

SZAKDOLGOZAT

Diszlokációk mozgása következtében kialakuló felületi morfológiák vizsgálata

BÍRÓ LÁSZLÓ

Fizika BSc, fizikus szakirány

III. évfolyam



Témavezető:

DR. GROMA ISTVÁN

tanszékvezető egyetemi tanár

Eötvös Loránd Tudományegyetem

Anyagfizikai Tanszék

2011

Kivonat

Az egykristály képlékeny alakváltozása a benne található diszlokációk elmozdulásával függ össze. Ezek nem egyenletesen haladnak át az anyagon, hanem időről időre föltorlódva lavinákat hoznak létre. A mozgásuk során elnyíródik egymáson az anyag két rétege, lépcsők keletkeznek a felszínen. A lavinák amplitúdója skálafüggetlen eloszlással jellemezhető öt nagyságrenden keresztül. Szakdolgozatomban három különböző módszerrel, AFM, SEM illetve felületi érdesség mérésével vizsgáltam a réz egykristály felületi morfológiájának tulajdonságait.

Köszönetnyilvánítás

Megköszönöm témavezetőmnek, Groma Istvánnak, a munka elindításához és szervezéséhez nyújtott segítségét és a húzógép működtetését. Köszönöm K. Papp László technikusnak a mintatartók és a húzófejek precíz megmunkálását, az egykristályok forrasztását. Köszönet illeti Ö. Kovács Alajos tanszéki mérnököt a rézminták polírozásáért. Hálás vagyok Szommer Péternek, amiért készségesen végigmérte AFM-mel a meghúzott mintadarabokat. Köszönöm Varga Gábornak, az elektronmikroszkóp operátorának, hogy zokszó nélkül tűrte, míg a zajos ultrahangos tisztítóval takarítottam a mintáimat, mindig adott kölcsön csipeszt és munkaidő után is megnézte a műszerrel a mintát. Köszönöm Szabó Istvánnak, Langer Gábornak és Csík Attilának, a debreceni KLTE munkatársainak, hogy lehetőséget adtak az ottani profilométerrel méréseket végezni. Végül köszönetet mondok évfolyamtársamnak, Hegyi Ádámnak, aki hasznos tanácsaival és egy ismerőse révén vegyszerekkel segített a minták tisztításában és a munkám folytatásában.

Budapest, 2011. június 6.

Tartalomjegyzék

1. Elméleti áttekintés	1
1.1. Diszlokációk	1
1.1.1. A diszlokációk fogalma, tulajdonságai	1
1.1.2. A diszlokációk és a képlékeny alakváltozás	3
1.2. Fraktálok	3
1.3. A diszlokációk és a fraktálok kapcsolata	5
2. A kísérleti munka	6
2.1. A minta előkészítése	6
2.2. A kísérlet	6
2.3. A vizsgálathoz használt műszerek	7
2.3.1. Pásztázó elektronmikroszkóp	7
2.3.2. Atomierő-mikroszkóp (AFM)	10
2.3.3. Profilométer	10
3. Eredmények	11
3.1. A felszín változása	13
3.2. A föltételezés	14
3.3. Az adatok kinyerése	14
3.4. Az átlagos magasságkülönbség	15
3.5. A felszíni érdesség	17
3.6. Az élek magasságának és szélességének eloszlása	18
3.6.1. Az élek hossza	19
3.6.2. Az élek magassága	21
3.7. A Hurst-kitevő	22
4. Diskusszió	24
4.1. Összehasonlítás véletlen adatsorral	25
A. Függelék	27
A.1. A <code>corr.m</code> függvény	27
A.2. Az <code>rms.m</code> függvény	27
A.3. Az <code>elelosz2.m</code> függvény	28
A.4. A <code>betolt.m</code> függvény	29
A.5. Az <code>elem2.m</code> függvény	29
Hivatkozások	31
Nyilatkozat	33

Ábrák jegyzéke

1.1.	Felül: éldiszlokáció, alul: csavardiszlokáció.	2
1.2.	A Mandelbrot-halmaz képe a komplex síkon.	4
2.1.	A húzógép	7
2.2.	A húzógép pofái	8
2.3.	A kettes minta a húzás után	8
2.4.	A legelső minta elektronmikroszkópos képe	9
2.5.	A kettes minta képe magassági színezéssel	10
2.6.	A kettes minta felszínének Fourier-transzformáltja	11
3.1.	A kettes minta terhelési görbéje	12
3.2.	A felületi lépcsők kialakulása az AFM-es mérések alapján	13
3.3.	A felületi lépcsők kialakulása a profilométeres mérések alapján	14
3.4.	A magasságkülönbségek kitevője az egyes mintákra	16
3.5.	A kettes minta $C(l)$ függvényei	17
3.6.	A felszíni érdesség az egyes mintákra	18
3.7.	A négyes minta profilométeres adatokból számított $r(l)$ függvényei	19
3.8.	Az élhosszeloszlások kitevője az egyes mintákra	20
3.9.	A kettes minta élhossz-eloszlásfüggvényei	21
3.10.	Az egyik magassági hisztogram a rá illesztett függvénnyel	23
3.11.	A Hurst-kitevők	24
4.1.	Az $r(l)$ függvény az 5-ös mintára és a véletlen számokra	26
4.2.	Az élmagasság eloszlása a 2-es mintára és az egyik véletlen adatsorra	26

Táblázatok jegyzéke

3.1.	Az egyes minták deformációja és a rájuk ható legnagyobb feszültség	12
3.2.	A magasságkülönbségek kitevője az egyes mintákra	16
3.3.	Az érdesség kitevőjének különböző értékei	18
3.4.	Az élhosszeloszlások kitevője az egyes mintákra	20
3.5.	Az élmagasságok eloszlásainak adatai	22
3.6.	A Hurst-kitevők	23
4.1.	A szimulált profilok átlagolt jellemzői	25

1. Elméleti áttekintés

1.1. Diszlokációk

Ezen alfejezet megírásánál nagymértékben támaszkodtam Kovács és Zsoldos könyvére ([7]) és Gubicza Jenő Fejezetek az anyagtudományból és szilárdtestfizikából című előadásán lejegyzetekre.

1.1.1. A diszlokációk fogalma, tulajdonságai

A kristályos anyagokban hosszútávú rend tapasztalható, amelyet különféle hibák bontanak meg. Ezeket a térbeli dimenzióik alapján csoportosítjuk. Ponthiba a kristályrácsba beépült (szubsztitúciós) vagy rácsközi helyre került (intersticiális) idegen atom, a rácsban ülő atom hiánya (vakancia), vonalhiba a diszlokáció, síkhiba a kristály(szemcse) széle, háromdimenziós hiba pedig egy zárvány, ami lehet légbuborék, folyadékzárvány vagy idegen kristály. A továbbiakban a diszlokációkkal foglalkozunk részletesebben, mert ezek közvetítik a képlékeny alakváltozást.

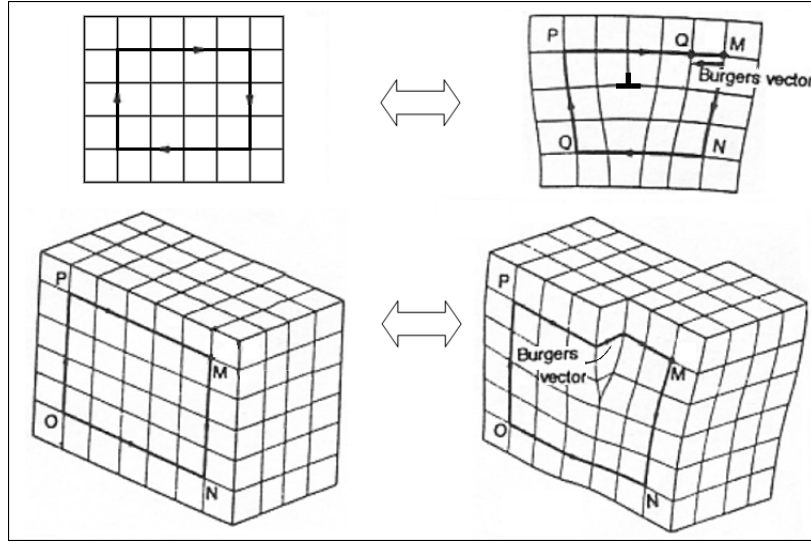
A diszlokációknak két fajtája van: csavar- és éldiszlokáció. Ha egy folytonos anyagot az xz sík mentén bevágunk és a bevágott részeket eltoljuk egymáshoz képest b -vel x irányban, éldiszlokációt kapunk. Ha z irányban toljuk el, akkor csavardiszlokációt állítottunk elő. Kristályrácsot vizsgálva azt jelenti ez, hogy az előbbi esetben egy extra kristálysíkot toltunk be az anyagba, utóbbiban pedig elcsavartuk azt a z tengely körül. Járjuk körül a z tengelyt (az xy síkban) az óramutató járásával ellentétes irányban, a hibátlan kristály atomjai mentén! Diszlokáció jelenléte esetén nem ugyanazon pontba érünk vissza. Kössük össze a kezdő- és végpontot egy vektorral! Ennek neve Burgers-vektor (\mathbf{b}), és az ún. Burgers-kör meghúzásával kapható meg. A diszlokációhoz (mely mindkét fent ismertetett esetben a z tengely vonalában fut), rendeljünk hozzá egy $\mathbf{l}(\mathbf{r})$ vonalvektort, mutasson ez a pozitív irányba! A továbbiakban \mathbf{b} és \mathbf{l} között a fenti előjelkonvenciót alkalmazzuk. Csavardiszlokációnál $\mathbf{l} \times \mathbf{b} = 0$, éldiszlokációnál $\mathbf{b}\mathbf{l} = 0$. Az 1.1 ábrán szemléltetem a leírtakat, a z tengely a képen jelölt $MNOP$ síkra merőleges, befelé mutat [1].

Egy végtelen hosszú, egyenes, z irányú csavardiszlokáció deformációs tere kontinuumban:

$$\hat{\varepsilon} = \frac{b}{4\pi} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -\sin(\varphi) \\ 0 & 0 & \cos(\varphi) \\ -\sin(\varphi) & \cos(\varphi) & 0 \end{pmatrix}, \quad (1.1)$$

ahol $\varphi = \arctg\left(\frac{y}{x}\right)$. Feszültségtere:

$$\hat{\sigma} = \frac{Gb}{2\pi} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -\sin(\varphi) \\ 0 & 0 & \cos(\varphi) \\ -\sin(\varphi) & \cos(\varphi) & 0 \end{pmatrix}, \quad (1.2)$$



1.1. ábra. Felül: éldiszlokáció, alul: csavardiszlokáció.

ahol G az anyag nyírási modulusza, $b = |\mathbf{b}|$, $r^2 = x^2 + y^2$. Hasonlóan éldiszlokációra:

$$\hat{\sigma} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \begin{pmatrix} -\sin(\varphi)[2 + \cos(2\varphi)] & \cos(\varphi) \cos(2\varphi) & 0 \\ \cos(\varphi) \cos(2\varphi) & \sin(\varphi) \cos(2\varphi) & 0 \\ 0 & 0 & -2\nu \sin(\varphi) \end{pmatrix}, \quad (1.3)$$

hol ν a Poisson-szám. Szemléletesen: a beillesztett félsík fölötti rész komprimált, az alatta levő pedig dilatált. A diszlokációk energiája:

$$E = \int_V \frac{1}{2} \sigma_{kl} \varepsilon_{kl} dV = \dots = Clb^2 \ln \left(\frac{R}{r_0} \right), \quad (1.4)$$

ahol kiléptünk a kontinuumközelítésből, hiszen a diszlokációhoz nem lehet végtelenül közel deformálódott anyag, a feszültségnek van egy levágási tartománya, a diszlokációvonalától r_0 távolságra. Sok esetben $r_0 \approx b$ a rácsállandó nagyságrendjébe esik. Az integrálás felső határát pedig a kristály határai jelentik. Fontos észrevenni, hogy az energia arányos a diszlokáció hosszával. Nem alakulhat ki végtelenül hosszú diszlokáció, hanem vagy szemcsehatáron illetve zárványon indul vagy önmagába záródik illetve elágazik. Elágazásnál a Burgers-vektor megmarad. Ha görbe a diszlokációvonal, akkor egyes szakaszokon él-, máshol csavar-, általában azonban kevert diszlokációról beszélünk. Két vonalhiba érzékeli a másik feszültségterét, és a Burgers-vektortól és a vonalvektor irányától függően hat egymásra. A mozgásegyeneteket az $E^{ab} = \int_V \sigma_{kl}^a \varepsilon_{kl}^b dV$ kölcsönhatási energia variációjából kaphatjuk.

