоростью звука и иметь линейные размеры не меньше размеров "первичного" дефекта. Настоящая работа поставлена с целью проверки этих предположений.

Профиль поверхности прокатанных фольг Au чистотой 99.99 %, толщиной от 30 до 60 μm исследовался при помощи сканирующего туннельного профилометра РТП-1, разработанного в Институте физики Санкт-Петербургского государственного университета [6] и изготовленного производственным кооперативом "Эра". Образцы в виде лопаток вырубались вдоль направления прокатки, полировались при помощи пасты ГОИ, промывались в ацетоне и нагружались при помощи пружинного устройства [1]. Исследования химического состава образцов до и после нагружения проводились при помощи Оже-спектроскопии. В пределах чувствительности этого метода не удалось обнаружить присутствия чужеродных атомов на поверхностях Au.

Время записи одной топограммы при помощи профилометра занимает ≈ 40 мин. Поэтому ранее в [1–3] были обнаружены и исследованы лишь дефекты, время жизни которых больше указанного интервала времени. Чтобы выяснить, существуют ли дефекты с меньшим временем жизни, записывался профиль поверхности нагруженного

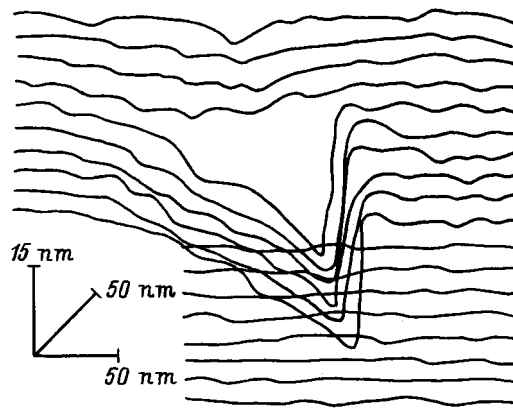


Рис. 1. Фрагмент топограммы поверхности Au с "первичным" дефектом.

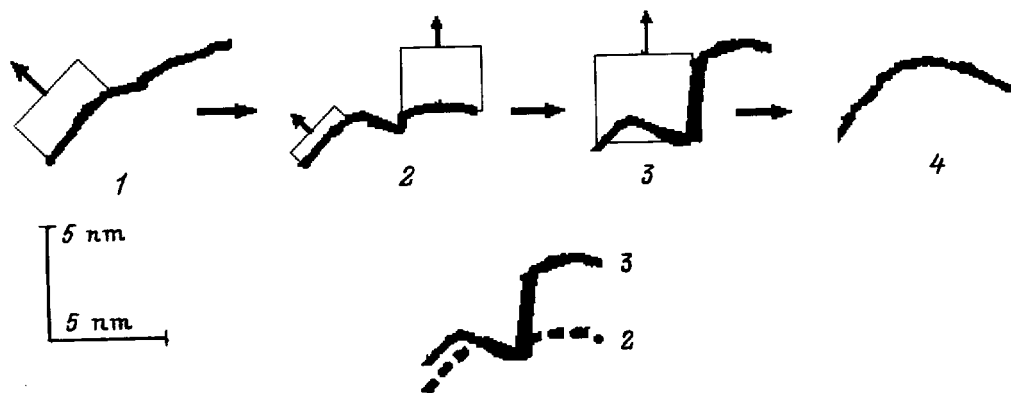


Рис. 2. Эволюция "мелкого дефекта" на поверхности Au под нагрузкой 350 МПа со временем. t (s): 1 — 0; 2 — 38; 3 — 76; 4 — 114. Квадратами показаны полосы, при смещении которых образуется и рассасывается дефект, а стрелками — направления и смещения. В нижней части показаны сечения поверхности через 38 (2) и 76 с (3) после нагружения, наложенные друг на друга.

образца в одном из выбранных сечений. Время записи профиля в одном сечении составляет 38 с, т.е. на ≈ 2 порядка меньше, чем время записи полной топограммы. Одновременно масштаб в направлении, перпендикулярном поверхности, был увеличен от 3 до 10 раз, что позволяло уверенно регистрировать дефекты глубиной ≈ 1 nm.

Исследования показали, что образованию квазистационарного "первичного" дефекта предшествует появление более мелких дефектов. Для примера на рис. 2 и 3 показана эволюция таких дефектов, а на рис. 4 зависимости их глубины от времени. Видно, что со временем дефекты растут, а затем рассасываются, причем их форма испытывает непрерывные биения. Эти результаты противоречат модели Коттрелла.

