

Diplomamunka

---

# Egykristályok mikromechanikai tulajdonságainak kísérleti vizsgálata

*Ugi Dávid*

*Anyagtudomány MSc*



Témavezető: Dr. Ispánovity Péter Dusán  
Egyetemi adjunktus

Eötvös Loránd Tudományegyetem  
Természettudományi Kar  
Anyagfizikai Tanszék  
2017. május

## Kivonat

A tömbi kristályos anyagoknál megszokott homogén viszkoplasztikus deformáció kis (néhány mikrométer és az alatti) mintaméretek esetén heterogénné válik, melyet nagy tér- és időbeli fluktuációk jellemeznek. A deformációt kísérő diszlokáció lavinák miatt ezen mérettartományban az alakítás hagyományos tervezési eljárásai nem alkalmazhatóak, azok helyett valószínűségi alapokon nyugvó módszereket szükséges kidolgozni. Ennek érdekében azonban elengedhetetlen az elemi deformációs folyamatok minél széleskörűbb kísérleti vizsgálata.

Dolgozatomban két eljárás ötvözését valósítom meg: (i) a mikronos méretű minták deformációs tulajdonságait meghatározó indentációs módszert a (ii) tömbi anyagokon alkalmazott akusztikus emissziós eljárással párhuzamosan valósítom meg. A kísérletekhez szükséges egykristály mikrooszlopok fókuszált ionsugaras technológiával kerülnek kialakításra. Az összenyomási kísérleteket egy pásztázó elektronmikroszkópban in situ végezzük, mely során a mintában felszabaduló akusztikus jeleket egy piezoelektromos detektor érzékeli.

Méréseink jó korrelációt mutatnak a diszlokáció lavinákat kísérő feszültségesések és a felszabaduló akusztikus jelek között, ami azt jelzi, hogy a deformációt valóban a diszlokációk hirtelen kollektív mozgása idézi elő. A két mérés ötvözése lehetőséget teremt arra, hogy egyidejűleg határozzuk meg az egyedi diszlokáció lavinák által okozott deformáció növekményét, feszültségesést, ill. a tárolt rugalmas energiában bekövetkező csökkenést, teljesebb képet kapva ezen elemi mechanizmusok statisztikus tulajdonságairól.

## Abstract

Bulk materials generally deform homogeneously. However, if their size is considerably decreased the deformation becomes inhomogeneous and unpredictable. Consequently, traditional methods of metal forming become unusable in this size regime (specifically, if the specimen size is around or below few  $\mu\text{m}$  at least in one direction). New probabilistic methods are, therefore, required that take into account the details of random local plastic events. To this end, it is necessary to provide an in-depth experimental investigation of these elementary deformation processes.

In my study, I achieve the combination of two experimental methods: (i) nanoindentation testing used to determine the stress-strain characteristics of micrometer size samples, and (ii) acoustic emission measurement which is able to monitor plastic activities in bulk materials. The required micropillars were formed using a focused ion beam from a single crystals. The in situ nanoindentation experiment was carried out in a scanning electron microscope while a piezoelectric detector attached to the bottom of the sample recorded the acoustic signals.

Our measurements show good correlation between the dislocation avalanches associated with the measured stress drops and the detected acoustic signals. This indicates that the sudden collective motion of dislocation induce the deformation, indeed. Our simultaneous experiments provide an opportunity to deliver more detailed information of local plastic events, since not only the measured stress and strain drops caused by individual dislocation avalanches are available, but the released elastic energy can also be obtained from the acoustic signals. We hope that this type of measurement will deepen our knowledge on the statistical properties of these elementary deformation mechanisms.

# Tartalom

Kivonat

Abstract

|  |    |
|--|----|
| 1. Bevezetés .....                               | 1  |
| 1.1 Célkitűzés .....                             | 1  |
| 1.2 Deformációs instabilitások .....             | 1  |
| 2. Irodalmi áttekintés .....                     | 3  |
| 2.1 Zn egykristály tulajdonságai.....            | 3  |
| 2.2 Cu egykristály tulajdonságai .....           | 4  |
| 2.3 A hcp szerkezet plasztikus deformációja..... | 5  |
| 2.3.1 Ikresedés .....                            | 5  |
| 2.3.2 Diszlokáció lavina .....                   | 6  |
| 2.4 hcp szerkezetű mikrooszlop kísérletek .....  | 7  |
| 2.4.1 Diszlokáció csúszás .....                  | 7  |
| 2.4.2 Mikrooszlopok ikresedése.....              | 8  |
| 2.5 fcc szerkezetű mikrooszlop kísérletek .....  | 9  |
| 2.6 Statisztikai vizsgálatok .....               | 9  |
| 3. Vizsgálati módszerek .....                    | 11 |
| 3.1 Pászttázó elektronmikroszkópia (SEM) .....   | 11 |
| 3.2 Visszaszórt elektron diffrakció (EBSD) ..... | 12 |
| 3.2.1 Kikuchi vonalak .....                      | 12 |
| 3.2.2 EBSD analízis .....                        | 13 |
| 3.3 Fókuszált ionnyaláb (FIB) .....              | 13 |
| 3.4 Indentáció .....                             | 14 |
| 3.5 Akusztikus emisszió .....                    | 15 |
| 3.5.1 Akusztikus emisszió forrásai.....          | 16 |
| 3.5.2 Akusztikus jelek detektálása .....         | 17 |
| 4. Mintaelőkészítés .....                        | 19 |
| 4.1 Szikraforgácsolás.....                       | 19 |
| 4.2 Orientáció beállítása .....                  | 20 |
| 4.3 Mikrooszlop faragás .....                    | 22 |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 5.    | Eredmények .....                           | 24 |
| 5.1   | Indentáció .....                           | 24 |
| 5.2   | Zn mikrooszlopok.....                      | 26 |
| 5.2.1 | Első Zn mikrooszlop .....                  | 26 |
| 5.2.2 | Második Zn mikrooszlop .....               | 29 |
| 5.2.3 | Harmadik Zn mikrooszlop .....              | 30 |
| 5.3   | Hőkezelt Cu mikrooszlopok .....            | 31 |
| 5.3.1 | Első hőkezelt Cu mikrooszlop.....          | 32 |
| 5.3.2 | Második hőkezelt Cu mikrooszlop.....       | 33 |
| 5.4   | Elődeformált Cu mikrooszlopok .....        | 33 |
| 5.4.1 | Első elődeformált Cu mikrooszlop.....      | 34 |
| 5.4.2 | Második elődeformált Cu mikrooszlop.....   | 35 |
| 5.4.3 | Harmadik elődeformált Cu mikrooszlop.....  | 36 |
| 5.4.4 | Negyedik elődeformált Cu mikrooszlop ..... | 38 |
| 5.5   | Statisztikai analízis .....                | 40 |
| 5.5.1 | Zn mikrooszlopok .....                     | 41 |
| 5.5.2 | Hőkezelt Cu mikrooszlopok.....             | 43 |
| 5.5.3 | Elődeformált Cu mikrooszlopok .....        | 45 |
| 5.5.4 | Összegzés .....                            | 49 |
| 6.    | Összefoglalás .....                        | 52 |
| 7.    | Tovább lépési lehetőségek .....            | 54 |
|       | Köszönetnyilvánítás .....                  | 56 |
|       | Függelék .....                             | 57 |
|       | A szerző munkássága.....                   | 57 |
|       | Irodalomjegyzék.....                       | 58 |

# 1. Bevezetés

## 1.1 Célkitűzés

Dolgozatom céljával az akusztikus események paraméterei, és az azokat létrehozó diszlokáció lavinák közti összefüggések vizsgálatát tűztem ki, valamint az ehhez szükséges feltételek megteremtését.

A hcp (Hexagonal Close-Packed, szoros illeszkedésű hexagonális) kristályszerkezetű anyagok ismertek az erős akusztikus emissziós tulajdonságaikról. A nagy  $c/a$  rátájú kristályok bazális síkú diszlokáció mozgásának nagymértékű preferáltsága lehetőséget teremt arra, hogy kísérleteinkben csak az ilyen síkú egyszeres csúszást vizsgáljuk. Az fcc (Face-centered cubic, lapcentrált köbös) szerkezetű anyagok deformációja során a magas szimmetriájuk miatt, gyakran fordul elő többszörös csúszás. Az ilyen kristályokon végzett kísérletek a többszörös csúszás mechanizmusának megértését bővíthetik.

Az irodalom által ismert, hogy a makroszkopikus mintákon detektált akusztikus jelek paraméterei hatványfüggvény szerinti eloszlást követnek. További tapasztalat, hogy mikroszkopikus kísérletek során, a feszülteségéseknek szintén skálafüggetlen eloszlása van. Kísérletünk lehetőséget próbált teremteni arra, hogy ezt a két különböző méretskálán ismert tulajdonságot, egy mérésben ötvözzük. Célunk tehát e két tulajdonság közötti kapcsolat kísérleti feltárása, valamint a deformációs mechanizmusok újszerű jellemzése.

## 1.2 Deformációs instabilitások

A mikromechanikai tulajdonságok megértéséhez nélkülözhetetlen az anyagok instabilitásának vizsgálata. Lineáris anyagban a feszültségek  $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon})$  fluktuációja a következő:

$$\delta\sigma = h \delta\varepsilon + s \delta\dot{\varepsilon} = \sigma\delta\varepsilon \quad (1)$$

$$h = \left. \frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon} \right|_{\dot{\varepsilon}} \quad s = \left. \frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}} \right|_{\varepsilon} \quad (2)$$

$$\delta\varepsilon = \delta\varepsilon_0 \varepsilon^{\xi t} \quad (3)$$

$$\xi = \frac{\sigma - h}{s} \quad (4)$$

(1) differenciálegyenlet megoldása (3), amiben látható, hogy  $\xi > 0$  esetén a deformáció fluktuációja exponenciálisan növekedik, ezt nevezzük instabilitásnak.