A diszlokációk termodinamikailag instabil képződmények, mert megnövelik a rendszer energiáját. Magas hőmérsékleten el is tűnnek az anyagból (lágyítás), szobahőmérsékleten azonban sűrűségük széles határok között változhat $[(10^6 - 10^{16}) \frac{1}{\text{m}^2}]$. A diszlokáció vonalára merőlegesen nagyon könnyű egy kristályt deformálni, mert csak a vonalhiba mentén kell a kötéseket fölszakítani, nem az

egész csúszósíkon. Azonban, ha egy idegen atom vagy egy másik irányú diszlokáció ékelődik a csúszósíkba, csak keresztcsúszással vagy mászással tud a vonalhiba másik csúszósíkba átkerülni és folytatni a mozgását. Továbbá csak kis inklinációjú szemcsehatáron képes áthaladni, ha a két szemcse nagyon hasonló kristályszerkezetű.

1.1.2. A diszlokációk és a képlékeny alakváltozás

Egytengelyű nyújtással deformáltuk a réz egykristályt. A deformáció rugalmas szakaszában a Hooke-törvény írja le a folyamatot: $\sigma = E\varepsilon$, E a Young-modulus. (A σ tenzornak csak a zz komponense különbözik nullától.) A rugalmas szakasz elhagyása után a folyáshatárt átlépve maradandó alakváltozást szenved a kristály. Amint a kísérletekben is láttuk, a húzás irányával 45° -os szöget bezáró rétegek csúsztak el egymáson, így jöttek létre a csiszolt felszínen végigmért lépcsők is. A diszlokációk csúszósíkját és a csúszás irányát együtt csúszási rendszernek hívjuk. A csúszási irányokat a stabil Burgers-vektorok (a primitív rácsvektorok) jelölik ki, amelyek tehát nem bomolhatnak föl két másikra. Általában az a csúszósík, amire merőleges irányban a legnagyobb az atomok távolsága, de ez alól vannak kivételek. A lapcentrált réznél a csúszási irány az $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ Burgers-vektor iránya, a sík pedig az $\{111\}$ sík. Hat csúszási irány kétféle csúszósíkkal összesen tizenkét csúszási rendszerben enged meg. Akkor indul meg a plasztikus deformáció az adott csúszási rendszerben, ha eléri a külső feszültség a diszlokációk mozgatásához szükséges kritikus csúsztatófeszültséget. Tegyük fel, hogy az egyik csúszási irány a húzás irányával α szöget zár be, a csúszósík normálvektora pedig β szöget. Ekkor a síkra ható nyírófeszültség:

$$\tau = \frac{F'}{A'} = \frac{F \cos(\alpha)}{\frac{A}{\cos(\beta)}} = \frac{F}{A} \cos(\alpha) \cos(\beta) =: \sigma m, \quad (1.5)$$

ahol m az ún. Schmid-faktor, σ pedig a külső feszültség. Akkor indul meg az adott csúszási rendszerben a deformáció, ha

$$\sigma_{\text{cr.}} = \frac{\tau_{\text{cr., ss.}}}{m}, \quad (1.6)$$

ahol $\tau_{\text{cr., ss.}}$ a kritikus csúsztatási feszültség. Ha $\alpha + \beta = \frac{\pi}{2}$, akkor $\alpha = \beta = \frac{\pi}{4}$ -nél a legnagyobb m (értéke $\frac{1}{2}$), ezért az ilyen helyzetű csúszási rendszerekben kezdődik a diszlokációk mozgása. Egyszerre több is működni kezdhet, de a minta deformációjával megváltozhatnak a Schmid-faktorok és az egyik rendszer hatása sokkal erősebbé válhat a többinél. Ezt láttuk is a kísérletek során: a húzás elején még négyzetrácsra emlékeztetett az egykristály csiszolt felszíne, ám már 5 %-os deformációnál csak az egyik irány maradt megfigyelhető. Emiatt is volt elég csak ennek a csúszási rendszernek a profilját vizsgálni.

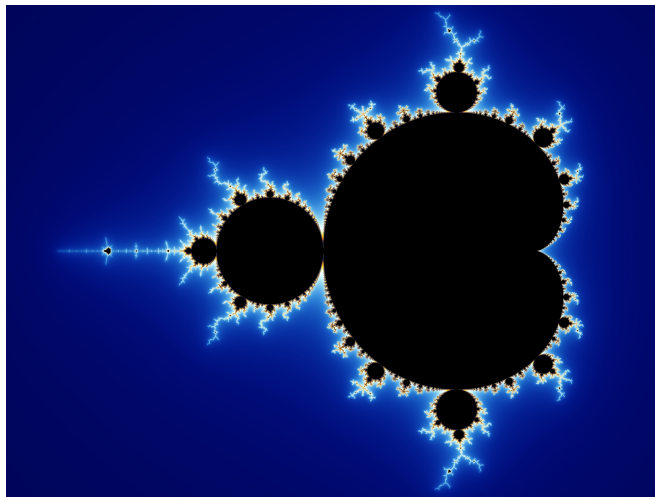
1.2. Fraktálok

A fraktálok olyan önhasonló geometriai objektumok, amelyek határoló halmaza minden pontban folytonos, de nem differenciálható ([8]). A továbbiakban a síkban

található fraktálokra fejtem ki e fogalmakat. Az önhasonlóság azt jelenti, hogy a fraktál megadható egy $h(x)$ leképezéssel, amelyre teljesül:

$$h(\alpha x) = \alpha^H h(x). \quad (1.7)$$

Vegyük észre, hogy ez egy homogén függvény definíciója, ahol H a homogenitási fok.



1.2. ábra. A Mandelbrot-halmaz képe a komplex síkon.

A 1.2. ábrán mutatom be az egyik legkorábban vizsgált fraktált, a Mandelbrot-halmazt. A fekete pontokra igaz, hogy a $z_{n+1} = z_n^2 + c$, $z_1 = 0$ sorozat korlátos, ahol c jelöli ki a pont helyét ([2]). A fraktálok, melyek közül a síkba teríthetők dimenziója $D_F \in (1,2)$, egyszerű rekurzióval adhatóak meg, amelyek gyakran valós fizikai jelenségek leírásában gyökereznek. Például egy hópehely a kondenzációs magon keletkezett jégkristály élei mentén növekszik, így csak egy bizonyos hossznál rövidebb oldallapok alakulnak ki rajta. Természetesen a valóságban csak bizonyos mérettartományon belül tekinthetünk önhasonlónak fraktálszerű jelenségeket, és nem is a szakasztott mása egy felnagyított rész az eredetinek (sztochasztikus önhasonlóság). Ezért a skálafüggetlenséget tekintik a fraktáljelleg bizonyítékának. Az önhasonlóság tartományában a kövekezőképpen számíthatjuk ki a fraktál dimenzióját: vegyük az adatsor hosszának és értékészletének szorzatát egységnyinek, majd vegyünk ehhez a téglalaphoz hasonló kisebb téglalapokat, amelyek területe $\frac{1}{n}$ -ed része a nagy téglalapénak, ezekkel fedjük le újra a függvény gráfját. Vegyünk ugyanilyen arányban kisebb téglalapokat és fedjük le újra a gráfot. Az eljárást az önhasonlóság tartományának határáig folytatva megkapjuk a fraktál dimenzióját:

$$D_F = \frac{\ln[l(n)]}{\ln(n)}, \quad (1.8)$$

ahol n a hasonlóság aránya, l a lefedéshez használt téglalapok száma.^{||}

^{||} Nyilván az $\ln(n)$ mennyiséget kell ábrázolni $\ln[l(n)]$ függvényében és egyenest kell illeszteni az adatpárokra, a meredekség D_F .

Ha a fraktál határa függvénnyel adható meg, más módon is meghatározhatjuk dimenzióját. Tekintsük a H_n adatsort és vágjunk ki belőle $N, \frac{N}{2}, \frac{N}{4} \dots$ hosszúságú szakaszokat. Számítsuk ki a minták átlagát ($\langle h \rangle_k^\dagger$) és vonjuk le az adatsorból ($f_{kl} = h_{kl} - \langle h \rangle_k$), vegyünk a kumulált eltérések sorozatát ($Z_{kl} = \sum_{t=0}^l f_{kt}$, $l = 1, 2, \dots, |k|^\ddagger$), vegyünk az értékészletét lefedő intervallum hosszát ($R_k = \max_k \{Z_k\} - \min_k \{Z_k\}$). Ekkor igaz a következő:

$$\left\langle \frac{R_k}{s_k} \right\rangle = Ak^H, \quad (1.9)$$

ahol s_k az adatsor szórása, A állandó, H a Hurst-kitevő ([4]). Ez megegyezik az (1.7) egyenletben tárgyalt H homogenitási fokkal (lásd [22]). Másképp is kiszámolhatjuk a Hurst-kitevőt: ha vesszük az átlagos magasságkülönbséget,

$$C(l, q) = \langle |h(x) - h(x+l)|^q \rangle \sim l^{qH}, \quad (1.10)$$

az arányos az eltolási távolság megfelelő hatványával ([10, 12]). Ezt az analízist én is elvégeztem a mért adatsorokon. A Hurst-kitevő egyszerűen függ a fraktál dimenziójától:

$$H = 2 - D_F \quad (1.11)$$

(lásd [22]). Az OCTAVE program beépített függvényével is meghatároztam H -t.

1.3. A diszlokációk és a fraktálok kapcsolata

A kristályos anyag deformációjának alapeleme egy diszlokáció egy rácsállandónyi elmozdulása. Ez makroszkopikusan az anyag közel folytonos alakváltozását eredményezi. Számos cikk született azonban arról (például [11, 21, 17, 19, 6, 18]), hogy a mikroszkopikus jelenségek nem átlagolódnak ki, hanem helyi diszlokációlavinák indulnak meg. Ezek sűrűségfüggvénye öt nagyságrenden keresztül hatványeloszlás (az A amplitúdó és E energia függvényében $p(A) \sim A^{-2}$, $p(E) \sim E^{-1,5}$ [12]). Olasz kutatók a lavinák elindulásakor kibocsájtott hangot vizsgálták és föltérképezték a forrását, az analízis eredményeként térbe ágyazott fraktált kaptak ([16]). Ezt transzmissziós elektronmikroszkópos képek is bizonyították (Székely és tsai, [15, 14]). De nemcsak az anyag térfogatában, a felszínen is megjelennek a fraktálok: a csúszási rendszerek által létrehozott lépcsők is fraktálszerkezettel jellemezhetőek [22, 13]. A deformáció tehát komplex folyamat, amelyet skálafüggetlen eloszlások írnak le.

[†] k a sorozatokat indexeli.