Чтобы выяснить механизм образования дефектов, мы сравнивали последовательные записи сечения поверхности, накладывая их друг на друга (см. пример в нижней части рис. 2). Оказалось, что дефекты образуются и рассасываются при смещениях полос материала шириной от 5 до 50 nm под углами $\approx 90^\circ$ и $\approx 30^\circ$ к поверхности. На рис. 2 схематически показаны полосы и направления их движения в процессе эволюции одного из дефектов. Видно, что сначала полоса материала в правой части рисунка смещается на ≈ 2 nm под углом $\approx 30^\circ$ к плоскости поверхности. В результате образуется дефект глубиной ≈ 1 nm. Через ≈ 38 с начинает сдвигаться полоса материала справа от дефекта перпендикулярно плоскости поверхности. За следующие 38 с она смещается на ≈ 3 nm, и глубина дефекта достигает ≈ 4 nm. Затем в том же направлении смещается полоса материала в левой части рисунка. В результате дефект исчезает.

Направления смещения полос материала составляли $\approx 90^\circ$ и $\approx 30^\circ$ к плоскости поверхности образца и, следовательно, были параллельны плоскостям легкого скольжения (111). Действительно, как уже упоминалось, для исследований использовались предварительно прокатанные фольги Au. Известно [7], что плоскости легкого скольжения (111) в прокатанных образцах металлов с ГЦК-решеткой направлены под углами $\approx 90^\circ$ и $\approx 30^\circ$ к

поверхности. По-видимому, смещения полос материала обусловлены перемещением цугов краевых дислокаций. В таком случае, разделив глубину дефекта на вектор Бюргера, можно оценить число дислокаций, при выходе которых на поверхность образуется дефект. Так, дефект

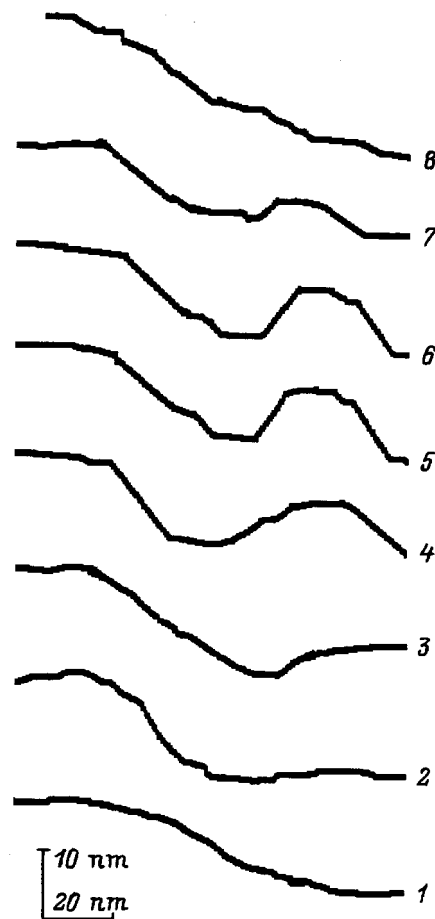


Рис. 3. Эволюция формы "мелкого дефекта" на поверхности Au под нагрузкой 350 МПа со временем. t (s): 1 — 0, 2 — 38, 3 — 76, 4 — 114, 5 — 152, 6 — 190, 7 — 228, 8 — 266.

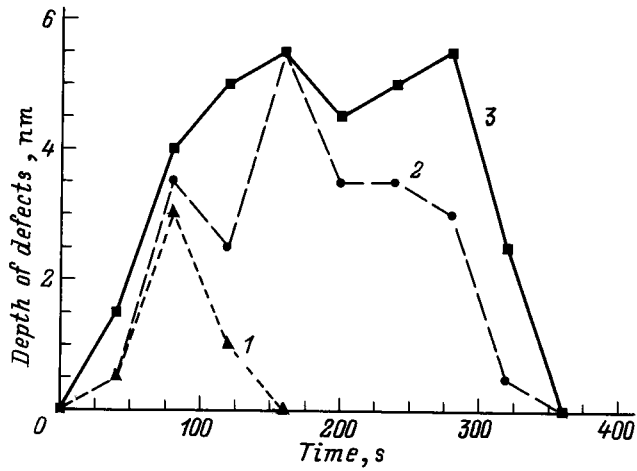


Рис. 4. Эволюция глубины трех произвольно выбранных дефектов на поверхности Au под нагрузкой 320 МПа.