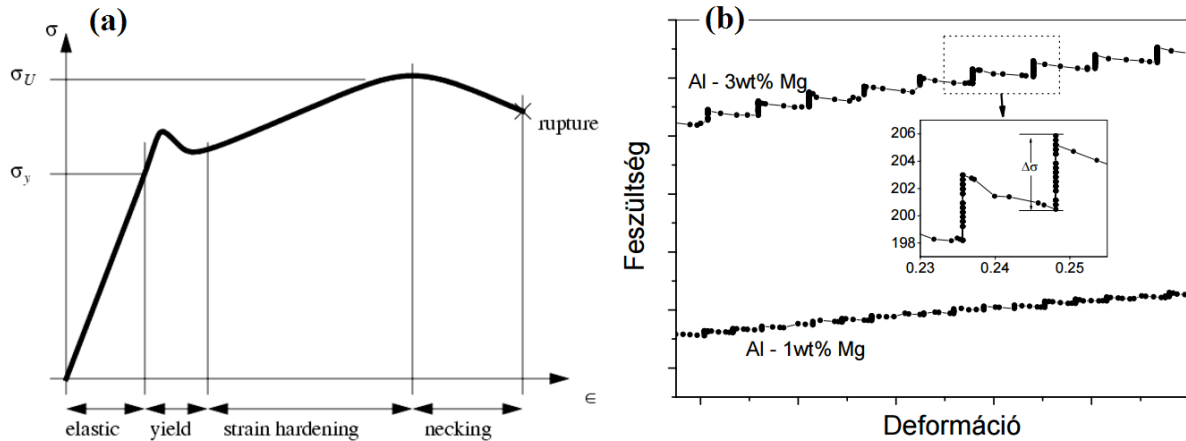
*h típusú* instabilitásnak nevezzük a  $h > \sigma, s > 0$  esetet. Ez az instabilitás általában szilárd oldatokban fordulhat elő. Ekkor az anyagban lévő kiválások akadályozzák a diszlokációkat. A diszlokációkat mozgatni képes feszültségek közelében a diszlokációk a kiválások miatt nem tudnak mozogni. Nagyobb feszültséget alkalmazva a diszlokációk átjutnak az akadályokon, melyek ennek következtében megszűnnek, így a nagyobb feszültség lavinaszerűen képes mozgatni a diszlokációkat (1. ábra (a)).

*s típusú* instabilitás (Portevin-Le Chatelier effektus) esetén  $s < 0, h < \sigma$ . Az effektust az ötvöző atomok és az éldiszlokációk között ható vonzó kölcsönhatás okozza. A diszlokációkhoz diffundáló ötvöző atomok úgynevezett Cottrell-felhőt képezve akadályozzák azok mozgását. Az ötvöző atomok diffúziós sebessége szobahőmérsékleten alacsony, ez határozza meg a Cottrell-felhő sebességét. A diszlokációk sebessége az alkalmazott feszültségtől (5) empirikus összefüggés alapján alakul, ezért nagy feszültségek mellett a diszlokáció leghagyhatja a Cottrell-felhőjét. Ekkor megszűnik az ötvöző atomok diszlokációmozgást akadályozó hatása, és a kiszabadult diszlokációk a mozgásukhoz szükségesnél nagyobb feszültség hatására lavinaszerű mozgást produkálnak [1], [2], [3].

$$v \sim \tau^n \quad (5)$$

Fent  $v$  az éldiszlokáció sebessége,  $\tau$  a csúszási rendszeren ható nyírófeszültség,  $n \geq 1$  rendszerfüggő paraméter.

Az általunk vizsgált feszültségeséseket okozó lavinaszerű viselkedés a fent tárgyalt instabilitásokkal nagymértékű hasonlóságot mutat. A kísérletünk is bizonyítékaul szolgál arra, hogy oldott anyagot jelentős mértékben nem tartozó rendszerekben is létrejöhetnek instabilitások. Tiszta egykristályban lavinaszerű viselkedést okozhat egy Frank-Read forrás aktiválódása vagy keletkezése, de lavinát idézhet elő egy másik csúszósíkon lévő erdő típusú diszlokáció átvágása.

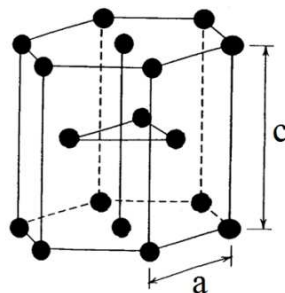


1. ábra: (a): h típusú instabilitás, kis deformációkra kisebb lehet a folyáshatár, mint a folyás elindulásához szükséges érték. (b): s típusú instabilitás, különböző csúszási rendszerek diszlokációi, Cottrell-felhőjüktől megszabadulva ugrásszerű deformációt okoznak [4]

## 2. Irodalmi áttekintés

### 2.1 Zn egykristály tulajdonságai

A Zn kémiaiilag közepesen aktív fém, száraz levegőn nem oxidálódik, szobahőmérsékleten hcp szerkezetű atomrácsot alkot, ami a  $D_{6h}$  szimmetriacsoportba tartozik. Elemi cellája (2. ábra) hat atomot tartalmaz,  $c/a$  rátája nagy, értéke 1,856 [1], [5], [6]. Ez felelős az egykristály nagyfokú anizotrop mechanikai viselkedéséért plasztikus és rugalmas deformáció esetén is.

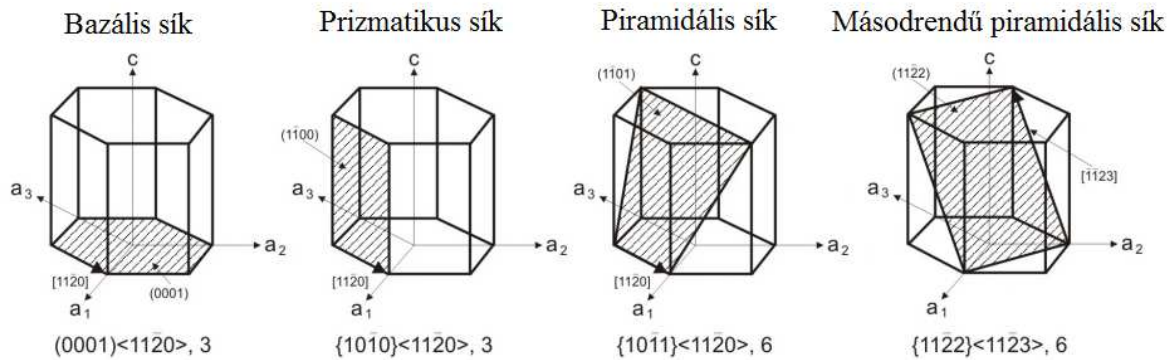


2. ábra: hcp kristály szimmetriát tükröző elemi cellája

A 3. ábra szemlélteti a hcp szerkezet nevezetes csúszósíkjait. A Zn kristályban a legkisebb atomi távolságok a bazális síkon fordulnak elő, ezért a bazális típusú diszlokációkat lehet a legkönnyebben mozgásra bírni. Ezt a mozgáshoz szükséges legkisebb nyírófeszültséggel



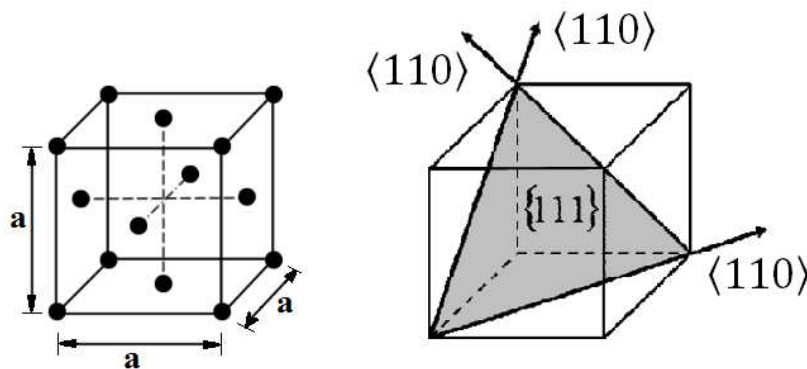
$\tau_{CRSS}$  jellemezhetjük. Terheléses kísérletekben tömbi anyag esetén a bazális síkon  $\tau_{CRSS}^b = 0,1$  MPa [7]. Hasonló kísérletekben a másodrendű piramidális síkon  $\tau_{CRSS}^{\pi_2} = 30 \tau_{CRSS}^b$  [8], és a prizmatikus síkon  $\tau_{CRSS}^p = 15 \tau_{CRSS}^b$  [9].



3. ábra: hcp kristály általános csúszósíkjai

## 2.2 Cu egykristály tulajdonságai

A Cu alakíthatósága, hő- és elektromos vezetőképessége kiváló, száraz levegőn nem oxidálódik. Szobahőmérsékleten fcc szerkezetű atomrácsot alkot, elemi cellája két atomot tartalmaz (4. ábra), rácsparamétere  $a = 3,6$  Å. A rendszer szorosan pakolt síkja  $\{111\}$  típusú, amelyből 4 független is található, és mindegyikhez 3 független  $\langle 110 \rangle$  csúszási irány tartozik. Ezért a legkisebb hosszúságú teljes burgers vektor ( $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ) 12 különböző csúszási rendszerben fordulhat elő.



