

# Динамика линий скольжения на поверхности поликристаллической меди

© В.И. Веттегрень, В.Н. Светлов

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

E-mail: Victor.Vettegren@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 25 марта 2004 г.)

При помощи туннельной микроскопии проведены исследования геометрии и динамики линий скольжения на поверхности холоднокатаной полированной меди в процессе стационарной ползучести при комнатной температуре. Установлено, что под напряжением в первую очередь активизируются источники дислокаций в слое толщиной в 200–300 нм. В результате образуется большое число линий, длина которых варьирует от нескольких десятков до сотен нм. Затем вступают источники в более глубоких слоях, что приводит к образованию линий длиной до  $\approx 8\text{--}9\ \mu\text{m}$ . Образование, эволюция и исчезновение линий вызваны перемещениями областей материала шириной несколько нм.

Известно, что в результате передвижения дислокаций вдоль нескольких плоскостей скольжения на поверхности кристаллов образуется деформационный рельеф. Исследования динамики формирования рельефа в нанометрическом диапазоне показали, что при пластической деформации металлов (Cu, Au, Mo и др.) в начале участка стационарной ползучести на их поверхности образуются дефекты, имеющие вид отдельных углублений, стенки которых параллельны плоскостям скольжения дислокаций [1–6]. По мере увеличения деформации на поверхности формируются линии скольжения [1]. Настоящая работа продолжает цикл этих исследований. В ней описаны результаты изучения формирования и эволюции линий скольжения.

## 1. Методика эксперимента

Исследовались профили поверхности заводских холоднокатанных лент меди чистотой 99.96% и толщиной около  $60\ \mu\text{m}$ . Из лент вырезались полоски шириной 6 мм параллельно оси прокатки. Чтобы локализовать место разрушения, на краях полосок делались полукруглые вырезы, радиус которых составлял 1.5 мм. Длина рабочей части образца 12 мм. Для нагружения использовалось сконструированное в лаборатории пружинное устройство [1], которое крепилось на предметном столике растрового туннельного профилометра РТП-1 [1].

В использованной конструкции профилометра измерительное острие способно перемещаться в направлении, перпендикулярном изучаемой поверхности, не более чем на  $1\ \mu\text{m}$ . Чтобы удалить микронеровности, превышающие  $1\ \mu\text{m}$ , перед измерением образцы полировали пастой ГОИ до зеркального блеска. Для удаления остатков пасты и очистки поверхности от примесей образцы промывали в ацетоне и спирте. Химическое строение поверхности образцов до и после измерения контролировалось при помощи Оже-спектроскопии на

спектрометре LH-10. Оказалось, что поверхности образцов покрыты слоем окисла толщиной  $\approx 2\ \text{nm}$ .

Окно измерений составляло  $10 \times 10\ \mu\text{m}$ , а время записи полной топограммы занимало около 40 min. Из-за ползучести исследуемая площадка постепенно смещается относительно иглы профилометра. Чтобы получить качественное изображение поверхности в таких условиях необходимо, чтобы абсолютное смещение поверхности за время записи было по крайней мере в 10–100 раз меньше линейных размеров изучаемой площадки, т. е. не должно превышать  $\approx 100\ \text{nm/h}$ . Низкая скорость ползучести обусловила длительность проведения опытов, которая достигала 30 суток.

Чтобы свести к минимуму искажения, связанные с остаточной деформацией пьезодвигателей и измерительного острия, периодически делались перерывы в работе и контролировалось качество изображений поверхности путем записи тест-решетки. Для предотвращения образования электролита на поверхности образца измерительное устройство с пьезодвигателями накрывали колпаком из полиуретана, через который продували сухой азот.

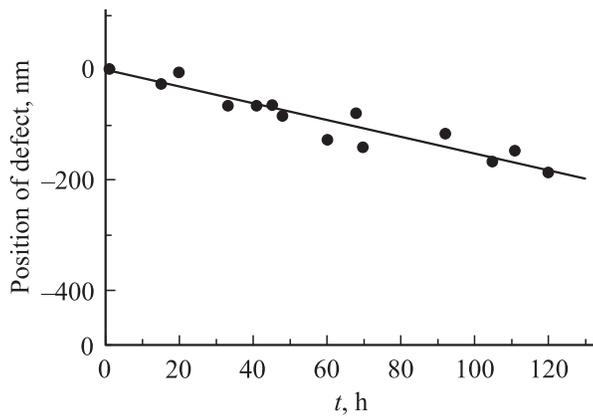
## 2. Геометрия деформационных нанодфектов и механизм их образования

На рис. 1 показано, как изменяется положение микродефекта, нанесенного на поверхность измерительной иглой, от времени. Опытные точки укладываются на прямую линию и, следовательно, полученные топограммы относятся к участку стационарной ползучести. Из наклона прямой следует, что скорость ползучести составила  $\approx 1.6\ \text{nm/h}$ .