[‡] A k . sorozat elemszáma

2. A kísérleti munka

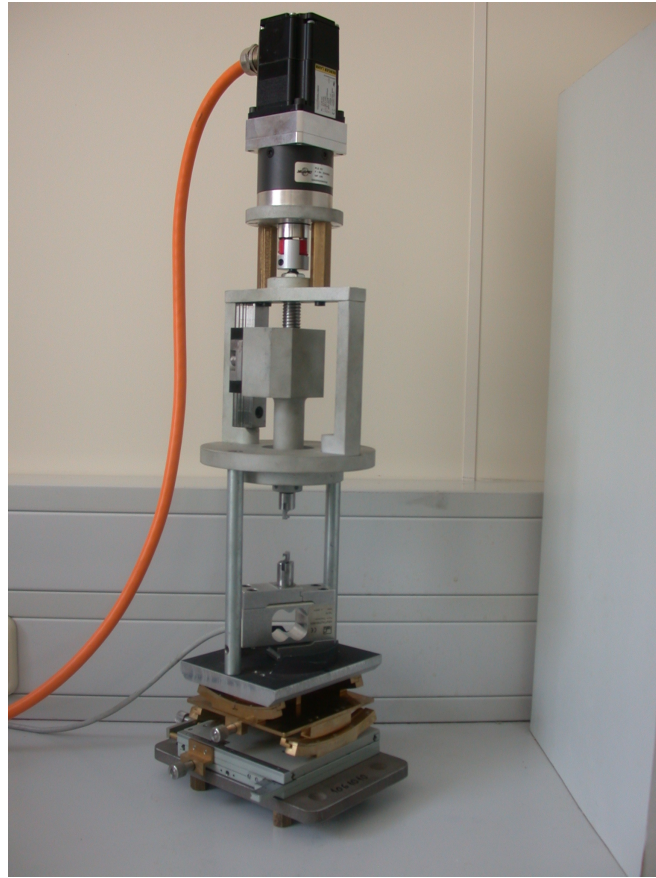
2.1. A minta előkészítése

Egy tömbi réz egykristályból 8 db $6 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ -es mintát vágattunk ki szikraforgácsolással. A mintákról híg salétromsavval lemarattuk a szennyezett felületi réteget, majd alacsony hőmérsékletű forrasztóanyaggal két fémfóához rögzítettük. Ezeket egy $26 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ méretű mintatartóba lehetett betenni, ami a minta megfogására szolgált. Két átellenes tengelynél összeragasztottuk a pófákat a tartóval, először méhviaszt, utána cianoakrilát alapú pillanatragasztót alkalmazva. Csiszológéppel políroztuk az egykristályok egyik oldallapját, egyre finomabb SiC csiszolóvászakkal, utána elektropolíroztuk egy megfelelő D2-es elektrolitba téve, 1,5 A árammal, 150 s-ig. Az első, kísérleti mintánál celluluszal vontuk be a mintatartót, hogy csak az egykristályt tisztítsa az áram, de a szerves oldószer reakcióba lépett vele és nagy nehézségek árán tudtuk csak letisztítani, ezért a továbbiakban mellőztük. A mintadarabnak elég kicsi volt a felülete ahhoz, hogy az áram az egészet le tudja tisztítani. A polírozott mintákról acetonnal oldottuk le a méhviaszt illetve a pillanatragasztót. Sajnos ez nem sikerült maradéktalanul, beszennyeződött az egykristályok felülete. Szobahőmérsékleten kellett tisztítanunk a mintákat, mert nem akartuk, hogy újrakristályosodjanak vagy erősen oxidálódjanak. Két mintát sikerült elgörbítenem, mert nem vártam meg, míg kioldódik a ragasztó a tengelyek alól. Ezek után kiemelhettük a kristályokat a befogókkal együtt a mintatartóból, ultrahangos tisztítóval letakarítottuk a ráakódott szennyeződésektől és elkezdtük a deformáció vizsgálatát.

2.2. A kísérlet

Az ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék húzógéppel deformáltuk meg az egykristályokat (a 2.1. ábrán mutatom be). Ez az eszköz méri a húzóerőt és a pófák elmozdulását az idő függvényében. A tanszéki technikus olyan húzófejeket készített, amelyek egy vízszintes és egy függőleges tengely körül is el tudtak fordulni (lásd 2.2. ábra). Azért volt erre szükség, nehogy nyírjuk a mintákat, hanem csak tiszta húzást gyakoroljunk rájuk. (Azt akartuk elérni, hogy a deformációs tenzornak csak diagonális elemei legyenek, lehetőleg csak $\sigma_{zz} \neq 0$.) A műszert a `minitest` program segítségével vezéreltük egy személyi számítógépről, és összesen hat mintát húztunk meg különböző mértékben. Már a mérés közben észrevettük, hogy a deformálódó egykristály csiszolt oldallapján a terhelt tengellyel mintegy 45° -os szöget bezáró rovátkák jelentek meg, először a tengely mindkét oldala felé, majd az egyik irány sokkal erősebbé vált a másiknál és csak az maradt kimutatható. A rovátkák mentén meg is csúszott a kristály, elferdült, nagyobb feszültségnél el is kezdett nyakasodni. Két mintát a deformáció harmadik szakaszáig húztunk, de nem tudtunk szakadást elérni, mert a forrasztóanyag előbb szakadt el. A művelet befejeztével elszállítottuk a mintákat a megfelelő műszerekhez. Amíg nem vizsgáltuk őket, vákuum alatt illetve oldószerben tartottuk őket, hogy elkerüljük az oxidációt. A 2.3. képen látható a

kettes minta fényképe a deformáció után.



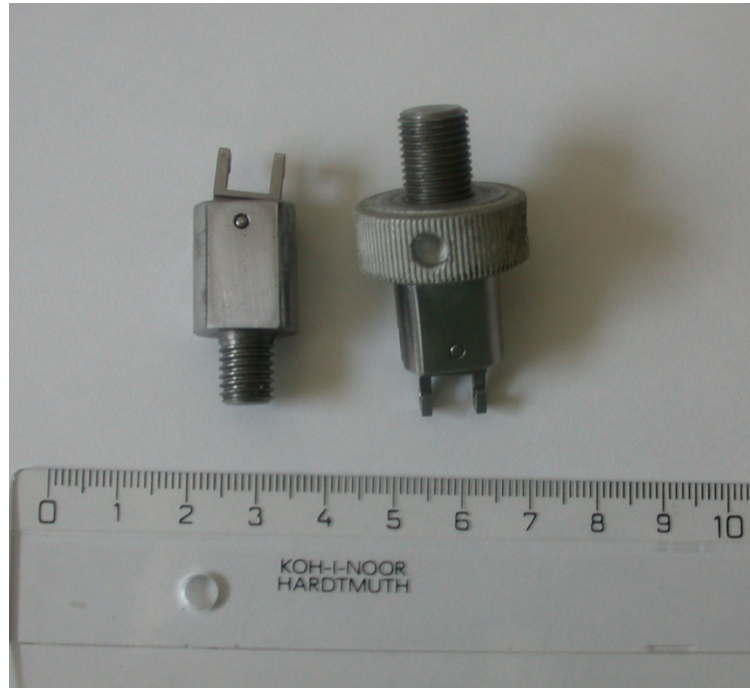
2.1. ábra. A húzó gép

2.3. A vizsgálathoz használt műszerek

2.3.1. Pásztázó elektronmikroszkóp

A legelső mintát megnéztük deformáció előtt és után az ELTE TTK új, FEI Quanta 3D SEM/FIB műszerével. Nem végeztünk vele méréseket, csak tájékoztató képeket készítettünk a legelső mintáról^{‡‡} (2.4. kép). A képek alapján annyit állíthatunk, hogy a felületen kialakult élek $5\ \mu\text{m}$ fölött láthatóak, alatta viszont nem tudtuk kimutatni. Mivel nem használtuk az ionnyalábot a felület megmunkálására, nem tudtuk megmondani, hogy milyen magasak a lépcsők, a kép szürkeszintjeihez nem lehet egyértelműen a felület magasságát hozzárendelni. Egyvalamit biztosan kijelenthetünk: jó közelítéssel a minta teljes szélességében végigfutnak a felszíni lépcsők, elég tehát a keresztmetszetüket vizsgálni. Ez indokolja, hogy profilokat mértünk és nem felületeket.

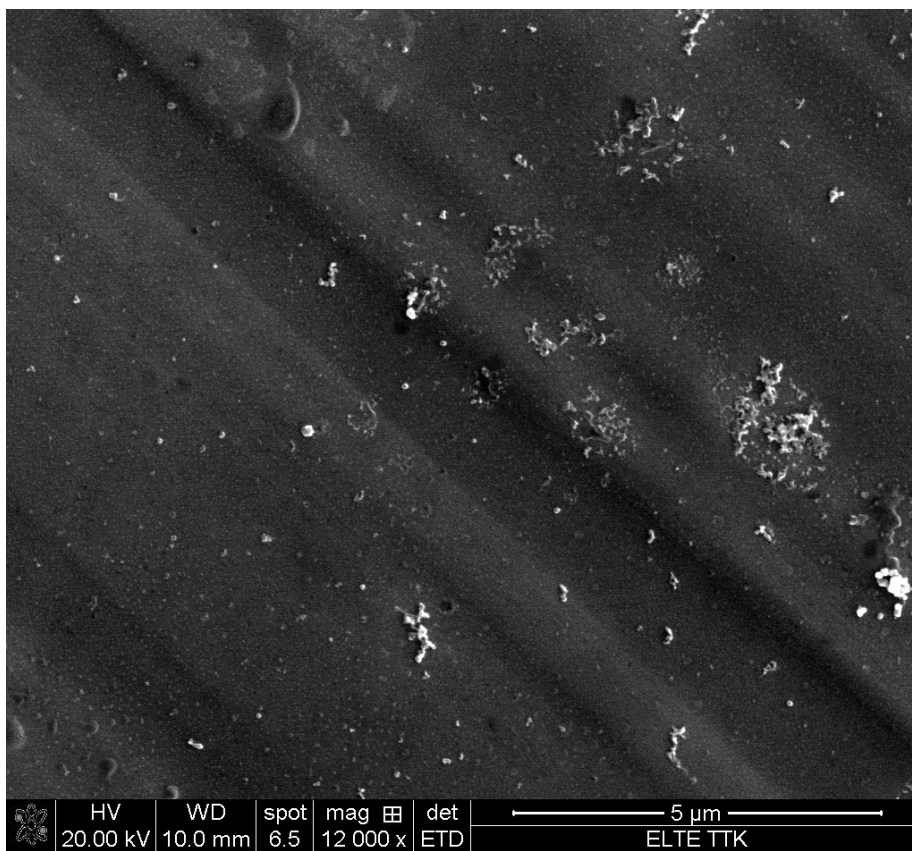
^{‡‡} Ezt a mintát deformálatlanul vizsgáltuk meg AFM-mel.



2.2. ábra. A húzógép pofái



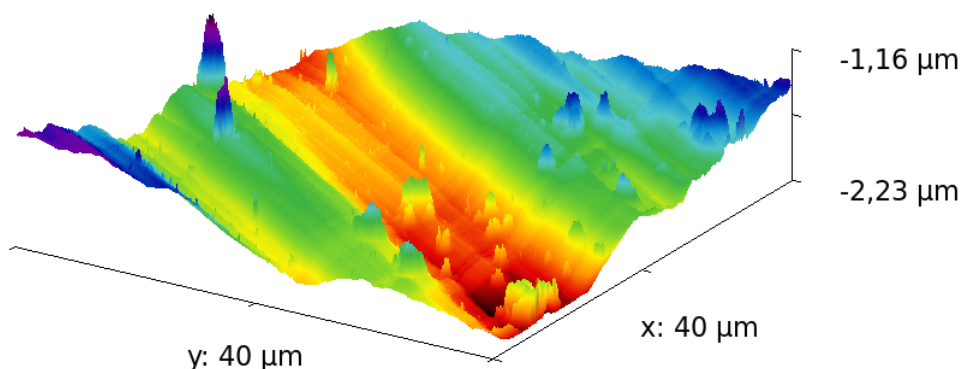
2.3. ábra. A kettős minta a húzás után



2.4. ábra. A legelső minta elektronmikroszkópos képe

2.3.2. Atomierő-mikroszkóp (AFM)

Az ELTE TTK Anyagfizikai Tanszékének AFM műszerével vizsgáltuk a minták felszínének $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ -es részét, egy mintán 3-4 területet is kimértünk. Az így nyert képekből származik az általam elemzett profilok egyik fele. A műszer nagy előnye az elektronmikroszkóppal szemben, hogy a felület magasságát határozhatjuk meg vele, amire a szakdolgozathoz szükségem volt. A mérés lényege, hogy egy néhány atom vastagságú tű rezeg egy $30\ \mu\text{m}$ széles „palló” végén, amit a sajátfrekvenciájával gerjesztjük. A rezgés idő- és helyfüggését mérjük, aminek a felülettel való kölcsönhatása során változik a fázisszöge a gerjesztéshez képest, és a kölcsönhatás ismeretében át tudjuk számítani a szög változását a felszín magasságává. A műszer függőleges felbontása kb. $1\ \text{nm}$, vízszinteses pedig $40\ \text{nm}$. Egy mintát a deformáció előtt, másik hármat az után mértünk ki az AFM-mel. A 2.5. képen látszik a kettés minta egy részlete, a kép eredetijének Fourier-transzformáltját a 2.6. ábra mutatja. A függőleges csík a vízszintes irányú pásztázás következménye, a balra felfelé rézsútos vonal a lépcsőket jelzi.