4. ábra: fcc kristály elemi cellája balra, szorosan pakolt  $\{111\}$  síkja jobbra

Tömbi kísérletekben az általánosan megfigyelt csúszási sík a várakozásoknak megfelelő  $\{111\}$ , ahol  $\tau_{CRSS} = 0,1 - 1$  MPa. Az ilyen síkon kívüli deformáció ritkább. Habár az  $\langle 100 \rangle$  irányú csúszás létrejöhet, és az ilyen típusú diszlokációk energiája csak kétszerese az

$\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$  burgers vektorú diszlokációknak, az utóbbi típus csúszási rendszerének nagy száma miatt nehéz olyan orientációt találni, amiben minden  $\{111\}$  sík Schmid faktora kedvezőtlen [1].

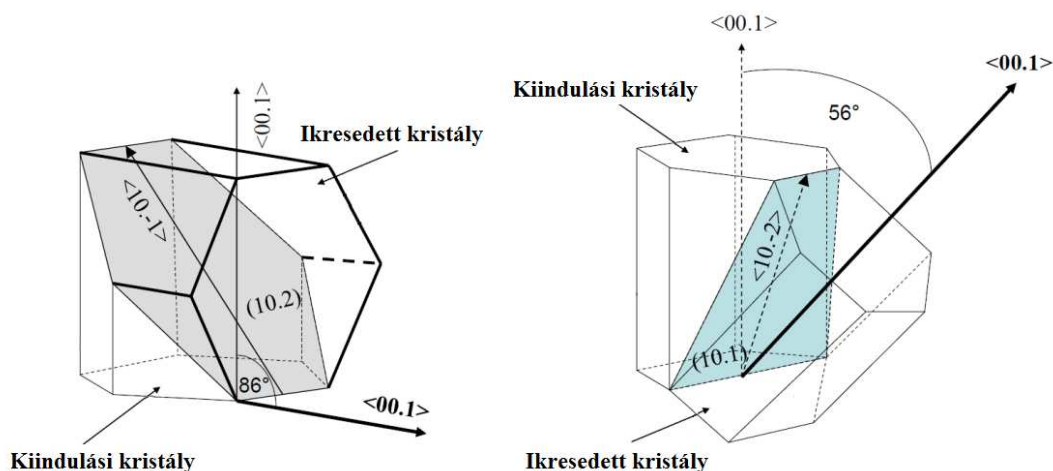
## 2.3 A hcp szerkezet plasztikus deformációja

A hcp szerkezetnél magasabb szimmetriájú struktúrák (például: fcc) több mint öt független csúszósíkkal rendelkeznek, ezért a plasztikus deformáció létrejöttét alacsonyabb feszültségek mellett is várhatjuk. Ennek egyik oka, hogy tetszőleges terhelési irány mellett, nagyobb valószínűséggel esik egy csúszósík nagy Schmid-faktorú irányba. Azonban a Zn plasztikus deformációja, a diszlokáció csúszás mellett gyakran ikresedéssel is végbemehet [10], [11].

### 2.3.1 Ikresedés

Az ikresedés komplex folyamat, amelybe a nukleációt és a határréteg mozgását is beleértjük. Ikresedés során az egykristály irányítottsága úgy változik meg, ami megfelel az ikerstruktúrának. Különböző irányítottságú szerkezeteket akkor nevezünk ikereknek, ha a határfelületükhöz tartozó atomokról nem eldönthető, hogy melyik kristályhoz tartoznak (5. ábra). Terheléses kísérletekben az ikresedés jellemzően a  $\{10\bar{1}2\}$  típusú síkokon történik [12]. Mivel  $\tau_{\text{CRSS}}^{\text{twin}} = 50 \tau_{\text{CRSS}}^{\text{b}}$ , ezért nem meglepő, hogy a folyamat olyan orientáció mellett játszódhat le, melyben a bazális sík Schmid-faktora kis értékű [5].

A deformációt jellemző  $\tau_{\text{CRSS}}$  értéke függ a hőmérséklettől [13], ezért a deformációs méréseket mindig szobahőmérsékleten hajtottuk végre.



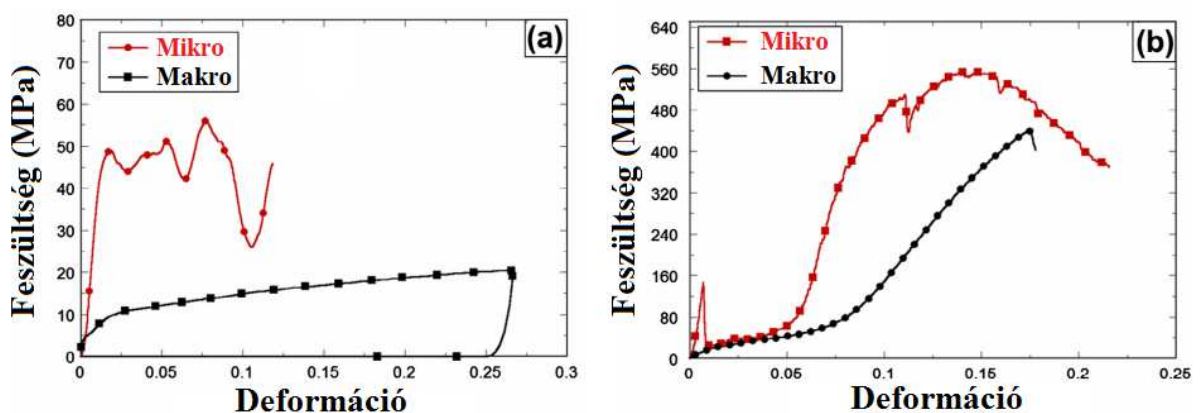
5. ábra: hcp szerkezet ikresedése, balra: terhelési ikresedés, jobbra: nyújtási ikresedés

### 2.3.2 Diszlokáció lavina

Plasztikus deformációról akkor beszélünk, amikor a megfelelő diszlokációra ható feszültség eléri a  $\tau_{CRSS}$  értéket. Ekkor a diszlokáció mozgása miatt maradandó deformációt szenved a minta. Makroszkopikus méretskálán a deformáció folytonosnak tűnik, hiszen a diszlokációk tipikus méreteihez viszonyított nagy térfogatú anyagban, minden pillanatban számos diszlokáció mozog, így a hatásuk kiátlagolódik. Ez a kiátlagolt hatás látszik a 6. ábra fekete görbéin.

Mikroszkopikus méretskálán a kis térfogatú mintában azonos diszlokációsűrűség mellett kevesebb diszlokáció található, ráadásul a nagy felület/térfogat arány miatt a felületre kijutva könnyebben tűnnek el a rendszerből. Ilyen mintákon mért feszültség-deformációs görbék láthatóak a 6. ábrán pirossal jelölve. Ezek a görbéken a feszültségek méretfüggése is feltűnik. A mikroskálájú kísérletek mintáiban található kevesebb diszlokáció által létrehozott deformáció nagyobb feszültséget igényel. A méreteffektus vizsgálatok eredményeinek két példája a 7. ábrán szerepel.

A diszlokációk lavinaszerű viselkedését szintén példázzák a 6. ábra piros görbéi. A feszültséget nulláról növelve először elérjük a mintában lévő legkisebb  $\tau_{CRSS}$ -el rendelkező diszlokációk mozgásához szükséges feszültséget, amik pillanatszerűen az első akadályukig mozognak, ahol megállnak. Mozgásuk közben a feszültség hirtelen esik. A feszültséget tovább növelve megtalálható a diszlokációk egy következő csoportja (vagy egy darab diszlokáció), amik az akkor jelen lévő feszültségen kezdenek el mozogni, ami egy újabb feszültségeséshez vezet. A plasztikus deformáció ebben az esetben az ilyenkor megfigyelhető feszültségesések alatt történik, nem pedig folytonosan.



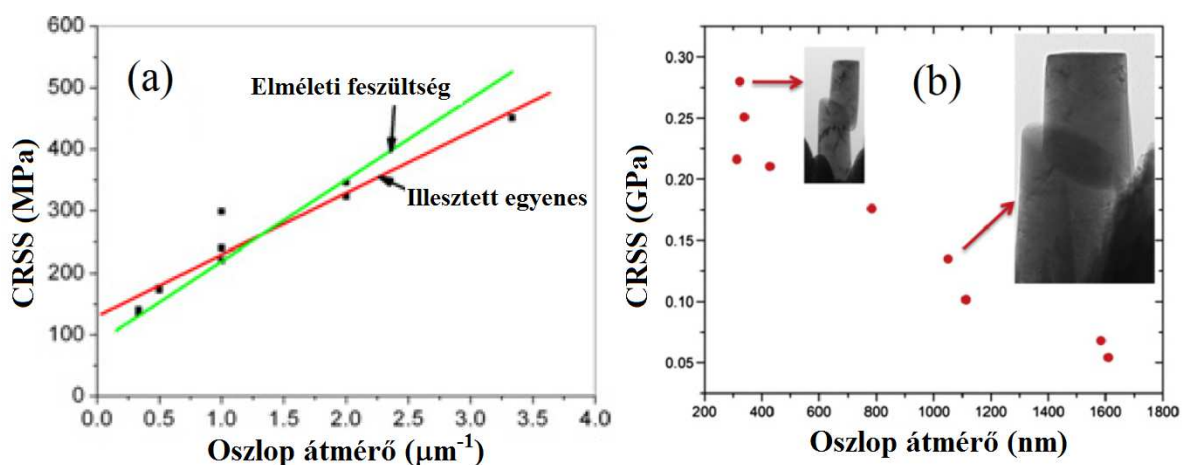
6. ábra: Mg egykristály feszültség-deformáció görbéje makro- és mikroskálán. (a): bazális csúszásra orientálva, (b): prizmatikus csúszásra orientálva [14]

## 2.4 hcp szerkezetű mikrooszlop kísérletek

### 2.4.1 Diszlokáció csúszás

A  $\langle c \rangle$  tengely menti terheléses mikrooszlop kísérletekben piramidális síkokon való diszlokáció csúszásra számítottunk a 3. ábrával összhangban. Ilyen kísérleteket végeztek például C. M. Byer és társai  $10 \mu\text{m}$  átmérőjű Mg egykristály (hcp) oszlopokon, ahol meg is figyelték a piramidális síkú diszlokáció csúszást  $\tau_{\text{CRSS}}^{\pi} = 44 \text{ MPa}$  mellett. Továbbá megfigyelték, hogy ezek a diszlokációk  $\langle c \rangle$  tengely irányú keresztcsúszással másik piramidális síkra juthatnak. Ikresedést nem tudtak kimutatni, melynek számos oka lehetett, például a HRTEM (nagy felbontású transzmissziós elektronmikroszkóp, high resolution transmission electron spectroscopy) vizsgálatokhoz készített minta túl kis térfogata, mivel az ikresedés méretfüggése még nem kielégítően ismert [15].