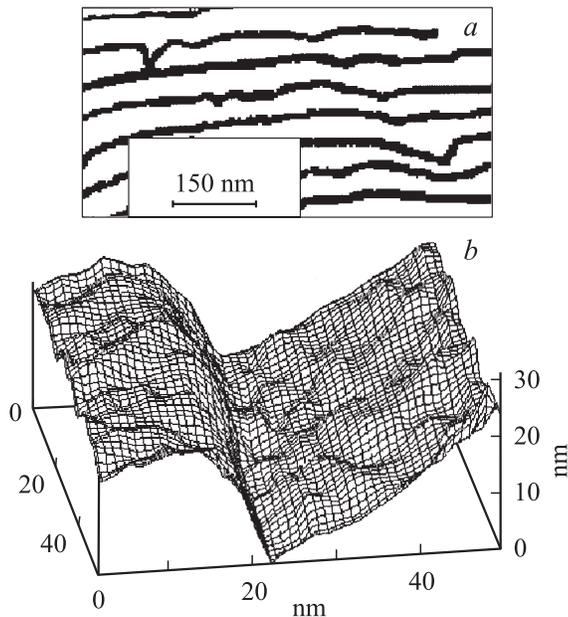
На рис. 2, а показан фрагмент топограммы поверхности меди через 2 h после приложения растягивающего напряжения 400 МПа. На ней наблюдаются одиночные дефекты, которые в укрупленном виде показаны на

рис. 2, *b*. Размеры дефектов следующие: глубина —  $d = 10\text{--}20$ , длина стенок —  $l = 30\text{--}50$ , а ширина —  $h = 25\text{--}35$  nm. Угол при вершине нанодефектов  $\approx 70^\circ$ , причем одна из стенок приблизительно перпендикулярна поверхности, а другая составляет в ней угол  $\approx 20\text{--}30^\circ$ . Такая ориентация стенок дефекта совпадает с ориентацией плоскостей легкого скольжения дислокаций (111) в меди после холодной прокатки. Поэтому в [1] предполагалось, что дефекты образовались при движении дислокаций вдоль плоскостей легкого скольжения. Теория формирования дефектов нанометрового размера при выходе дислокаций на поверхность была развита в [7].

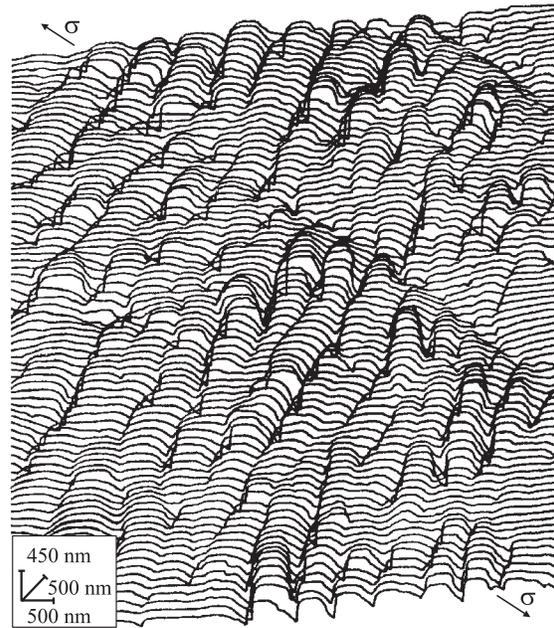
Со временем размеры дефектов растут, причем длина стенок растет быстрее, чем глубина и ширина. В резуль-



**Рис. 1.** Смещение микродефекта на поверхности меди со временем под напряжением 400 МПа.



**Рис. 2.** Дефекты, образовавшиеся на поверхности меди через два часа после приложения растягивающего напряжения 400 МПа: *a* — фрагмент топограммы поверхности; *b* — дефект нанометровых размеров в укрупненном виде.



**Рис. 3.** Линии скольжения, образовавшиеся на поверхности меди через 450 часов после приложения растягивающего напряжения 400 МПа.

тате образуются линии скольжения, имеющие вид канавок. Перед разрушением их длина достигает  $\approx 8\text{--}9\ \mu\text{m}$  (рис. 3). Стенки канавок неровные, их глубина варьирует от нескольких десятков nm до  $1\ \mu\text{m}$  и более, а ось искривлена. Угол между осью линий и направлением растяжения образца составляет  $(60 \pm 20)^\circ$ .