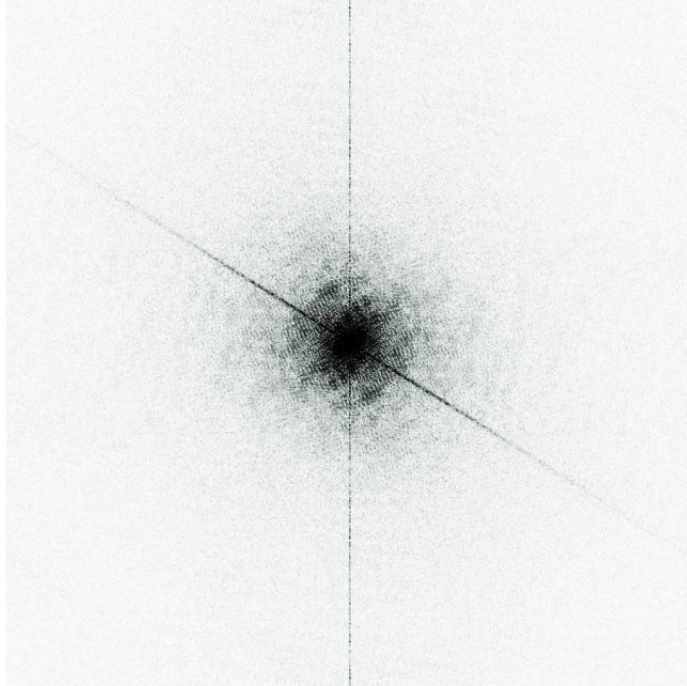


2.5. ábra. A kettés minta képe magassági színezéssel

Ha megnézzük a 2.5. képet, láthatjuk, hogy milyen sok porszem vagy ragasztómaradék rakódott le a mintára (az éles csúcsok). Ha így vizsgálnánk, óhatatlanul megváltoztatnák a mérés kimenetelét. Ha viszont profilokat vágunk ki belőle, sok hibát elkerülhetünk.

2.3.3. Profilométer

Az Ambios XP-1 profilométert az MTA ATOMKI Multirétegkinetika és Szerkezetvizsgáló Laboratóriumában használtam. A műszerrel felületek hosszmetését lehet mérni. A mérés során egy $2,0\ \mu\text{m}$ görbületi sugarú tűt húz végig a mintán, amit állítható nagyságú erővel nyom, a vizsgált mintáknál ez $5\ \text{mg}$ volt. Legföljebb $3\ \text{mm}$ hosszan tud szkennelni, vízszintes felbontása $0,89\ \mu\text{m}$, a függőleges pedig $30\ \text{nm}$. Egy mintáról öt adatsort dolgoztam föl, három megdeformált mintát vizsgáltunk vele (A műszer adatairól lásd [3]).



2.6. ábra. A kettes minta felszínének Fourier-transzformáltja

3. Eredmények

A kiértékelésben nagyban támaszkodtam az [12, 22] irodalomban található kiértékelési módszerekre, hasonló mennyiségeket számítottam ki, hogy össze tudjam vetni eredményeimet a korábbiakkal. A fizikusok tanrendjében második félévben egy egész gyakorlat foglalkozik az OCTAVE programmal, ezért én is ezt használtam munkám során. Az általam definiált függvények forráskódjai megtalálhatóak a függelékben. Külön kezeltem az AFM-mel és a profilométerrel mért adatok jellemzőit, mert ez utóbbi adatok három nagyságrenddel nagyobb tartományok jellemzőit adják meg, mint az előbbieket. A minták relatív megnyúlásának függvényében vizsgáltam az egy mintáról vett 5 adatsor átlagolt mennyiségeit. A 3. táblázatban feltüntettem a minták sorszámát, relatív megnyúlását (ε) és a rájuk ható legnagyobb feszültséget^{‡‡} (σ_{\max}), ami a kettes minta esetében a forrasztás kiszakadásának értéke.

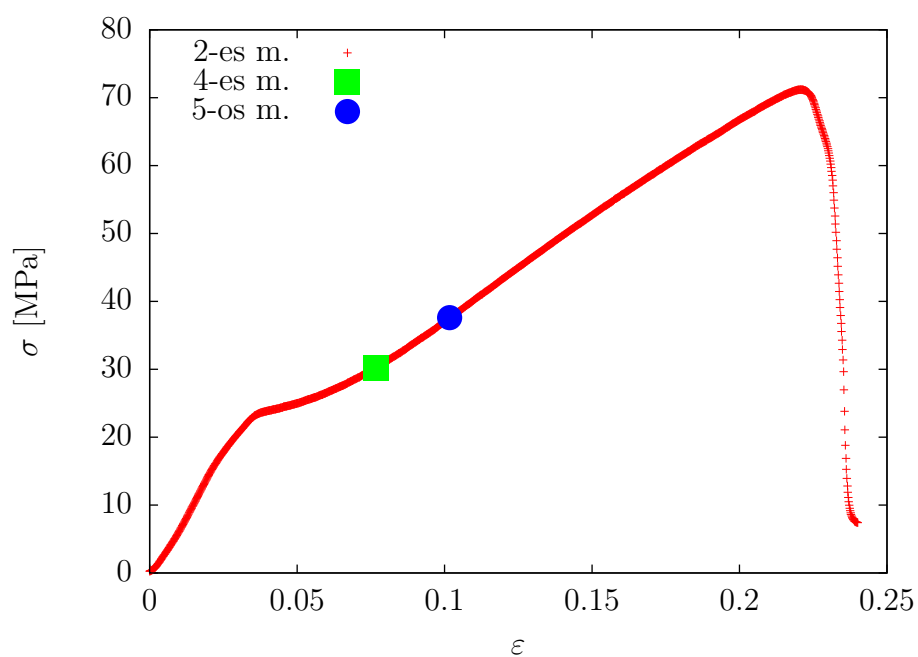
A 3.1. képen bemutatom a kettes minta feszültség–megnyúlás görbéjét, bejelölve rajta, hogy hová esik a négyes és ötös minta maximális deformációja. Azért nincsenek rajta a kettes minta görbéjén, mert pontatlanul mértük meg a minták keresztmetszetét és a hosszát, így máshová skáláztuk át az erő–megnyúlás adatpárokat az különböző mintáknál.

Amint az ábráról leolvasható, a kettes mintát húztuk meg a forrasztásanyag elsza-

^{‡‡} A kettes minta keresztmetszetével súlyozva.

minta	ε	σ_{\max} [MPa]
2	0,2296	71,16
4	0,0767	30,24
5	0,1017	37,60

3.1. táblázat. Az egyes minták deformációja és a rájuk ható legnagyobb feszültség

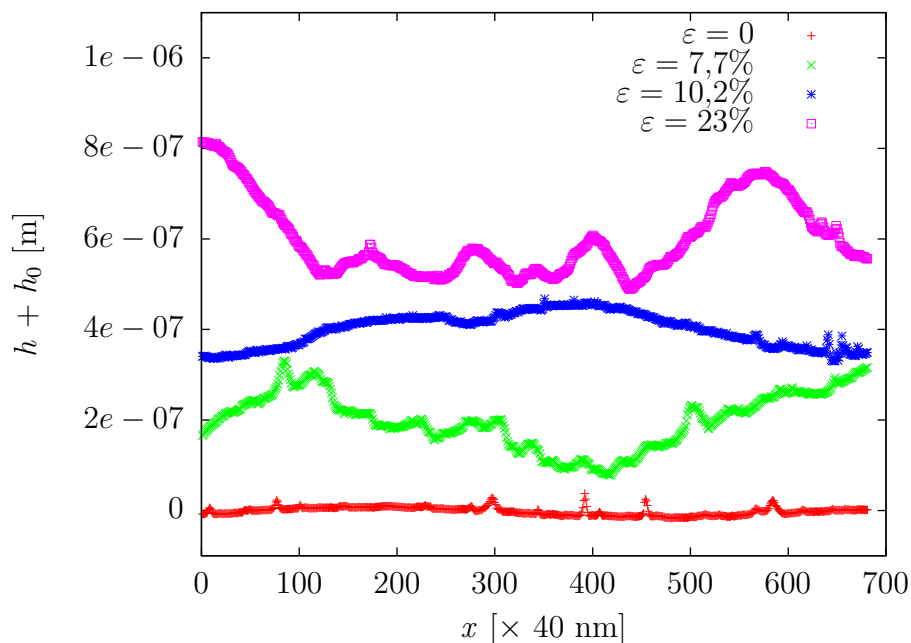


3.1. ábra. A kettes minta terhelési görbéje

adásáig, a négyeset a deformáció ún. második szakaszának elejéig, az ötöset annak közepéig. A négyes minta teljes megnyúlását nem lehet leolvasni, mert valószínűleg megfeszült, mikor beletettük a húzógépbé és már egy adott előfeszített állapotból húztuk, ezért egyenest illesztettem a görbére, és ahol az erő nullává vált, onnan mértem a megnyúlást.

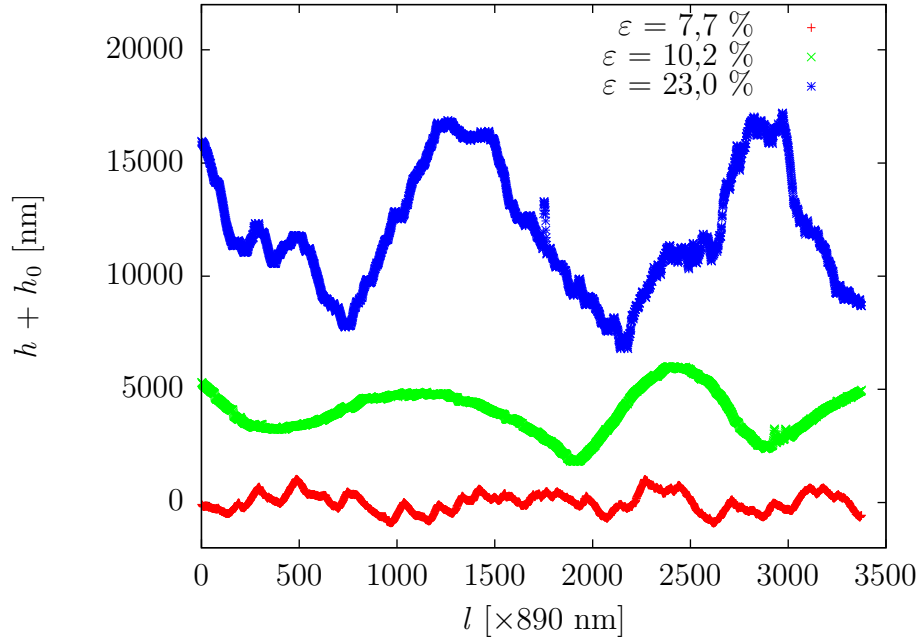
3.1. A felszín változása

Az elektropolírozással kialakított felszínen legfeljebb 70 nm magas szennyeződések maradtak, ha eltekintünk a $40 \mu\text{m}$ -nél nagyobb hullámzásoktól, amiket nem tudtunk AFM-mel kimérni. A 3.2. és a 3.3 ábra bemutatja a felszín változását a különböző relatív megnyúlásokra, alulról felfelé egyre deformáltabb mintákat láthatunk.



3.2. ábra. A felületi lépcsők kialakulása az AFM-es mérések alapján

Az AFM-mel mért adatsorokból kivontam egy egyenest, majd a felszín átlagát nullára állítottam a későbbi számítások megkönnyítése érdekében. A profilométeres adatsorokra negyedfokú görbét illesztettem, hogy a hullámosságot eltávolítsam. Nem simítottam le az adatsorokat, ezzel elveszítettem volna a legkisebb lépcsőket. Emiatt viszont sok apró lerakódás hibája benne maradt az adatokban. A lentebb közölt mennyiségek függvényillesztésből származnak, hibájuk több, azonos mintából vett adat szórása.