J. Wong és társai Mg-5at%Zn (hcp) ötvözetben a másodrendű piramidális síkon fekvő,  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  irányú terheléses kísérleteket végeztek  $2 \mu\text{m}$  átmérőjű oszlopokon. Ekkor a deformáció a vártak megfelelően a bazális síkú diszlokáció csúszással történik  $\tau_{\text{CRSS}}^b = 50 \text{ MPa}$  mellett [16]. J. Ye és társai kompressziós kísérleteiben a terhelés szöge  $28^\circ$ -ot zárt be a bazális sík normálisával. Ezeket a kísérleteket egykristály Mg-on végezték  $\sim 300 \text{ nm}$  átmérőjű oszlopokon. A meghatározó deformációs mechanizmus itt is a bazális síkú diszlokáció csúszás,  $\tau_{\text{CRSS}}^b = 270 \text{ MPa}$ . Továbbá vizsgálták a deformáció méretfüggését is, ahol a méretet növelve  $1,6 \mu\text{m}$  átmérőnél már  $\tau_{\text{CRSS}}^b = 50 \text{ MPa}$ -t kaptak [17]. A deformáció ilyen jellegű méretfüggése (méreteffektus) az irodalomban széles körben tanulmányozott, melyekre a 7. ábra szolgál példákkal.



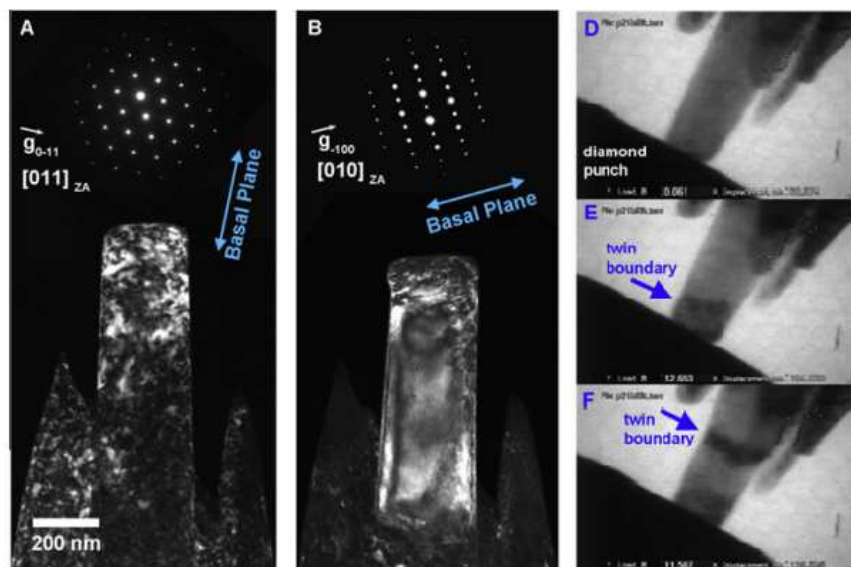
7. ábra: (a): Ti (hcp) mikrooszlop  $\tau_{\text{CRSS}}$  méretfüggése a prizmatikus síkra orientálva [18]. (b): Mg (hcp) mikrooszlop  $\tau_{\text{CRSS}}$  méretfüggése a bazális síkra orientálva [17]

## 2.4.2 Mikrooszlopok ikresedése

J. Ye és társai mikrooszlop kísérleteiben olyan irányú összenyomást végeztek, amelyekben a bazális síkú csúszáshoz tartozó Schmid-faktor értéke alacsony, a 8. ábra a) részének megfelelően. Ekkor a deformáció ikresedéssel jött létre, és a mikrooszlop egésze átalakult az ikerstruktúrává (8. ábra b). A kísérlet alatt megfigyelték, hogy az ikerkristály a terhelő tűhöz közeli tartományaiban jött létre a mintának. A deformáció közben az ikerstruktúra térfogatának növekedése ikerhatár (twin boundary) vándorlással zajlott (8. ábra D-E-F) [17].

J. Wang és társai  $2\ \mu\text{m}$  átmérőjű (hcp) Mg ötvözet oszlopokon bazális síkban fekvő  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  irányú terheléses kísérleteket is végeztek. Az összenyomást követő vizsgálatokban azt találták, hogy a vezető deformáció az  $\{10\bar{1}2\}$  síkú ikresedés  $\tau_{\text{CRSS}}^{\text{twin}} = 80\ \text{MPa}$ . Az ikresedés mellett, a létrejött ikerkristályon belül megfigyeltek bazális típusú diszlokációkat is [16].

Q. Yu és társai Ti-5at%Al ötvözet (hcp) mikrooszlopokon  $\langle c \rangle$  irányú terheléses kísérleteket végeztek. Az oszlopok átmérőjének csökkenésével az ikresedéshez szükséges kritikus feszültség drasztikusan növekedett  $1\ \mu\text{m}$  átmérőig. A növekedést Hall-Petch típusúnak találták. Alatta ( $200\ \text{nm}$ -ig) ikresedésnek semmi jelét nem találták, a deformáció diszlokáció csúszással mehetett végbe [19]. Hasonló kísérleteknél Mg-on megfigyelték, hogy a méretet csökkentve  $10\ \mu\text{m}$  alatt tűnt el az ikresedés, majd tovább csökkentve  $2\ \mu\text{m}$  alatt újra megjelenik (véltetően felületi effektusok miatt). Az ikresedés nélküli tartomány plasztikus deformációját prizmatikus és piramidális típusú diszlokációk végzik [20], [15].

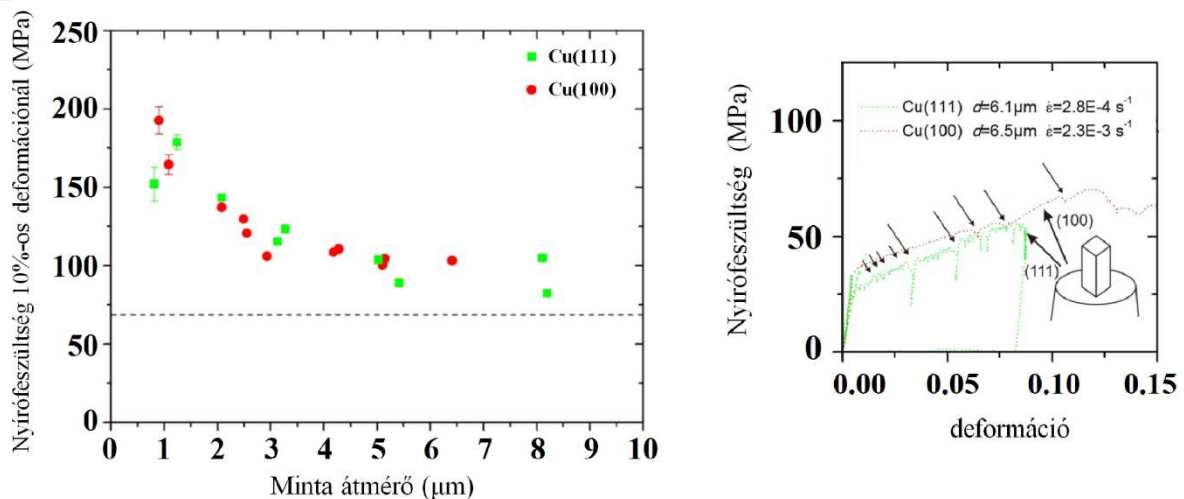


8. ábra: hcp szerkezet (Mg) terheléses deformációja. A) deformáció előtt, B) deformáció után, D-E-F a deformáció lefolyása ikerhatár vándorlással [17]

## 2.5 fcc szerkezetű mikrooszlop kísérletek

D. Kiener és társai Cu mikrooszlopokon kísérleteztek [21]. Kétféle orientációt vizsgáltak, melyeket úgy állítottak be, hogy többszörös csúszás jöjjön létre. Az  $\langle 100 \rangle$  irányba orientált oszlop esetén 8 egyenértékű csúszási rendszer, míg az  $\langle 111 \rangle$  orientáció esetén 6 egyenértékű csúszási rendszer található. A 9. ábrán látható eredményeik alapján, a különböző orientáció mellett aktiválódó csúszási síkok kritikus feszültségei nem térnek el egymástól számottevő mértékben, ellentétben a hcp szerkezettel.