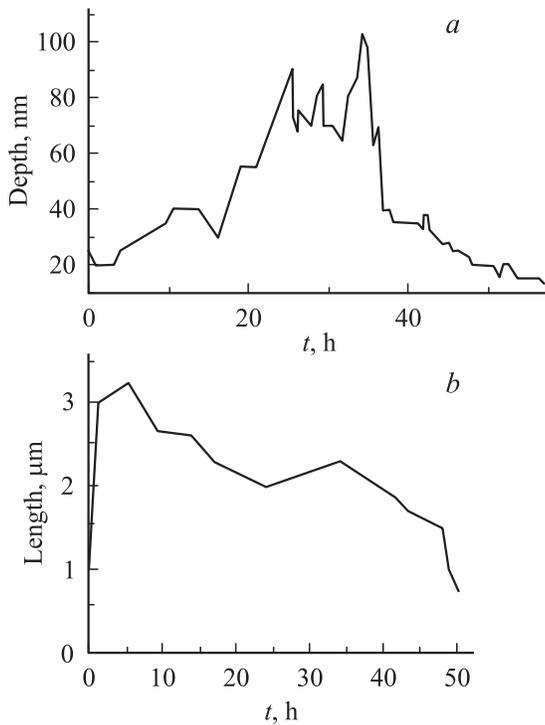
### 3. Динамика линий скольжения

Для исследования динамики линий скольжения топограммы поверхности записывали с интервалом  $\approx 1$  h в течение 452 h. Время до разрушения составило 454 h.

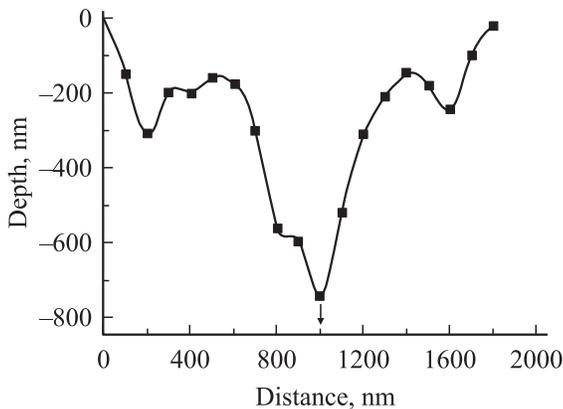
Оказалось, что, если длина канавок не превышает критического значения  $l_c \approx 2.5\text{--}3\ \mu\text{m}$ , со временем они не только растут, но и рассасываются (рис. 4). Одновременно растет из глубина. С течением времени в одном из мест, расположенном, как правило, в средней части линии, образуется впадина (рис. 5).

Для исследования механизма роста линий записывали их сечения с интервалом 40 s (рис. 6). Анализ показал, что рост и рассасывание линий происходит за счет смещения полос материала шириной около 5 nm в направлениях, перпендикулярном или под углом  $\approx 30^\circ$  к поверхности.

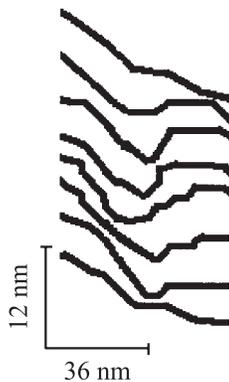
Линии, длина которых превышает  $3\ \mu\text{m}$ , образуются при слиянии 2–3 последовательно расположенных линий короче  $3\ \mu\text{m}$ . Анализ показывает, что на дне линий-канавок длиной  $7\text{--}9\ \mu\text{m}$  существуют три наиболее глубоких места (рис. 7), превышающих  $1\ \mu\text{m}$ . Поскольку измерительное острие не способно перемещаться более чем на  $1\ \mu\text{m}$ , измерить глубину этих впадин не удастся.



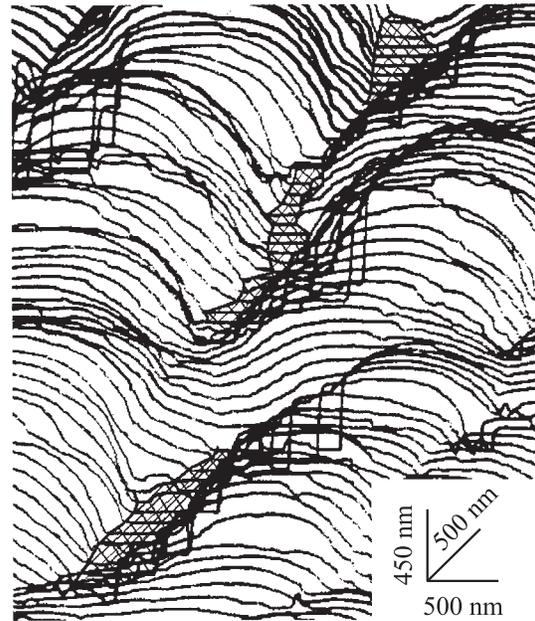
**Рис. 4.** Временная зависимость глубины (а) и длины (б) линии скольжения на поверхности меди.