3.3. ábra. A felületi lépcsők kialakulása a profilométeres mérések alapján

3.2. A föltételezés

Szakedolgozatom fő állítása, hogy a deformáció hatására kialakuló felületi lépcsők fraktálszerkezetűek, vagyis a lépcsők magasságának, szélességének az eloszlása skálafüggetlen 3 nagyságrenden keresztül [11, 20, 16, 9, 23, 22, 13]. Ezen a tartományon a felszint jellemző különféle mennyiségek a méret 0 és 2 közé eső hatványával arányosak:

$$f(l) \sim l^\alpha, \quad \alpha \in (0,2). \quad (3.1)$$

Az állítást azzal kívánom igazolni, hogy különböző függvényekre bemutatom ezt a függést. Ezeket log-log skálán ábrázolva egyenest kapunk, és az α kitevő az egyenes meredeksége.

3.3. Az adatok kinyerése

Az AFM-mel készült képekből a GWYDDION program segítségével metszettem ki profilokat, a profilométer pedig rögtön egyváltozós függvény formájában szolgáltatotta a magasságadatokat. Igyekeztem a felszíni redőkre merőlegesen mintát venni a programmal, de nem mértem meg a szögeket. Szintén nem tudom pontosan, milyen szögben pásztázta végig a profilométer a lépcsőket (kb. 45°). Ennek szerencsére nincsen jelentősége, mert, mint a későbbiekben látni fogjuk, a távolság logaritmusának függvényében vizsgáltam az egyes függvényeket. Ez azt jelenti, hogy ha a felületi mintázat helyfüggését a

$$h(l) \sim l^\alpha \quad (3.2)$$

írja le, és l -et a felszíni lépcsők irányára merőlegesen mérjük, akkor nyilván

$$\ln[h(l)] = \alpha \ln(l) + C. \quad (3.3)$$

Ha más irányú profilokat mérünk, akkor egyszerűen át kell skálázni a helyfüggést, l helyébe $y = \frac{l}{\cos(\varphi)}$ -t kell írni, ahol φ az \mathbf{l} és \mathbf{y} közötti szög. Ekkor

$$\ln[h(y)] = \alpha \ln(y) + C_2 = \alpha \ln(l) - \alpha \ln[\cos(\varphi)] + C, \quad (3.4)$$

vagyis csupán a tengelymetszet változik**. Ha más felbontással mérünk, akkor l helyébe ζl kerül, erre hasonló mondható el, mint a szögfüggésre, éppen emiatt hívják skálafüggetlennek a $h(l)$ -hez hasonló eloszlásokat. A tengelymetszetek tényleges meghatározása csak akkor indokolt, ha igazolást nyer a 3.2 részben ismertetett (3.1) összefüggés, és mind az AFM-mel, mind a profilométerrel ugyanazt a kitevőt kapjuk a vizsgált mennyiségre.

3.4. Az átlagos magasságkülönbség

Az elsőként vizsgált $C(l)$ a függvény az (1.10) változata, $q = 1$ választással:

$$C(l) = \langle |h(x) - h(x+l)| \rangle := \frac{1}{L} \int_0^L |h(x) - h(x+l)| dx, \quad (3.5)$$

h a felszín magassága. Diszkrét pontokra, N pontból álló adatsorra ezt kapjuk:

$$C(l) = \frac{1}{N-l} \sum_{k=1}^{N-l} |h_k - h_{k+l}| \sim l^\alpha. \quad (3.6)$$

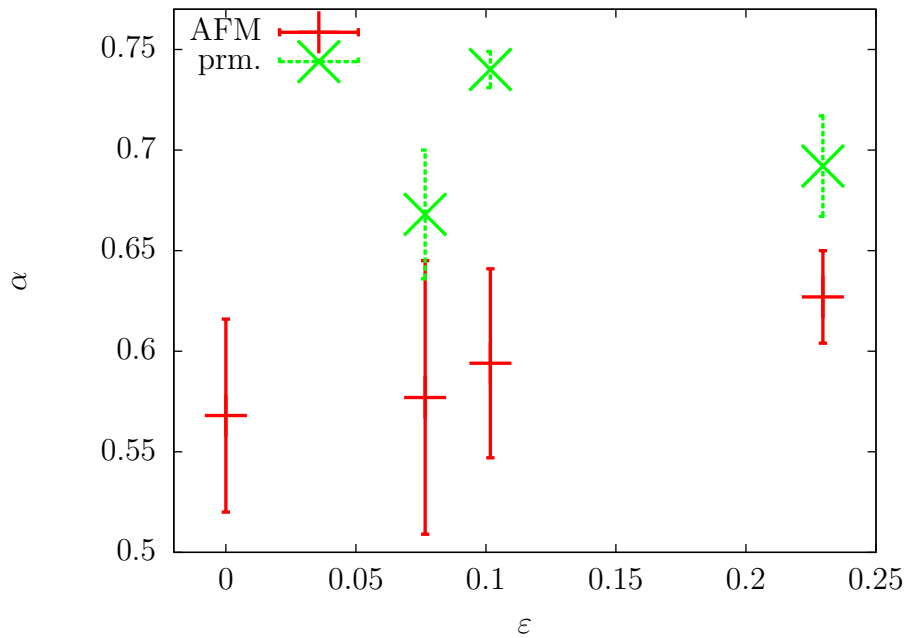
A 3.4. ábra mutatja a különböző mintákra vett α kitevők átlagait, melyeket a 3.2. táblázatban foglaltam össze. A kettes minta adatsorait a 3.5. ábrán tekinthetjük meg.

Amint láthatjuk, pozitív kitevőket kaptunk minden adatsorra, és ez jó, mert azt jelenti, hogy minél több pontot veszünk figyelembe, annál több egyenletlenséggel, lépcsővel fogunk találkozni. A kétféle módszer eltérő kitevőket ad, és azok egymás hibahatárán kívül esnek. Az AFM-es adatokból úgy tűnik, a kitevő növekszik a deformáció növekedtével. Érthető is, hiszen ekkor egyre érdekesebb lesz a felület, növekszenek a lépcsők. A profilométeres adatokból nem tudnánk ugyanezt kiolvasni. A C_n mennyiséget a `corr.m` programmal határoztam meg, amelynek forráskódját a függelékben közlöm.

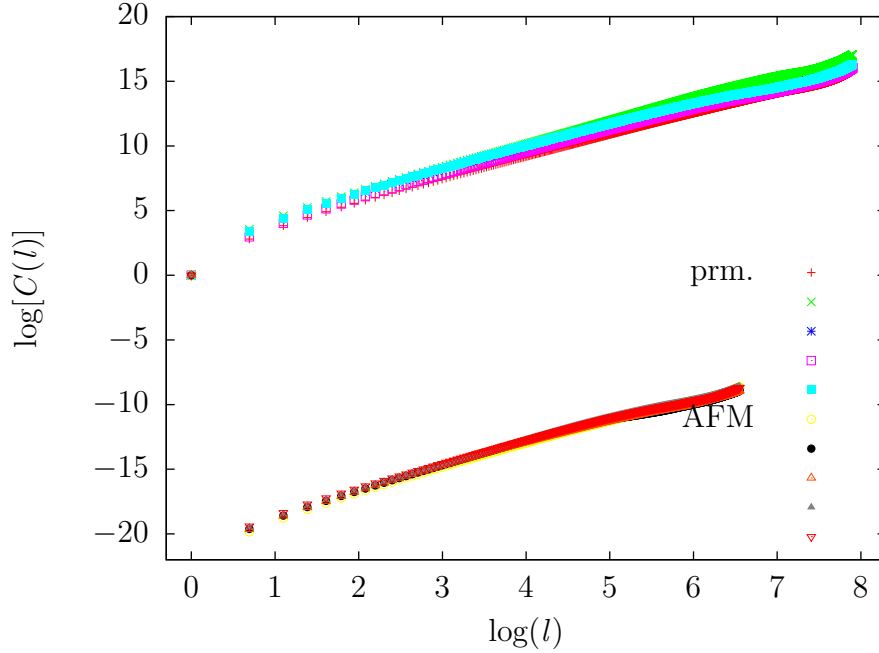
** Nyilván csak bizonyos szögtartományra igaz ez, mert fölerősödnek a hibák, ha túl kis szögben mérünk a lépcsőkhöz képest, ekkor egyébként is túl kevés lépcsőt fogunk találni.

sorszám	ε	α	$\Delta\alpha$
Profilométer			
2	0,2296	0,692	0,025
5	0,1017	0,740	0,009
4	0,0767	0,668	0,032
AFM			
2	0,2296	0,627	0,023
5	0,1017	0,594	0,047
4	0,0767	0,577	0,068
deformálatlan	0	0,568	0,048

3.2. táblázat. A magasságkülönbségek kitevője az egyes mintákra



3.4. ábra. A magasságkülönbségek kitevője az egyes mintákra



3.5. ábra. A kettes minta $C(l)$ függvényei

3.5. A felszíni érdesség

A felszíni érdességet a [12] irodalom alapján vezetem be:

$$r(l) := \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l [h(x) - \langle h \rangle]^2 dx}. \quad (3.7)$$

Diszkrét értékekre:

$$r_N = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{l=1}^N [h_l - \langle h \rangle]^2}. \quad (3.8)$$

Vegyük észre, hogy ez éppen a magasságértékek szórásának a definíciója! Ez indokolja azt, hogy a nevezőbe $N - 1$ -et írtam. A minták feldolgozása elején az átlagmagasságot nullának választottam, vagyis $\langle h \rangle = 0$. Ismét hatványfüggvény alakjában keressük r -et:

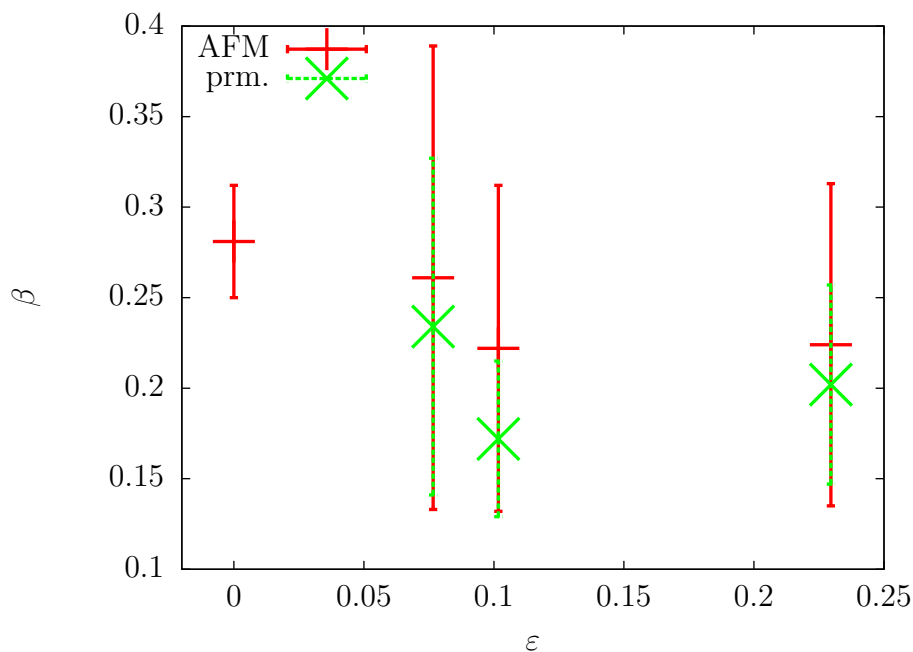
$$r(l) \sim l^\beta. \quad (3.9)$$

A kapott eredményeket a 3.3. táblázatba foglaltam. Itt már közelebb esnek egymáshoz az AFM-es és a profilométeres adatok, össze is tolhatnánk az egyeneseket. Az érdesség kitevője esik a feszültség növekedésével $\varepsilon \approx 10\%$ -ig, utána növekszik, de a 7% -nál mért alatt marad. Együtt haladnak a két módszerrel meghatározott adatok. Mint a magasságkülönbségeknél, itt is az ötös minta „lóg ki” a sorból. A 3.7. ábra mutatja a négyes minta profilométerrel mért érdességfüggvényeit. A kitevőket a

grafikonok egészéből számítottam, de a logaritmusos ábrázolás miatt a jobb végükön sokkal több pont található, így súllyal esnek latba azok a részek.