Cu nanooszlop kísérletekből kiderül, hogy a magas szimmetriájú  $\langle 111 \rangle$  orientációtól való, csupán  $6^\circ$ -os eltérés elég, a többszörös csúszás elkerüléséhez. Ebben az esetben egyszeres csúszást figyeltek meg [22].



9. ábra: Cu mikrooszlop 10%-os deformációnál mért feszültségének orientáció és méretfüggése jobbra, balra a feszültség-deformáció görbe orientáció függése [21]

## 2.6 Statisztikai vizsgálatok

A skálafüggetlen eloszlást mutató jelenségek a statisztikus fizikával foglalkozó kutatók munkásságában központi szerepet kapnak. Ilyen eloszlás jellemzi a legtöbb kritikus állapotú rendszert, például a fázisátalakulás közben vizsgált paramétereket. A hatványeloszlással jellemezhető rendszerekre például szolgál a földrengés, illetve a Barkhausen zaj.

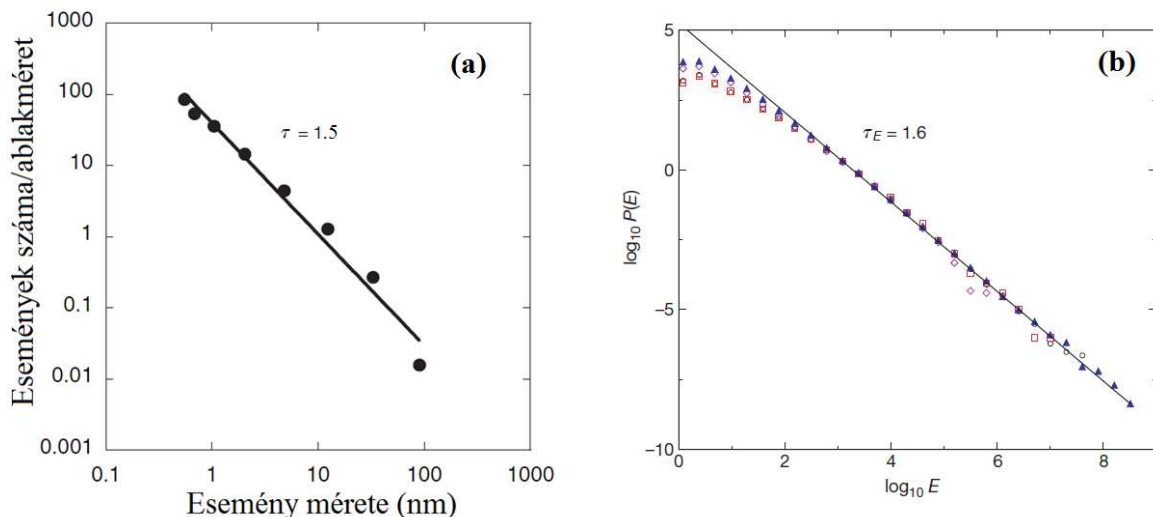
A deformációs vizsgálatok eredményeinek kiértékeléséhez használt módszerek rendkívül széleskörűek. A mikromechanikai vizsgálatoknál tapasztalható feszültségesések tulajdonságainak statisztikus vizsgálatai egyértelmű eredményeket mutatnak. Dimiduk és társai fcc Ni egykristályokon végzett kísérleteiben a diszlokációk lavináihoz társítható



deformáció méretének valószínűség-eloszlását vizsgálták (10. ábra (a)). Eredményeikben a deformációk több mint két nagyságrend mérettartományban skálafüggetlen méreteloszlást mutatnak, melyet 1,5 hatványkitevő jellemez [23]. A skálafüggetlen valószínűség eloszlást a (6) egyenlet írja le, melyben  $P(s)$  valószínűséggel fordul elő az  $s$  valószínűségi változó. Esetünkben a valószínűségi változó a diszlokáció lavina által okozott feszültségesés, vagy az akusztikus jel amplitúdója.  $C$  egy normálási tényező,  $g(s)$  a levágási függvény, ami a rendszer egy karakterisztikus méretéhez viszonyított túl nagy eseményeket elhanyagolja.

$$P(s) = Cs^{-\tau}g(s) \quad (6)$$

Az akusztikus események (3.5 fejezet) paramétereinek statisztikus vizsgálata az irodalomban elterjedt. Az események energiáinak hatványeloszlását mérésel is alátámasztották [24], [25]. Miguel és társai hcp szerkezetű makroszkopikus méretű jég egykristályon végzett kísérletei alapján az akusztikus jelek amplitúdóit 1,6 hatványkitevőjű valószínűség–sűrűség függvénnyel tudták jellemezni. Hasonló vizsgálatokat hcp szerkezetű Cd és fcc szerkezetű Cu 10 mm nagyságrendű egykristályára is elvégeztek, ahol a skálafüggetlen valószínűség-eloszlás függvényt mindkét esetben 2,0 értékű kitevő jellemzett [26]. A dolgozat célja e két módszer (Akusztikus emisszió és deformációs vizsgálat) ötvözésével teljesebb képet alkotni a deformáció folyamatáról.



10. ábra: (a): Ni kristály diszlokációlavinához társított deformációinak méreteloszlása [23]. (b): Akusztikus jelek energiáinak eloszlása [24]

### 3. Vizsgálati módszerek

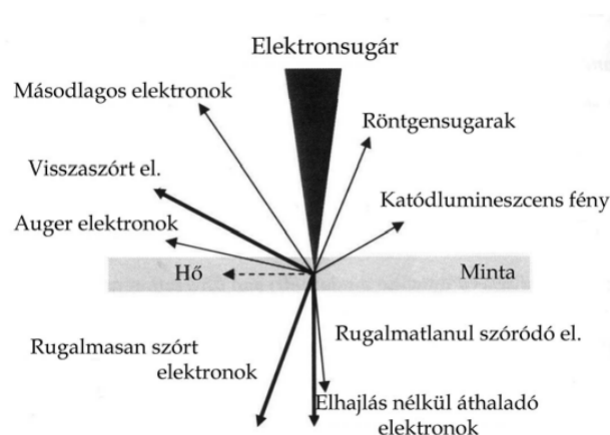
#### 3.1 Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

Knoll és Ruska 1933-ban kifejlesztették a mikroszkópok új generációját. A kifejlesztett transzmissziós elektronmikroszkóp felbontóképessége nagyságrendekkel meghaladta az addig használatos fénymikroszkópokét, habár a képalkotása analóg az optikai mikroszkópokéval.

Az első SEM-et Knoll hozta létre 1935-ben. A SEM-ben létrehozott elektronsugarakat elektromágneses lencsék segítségével a minta felületére fókuszálják. A fókuszálást a minta adott pontjára végzik, ott az elektron-anyag kölcsönhatásból (11. ábra) az adott pontra vonatkozó információ szerezhető. Az eljárást ismételve a minta felületét végigpásztázva, a felület leképezhető, így a felbontás számolásakor a pásztázó nyaláb mintafelületen alkotott átmérője a meghatározó jellemző [27].

Képalkotásra általában a másodlagos elektronokat használják. Az elektronsugár behatol a mintába, ott a külső elektronhéjról elektronokat lök ki, ezek a másodlagos elektronok. Ezek kisebb energiával rendelkeznek, mint az elsődleges elektronnyaláb elektronjai, ezért nem tudnak nagy utat megtenni a mintában. A képalkotásra használt elektronok ilyen módon 1 – 10 nm mélységből érkeznek, ezért nevezhetjük a kapott információt felületinek.

Kísérleteimhez az ELTE TTK FEI Quanta 3D SEM/FIB készülékét használtam.



11. ábra: A fókuszált elektronsugár és az anyag kölcsönhatása [27]

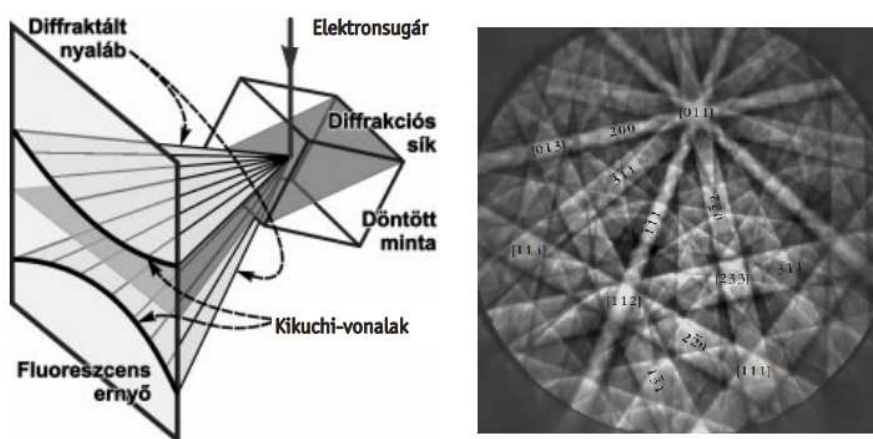


## 3.2 Visszaszórt elektron diffrakció (EBSD)

Egy elektronmikroszkópban praktikus okokból nem csak a másodlagos elektronokat detektálják. A 11. ábrán szereplő valamennyi termék detektálására lehetőség lehet különböző detektorokkal a mikroszkópon belül. A visszaszórt elektronokat egy, az energiájukra hangolt mozgatható detektorral összegyűjthetjük, és az egykristály orientációjának mérésére használhatjuk.

