

# Механизм образования деформационных ступенек нанометрических размеров на поверхности пластически деформируемых кристаллов

© Г.А. Малыгин

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

E-mail: malygin.ga@pop.ioffe.rssi.ru

(Поступила в Редакцию 9 июня 2000 г.)

Теоретически обсуждается механизм образования деформационных ступенек нанометрических размеров на поверхности пластически деформируемых кристаллов, обнаруживаемых с помощью сканирующего туннельного микроскопа или методом высокоразрешающей скоростной киносъемки. Анализ показывает, что экспоненциальный характер распределения ступенек по высоте определяется механизмом двойного поперечного скольжения (ДПС) винтовых дислокаций, а кинетика роста отдельных ступенек — кинетикой действия дислокационных источников Франка–Рида, образующихся в результате актов ДПС.

Образование ступенек на месте выхода линий скольжения на поверхность кристалла — известное явление при пластической деформации кристаллических тел. При действии одной системы скольжения ступеньки образуют на поверхности характерный линейчатый деформационный рельеф [1–5]. По мере включения других систем (плоскостей) скольжения и роста величины деформации рельеф усложняется, ступеньки огрубляются, а линии скольжения приобретают волнистый характер.

Прямые оптические наблюдения за деформационным рельефом позволяют определить высоту ступенек и расстояние между линиями скольжения при величине этих параметров больше  $0.3 \mu\text{m}$ . Применение оптического интерферометра или метода снятия поверхностных реплик с последующим их анализом в электронном микроскопе позволяет увеличить разрешение до  $10\text{--}100 \text{ nm}$  [2,3,6,7].

В результате проведенных исследований было установлено, что процесс образования линий скольжения имеет иерархический характер и происходит на разных масштабных уровнях от  $10 \text{ nm}$  до  $100 \mu\text{m}$  [1–7]. Параллельно с этими исследованиями с помощью микроскопических методов (избирательное травление [8], трансмиссионная электронная микроскопия [5,9]) широко исследовались дислокационные структуры в деформированных кристаллах, в результате чего была установлена связь между процессом образования ступенек на поверхности кристалла и процессами образования и движения в нем дислокаций.

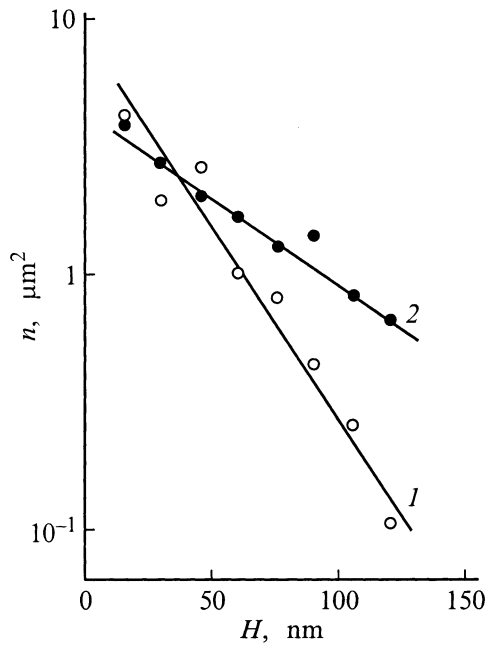
Недавно появился новый метод исследования деформационного рельефа на поверхности пластически деформируемых кристаллов с помощью сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) [10–14]. Метод имеет высокое разрешение (до  $1 \text{ nm}$ ). Другим его преимуществом является то, что он позволяет наблюдать образование деформационного рельефа и отдельных его деталей во времени. Правда, из-за недостаточно высокой скорости сканирования кинетика образования деформационных ступенек и линий скольжения может быть исследована на временных интервалах, превышающих  $10 \text{ s}$ .