sorszám	ε	β	$\Delta\beta$
Profilométer			
2	0,2296	0,202	0,055
5	0,1017	0,172	0,043
4	0,0767	0,234	0,093
AFM			
2	0,2296	0,224	0,089
5	0,1017	0,222	0,090
4	0,0767	0,261	0,128
deformálatlan	0	0,281	0,031

3.3. táblázat. Az érdesség kitevőjének különböző értékei

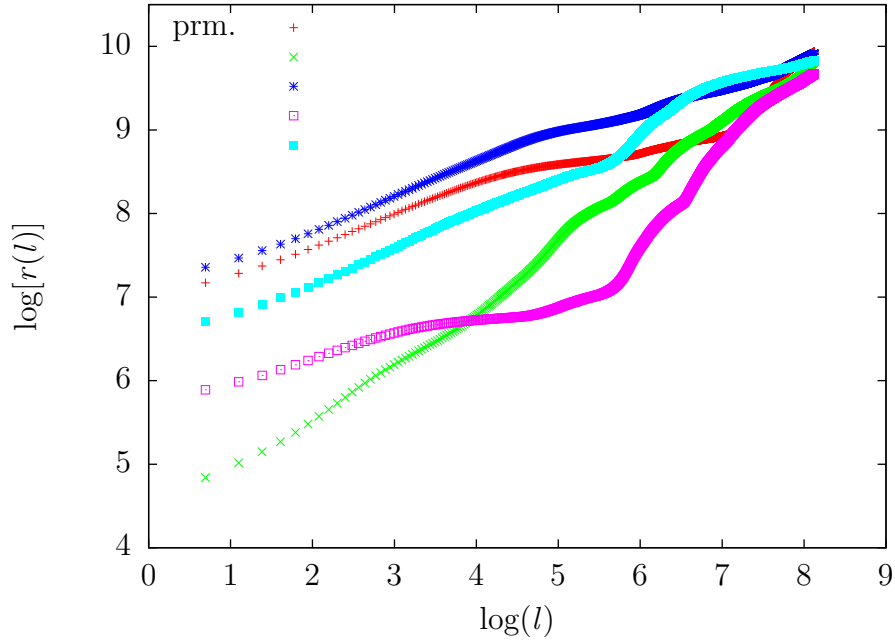


3.6. ábra. A felszíni érdesség az egyes mintákra

Az érdességet az `rms.m` programmal határoztam meg, mellékeltem a forráskódját.

3.6. Az élék magasságának és szélességének eloszlása

Több cikk is vizsgálja az élék eloszlását [12, 22, 13]. A profilból a helyi maximumokat és minimumokat határoztam meg, és élnek az egymás melletti helyi



3.7. ábra. A négyes minta profilométeres adatokból számított $r(l)$ függvényei

maximum és minimum közötti mérési pontokat és az általuk meghatározott töröttvonalat tekintettem. Az él magassága a két szélsőérték magasságának különbsége, az él hossza a szélsőértékek indexének különbsége szorozva a vízszintes felbontással. Az `elelosz2.m` program segítségével osztottam föl a mért profilt a szélsőértékek helyének megfelelő rövidebb szakaszokra, illetve gyűjtöttem ki a magasságot. Logaritmikusan választottam, mert skálafüggetlen eloszlásra számítottam, másrészt pedig szélesebb és magasabb élekből jóval kevesebbet vár az ember. 25 binrel dolgoztam, ekkor már elég sok mérési pontot kaptam ahhoz, hogy a diszkrét változós eloszlásokat folytonossal közelítsem, másrészt még annyi mérési adat jutott egy binre, amennyiből már statisztikát lehetett készíteni, a leggyakoribb értékek 50–200 között voltak. Dinamikusán osztottam ki a határokat, tehát a legkisebb és legnagyobb előforduló élhossz közötti szakaszt osztottam föl logaritmikusan.

3.6.1. Az élék hossza

Az élék hosszának eloszlása valóban skálafüggetlen, vagyis

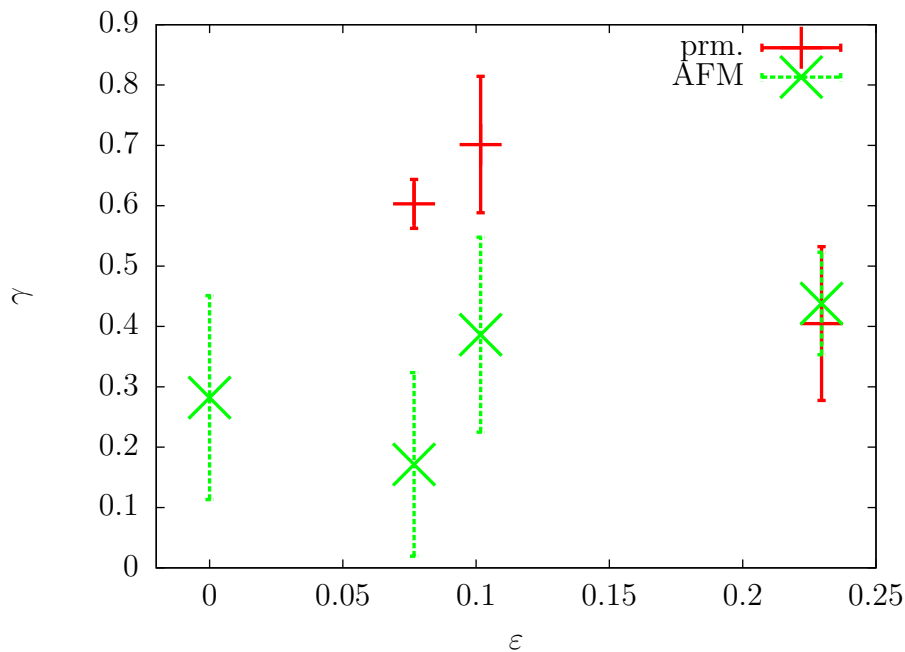
$$p(l) \sim l^{-\gamma}. \quad (3.10)$$

Érdekes módon ezt nem vizsgálta egyik irodalom sem, hanem csak [13]-ben osztották fel a profilt lépcsőkre és teraszokra, de ott is a magasságeloszlást tanulmányozták. Mint említettem, ez egy átskálázott, nem normált eloszlás, annyi kikötést tettem,

hogy $p(l_{\max}) = p(l_{\min}) \stackrel{!}{=} 1$ [§]. Az illesztésnél viszont visszatranszformáltam az egyeneseket, tehát ugyanolyan alapú logaritmus mind $p(l)$, mind l . A négyes és az ötös mintánál együtt halad a két $\gamma(\varepsilon)$ függvény, a kettes mintára pedig hibahatáron belüli egyezést kapunk. Ennek a mintának az eloszlásfüggvényeit ábrázoltam a 3.9. képen. Ez nagyon jó a mérés szempontjából, viszont nem tudunk belőle irányultságot mondani. A trendet itt a négyes minta töri meg.

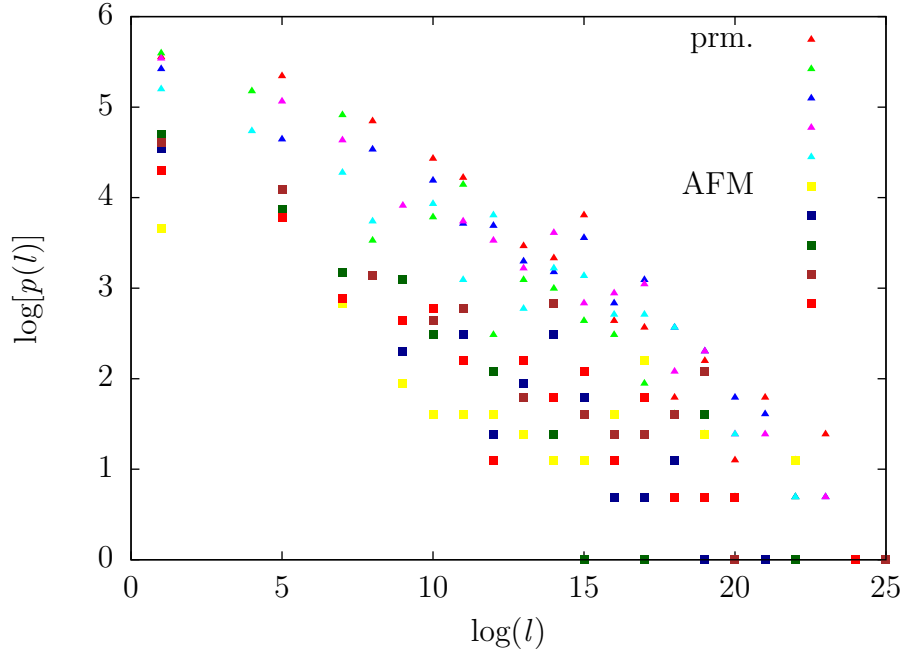
sorszám	ε	γ	$\Delta\gamma$
Profilométer			
2	0,2296	0,4048	0,1274
5	0,1017	0,7014	0,1130
4	0,0767	0,6031	0,0406
AFM			
2	0,2296	0,4381	0,0849
5	0,1017	0,3864	0,1616
4	0,0767	0,1714	0,1522
deformálatlan	0	0,2821	0,1690

3.4. táblázat. Az élhosszeloszlások kitevője az egyes mintákra



3.8. ábra. Az élhosszeloszlások kitevője az egyes mintákra

[§] Az alsó határ a véges mérési pontosság miatt adódik, a felső határt pedig a hatványfarkú eloszlás csökkenése magyarázza.



3.9. ábra. A kettes minta élhossz-eloszlásfüggvényei

3.6.2. Az élek magassága

A magasságok eloszlásának megdöböntő módon van csúcsa. A logaritmusos binékbe gyűjtött adatokat áttranszformáltam lineáris, 1 és 10 közötti pontokká. Az egyszerűbb függvények közül a

$$p(s) = As^v e^{-\lambda s} \quad (3.11)$$

képlettel jellemezhető *gamma-eloszlások* (bővebben lásd [5]) közelítették meg leginkább a mért adatokat^{††}. Az A amplitúdónak nincsen sok jelentősége, mert a maximum helye is befolyásolja az eloszlásfüggvény nagyságát. Egyszerű deriválással kaphatjuk a maximum helyét:

$$x_0 = \frac{v}{\lambda}, \quad (3.12)$$

$$\langle x \rangle = \frac{v+1}{\lambda} \text{ a várható érték, } \sigma = \frac{\sqrt{v+1}}{\lambda} \text{ a szórás.} \quad (3.13)$$

Az eloszlásfüggvény ferdesége

$$\gamma_1 = \frac{2}{\sqrt{v+1}}. \quad (3.14)$$

Főleg az első három adatnak van jelentősége, mert ezzel tudom összevetni a különböző mintákat. Nem alakítottam vissza az élmagasságok abszolútértékére az

^{††} A (3.11) képletet normalva, pozitív egész $2v$ mellett, $\lambda = \frac{1}{2}$ választással kapjuk az v szabadsági fokú χ^2 -eloszlást.

adatsorokat, mert első ránézésre látszik, hogy nem skálafüggetlen az eloszlás. A maximumhely tehát mindig az adott $\{s\}$ halmaz legnagyobb előforduló tagjához való viszonyt jellemzi. A 3.10. ábrán mutatok be egy illesztést. A 3.6.2. táblázatban föltüntettem a maximum helyét (x_0) és a szórást (σ). Azért nem az eredeti illesztési paramétereket adom meg, mert nagyon szórtak, akár négy nagyságrendet is eltérhettek egyetlen mintánál. Nem találtam magyarázatot arra nézve, miért tér el ez az eloszlás a többitől. Biztos vagyok benne, hogy a mérési eljárás miatt is látjuk ezeket, hiszen, ha a felület sajátja volna ez, akkor az AFM-es adatokon az eloszlás elejét kellene látnunk, és folytatódnia kellene a profilométeres metszeteknél, de nem így van. Ráadásul a maximumhelyek is fordítva függenek a deformációtól a két módszerrel kapott adatsoroknál. Nem igazolható az élmagasságok skálafüggetlensége.