### 3.2.1 Kikuchi vonalak

A SEM-be helyezett vastag minta belsejébe bejutnak az elsődleges elektronok. A minta egy adott A pontján – a minta belsejében - az elektronok minden irányban rugalmatlanul szóródnak, intenzitásuk irányfüggő. Adott  $d$  rácsparaméterű síkseregen, a megfelelő irányból jövő rugalmatlanul szórt elektronok Bragg szóródást szenvednek. A minta A pontjából kiinduló szórt elektronok, a szóró síksereg normálisával párhuzamos kúp-pár (homokóra) palástján lesznek Bragg helyzetben. A kúp-pár és az Ewald gömb (sík) metszetében tapasztalunk reflexiót a diffrakciós képen [28]. Ezek a Kikuchi vonalak a 12. ábra bal oldala szerint jönnek létre. A 12. ábra jobb oldala szemléltet egy általános detektált Kikuchi vonalsereget. A gyakorlatban tapasztalt kúpok nyílásszöge az eljárás sajátosságai miatt nagy, így a kapott képen jó közelítéssel a várt hiperbolák helyett egyenes vonalpárokat láthatunk. A vonalpárok az őket szóró síkseregeket is jellemzik, így azok indexelhetők.



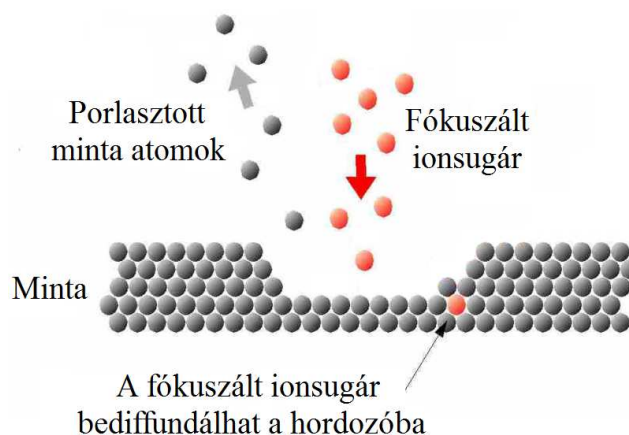
12. ábra: Balra Kikuchi vonalak keletkezése [29], jobbra fcc egykristályon mért Kikuchi vonalak [30]

### 3.2.2 EBSD analízis

A SEM vákuumterében a megfelelően pozícionált minta mellé lehetőségünk van betolni egy Hikari-kamerát, amivel detektálhatjuk a Kikuchi vonalakat. A rendelkezésünkre álló szoftverbe betápláljuk a vizsgált egykristály minta kristályszerkezetét. Adott egykristály, minden orientációban más-más irányú Kikuchi vonalsereget eredményez a 3.2.1 részben leírtak szerint. Ezeket a vonalseregeket hasonlítja össze a szoftver a mért mintával, és megkeresi a legjobban illeszkedő sereget. A szoftver a minta orientációját a gép által felvett bázishoz képest igény szerint Euler szögekben megadja vagy grafikusán ábrázolja egy megfelelő térképen, de többek között az elemi cella 3D-s ábrázolása is lehetséges.

### 3.3 Fókuszált ionnyaláb (FIB)

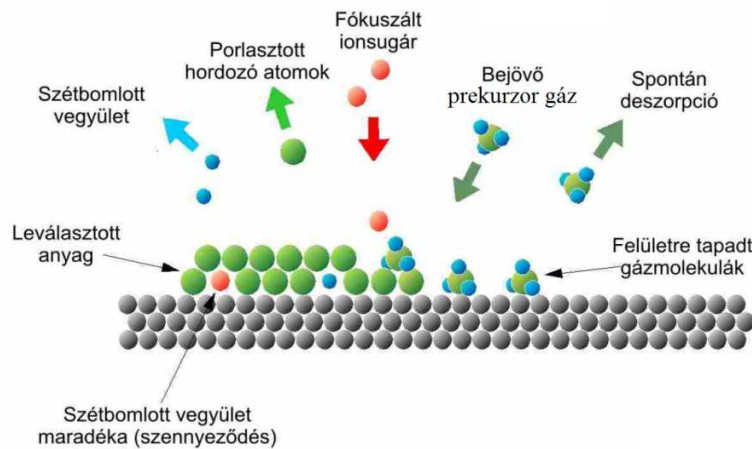
A SEM berendezés ellátható az elektronnyaláb mellett másik nyalábbal is. Az ELTE pásztázó elektronmikroszkópos laboratóriumában lehetőségünk van  $\text{Ga}^+$  ionokat gyorsítani 30 keV-ig, és fókuszálni a minta felületére az elektronnyalábhoz hasonlóan. A FIB (focused ion beam) technológiában az ionáram 1,5 pA – 65 nA tartományban változtatható. Az ionáram által létrehozott másodlagos ionokat/elektronokat felhasználva, CDEM detektorral képalkotás végezhető. Az  $\text{Ga}^+$  áramát növelve a nagy impulzusú ionnyaláb porlasztja a felületet, így az nagy pontossággal megmunkálható. A megmunkálás alatt az elektronokkal való pásztázás lehetősége szintén adott (13. ábra).



13. ábra: Ionsugaras megmunkálás sematikus ábrája [31]

A  $\text{Ga}^+$  ionok mintába való beépülése módosíthatja a minta vizsgált tulajdonságait, ami Pt felületi leválasztásával orvosolható. A védeni és megjelölni kívánt felületre reaktív prekursor gázt fecskendezünk, ami a felületen megtapad. A Pt bevonat készítéséhez a

prekurzorral bevont területre fókuszáljuk az ionnyalábot, ami hatására a prekursor bomlik, így a felületen kialakul egy amorf Pt réteg (14. ábra). A gáznemű komponensek a vákuumtérből távoznak [31].



14. ábra: Anyag leválasztása FIB-bel [31]

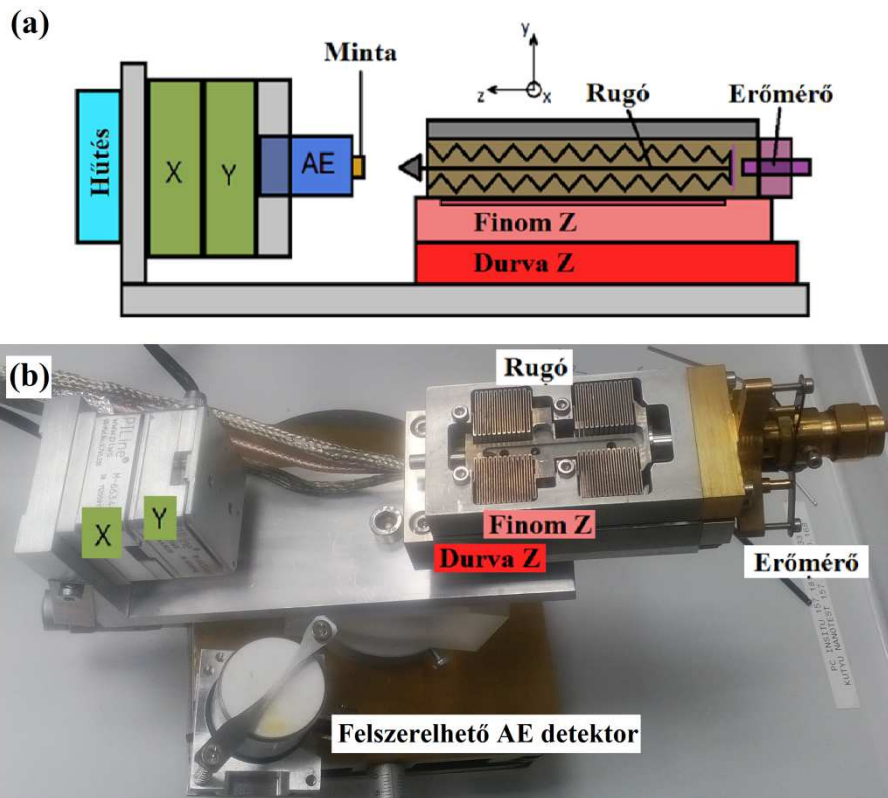
### 3.4 Indentáció

A feszültség-deformációs görbék felvételéhez a 15. ábra szerinti eszközt használtunk. Az  $x - y$  síkú mozgást léptetőmotorok végzik  $0,5 \pm 0,01 \mu\text{m}$  nagyságú lépésközökkel. A motorok melegedése vákuumban nem elhanyagolható probléma, a hűtésről folyadék áramoltatásával gondoskodtunk. A  $z$  irányban zajló mozgás a terhelés iránya, ezért a kísérlet felbontásában meghatározó. A 15. ábrán Durva Z nevű, pirossal jelzett egység egy léptetőmotor, ami  $2 \pm 0,5 \mu\text{m}$  lépéssel a tűt a minta felszínéhez kellő közelségbe viszi, majd a mérés során detektált adatoknál a piezoelektromos mozgatót használjuk  $0,1 \text{ nm}$  felbontással (Finom Z, rózsaszín egység).

Az erő méréséhez a rugó megnyúlását használjuk. A rugó elmozdulását a 15. ábra lila erőmérő egysége kapacitásmérés alapján  $0,1 \text{ nm}$  pontossággal érzékeli. A rugóállandó előzetes kalibráció által már ismert:  $D = 1 \text{ mN}/\mu\text{m}$ .

Az eszköz hegye (tű) enyhén szennyezett gyémántból készült, aminek mechanika és elektromos tulajdonsága teszi alkalmassá in situ mérésekhez. A gyémánt mechanikai alkalmassága hasonló kísérletekben és felhasználásokban számtalanszor bizonyított. Az in situ SEM vizsgálatokat a gyémánt szennyezése megkönnyíti, mivel a tű vezetőképessége ebben az esetben nagyobb, így elektromosan nem töltődik fel, amivel zavarná az elektronnyalábot.