До появления СТМ динамика (кинетика) формирования линий скольжения и связанных с ними деформационных ступенек в нанометрическом диапазоне их размеров исследовалась с помощью высокоразрешающей скоростной киносъемки (ВСК) [4,6,15] в широком интервале времен  $10^{-6}\text{--}10^3 \text{ s}$ , но с несколько меньшим по сравнению с СТМ разрешением (до  $10 \text{ nm}$ ). Таким образом, в отношении временных диапазонов изучения деформационных объектов нанометрических размеров упомянутые методы дополняют друг друга. Высокое потенциальное разрешение метода СТМ предполагает хорошее качество исследуемой поверхности, в частности отсутствие или малую толщину поверхностных окисных пленок. Опыты на золоте показали [13,14], что полученные этим методом данные на других металлах в качественном и количественном отношении не отличаются существенным образом от золота.

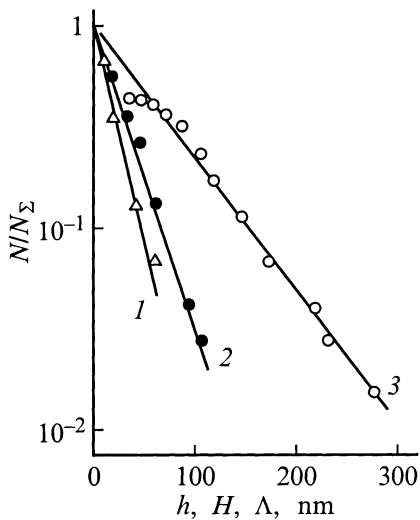
В настоящей работе сделан теоретический анализ ряда результатов, полученных методами СТМ и ВСК. Они касаются гистограмм распределения деформационных ступенек по высоте и кинетики их формирования. Анализ показывает, что наблюдаемые указанными методами ступеньки имеют действительно деформационное происхождение и обусловлены характерными дислокационными процессами, развивающимися в кристалле при нагружении его механическим напряжением.

## 1. Распределение деформационных ступенек по высоте

На рис. 1 приведены результаты обработки в полулгарифмических координатах гистограмм распределения деформационных ступенек по высоте  $H$  (число ступенек с данным  $H$  на единице поверхности) для поликристаллических образцов меди [11] и молибдена [12]. Как видно, эти распределения имеют экспо-



**Рис. 1.** Плотности распределения деформационных ступенек по высоте в Cu [11] (1) и Mo [12] (2).



**Рис. 2.** Распределение числа диполей с расстоянием, большим  $h$  (1) [16,20], деформационных ступенек высотой больше  $H$  (2) [11] в меди и расстояний между линиями скольжения, большими  $\Lambda$ , в сплаве Cu10Al (3) [6].

ненциальный, пуассоновский характер

$$n(H) = n_0 \exp\left(-\frac{H}{H_c}\right), \quad (1)$$

где  $n_0$  — некоторая постоянная,  $H_c = 28$  (Cu) и  $66$  nm (Mo).

Деформационные ступеньки могут формироваться на поверхности кристалла в результате действия поверхностных или подповерхностных дислокационных источников или действия источников в глубине кристал-

ла, например, образующихся при двойном поперечном скольжении (ДПС) винтовых дислокаций [16]. Поскольку число генерируемых источником дислокаций равно обычно 10–200 [4], то высота ступенек должна быть величиной порядка 3–60 nm, что соответствует величине ступенек, наблюдаемых с помощью ВСК и СТМ. В качестве примера в таблице приведены характерные (элементарные, см. пункт 2) значения ступенек  $H_m$  в ряде металлов и соответствующие им значения числа дислокаций  $m_{\max} = H_m/b$ , где  $b$  — вектор Бюргерса дислокации.

Одно из возможных предположений относительно экспоненциального распределения деформационных ступенек по высоте (1) состоит в предположении об экспоненциальном характере распределения дислокационных источников по числу генерируемых ими дислокаций. Сейчас нет экспериментальных данных и теоретических расчетов действия этого механизма.

