

НАБЛЮДЕНИЕ СУБМИКРОННОЙ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И ПОТОКОВ ДЕФЕКТОВ НА ПОВЕРХНОСТИ ДУРАЛЮМИНА С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ТУННЕЛЬНОГО И АТОМНОГО СИЛОВОГО МИКРОСКОПОВ

П. В. Кузнецов, В. Е. Панин

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, 634021 г. Томск пр. Академический 2/1,
E-mail: kpv@ispms.isc.ru*

С помощью сканирующего туннельного и атомного силового микроскопов исследована кинетика изменения деформационного рельефа образцов дуралюмина при различной степени деформации *in situ*. На поверхности образцов наблюдали полосы субмикронной локализации деформации и потоки дефектов, характеристики которых зависят от степени деформации. В поперечном сечении полосы локализации деформации имеют террасную структуру. Предполагается, что наблюдаемые эффекты связаны с развитием в поверхностных слоях потоков специфических дефектов, которые создают микроконцентраторы напряжений. В полях микроконцентраторов напряжений зарождаются дислокации, которые уходят в объем и осуществляют пластическое течение материала.

Вопрос о роли поверхности в зарождении деформационных дефектов, развитии деформации и разрушения материалов под нагрузкой имеет принципиальный характер и является предметом многочисленных исследований [1-3]. Известные в литературе экспериментальные данные о поведении поверхностных слоев в процессе пластической деформации материалов являются весьма противоречивыми и носят дискуссионный характер. В связи с этим, исследование механизма поверхностной микро деформации и ее влияния на общую кинетику процесса пластического течения материалов являются актуальной задачей.

В последние годы благодаря сканирующей туннельной и атомной силовой микроскопии стало возможным прямое наблюдение с нанометровым разрешением образования дефектов и их эволюции на поверхности материалов под нагрузкой [4-6].

В настоящей работе с помощью сканирующей туннельной и атомной силовой микроскопии исследовали зарождение дефектов и их эволюцию на поверхности дуралюмина в нанометровом масштабе измерений в процессе активного растяжения образцов.

1. Материалы и методика исследования

Для исследования был выбран дуралюмин по нескольким соображениям. Наличие на поверхности образцов дуралюмина окисной пленки увеличивает число возможных структурных конфигураций. Увеличение числа структурных конфигураций, в свою очередь, может приводить к высокой подвижности дефектов структуры на поверхно-

сти образцов при их нагружении. Кроме того, наличие пленки окисла должно усиливать несовместность деформации поверхностных слоев и объема материала вследствие отличий их модулей упругости. Это будет приводить к формированию на поверхности зон изгиба-кручения, как концентраторов напряжений, способных генерировать деформационные дефекты типа дислокаций. И, наконец, дуралюмин, в отличие от алюминия, обладает необходимой для туннельной микроскопии поверхностной проводимостью.

Образцы отжигали при температуре 495 °С в течение одного часа с последующей закалкой в воду и старением при нормальных условиях. Средний размер зерна составлял ~ 22 мкм. Размеры рабочей части образцов составляли ~ 16 × 2 × 0.7 мм³. Образцы были механически полированы, перед испытаниями поверхность тщательно промывали в ацетоне и спирте.

Для исследования рельефа поверхности образцов в субмикронном масштабе измерений использовали сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) «Нанометр-1» с нагружающим устройством, позволяющим исследовать поверхность деформируемого образца *in situ* и атомный силовой микроскоп (АСМ) SMM-2000T. СТМ снабжен нагружающим устройством с шаговым двигателем и тензодатчиком силы. Компьютер по специальной программе управляет работой шагового двигателя и регистрирует сигнал от тензодатчика. Это позволяет снимать диаграмму «напряжение–деформация» (σ - ϵ) образцов, а в промежутках между приращениями деформации – топограммы поверхности. Столик, на котором размещено нагружающее устройство, может перемещаться в плоскости, перпендикулярной направлению перемещения иглы. Это дает возможность осуществлять сканирование в любом месте рабочей части образца. Прибор позволяет получать трехмерные топографические изображения площадок поверхности с максимальным линейным размером 40 × 40 мкм² с нанометровым разрешением. В СТМ использовали резаную платиновую иглу 99,99% чистоты. Максимально возможное перемещение иглы в направлении, перпендикулярном изучаемой поверхности, составляет 3 мкм с разрешением несколько ангстрем. АСМ имеет разрешение в направлении, перпендикулярном изучаемой поверхности ~ 1 нм и такие же характеристики, что и СТМ, в плоскости, параллельной изучаемой поверхности. Однако АСМ не имеет нагружающего устройства. Поэтому его использовали, чтобы убедиться, что эффекты наблюдаемые в СТМ, не связаны с топографическими вариациями электропроводимости поверхностных слоев дуралюмина. Все измерения были проведены на воздухе при комнатной температуре.