**Рис. 5.** Изменение глубины вдоль линии скольжения на поверхности меди. Стрелкой показано возможное положение источника дислокаций.



**Рис. 6.** Эволюция поперечного сечения линии скольжения на поверхности меди со временем. Сечения записаны с интервалом 40 с. Время растет снизу вверх.



**Рис. 7.** Линия длиной  $\approx 8 \mu\text{m}$  на поверхности меди. Заштрихованы области глубины более  $1 \mu\text{m}$ . В этих областях измерительное острие не достает до поверхности образца.

#### 4. Механизм образования линий скольжения

Согласно современным представлениям [8,9], линии скольжения образуются при выходе на поверхность дислокационных петель от дислокационных источников. Как уже отмечалось, в наших экспериментах исследовались образцы с высокой предварительной деформацией (холодная прокатка). Поэтому в скольжении участвует большое число дислокаций,двигающихся в различных плоскостях скольжения.

Кроме того, перед измерениями образцы полировались, что дополнительно увеличивало число дислокационных источников в поверхностном слое.

В таких образцах, в первую очередь под влиянием механического напряжения активизируются источники в поверхностном полированном слое. В результате образуется большое число одиночных дефектов, имеющих глубину 10–20 и длину стенок 30–50 nm. Часть из них рассасывается, а другая трансформируется в линии скольжения длиной до 0.5–1.5  $\mu\text{m}$  и глубиной  $\approx 100$ –200 nm.

По мере их исчерпания начинают действовать источники в более глубоких подповерхностных слоях, что приводит к образованию более длинных и глубоких линий скольжения. Их длина варьирует от  $\approx 2$ –2.5 до 8–9  $\mu\text{m}$ , а глубина составляет 1  $\mu\text{m}$  и более.

Выше уже отмечалось, что внутри линий скольжения длиной  $\approx 2.5$ –3  $\mu\text{m}$  имеется одна глубокая впадина, а внутри линий длиной 8–9  $\mu\text{m}$  — три таких впадины. Положение этих впадин, по-видимому, отражает рас-

положение источников дислокаций в образце. В таком случае среднее расстояние между впадинами соответствует среднему расстоянию между источниками дислокаций  $\approx 3 \mu\text{m}$ . Интересно, что теоретический анализ образования нанодефектов на поверхности меди, проведенный в [7], тоже дал величину среднего расстояния между источниками  $\approx 3 \mu\text{m}$ .

Из полученных результатов следует, что при растяжении образцов холоднокатанной, полированной меди в первую очередь активизируются источники дислокаций в поверхностном полированном слое, что приводит к образованию большого числа линий скольжения, имеющих вид канавок глубиной 100–200 nm и длиной от нескольких десятков до сотен nm. Затем в процесс вступают источники в более глубоких слоях, что приводит к образованию линий скольжения глубиной  $1 \mu\text{m}$  и более и длиной до  $\approx 8\text{--}9 \mu\text{m}$ . Расстояние между источниками дислокаций в таких слоях составляет  $\approx 3 \mu\text{m}$ . Образование, эволюция и исчезновение линий скольжения вызваны перемещениями полос материала, ширина которых составляет несколько nm.

## Список литературы

- [1] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 4, 913 (1995); **37**, 12, 3635 (1995); **40**, 4, 2180 (1998).
- [2] J. Plessing, Ch. Achmus, H. Neuhauser, B. Schonfeld, G. Kostorz. Z. Metallkd. **88**, 8, 630 (1997).
- [3] V.I. Vettegren, S.Sh. Rakhimov, V.N. Svetlov. Proc. SPIE **3345**, 226 (1997).
- [4] В.И. Веттегрень, В.Л. Гиляров, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **40**, 4, 668 (1998).
- [5] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. Неорганические материалы **35**, 6, 756 (1999).
- [6] Х.Г. Килиан, В.И. Веттегрень, В.Н. Светлов. ФТТ **42**, 11, 2024 (2000); **43**, 11, 2107 (2107).
- [7] Г.А. Малыгин. ФТТ **43**, 5, 822 (2001).
- [8] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 232 с.
- [9] В.И. Владимиров. Физическая природа разрушения металлов. Металлургия, М. (1984). 280 с.