Другой механизм пуассоновского характера распределения ступенек по высоте может быть связан с механизмом ДПС винтовых дислокаций. ДПС, как показывает опыт, является основным механизмом размножения дислокаций и образования линий скольжения в кристаллах [8,16–18]. Согласно этому механизму, плотность вероятности выхода (выброса) винтового участка дислокации в соседнюю параллельную плоскость скольжения на расстояние  $h$  от исходной определяется выражением [16,17,19,20]

$$P(h) = h_c^{-1} \exp\left(-\frac{h}{h_c}\right), \quad (2)$$

$h_c$  — характерная величина выброса. Если величина выброса  $h > h_0$ , где

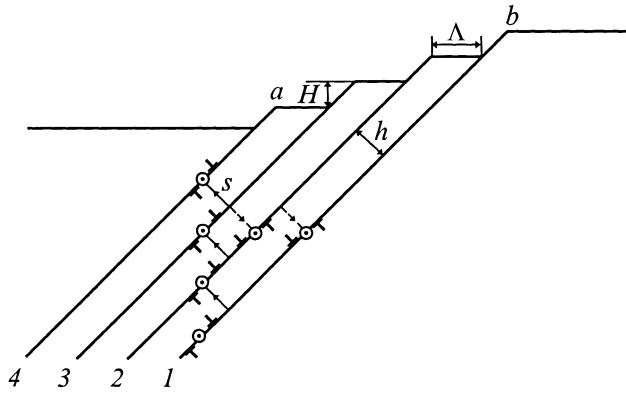
$$h_0 = \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)(\tau - \tau_f)}, \quad (3)$$

то на параллельной плоскости образуется дислокационный источник Франка–Рида, работа которого формирует новую линию скольжения. Если величина выброса винтового сегмента меньше  $h_0$ , то вместо линии скольжения возникает неподвижный краевой диполь. В (3)  $\mu$  — модуль сдвига,  $\tau$  — приложенное к кристаллу напряжение,  $\tau_f$  — напряжение трения дислокации,  $\nu$  — коэффициент Пуассона.

Распределение выбросов винтовых сегментов дислокаций и распределение краевых диполей по высоте в соответствии с вероятностью (2) в настоящее время — хорошо установленные факты [16–21]. Прямая 1 на рис. 2 демонстрирует интегральное распределение числа диполей  $N$  с расстоянием, большим, чем  $h$ , в меди (обработка [16] результатов [9])

$$\frac{N(h)}{N_\Sigma} = \exp\left(-\frac{h}{h_c}\right), \quad (4)$$

где  $N_\Sigma$  — общее число диполей,  $h_c = 20$  nm.



**Рис. 3.** Формирование деформационных ступенек в полосе скольжения в результате действия дислокационных источников (указаны кружками).

Установлено, что расстояние между линиями скольжения  $\Lambda$  в нанометровом диапазоне также имеет экспоненциальное распределение (обработка [18] результатов [6] для сплава Cu10Al, кривая 3 на рис. 2)

$$\frac{N(\Lambda)}{N_{\Sigma}} = \exp\left(-\frac{\Lambda}{\Lambda_c}\right). \quad (5)$$

Из наклона экспоненциального участка этой кривой находим  $\Lambda_c = 65$  nm.

Прямая 2 на рис. 2 показывает результат интегрирования распределения (1) для деформационных ступенек в меди (прямая 1 на рис. 1)

$$\frac{N(H)}{N_{\Sigma}} = \exp\left(-\frac{H}{H_c}\right), \quad (6)$$

где  $N_{\Sigma} = n_0 S$ ,  $S$  — площадь исследованной поверхности кристалла. Очевидно, что между распределениями (4)–(6) существует статистическая связь. Чтобы установить эту связь, рассмотрим механизм образования линий скольжения в нанометровом диапазоне расстояний между ними [20].