2. Результаты

На рис. 1, а, б приведены трехмерное изображение поверхности дуралюмина (рис. 1, а) при пластической деформации $\epsilon \sim 0.058$ и профилограмма (рис. 1, б) вдоль направления АВ, показанного на рис. 1а отрезком линии. Видно (рис. 1, а), что на поверхности образца наблюдаются тонкие следы скольжения под углом ~ 85° к направлению действующей силы. Отдельные следы скольжения (один из них выделен на рис. 1, б вертикальными линиями) отчетливо разрешаются на профилограмме (рис. 1, б). Средняя ширина следов скольжения составляет ~ 8.6 нм, а высота ступенек изменяется в пределах ~ (0.5 ÷ 2.0) нм. Это соответствует прохождению в следе скольжения от двух до шести дислокаций.

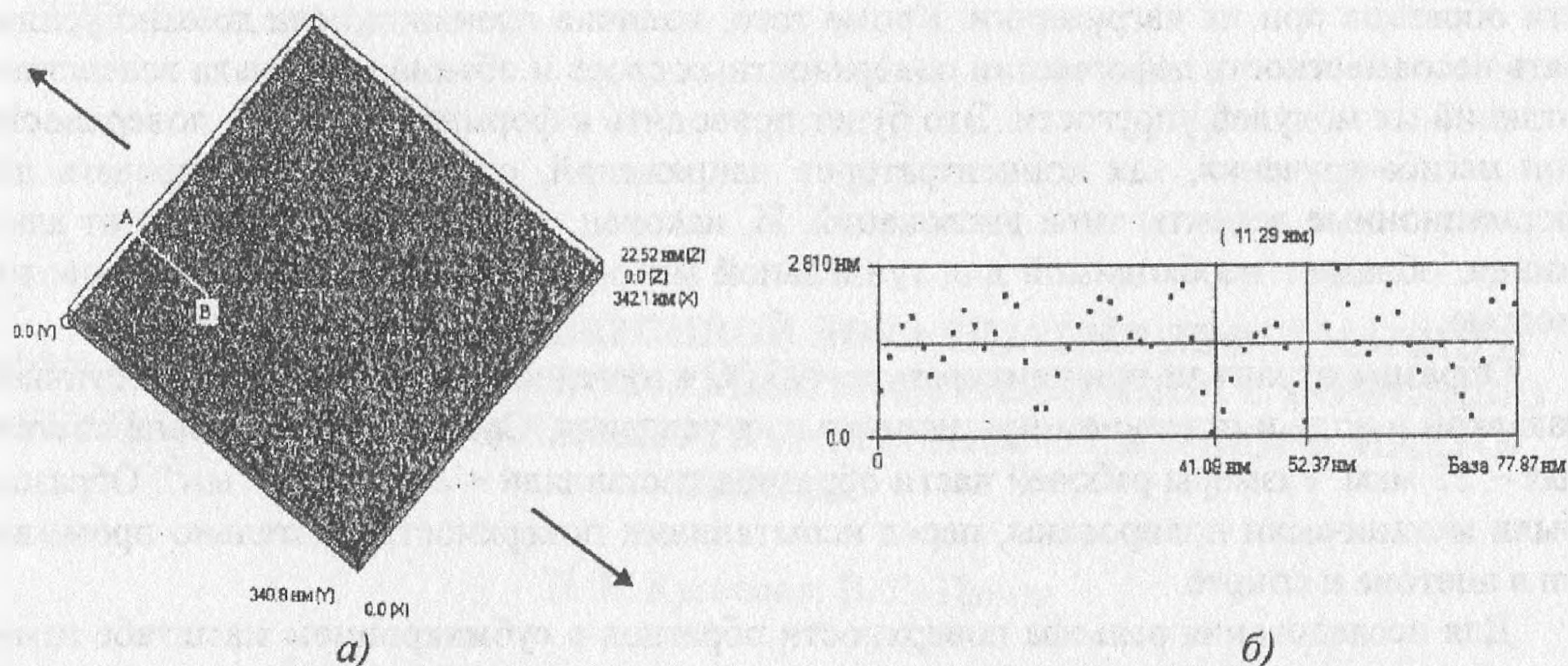