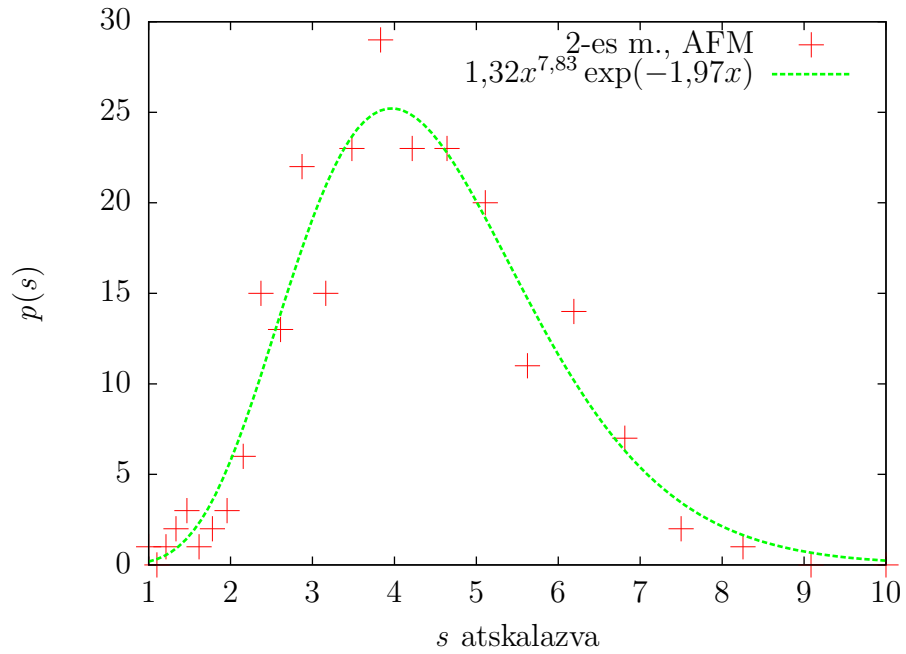
sorszám	ε	x_0	Δx_0	σ	$\Delta\sigma$
Profilométer					
2	0,2296	4,606	0,433	2,852	0,261
5	0,1017	3,541	0,348	1,821	0,269
4	0,0767	4,179	0,119	2,265	0,197
AFM					
2	0,2296	4,088	0,474	3,159	0,399
5	0,1017	4,563	0,524	2,595	0,333
4	0,0767	4,777	0,398	3,621	0,967
deformálatlan	0	3,769	0,396	2,592	0,237

3.5. táblázat. Az élmagasságok eloszlásainak adatai

3.7. A Hurst-kitevő

A bevezetőben részletezett H -t az OCTAVE program beépített `hurst.m` függvénye segítségével értékeltem ki. Az adatokat a 3.6. táblázat tartalmazza. Az AFM-es mérések nagy hibája a kosznak tulajdonítható. Ez nagyon pontatlan módszer, az én függvényeim sokkal kisebb relatív hibával adták meg az egyes adatokat.

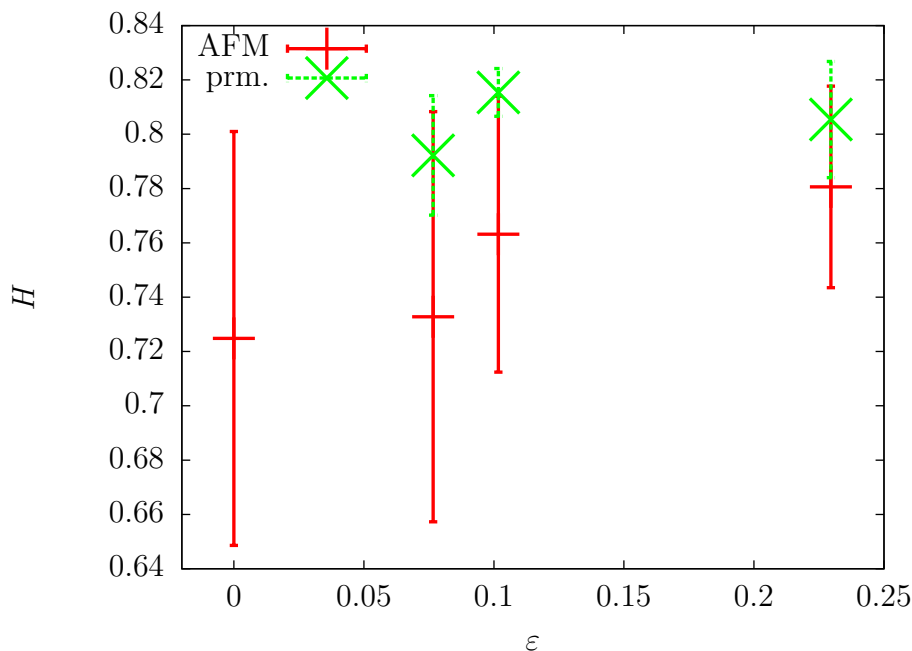
Hasonlítsuk össze a fenti számokat a 3.2. táblázatban találhatókcal! Az elmélet szerint $\alpha = H$, ám ez koránt sem mondható el a mintáimról. Az AFM-es adatok különbsége $\alpha - H \approx 0,12$, a profilométereseké nagyobb, viszont együtt haladnak az α és a H adatsorok. Ez a kétfajta kiszámítási mód rokonságát mutatja, és hogy valóban jellemző adata a mintáknak e két kitevő.



3.10. ábra. Az egyik magassági hisztogram a rá illesztett függvénnyel

sorszám	ε	H	ΔH
Profilométer			
2	0,2296	0,8054	0,0214
5	0,1017	0,8154	0,0088
4	0,0767	0,7922	0,0220
AFM			
2	0,2296	0,7806	0,0371
5	0,1017	0,7632	0,0508
4	0,0767	0,7328	0,0755
deformálatlan	0	0,7248	0,0762

3.6. táblázat. A Hurst-kitevők



3.11. ábra. A Hurst-kitevők

4. Diszkusszió

A magasságkülönbségeken kívül a többi mennyiségnek szélsőértéke van az ötös mintánál, legalább egy mérési módszert figyelembe véve. Az AFM-es méréseknek nagyobb a hibája az esetek többségében, mert az a műszer érzékenyebb a zajra, ami így módosítja is a felületről kapott adatokat. Fontos, hogy míg [13] szerint az élek magassága is skálafüggetlen, addig én határozott csúcsot találtam a magasságeloszlásban. Ilyen eloszlást mások is megfigyeltek [12], a besugárzott LiF kristály deformálatlan felületén. Ők két csúcsú eloszlásfüggvényt találtak, a kisebb csúcsot a műszer méréséből adódó szisztematikus hibának tulajdonították, a másodikat viszont a plasztikus deformáció kezdetét jelentő folyáshatáron kialakult lépcsők magasságának vélték*. Általánosságban elmondhatom, az irodalomban is hasonló nagyságrendű adatokat találtam a különböző kitevőkre vonatkozóan. [22] 0,75 körülnek mérte a Hurst-kitevőt a magasságkülönbségekből, általában egy tizeddel kisebb értékeket kaptam (α -ról beszélek), de a gyors kiértékelés szintén ennyit adott. Ugyanerre [13] 0,7–0,9 körüli értéket ad, ami megint csak nagyobb az én kitevőimnél. Igazoltnak látom a skálafüggetlenséget két nagyságrenden át külön a profilométeres, külön az AFM-es adatokra, a kettős minta esetében azonban az egész vizsgált tartományra, ott tehát négy nagyságrendre. Azok a mérések sikerültek a legjobban. Az adatok nagy szórását a változatos felszínnek tulajdonítom: bizonyos helyeken olyan nagy lépcsőket találtunk, amelyek nem is fértek bele az AFM szkennelési

* Nem tudtam kideríteni az általuk megadott eloszlás pontos alakját, mert két exponenciális függvény összegét említik a főszövegben, viszont mást adnak meg a (4) képletben.

tartományába. Világosan sikerült kimutatni a különböző minták közötti eltérést jóformán az összes vizsgált mennyiségnél.

Szánt szándékkal nem vizsgáltam az adatsorok Fourier-transzformáltját. Ha vesszük a spektrálsűrűség abszolútértékének négyzetét, majd visszatranszformáljuk, az eredeti függvény konvolúcióját kapjuk:

$$\varphi(k) = \mathcal{F}\{f(x)\} \Rightarrow \mathcal{F}^{-1}\{|\varphi|^2\} = f \star f. \quad (4.1)$$

Elvégezve a fenti két műveletet az OCTAVE-val nagyon eltérő grafikonokat kaptam, ezért megbízhatatlannak ítéltam a Fourier-spektrum vizsgálatát.

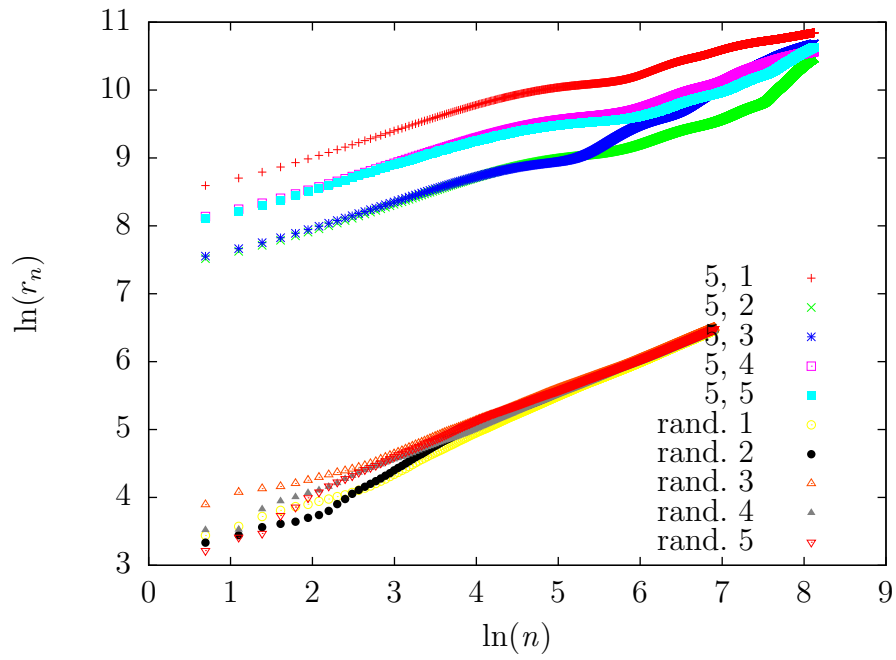
4.1. Összehasonlítás véletlen adatsorral

Hogy jobban eldönthessem, mi utal a mintákon valóban a fraktáljellegre és mi a véletlen zaj eredménye, generáltam 1000, egyenletes eloszlású véletlen számból öt mesterséges profilt és kiértékeltem rajta a fent ismertetett függvényeket. Bizonyos szempontból talán meglepő, hogy az így nyert adatokra is skálafüggetlen az átlagos magasságkülönbségek, az érdesség valamint az élek hosszának eloszlása. A mért adatokéhoz képest α és H jóval kisebb, β nagyobb, γ -ról pedig nem mondhatunk semmit, a mért értékek szórása miatt. Az élek magasságának eloszlása viszont sokkal lassabban növekszik és meredekebben vág le, mint a valódi mintákról származó adatsoroknál (lásd 4.2. ábra). Megpróbáltam Weibull-eloszlással közelíteni, de annak túl lapos volt a bal farka. A megfelelő adatokat a 4.1. táblázatban mutatom be.