Рис. 3 демонстрирует последовательное образование четырех таких линий скольжения с участием ДПС винтовых дислокаций. Они формируют полосу скольжения  $ab$ . Движение винтовых сегментов дислокаций между параллельными плоскостями скольжения указано сплошными стрелками, сплошными кружками указаны возникающие в результате ДПС дислокационные источники. Для простоты среднее расстояние выброса винтового сегмента в параллельную плоскость скольжения  $h$  принято одинаковым. Связь между величиной пластической деформации (сдвигом  $\gamma$ ) в полосе, высотой ступенек  $H$ , средним расстоянием между линиями скольжения на поверхности кристалла  $\Lambda$  и расстоянием между действующими

полосами скольжения  $h$  дается выражениями

$$\operatorname{tg} \gamma = \frac{H}{\Lambda + H/\operatorname{tg} \varphi}, \quad \Lambda = \frac{h}{\sin \varphi}, \quad (7)$$

где  $\varphi$  — угол наклона плоскости скольжения к поверхности кристалла. В частности, при  $\varphi = 45^\circ$  и  $\gamma \ll 1$  имеем  $H \approx \sqrt{2}\gamma h$ ,  $\Lambda = \sqrt{2}h$ . Эти соотношения объясняют статистическую связь между расстоянием выброса винтового сегмента в параллельную плоскость скольжения  $h$ , расстоянием между линиями скольжения на поверхности кристалла  $\Lambda$  и величиной связанных с ними поверхностных деформационных ступенек  $H$ , т.е. стохастический характер элементарного скольжения в нанометровом диапазоне этих величин и экспоненциальный характер их распределения.

Согласно соотношению (3), при расстояниях выброса винтовых участков дислокационных петель  $h < h_0$  линии скольжения не образуются. Этим обстоятельством можно объяснить отклонение распределения расстояний между линиями скольжения от экспоненциального закона (5) при малых значениях  $\Lambda$  (кривая 3 на рис. 2). Такие же отклонения от экспоненциального закона наблюдаются иногда и в случае распределения деформационных ступенек [11]. Что касается распределения краевых диполей, то для них отклонения от экспоненциального закона не наблюдается, по крайней мере в хорошо исследованных кристаллах LiF [16,21].

## 2. Кинетика формирования деформационных ступенек

Применение методов ВСК и СТМ сделало возможным изучение кинетики формирования отдельных деформационных ступенек и линий скольжения в целом. На рис. 4,  $a$  экспериментальные точки демонстрируют зависимость высоты ступеньки от времени на первой стадии деформации сплава Cu12Al [4]. Высота ступеньки изменяется от нуля до некоторого максимального значения  $H_m$ . Видно также, что скорость роста ступеньки постепенно стремится к нулю. Это означает, что происходит остановка работы дислокационного источника, генерировавшего данную линию скольжения.

Скорость генерации источником дислокационных петель определяется следующим простым уравнением:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{u}{l_F} - \frac{u}{\lambda_s} m, \quad (8)$$

где  $m$  — число петель,  $u$  — скорость дислокаций,  $l_F$  — критическая длина источника Франка–Рида,  $\lambda_s$  — расстояние свободного пробега винтовых участков петли между актами ДПС. Поскольку высота ступеньки в каждый момент выхода дислокаций на поверхность кристалла равна  $H(t) = bm(t)$ , то после интегрирования уравнения (8) получаем следующую зависимость

Характерные значения деформационных ступенек  $H_m$  и чисел генерируемых дислокационными источниками дислокаций  $m_{\max}$  в ряде металлов [10–14]

Металл	$H_m$ , nm	$m_{\max}$
Cu	15	59
Au	22	76
Mo	18	66
Pd	5	18

высоты ступеньки от времени:

$$H(t) = H_m \left( 1 - \exp\left(-\frac{t}{t_m}\right) \right), \quad (9)$$

где  $H_m = b m_{\max}$ ,  $m_{\max} = \lambda_s / l_F$  — число дислокаций, генерируемых источником до остановки (см. таблицу),  $t_m = \lambda_s / u$  — характерное время работы дислокационного источника.

На рис. 4, *a* кривая демонстрирует зависимость относительной высоты ступеньки  $H(t)/H_m$  от времени согласно выражению (9). На рис. 4, *b* экспоненциальная зависимость  $H(t)$  приведена в полулогарифмических координатах  $\lg(1 - H/H_m) - t$ . Из наклона прямой находим характерное время работы дислокационного источника в исследуемом сплаве:  $t_m = 29.6$  s.