Рис.1. СТМ изображение поверхности дуралюмина при $\varepsilon \sim 0.058$ (а) и профилограмма (б) вдоль направления АВ, указанного отрезком линии на изображении (а). Стрелками указано направление растягивающей силы.

При увеличении степени деформации на поверхности образца наблюдаются более грубые следы скольжения субмикронного диапазона, направленные под углом $\sim 45^\circ$ к оси нагружения (рис.2,а). На их фоне возникает пространственная локализация деформации микронного диапазона. Элемент такой локализации в виде грубого следа скольжения показан на рис.2,а пунктирной стрелкой. На рис.2,б представлена тонкая структура профиля грубого следа скольжения и поверхности в его окрестности.

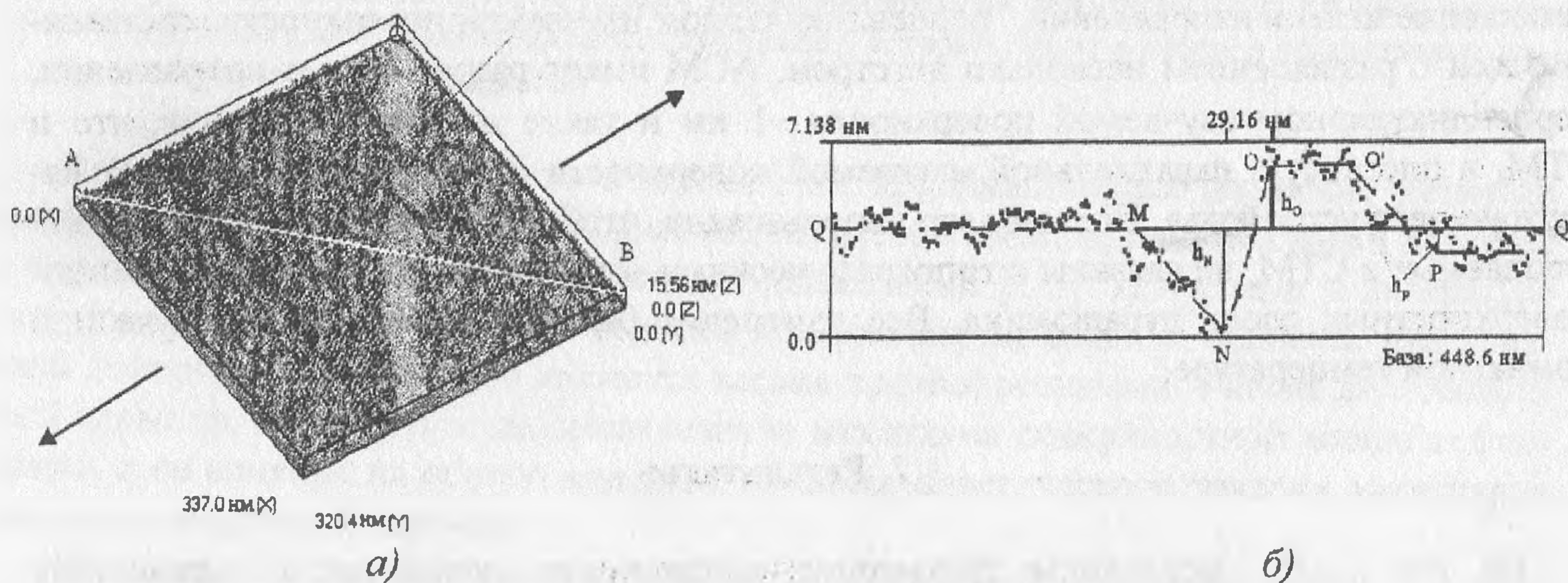


Рис.2. СТМ изображение поверхности дуралюмина при $\varepsilon \sim 0.141$ (а) и профилограмма вдоль направления АВ (б). Стрелками указано направление растягивающей силы.