Az in situ indentációs mérésekhez ELTE fejlesztésű nanoindentort használtunk.



15. ábra: (a) az akusztikus detektorral összeépíthető indenter sematikus ábrája [32], (b) a szétszerelt *in situ* eszköz fényképe

### 3.5 Akusztikus emisszió

Az akusztikus emisszió jelensége hasonlóan a földrengéshez, egy anyagban terjedő longitudinális hullám. A jelenség szisztematikus vizsgálata 1948-ban indult, majd 1957-re ipari alkalmazása is született. Ebben az alkalmazásban nagy nyomású palackok szivárgását tudták ellenőrizni, mivel a szivárgó palack detektálható akusztikus jeleket bocsájt ki [33].

Az általunk vizsgált akusztikus jel lokális irreverzibilis változások által kibocsájtott rugalmas energiahullám, mely lecsengő mechanikai feszültségimpulzus formájában terjed a forrása irányából. A jel terjedése közben a forrást és anyagot egyaránt jellemző hullámmá alakul, ezért a jelalaktól való anyag és forrás jellemzése igen bonyolult feladat, és számos esetben még megoldatlan [33].

Az akusztikus jelek vizsgálatának fontosságát kitűnően példázza, hogy diszlokáció dinamikai szimulációkkal is megjósolt heterogén diszlokáció mozgást az irodalomban számos helyen igazolták akusztikus emissziós mérésekkel. Például az akusztikus jeleket több irányból detektálva a minta 3D esemény térképe is elkészíthető [34]. A diszlokációk keletkezése vagy annihilációja - akár az eseménytől távol - gyors újrendeződést (lavina) vonhat maga után,

melyek akusztikus jelei detektálhatók. Miguel és társai hcp szerkezetű jég állandó terhelése mellett mért akusztikus emissziós kísérletekből a következőket írták le:

$$N \sim \rho \quad (7)$$

$$A \sim v \quad (8)$$

$$\sqrt{E} \sim \sum_i^n |v_i| \quad (9)$$

ahol  $N$  a detektált akusztikus események száma,  $\rho$  a mobilis diszlokációk sűrűsége,  $A$  a jel amplitúdója,  $v$  a diszlokáció sebessége és  $E$  a jel energiája  $n$  darab mozgó diszlokáció esetén [24]. Továbbá Weiss és társai a következő megfigyeléseket tették:

$$A = k \frac{nLbvt}{d} \quad (10)$$

Fent  $k$  anyagi és mérés technikai állandó,  $L$  az  $n$  db mozgó diszlokáció hosszösszege,  $b$  a Burgers vektor,  $t$  a hullám keletkezése és detektálása közt eltelt idő és  $d$  a hullám csillapodását jellemző mennyiség [35]. Mindemellett az akusztikus jelek jellemzésére gyakran felhasznált energetikai megfigyelések alapján [36]:

$$E \sim A^2 \quad (11)$$

### 3.5.1 Akusztikus emisszió forrásai

Az akusztikus emissziós jeleknek számos forrása van. A feszültségtér változásával járó folyamatok mind keltenek akusztikus jeleket, viszont az akusztikus emissziós források és a jelterjedés matematikailag megoldatlan.

A kristályszerkezetek akusztikus jeleinek egyik fontos forrása a *diszlokáció mozgás*. A diszlokáció mozgás által generált jel függ a mozgás mechanizmusától, más jel keletkezik csúszás, mászás illetve gyorsulás esetén is. *Ikerkristály keletkezése* valamint az *ikerstruktúra növekedése* az általuk kibocsájtott akusztikus jelek alapján elvileg megkülönböztethető. A *diszlokációk annihilációja* során hirtelen eltűnő feszültségtér szintén akusztikus forrás, ahogy a *Portevin-Le Chatelier effektus* (1.2 fejezet) során átvágott kiválások, diszlokáció mozgást akadályozó hatásának megszűnése miatt megváltozó feszültségtér.

Diszlokáció mozgás által kibocsájtott akusztikus jelek vizsgálatakor a mérés szempontjából zavaró akusztikus jelek keletkeznek a *mikrorepedések*, *fázisátalakulások*, *újrakristályosodás* és *szemcsehatár csúszás* következtében is [33].

### 3.5.2 Akusztikus jelek detektálása

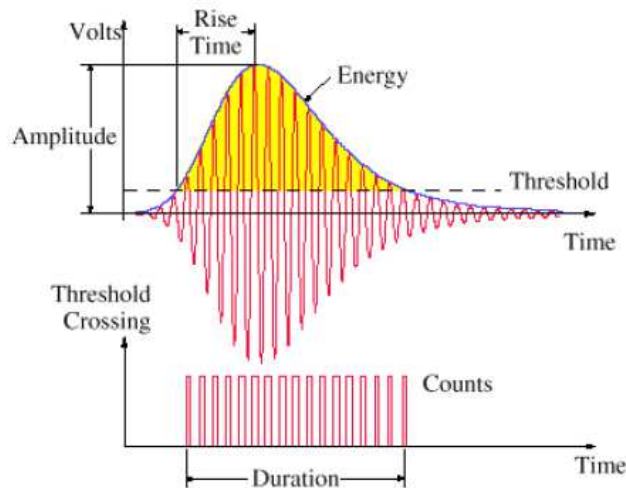
Az akusztikus emisszió által keltett mechanikai feszültségek, a forrástól távol a minta felszínének elmozdulását eredményezik. Ez az elmozdulás detektálható. A detektorunk egy piezoelektromos kristály, amit mechanikailag összekapcsolunk a mintánkkal. A minta kis deformációja a piezoelektromos detektor kis deformációját okozza (16. ábra). A detektor, a deformációjához viszonyított nagy elektromos jelet ad. A detektor zajszintje feletti jeleket két főbb csoportba oszthatjuk. A *folytonos* jelek feszültsége megfelelő ideig egy bizonyos küszöbszint felett marad. Ilyen jeleket generálnak például a fázisátalakulások és az újrakristályosodás. A *diszkrét* jelek (17. ábra) időben szeparálva jelennek meg nagyobb energiával. Ilyen jeleket várunk például diszlokáció csúszásnál, mikrorepedésnél vagy iker keletkezésekor [33].



16. ábra: Akusztikus detektor egy hozzáerősített Cu mintával

Egy akusztikus emissziós mérés alatt adott a lehetőség, hogy a jel minden detektálható időpillanatában jegyezzük a feszültségértéket, ám ekkor kezelhetetlenül nagyméretű adathalmazt kapnánk (több Gbyte). Helyette, egy eseményhez tartozó a 17. ábrán szemléltetett paraméterekkel jellemezzük az egyedi akusztikus jeleket. Itt a beütés (Counts) az a szám, amennyiszer egy eseményen belül a feszültség a beállított határszint (Threshold) felé kerül. Általában két határszintet szokás beállítani. Az első határszint egy kicsivel a zaj felett van. A mérés szempontjából csak azokat az eseményeket detektáljuk, melyeknek amplitúdója

a határszint felé kerül, ennek feladata a zaj kiszűrése. Egy ennél magasabb határszint beállításával nem csak a zajt, hanem a kisebb eseményeket is szűrhetjük, könnyíti a határozottabb jelekre való fókuszálást.

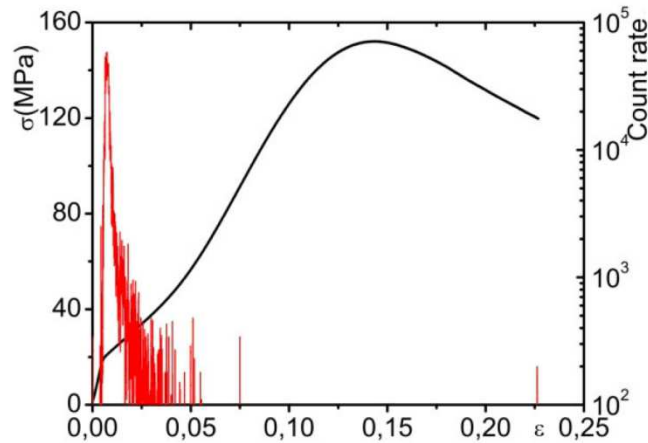


17. Ábra: Az akusztikus jelek általános jellemzésére használt paraméterek [32]

Az akusztikus jelek energiáiból és a detektor tulajdonságaiból számolható, hogy milyen jelek detektálása lehetséges. Ebből kiderül, hogy egy egyedi diszlokáció mozgása sajnos észlelhetetlen, viszont 100 diszlokáció együttes mozgása ideális esetben már detektálható jelet eredményezhet. Ennyi diszlokáció kooperatív mozgása természetesen lehetséges, például aktív Frank-Read forrásnál, vagy felszakadó pile-up esetén. Az ikresedésre utaló akusztikus jelek sajátosságait kitűnően felismerhetjük a 18. ábrán. Az iker keletkezéséhez erős akusztikus jel társul, majd a deformáció előrehaladtával, amikor az ikerkristályok már létrejöttek, és a deformáció az iker növekedésével történik, a detektált jelek száma drasztikusan csökken, mivel az ikernövekedés akusztikus jele nem emelkedik a zajszint felé [33].

Az akusztikus méréseket DAKEL-XEDO-3 AE berendezéssel végeztük.