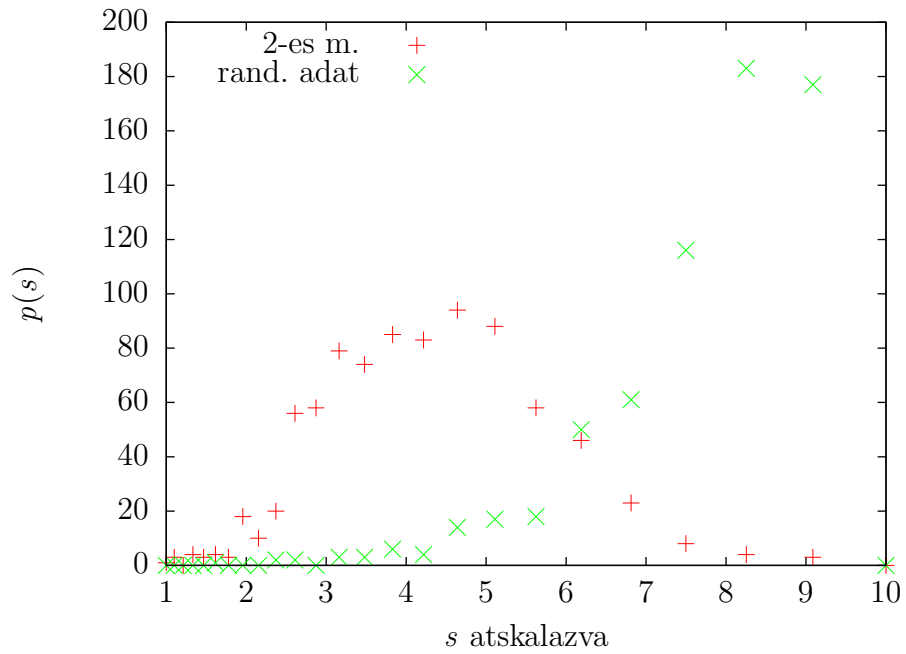
név	érték	hiba
α	0,3181	0,0003
β	0,4926	0,0226
γ	0,5058	0,0810
H	0,4973	0,0529

4.1. táblázat. A szimulált profilkok átlagolt jellemzői

Érdeemes a tényleges függvényalakokat összevetni, itt már el lehet különíteni a szimulációt: túl „szép” adatokat kapunk. A 4.1. ábra az $r(l)$ függvényeket mutatja a 4-es minta és a véletlen számok öt adatsorára. Ebből azt a tanulságot szűrhetjük le, hogy igenis van rend a felszín alakjában, és a jellemzők össze is függnek a deformációval.



4.1. ábra. Az $r(l)$ függvény az 5-ös mintára és a véletlen számokra



4.2. ábra. Az élmagasság eloszlása a 2-es mintára és az egyik véletlen adatsorra

A. Függelék

Néhány, a kiértékeléshez használt program forráskódja.

A.1. A `corr.m` függvény

Kiszámítja az átlagos magasságkülönbséget. (Lásd 3.4 rész.)

```
function y=corr(x,b)
N=length(x);
s=0;
y(1)=1;
for l=1:N-1
    for k=1:N-l-1
        s=s+abs(x(k+1)-x(k));
        k++;
    endfor
y(l+1)=(s/(N-l))^(1/b);
l++;
endfor
endfunction
```

A.2. Az `rms.m` függvény

Az érdekességet határoztam meg vele. (Lásd 3.5 rész.) Valójában egyszerűbb lett volna a beépített `std.m` függvényt használni a szórásra, de ezt csak utólag vettem észre.

```
function y=rms(x)
N=length(x);
s=0;
#a=0;
#mean surface
#for m=1:N
#    a=a+x(m);
#    m++;
#endfor
#a=a/N;
#formula
for l=2:N
    for k=1:l
#        s=s+(x(k)-a)^2;
        s=s+(x(k))^2;
        k++;
    endfor
```

```

y(1)=(s/(1-1))^(1/2);
l++;
endfor
endfunction

```

A.3. Az elelosz2.m függvény

Kinyeri az adatsorból az élek magasságát és szélességét és logaritmikus binekbe csoportosítva őket két hisztogramot készít. (Lásd 3.6 rész.)

```

function [p,q,pmax,qmax, pmin, qmin]=elelosz2(x,doboz)
N=length(x);
xmax=0;
xmin=0;
u=0;
v=0;
l=1;
m=1;
pmax=0;
qmax=0;
pmin=0;
qmin=0;
for k=2:N-1
    if (x(k) > x(k+1)) & (x(k) > x(k-1))
        xmax=x(k);
        u=k;
        p(l)=abs(xmax-xmin);
        l++;
        q(m)=abs(u-v);
        m++;
    elseif (x(k) < x(k+1)) & (x(k) < x(k-1))
        xmin=x(k);
        v=k;
        p(l)=abs(xmax-xmin);
        l++;
        q(m)=abs(u-v);
        m++;
    endif
    k++;
endfor
pmax=max(p);
qmax=max(q);
pmin=min(p);
qmin=min(q);

```

```

p=histc(p,logspace(log10(pmin),log10(pmax),doboz));
q=histc(q,logspace(log10(qmin),log10(qmax),doboz));
endfunction

```

A.4. A betolt.m függvény

Beolvassa egy adatsort az OCTAVE egy változójába.

```

function A=betolt(nev,szam)
A=dlmread(sprintf("%s%d.dat",nev,1));
A=detrend(detrend(A,4),0);
for k=2:szam
    B=dlmread(sprintf("%s%d.dat",nev,k));
    B=detrend(detrend(B,4),0);
    A=[A,B];
    k++;
endfor
endfunction

```

A.5. Az elem2.m függvény

Egyszerre végzi el a fenti teendőket és kimentti a kiszámított adatokat.

```

function [A,s,l,smax,lmax,smin,lmin,C,r,h]=elemafm(name,nr,bin,b)
# A: matrix of profile data
# s: partial density function of step heights, logarithmic binned
# l: partial density function of step widths, logarithmic binned
# smax: biggest step height
# lmax: biggest step width
# C: autocorrelation of profile data
# r: rms roughness of profile data
# h: Hurst exponent of profile data

# name: repeating name of raw data files, it must be a string
# nr: number of data files with equal length
# bin: number of bins
# b: list of exponents for the autocorrelation (It is a row vector!)

A=betoltafm(name,nr);
a=size(A);
s(:,1)=linspace(1,bin,bin);
l(:,1)=linspace(1,bin,bin);
C(:,1)=linspace(1,a(1),a(1));
r(:,1)=linspace(1,a(1),a(1));

```

```

for m=1:a(2)
    [v,w,x,y,z,t]=elelosz2(A(:,m),bin);
    s(:,m+1)=v;
    l(:,m+1)=w;
    smax(m)=x;
    lmax(m)=y;
    smin(m)=z;
    lmin(m)=t;
#    for k=1:length(b)
#        C(:,k+1)=corr(A(:,m),b(k));
#        k++;
#    endfor
#    dlmwrite(sprintf("c_%d_%s.dat",m,name),C,"");
C=corr(A(:,m),b);
r(:,m+1)=rms(A(:,m));
h(m)=hurst(A(:,m));
m++;
endfor
dlmwrite(sprintf("s_edge_%s.dat",name),s,"");
dlmwrite(sprintf("l_edge_%s.dat",name),l,"");
dlmwrite(sprintf("smax_%s.dat",name),smax,"");
dlmwrite(sprintf("lmax_%s.dat",name),lmax,"");
dlmwrite(sprintf("smin_%s.dat",name),smin,"");
dlmwrite(sprintf("lmin_%s.dat",name),lmin,"");
dlmwrite(sprintf("c_%s.dat",name),C,"");
dlmwrite(sprintf("r_%s.dat",name),r,"");
dlmwrite(sprintf("h_%s.dat",name),h,"");
save(sprintf("ment_%s.mat",name),"s","l","smax","lmax",
"smin","lmin","C*","r","h");
endfunction

```

Hivatkozások

- [1] <http://en.wikipedia.org/wiki/Dislocation>. Utoljára hivatkozva 2011. május 26-án.
- [2] http://en.wikipedia.org/wiki/Mandelbrot_set. Utoljára hivatkozva 2011. május 25-én.
- [3] <http://www.atomki.hu/muszerek/muszerek.html>. Utoljára hivatkozva 2011. május 23-án.
- [4] FEDER, J. *Fractals*. Plenum Press, New York, 1988.
- [5] HOGG, R. V., AND CRAIG, A. T. *Introduction to Mathematical Statistics*. Macmillan, New York, 1978.
- [6] HÄHNER, P., BAY, K., AND ZAISER, M. Fractal dislocation patterning during plastic deformation. *Physical Review Letters* 81, 12 (1998), 2470–2473.
- [7] KOVÁCS, I., AND ZSOLDOS, L. *Diszlokációk és képlékeny alakváltozás*. Műszaki könyvkiadó, Budapest, 1965.
- [8] MANDELBROT, B. B. *The Fractal Geometry of Nature*. W. H. Freeman and Co., 1982.
- [9] MIGUEL, M.-C., VESPIGNANI, A., ZAPPERI, S., WEISS, J., AND GRASSO, J.-R. Complexity in dislocation dynamics: model. *Materials Science and Engineering A309–310* (2001), 324–327.
- [10] PREIS, T., VIRNAU, P., PAUL, W., AND SCHNEIDER, J. J. Accelerated fluctuation analysis by graphic cards and complex pattern formation in financial markets. *New Journal of Physics* 11 (2009), 093024.
- [11] RICHTON, T., WEISS, J., AND LOUCHET, F. Dislocation avalanches: Role of temperature, grain size and strain hardening. *Acta Materialia* 53 (2005), 4463–4471.
- [12] SCHWERDTFEGER, J., NADGORNÝ, E., KOUTSOS, V., BLACKFORD, J. R., AND ZAISER, M. Statistical heterogeneity of plastic deformation: An investigation based on surface profilometry. *Acta Materialia* 58 (2010), 4859–4870.
- [13] SCHWERDTFEGER, J., NADGORNÝ, E., MADANI-GRASSET, F., KOUTSOS, V., BLACKFORD, J. R., AND ZAISER, M. Scale-free statistics of plasticity-induced surface steps on kcl single crystals. *Journal of Statistical Mechanics* (2007), L04001.
- [14] SZÉKELY, F., GROMA, I., AND LENDVAI, J. Statistical properties of dislocation structures investigated by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A309–310* (2001), 352–355.

- [15] SZÉKELY, F., GROMA, I., AND LENDVAI, J. Characterization of self-similar dislocation structures by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A324* (2002), 179–182.
- [16] WEISS, J., GRASSO, J.-R., MIGUEL, M.-C., VESPIGNANI, A., AND ZAPPERI, S. Complexity in dislocation dynamics: experiments. *Materials Science and Engineering A309–310* (2001), 360–364.
- [17] WOUTERS, O., VELLINGA, W. P., VAN TIJUM, R., AND DE HOSSON, J. T. M. On the evolution of surface roughness during deformation of polycrystalline aluminium alloys. *Acta Materialia* 53 (2005), 4043–4050.
- [18] ZAISER, M. Statistical modelling of dislocation systems. *Materials Science and Engineering A309–310*, 1–2 (2001), 304–315.
- [19] ZAISER, M. Scale invariance in plastic flow of crystalline solids. *Advances in Physics* 55, 1–2 (2006), 185–245.
- [20] ZAISER, M., BAY, K., AND HÄHNER, P. Fractal analysis of deformation-induced dislocation patterns. *Acta Materialia* 47 (1999), 2463–2476.
- [21] ZAISER, M., AND HÄHNER, P. The flow stress of fractal dislocation arrangements. *Materials Science and Engineering A270* (1999), 299–307.
- [22] ZAISER, M., MADANI-GRASSET, F., KOUTSOS, V., AND AIFANTIS, E. C. Self-affine surface morphology of plastically deformed metals. *Physical Review Letters* 93, 19 (2004), 195507.
- [23] ZAPPERI, S., AND ZAISER, M. Depinning of a dislocation: the influence of long-range interactions. *Materials Science and Engineering A309–310* (2001), 348–351.

NYILATKOZAT

Név: Bíró László

ELTE Természettudományi Kar, szak: fizika BSc

ETR azonosító: BILQAAT.ELTE

Szakdolgozat címe:

Diszlokációk mozgása következtében kialakuló felületi morfológiák vizsgálata

A **szakdolgozat** szerzőjeként fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem, hogy a dolgozatom önálló munkám eredménye, saját szellemi termékem, abban a hivatkozások és idézések standard szabályait következetesen alkalmaztam, mások által írt részeket a megfelelő idézés nélkül nem használtam fel.

Budapest, 2011. június 6.

a hallgató aláírása