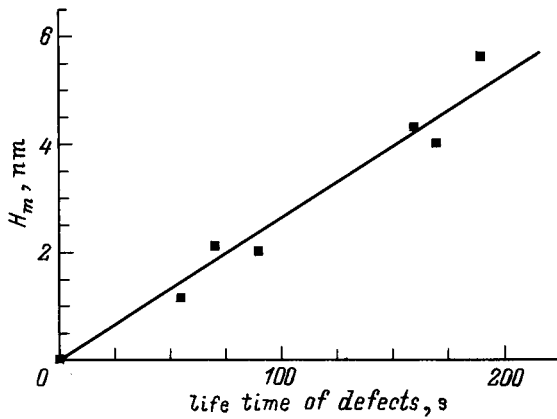


Рис. 5. Связь между максимальной глубиной H_m дефекта и временем его "жизни".

глубиной ≈ 1 nm образуется при выходе на поверхность всего двух-трех дислокаций.

На рис. 5 показана зависимость времени жизни дефектов τ от максимальной глубины H_m , которой они достигают в процессе эволюции. Видно, что время жизни растет приблизительно прямо пропорционально максимальной глубине дефекта. Экстраполируя прямую линию к глубине "первичного" дефекта $H_0 = 20$ nm, находим, что время его жизни должно было бы составлять ≈ 15 min. В действительности оно значительно больше. Чтобы его оценить, рассмотрим зависимость концентрации таких дефектов от времени (рис. 6). Видно, что она имеет вид колокола: концентрация "первичных" дефектов растет, достигает максимального значения, а затем уменьшается. Измерив ширину "колокола" на половине от максимального значения, мы нашли, что среднее время жизни "первичных" дефектов τ_{0f} составляет ≈ 30 h. Это значение на три порядка больше, чем найденное путем экстраполяции прямой на рис. 4 к 20 nm.

Рассмотрим теперь эволюцию дефектов, глубина которых больше 20 nm. Для примера на рис. 7 показан фрагмент зависимости глубины дефекта, значение которой в один из моментов времени превысило 20 nm и начало расти. Видно, что со временем рост глубины прекращается, а затем она уменьшается до прежнего значения (≈ 20 nm). Измерения показали, что для всех дефектов, глубина которых превышает ≈ 20 nm, в течение 15–20 min она либо уменьшается до указанной величины, либо увеличивается за то же время до ≈ 40 nm. Однако если глубина дефекта достигает 40 nm, то время его жизни вновь возрастает до ≈ 20 h. В этом можно убедиться, если измерить ширину зависимости концентрации таких дефектов от времени, показанную на рис. 6. Для дефектов глубиной между 40 и 60 nm

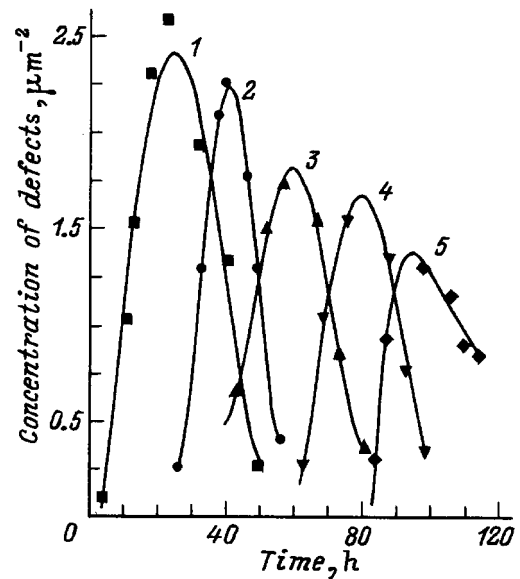


Рис. 6. Зависимость концентрации квазистабильных дефектов различной глубины на поверхности Au от времени. H (nm): 1 — 20, 2 — 40, 3 — 60, 4 — 120, 5 — 240. Нагрузка на образце — 350 МПа.