Из формул (8) и (9) следует также, что скорость роста ступеньки в начальный момент времени

$$\dot{H}(0) = H_m / t_m = b \frac{u}{l_F} \quad (10)$$

определяется начальной скоростью генерации дислокаций источником  $\dot{m}(0) = u / l_F$  и линейно зависит от максимальной высоты ступеньки  $H_m$ . Такая пропорциональность действительно наблюдалась в сплаве Cu30Zn [15] с характерным временем  $t_m = 8 \cdot 10^{-7}$  s методом ВСК.

Величина характерного времени работы дислокационного источника  $t_m = \lambda_s / u$  зависит от расстояния  $\lambda_s$  между препятствиями, инициирующими акты ДПС, и скоростью дислокаций  $u = \dot{\epsilon} / b \rho$ , где  $\dot{\epsilon}$  и  $\rho$  — соответственно средняя скорость пластической деформации и плотность дислокаций в кристалле. Очевидно, что это время может широко изменяться в зависимости от структуры кристалла и условий деформирования. Так, например, в условиях нагружения [12–14] это время может составлять минуты и часы. Действительно, при  $\dot{\epsilon} = 10^{-6} - 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $\rho = 10^{12} \text{ m}^{-2}$ ,  $b = 0.256 \text{ nm}$  (Cu) и  $\lambda_s = 10^{-4} - 10^{-3} \text{ m}$  оно равно  $10^2 - 10^4$  s. При критической длине источника  $l_F = 3 \mu\text{m}$  число генерируемых им дислокаций  $m_{\max} = \lambda_s / l_F = 30 - 300$ , а величина ступенек  $H_m = 10 - 100 \text{ nm}$ .

Приведем также оценку средней величины кристаллографического сдвига, связанного с одной деформационной ступенькой (элементарной линией скольжения). Из

формулы (7) следует, что средний сдвиг

$$\text{tg } \gamma \approx \frac{H_m}{\sqrt{2} h_c} = \frac{b \lambda_s}{\sqrt{2} h_c l_F} \quad (11)$$

определяется параметрами элементарных дислокационных процессов. При  $h_c = 20 \text{ nm}$  и приведенных выше значениях других параметров сдвиг есть величина порядка 0.3–1.2. Поскольку все рассматриваемые параметры структурно чувствительны и зависят от концентрации препятствий для движения дислокаций в кристалле, то сдвиг также является структурно-чувствительным параметром. Согласно [16,20], величина  $\lambda_s \sim l_F \sim h_c \sim \tau_f^{-1}$

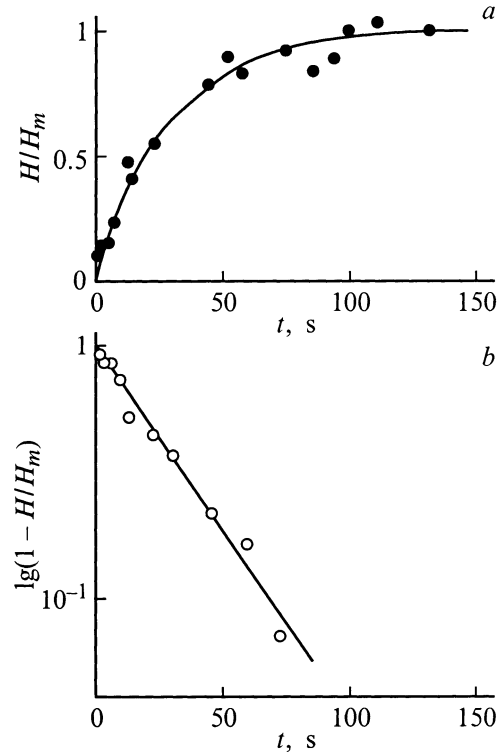


Рис. 4. Кинетика формирования отдельной деформационной ступеньки в сплаве Cu12Al [4] в прямых (a) и полулогарифмических (b) координатах.