Как видно, контур поверхности образует геометрически правильный профиль QMNOO'P. Этот контур имеет тонкую структуру в виде ступенек тонких следов скольжения (рис.2,б). Отрезки линий MN и O'P параллельны и образуют с плоскостью поверхности образца угол $\sim 4^\circ$. Отрезок линии NO образует с плоскостью поверхности образца угол $\sim 16^\circ$, ширина грубого следа скольжения составляет ~ 30 нм, высота ~ 7.0 нм. Форма профиля MNOO'P имеет вид затухающей волны. Это видно по изменению величины отрезков, характеризующих отклонение высоты профиля поверхности

от его среднего значения QQ : усредненные по изображению (рис.2,а) амплитуды затухающих осцилляций составляют $h_N \approx 3.6$ нм, $h_O \approx 3.18$ нм, $h_P \approx 1.31$ нм (рис.2,б).

Наряду с прямолинейной складчатой структурой на поверхности деформируемого образца наблюдается локализация деформации субмикронного диапазона сложной геометрической формы. Пример такой локализации приведен на рис.3,а,б,в где представлены изображения поверхности образца (рис.3,а) при пластической деформации $\epsilon \sim 0.098$ и профилограммы (рис.3,б,в) вдоль направлений АВ и CD, показанных на рис.3,а линиями.