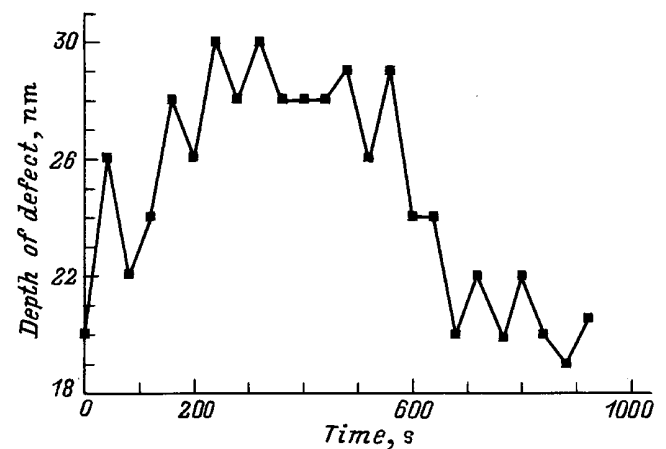


Рис. 7. Фрагмент зависимости глубины "первичного" дефекта от времени.

время жизни вновь уменьшается до 10–15 min, а для дефектов глубиной ≈ 60 nm оно увеличивается до ≈ 30 h и т.п. Оказалось, что время жизни всех дефектов, глубина которых кратна глубине первичного, составляет 20–40 h, а для других дефектов оно на три порядка меньше. Таким образом, дефекты, глубина которых кратна 20 nm, ведут себя аналогично притягивающим траекториям в нелинейной неравновесной системе.

Анализ показывает, что механизм образования, роста и рассасывания всех дефектов глубиной от ≈ 1 до ≈ 700 nm одинаков. Он заключается в беспорядочных смещениях полос материала шириной от ≈ 5 до ≈ 100 nm параллельно плоскостям легкого скольжения $\{111\}$. Следовательно, причины, вызывающие различие времен жизни дефектов, не связаны с изменением механизма дефектообразования.

Известно [8,9], что при ползучести ансамбль дислокаций перестраивается и формирует ряд устойчивых, долгоживущих субструктур. По-видимому, во время перестройки ансамблей на поверхности образуются в основном нестационарные дефекты. Наоборот, когда формируется устойчивая субструктура, на поверхности образуются в основном квазистационарные дефекты. В рамках предлагаемого объяснения кратность глубины квазистационарных дефектов глубине "первичного" может означать, что устойчивые субструктуры дислокаций состоят из скоплений, кратных одному и тому же числу. Например, при образовании вертикальной стенки "квазистационарного" первичного дефекта на поверхности Au выходит скопление из ≈ 50 дислокаций.

Таким образом, все дефекты на поверхности Au образуются при смещениях полос материала параллельно направлениям легкого скольжения $\{111\}$. Условно их можно разделить на две группы. В одну входят квазистационарные дефекты, глубина которых кратна глубине "первичного" — наиболее мелкого из них (≈ 20 nm), а время жизни составляет 20–40 h под нагрузкой 350 МПа. К другой группе относятся нестационарные дефекты, живущие на ≈ 3 порядка меньше первых и имеющие значения глубин, некратные глубине "первичного". По-видимому, нестационарные дефекты образуются при перестройке дислокационных ансамблей, а квазистационарные — в моменты образования устойчивых дислокационных субструктур.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 96-02-16874-а).

Список литературы

- [1] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 4, 913 (1995); **37**, 12, 3635 (1995); **38**, 2, 590 (1996); **38**, 4, 1142 (1996); **39**, 9, 1560 (1997).
- [2] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, Е.А. Бакулин. ФТТ **37**, 12, 3630 (1995).

- [3] В.И. Веттегрень, В.Л. Гиляров, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **40**, 4, 668 (1998).
- [4] A.H. Cottrell. The Mechanical Properties of Matter. John Wiley, N.Y. (1958). 350 p.
- [5] J.W. Christian. The Theory of Transformation in Metals and Alloys. Pergamon Press, Oxford (1965). 428 p.
- [6] В.К. Адамчук. ПТЭ **5**, 4, 182 (1989).
- [7] M.C. Smith. Principles of Metallurgy. Harper Brothers, N.Y. (1956). 450 p.
- [8] В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. Структурные уровни деформации твердых тел. Наука, Новосибирск (1985). 163 с.
- [9] Н.А. Конева, И.В. Козлов. Изв. вузов. Физика, 2, 89 (1990).