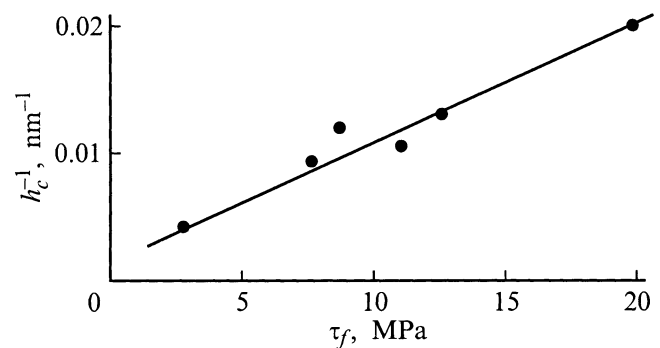
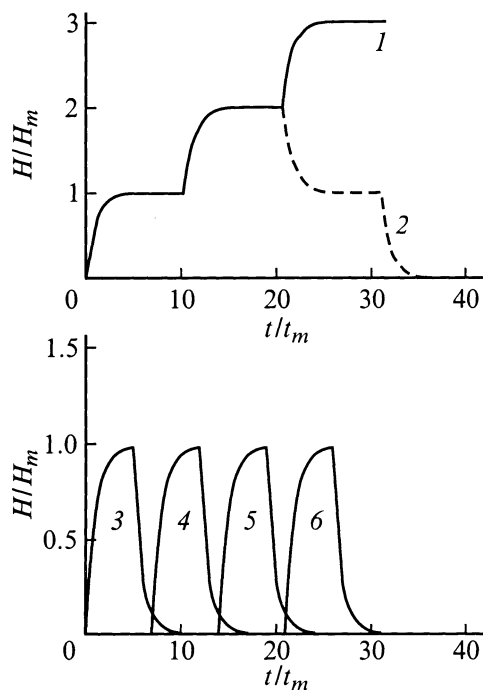


Рис. 5. Зависимость обратной величины характеристического расстояния ДПС  $h_c$  от напряжения трения  $\tau_f$  в кристаллах LiF [16].



**Рис. 6.** Временные зависимости формирования суммарных деформационных ступенек при последовательном (кривая 1) и обратном (кривые 2–6) характере работы дислокационных источников.

и, следовательно,  $\gamma \sim \tau_f$ , т. е. величина сдвига изменяется прямо пропорционально напряжению трения дислокаций. Такая зависимость действительно имеет место [16]. В качестве иллюстрации связи параметра поперечного скольжения  $h_c$  и напряжения трения  $\tau_f$  на рис. 5 приведены результаты обработки данных [16] по изучению ДПС в кристаллах LiF. В качестве напряжения трения взято критическое напряжение сдвига в кристаллах с разной концентрацией ионов кальция.

Еще одно важное обстоятельство, обнаруживаемое методами СТМ и ВСК, это временные последовательности формирования деформационных ступенек и линий скольжения. Так, например, в [12] найдено, что большие деформационные ступеньки образуются в результате последовательного по времени суммирования элементарных ступенек (9). На рис. 6 кривая 1 демонстрирует построенную в соответствии формулой (9) последовательность трех таких элементарных ступенек, синхронизированных по времени и сдвинутых относительно друг друга на время  $\Delta t = 10t_m$ . Суммирование элементарных ступенек означает, что или дислокационные источники действуют на очень близких плоскостях скольжения по схеме рис. 3, или действие источника носит циклический характер вследствие такого характера его активации. Если действует схема рис. 3 (сплошные стрелки и кружки), то время между окончанием работы одного источника и началом работы следующего определяется временем развития акта ДПС.

В опытах [12] зафиксировано также, что во многих случаях сформировавшиеся или растущие большие ступеньки начинают вдруг уменьшать свою высоту. На рис. 6 кривая 2 иллюстрирует исчезновение такой большой ступеньки, а кривые 3–6 в нижней части этого рисунка демонстрируют широко наблюдаемый случай, когда отдельные элементарные ступеньки, достигнув предельной высоты, начинают ее уменьшать и исчезают, а вместо них через некоторое время возникает новая ступенька (на рис. 6 — через  $\Delta t = 7t_m$ ).