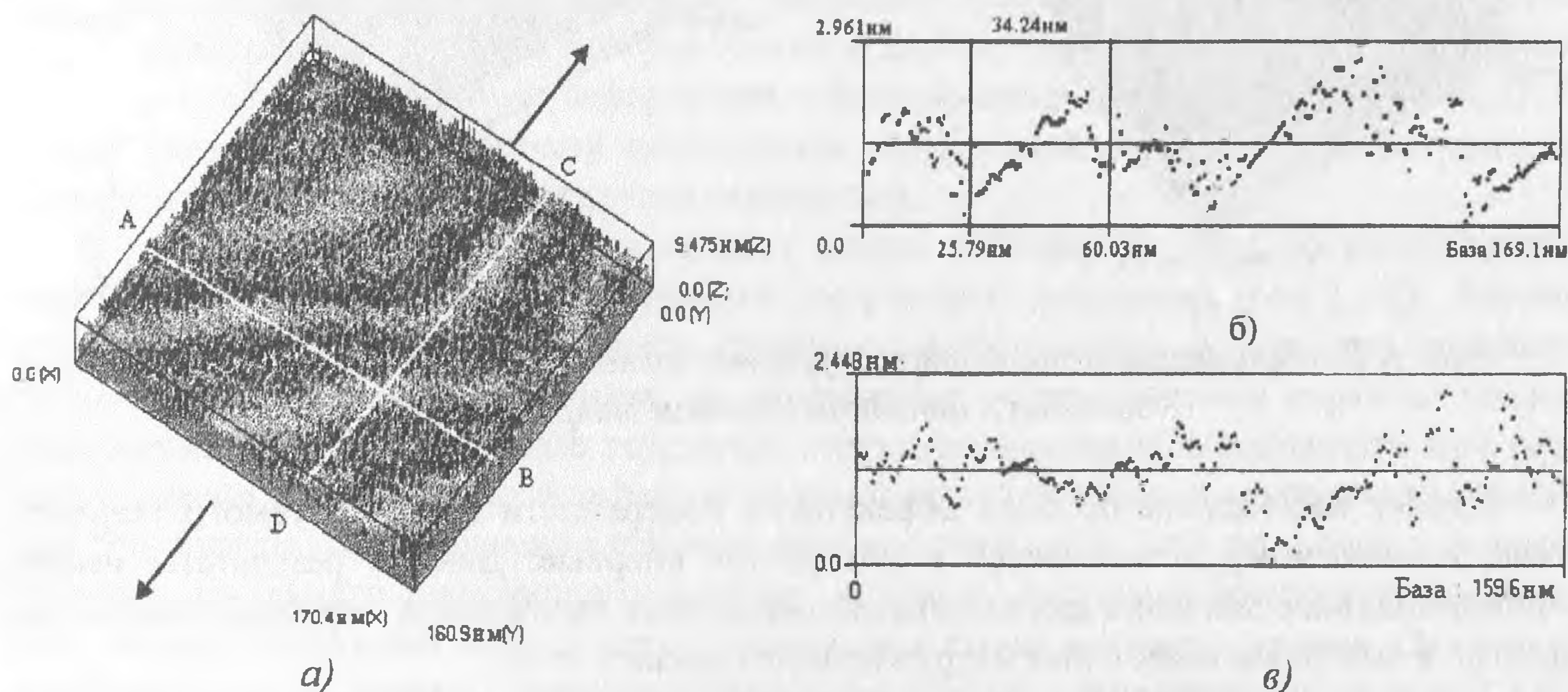


Рис. 3. СТМ изображение поверхности дюралюмина (а) и профилограммы вдоль направления АВ (б) и CD (в) при $\epsilon \sim 0.098$. Стрелками показано направление растягивающей силы.

На поверхности образца наблюдается хорошо выраженная квазипериодическая система изогнутых полос локализации деформации субмикронного диапазона. Период пространственного распределения полос составляет в среднем ~ 30 нм. Как видно из рис.3,б, полосы локализации деформации в своем поперечном сечении АВ образуют протяженные террасы длиной $\sim (10 \div 40)$ нм и ступеньки высотой $\sim (0.5 \div 2.5)$ нм. Плоскости террас параллельны друг другу и направлены к плоскости поверхности образца под углом $\sim 4^\circ$. В свою очередь, в структуре самих полос локализации деформации (рис.3,в, сечение CD на рис.3,а) наблюдаются ступеньки высотой $\sim (0.3-0.7)$ нм, стороны которых направлены к плоскости поверхности образца под примерно равными углами.

Наиболее убедительные свидетельства квазипериодической локализации деформации на поверхности деформированных образцов дюралюмина были получены с помощью АСМ.

На рис. 4, а,б показаны изображения участков поверхности рабочей части разрушенного образца дюралюмина при разном увеличении, причем на рис.4,б показана часть участка поверхности приведенного на рис.4,а. Видно, что на поверхности образца наблюдаются отчетливые эффекты квазипериодической локализации деформации субмикронного диапазона в виде concentрических фронтов дефектов. Эти фронты зарождаются в местах искривления поверхности и взаимодействуют между собой, о чем свидетельствует согласованное искривление их траекторий. На некоторых участках поверхности фронты сформированы из цепочек ямок со средним размером ~ 5 нм каждая. В некоторых случаях эти цепочки представляют собой concentрические окружно-

сти, в некоторых – имеют сложную траекторию. Вид траекторий зависит от кривизны участков поверхности образца, как концентраторов напряжений и распределения этих концентраторов на поверхности деформируемого образца.

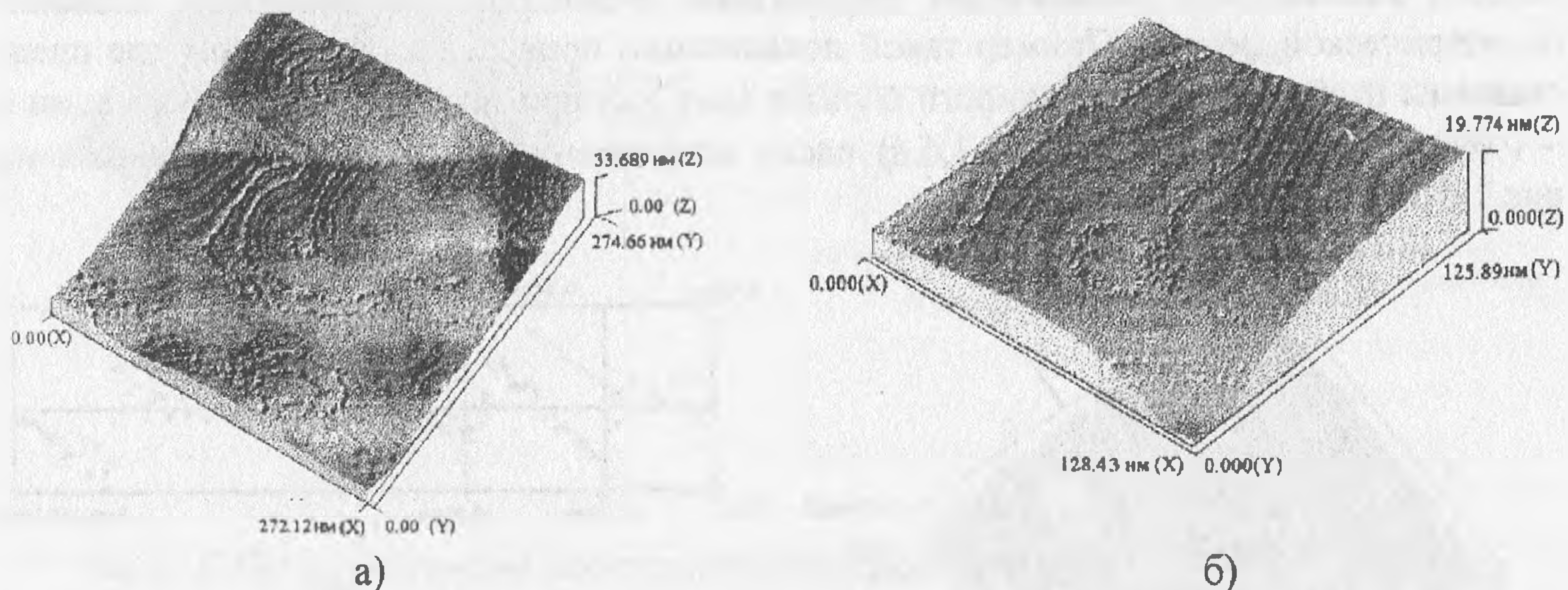


Рис. 4. Изображения тонкой структуры поверхности разрушенного образца дуралюмина в атомном силовом микроскопе

Прямое наблюдение потоков дефектов на поверхности деформируемого твердого тела, по-видимому, описывается в литературе впервые. Данные результаты имеют принципиальное значение для понимания механизма зарождения деформационных дефектов в поверхностных слоях нагруженного твердого тела.

4. Обсуждение результатов

Наблюдаемые полосы субмикронной квазипериодической локализации деформации и потоки дефектов на поверхности дуралюмина являются, по-видимому, сугубо поверхностным эффектом. Однако, как показывает анализ, они могут иметь принципиальное значение для развития процесса деформации образца в целом. Эти эффекты связаны с особым состоянием поверхностных слоев материала и влиянием базового концентратора напряжений в захватах образца. Как показано в [7], на границе раздела “захват-образец” в испытательной машине возникают мощные осциллирующие концентраторы упругих напряжений. Они связаны с сопряжением незажатой и зажатой в захвате недеформируемой части образца. Эти напряжения действуют во всем поперечном сечении образца. Однако поверхностные слои, имея специфическую кристаллическую структуру и ослабленные силы связи, вовлекаются в процесс пластического течения ниже макроскопического предела текучести материала и деформируются более интенсивно, чем в среднем по объему образца, в течение всего процесса пластической деформации. Наиболее вероятно, что пластическое течение в поверхностном слое материала осуществляется потоками дефектов по механизму локальных структурных перестроений (деформация Бейна).

При распространении потоков дефектов в поверхностном слое должны возникать встречные силы изображения, формирующие локальные зоны кривизны кристаллической решетки. Как показано в [8], существование на поверхности кристаллов уступа с радиусом кривизны атомных размеров создает за счет сил поверхностного натяжения локальную концентрацию напряжений, направленную внутрь кристалла. Если ребро уступа отвечает подходящим образом краю ориентированной плоскости скольжения, то в этом месте может зародиться дислокация при сравнительно небольшом внешнем напряжении за счет сил поверхностного натяжения. Таким образом, наблюдаемые по-

токи дефектов и цепочки ямок на поверхности дуралюмина (рис.4) связаны с зарождением дислокаций, которые движутся в объем, осуществляя пластическое течение материала.

Кинетика движения потоков дефектов определяется структурой поверхностного слоя нагруженного образца. Известно [9], что поверхности кристаллов обычно никогда не бывают атомно -гладкими, а имеют террасную структуру. Они состоят из террас, образованных идеальными плоскостями с низкими индексами Миллера, и ступенчатыми переходами атомной высоты от одного плотноупакованного слоя к другому. По мнению авторов, именно наследование террасной структуры исходной поверхности при распространении потоков поверхностных дефектов обуславливает прямолинейный характер следов локализации деформации субмикронного диапазона (рис.1, рис.2). В следах указанной субмикронной локализации деформации зарождаются дислокации, осуществляющие пластическое течение материала.