С чем связано такое обратное движение ступенек? Это может быть связано с тем, что 1) рядом со ступенькой стал действовать дислокационный источник противоположного знака, 2) по каким-то причинам первичный источник испытал реверс и стал испускать дислокации противоположного знака, 3) "включились" в работу сопряженные системы (плоскости) скольжения. На рис. 3 штриховыми стрелками и кружками показан случай, когда в точке, обозначенной буквой  $s$ , акты ДПС вызывают переходы винтовых сегментов в исходные плоскости скольжения. Это приводит к появлению в этих плоскостях дислокационных источников, противоположных по знаку ранее действовавшим, что будет сопровождаться исчезновением ступенек. Такие разнонаправленные перемещения блоков кристалла нанометрических размеров зафиксированы в работе [14]. В результате этих перемещений поверхность пластически деформируемого кристалла "дышит".

Таким образом, в нанометрическом масштабе расстояний пластическая деформация кристаллов вследствие элементарных актов ДПС и работы дислокационных источников имеет стохастический характер. В [18] показано, как из этого "нанометрического" хаоса возникает следующий масштабный уровень и происходит формирование мезоскопических дислокационных и деформационных структур микронного масштаба.

Автор признателен В.И. Веттегрену за стимулирующие дискуссии по результатам использования СТМ для целей исследования поверхностного деформационного рельефа кристаллов.

## Список литературы

- [1] L.M. Clarebrough, M.E. Hargreaves. *Progr. Metal. Phys.* **8**, 1 (1959).
- [2] М.В. Якутович, Е.С. Яковлева, Р.М. Лернер, Н.Н. Буйнов. *Изв. АН СССР. Сер. физ.* **15**, 3, 383 (1951).
- [3] J. Diehl, S. Mader, A. Seeger. *Zs. Metallk.* **46**, 9, 650 (1955).
- [4] H. Neuhäuser. *Dislocation in Solids / Ed. by F.R.N. Nabarro. North-Holland Publ.* (1983). Vol. 6. P. 319.
- [5] Z.S. Basinski, S.J. Basinski. *Phil. Mag.* **9**, 97, 51 (1964).
- [6] G. Welzel, J. Plessing, H. Neuhäuser. *Phys. Stat. Sol. (a)* **166**, 2, 91 (1998).
- [7] Л.А. Теплякова, Е.С. Куницына, Э.В. Козлов. *Изв. вузов. Физика* **4**, 51 (1998).
- [8] J.J. Gilman, W.G. Johnston. *Phys. Stat. Sol.* **13**, 1, 147 (1962).
- [9] V. Essmann. *Phys. Stat. Sol.* **12**, 2, 70 (1965).

- [10] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 4, 913 (1995).
- [11] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 12, 3635 (1995).
- [12] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **38**, 4, 1142 (1996).
- [13] В.И. Веттегрень, В.Н. Светлов, С.Ш. Рахимов. ФТТ **38**, 2, 590 (1996).
- [14] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **40**, 12, 2180 (1998).
- [15] A. Hampel, H. Neuhäuser. Phys. Stat. Sol. (a) **104**, 1, 171 (1987).
- [16] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 232 с.
- [17] M. Wiedersich. J. Appl. Phys. **33**, 3 (1962).
- [18] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 9, 979 (1999).
- [19] F. Appel, U. Messerschmidt, V. Schmidt. O.V. Klyavin, A.V. Nikiforov. Mater. Sci. Eng. **56**, 1, 211 (1982).
- [20] Г.А. Малыгин. ФТТ **37**, 1, 3 (1995).
- [21] И.Н. Зимкин, Г.А. Малыгин, Т.В. Самойлова, Б.И. Смирнов. ФТТ **22**, 3, 852 (1980).