С ростом степени деформации на фоне следов скольжения субмикронного диапазона возникает локализация деформации микронного диапазона (рис.2,а,б). Анализ формы профиля поверхности вблизи ступеньки грубого следа скольжения позволил предложить объяснение механизма их образования и самоподобия картины следов скольжения [10]. Наследование террасной структуры исходной поверхности при распространении фронта потоков дефектов вдоль образца приводит к накоплению смещения оси образца от направления действующей внешней силы. Это приводит к возникновению локального изгибающего момента, который, достигнув критического значения, создает локальный концентратор напряжения более высокого уровня. Этот концентратор, в свою очередь, генерирует ступеньку грубого следа скольжения (рис.2,а,б), и поток поверхностных дефектов распространяется дальше. Действие сил решеточного трения приводит к релаксации остаточной силы и обеспечивает осциллирующую форму профиля поверхности в виде затухающей волны (рис.2,б) вблизи ступеньки грубого следа скольжения. Таким образом, функционально грубые следы скольжения играют такую же роль, как и полосы сброса. Критическое значение изгибающего момента зависит от фундаментальных констант материала, таких как упругие модули, приведенное напряжение сдвига в первичной системе скольжения, силы решеточного трения. Поэтому при дальнейшем распространении фронта потоков дефектов вдоль образца процесс будет повторяться, приводя к возникновению системы эквидистантных полос грубого скольжения. Таким образом, периодические системы тонких и грубых полос скольжения являются органически взаимосвязанными. Они наследуют исходную террасную структуру материала на различных структурных уровнях при распространении потоков поверхностных дефектов. Можно предполагать, что на более высоких масштабах наблюдения процесс будет развиваться аналогично. Это должно приводить к формированию самоподобных картин следов скольжения, которые действительно наблюдаются в экспериментах [10].

Прямолинейный характер следов субмикронной локализации деформации имеет место при относительно небольших степенях деформации. При больших степенях деформации напряженное состояние образца усложняется, что вызывает искривление фронтов потоков дефектов (рис.3).

При максимальных степенях деформации возникают концентраторы напряжений точечной симметрии и в поверхностных слоях рождаются концентрические фронты потоков дефектов (рис.4). Локальные периодически действующие источники волн (пейсмекеры) известны в синергетике [11]. Их образование обусловлено неоднородностью активной среды, т.е. присутствием в ней группы автоколебательных элементов.

Список литературы

1. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. - Москва: Наука, 1983.- 280 с.
2. Дударев Е.Ф. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов. - Томск: Изд-во Томского ун-та, 1988- 256 с.
3. Zangwill A. Physics of surfaces.- Cambridge: Cambridge University Press, 1988.-536p.
4. Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш, Светлов В.Н. Изучение динамики субмикродфектов на поверхности нагруженного молибдена при помощи туннельного профилометра// ФТТ.-1995.-Т.37-№4.-С.1142-1148.
5. Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш, Светлов В.Н. Изучение динамики субмикродфектов на поверхности нагруженной меди при помощи туннельного профилиметра// ФТТ.-1995.- Т.37.- №12.- С.3635-3640.
6. Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш, Светлов В.Н. Динамика нанодфектов на поверхности нагруженного золота// ФТТ.-1998.-Т.40.- №12.- 2180-2183.
7. Панин В.Е. Физическая мезомеханика поверхностных слоев твердых тел.//Физическая мезомеханика.- 1999.- Т.2.-№6.-С.5-23.
8. Орлов Л. Г. Влияние поверхностного натяжения на гетерогенное зарождение дислокаций в кристаллах//ФТТ.-1967.-Т.9.-№8.-С. 2345-2356.
9. Васильев М.А. Структура и динамика поверхности переходных металлов. Киев.- Наукова думка.-1988.- 248 с.
10. Теплякова Л. А., Куницина Т. С., Козлов Э. В. Распределение следов скольжения в монокристаллах сплава Ni_3Fe //Изв. Вузов. Физика.- 1998.- №4.-С.51-56.
11. Лоскутов А.Ю., Михайлов А.С. Введение в синергетику.- М. Наука.- 1990-272 с.