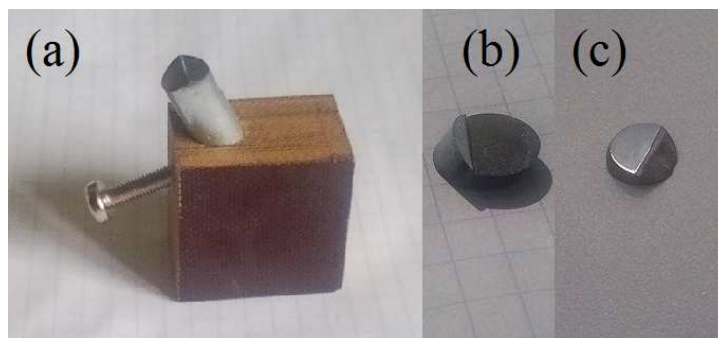




18. ábra: Ikresedésre orientált Mg feszültség-deformáció görbéje feketével, és az időegységre jutó beütések száma (Count rate) pirossal [33]

## 4. Mintaelőkészítés

A kísérletek megkezdésekor rendelkezésünkre állt egy 10 cm hosszú, 8 mm átmérőjű egykristály Zn rúd. A minta EBSD analízise után a megfelelő orientációt biztosító mintatartót készítettünk, melynek segítségével a választott irányban szikraforgácsolással 2 mm vastag korongokat szeleteltünk (19. ábra). A korongokra SEM/FIB segítségével 8  $\mu\text{m}$  átmérőjű oszlopokat faragtunk.



19. ábra: (a) Zn minta a mintatartóban, (b) szikraforgácsolás után kapott korong, (c) polírozott korong

### 4.1 Szikraforgácsolás

A szikraforgácsolás technológiáját napjainkban széles körben alkalmazzák. Elektromosan vezető munkadarabokból bonyolult felületek  $\sim 100 \mu\text{m}$  pontossággal alakíthatóak ki, így gyakran szerszám és alkatrész készítésre használják.



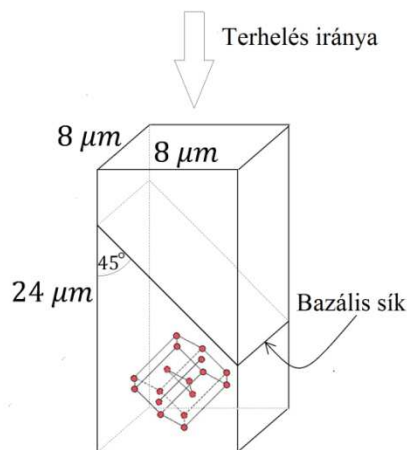
A technológia alkalmazásakor a munkadarabot, és egy vékony huzalt ellentétes potenciálra töltönek. A huzalt a munkadarabhoz közelítve szikrakisülést hoznak létre, amely a munkadarabot kráterszerűen megolvasztja. (Impulzus jel segítségével elkerülhető a stabil ívkisülés.) Az olvadék az elektródák között áramoltatott dielektrikummal távozik. A munkadarabot finoman mozgatva, a huzal közelében lévő térfogatrészeket leválasztva alakítható ki az új felület [37].

A mintaelőkészítés technikájának választásakor figyelembe vettük, hogy az egykristály Zn szobahőmérsékleten igen törékeny és rideg, ezért valószínűleg nem bírná ki a gyémántvágó mechanikai terhelését repedés illetve törés nélkül. Nagyobb eséllyel sikerülhet a megfelelően orientált szeletek elkészítése szikraforgácsolás segítségével, ahol a huzal nem érinti a mintát.

A mintát a mintatartó által meghatározott irányban (lásd 4.2 fejezet) mozgatva akartuk kialakítani a Zn korongokat. A korongok a vágás előrehaladtával letörtek a rúdról a bazális sík mentén (21. ábra (b)), így két felület alakult ki (19. ábra b, c). A 19. ábra b) részén jól látszik, hogy a szikraforgácsolás amorfá tette a felületet. Az amorf felületet nem csillog, matt szín jellemzi, szemben a törés mentén megfigyelhető fémes csillogással. Az amorf részek polírozással eltüntethetőek, ahogy azt a 19. ábra (c) képe mutatja. A mechanikai polírozás utolsó fázisában 15 percen keresztül  $1\ \mu\text{m}$  átlagos átmérőjű szilika kolloid oldatot használtunk. A szikraforgácsolást a Wermix kft segítségével végeztük.

## 4.2 Orientáció beállítása

Zn egykristály esetén a 2.1 fejezet alapján reális elvárás, hogy az egykristály  $\langle c \rangle$  irányának a terhelés tengelyével közel  $45^\circ$ -os bezárt szöge esetén, csak a bazális síkban mozgó diszlokációk aktiválódjanak (20. ábra).



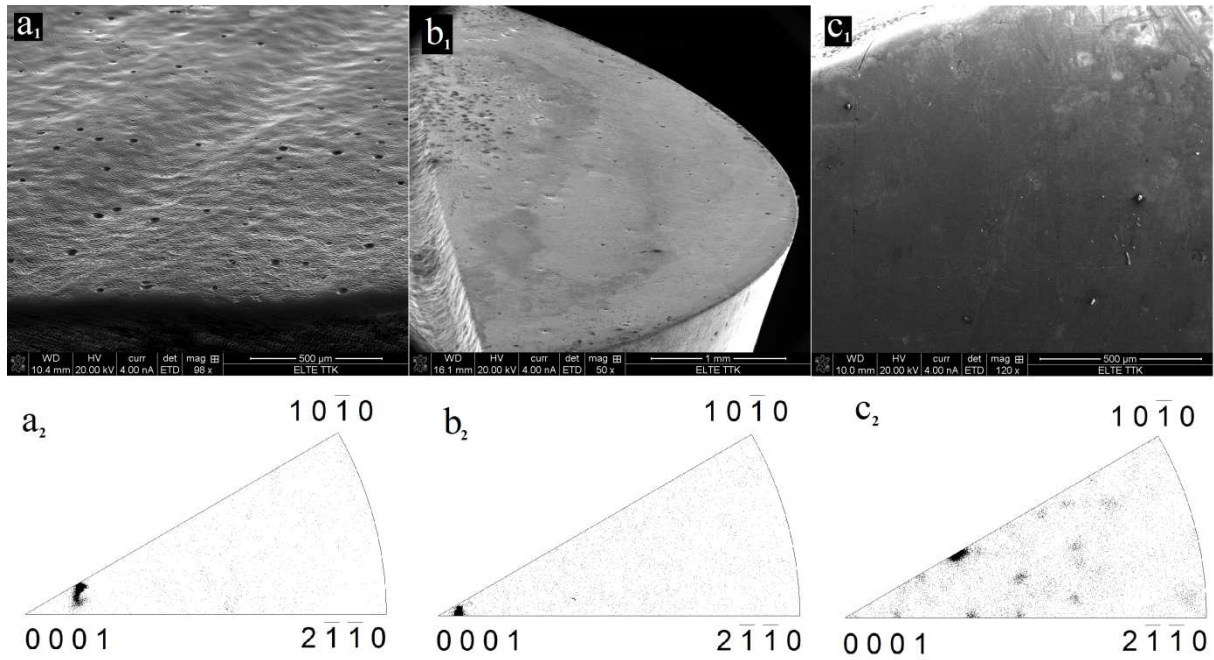
20. ábra: A megvalósítani kívánt mikrooszlop vázlatja

A 21. ábra (a) részén látható az eredeti mintánk felülete, melynek orientációját EBSD analízissel állapítottuk meg. A terheléses kísérletet a minta felületére merőlegesen terveztük elvégezni, így a kristály  $\langle c \rangle$  irányának, a felület normálisával bezárt szöge a hasznos adat. Erre a szögre  $29,8^\circ$ -ot mértünk  $0,4^\circ$  szórással. A szórást a mintában lévő feszültségek, illetve a minta felületi érdessége okozhatta.

A  $45^\circ$ -ra orientált bazális sík létrehozható megfelelő döntés segítségével. A  $19,8^\circ$ -ban lévő kristályt a minta további  $25,2^\circ$ -os döntésével, és az ilyen döntés melletti „vízszintes” vágással megfelelően orientált mintát kapunk. A  $25,2^\circ$ -os döntést egy mintatartóval értük el (19. ábra (a)), így a további feladatunk a szikraforgácsolásnál, hogy a mintatartó megfelelő oldalával párhuzamos vágásokat végezzünk.

A vágás során elhasadt minta hasadási felületét is megvizsgáltuk, amire a várakozásnak megfelelő eredményt kaptunk (21. (b) ábra). A felület analízise a bazális síktól való  $6^\circ$  eltérést mutatott, azonban ezt, fizikai indok hiányában a mérés hibájának tulajdonítottuk. Ez az eltérés a SEM vákuumterében rögzített mintatartó kotyogása, valamint a mintatartóra szénszalaggal felragasztott minta, nem a tartóval párhuzamos volta idézhette elő. Mivel ez a  $6^\circ$ -os eltérés a bazális sík Schmid-faktorát nem befolyásolja érdemben, ezért további erőfeszítéseket nem tettünk a precízebb orientálás érdekében.

Az orientált és polírozott felület képe, és orientációs térképe szerepel a 21. (c) ábrán. A SEM képen láthatjuk, hogy a polírozással, az oszlopfaragáshoz megfelelő simaságot sikerült elérnünk, valamint az EBSD vizsgálat igazolta az orientálás sikerességét. Az orientációs térképen megjelenő zavart, az ultrahangos rázást követően felszínen maradt kolloid szemcsék okozzák. Ezek a szemcsék egyéb problémát nem okoznak.



21. ábra: (a): A mintánk eredeti felülete, (b): a hasadási felület, (c): orientált felület. Az 1 indexű képek a SEM-el készült képek, a 2 indexűek az EBSD analízis során kapott térképek

### 4.3 Mikrooszlop faragás

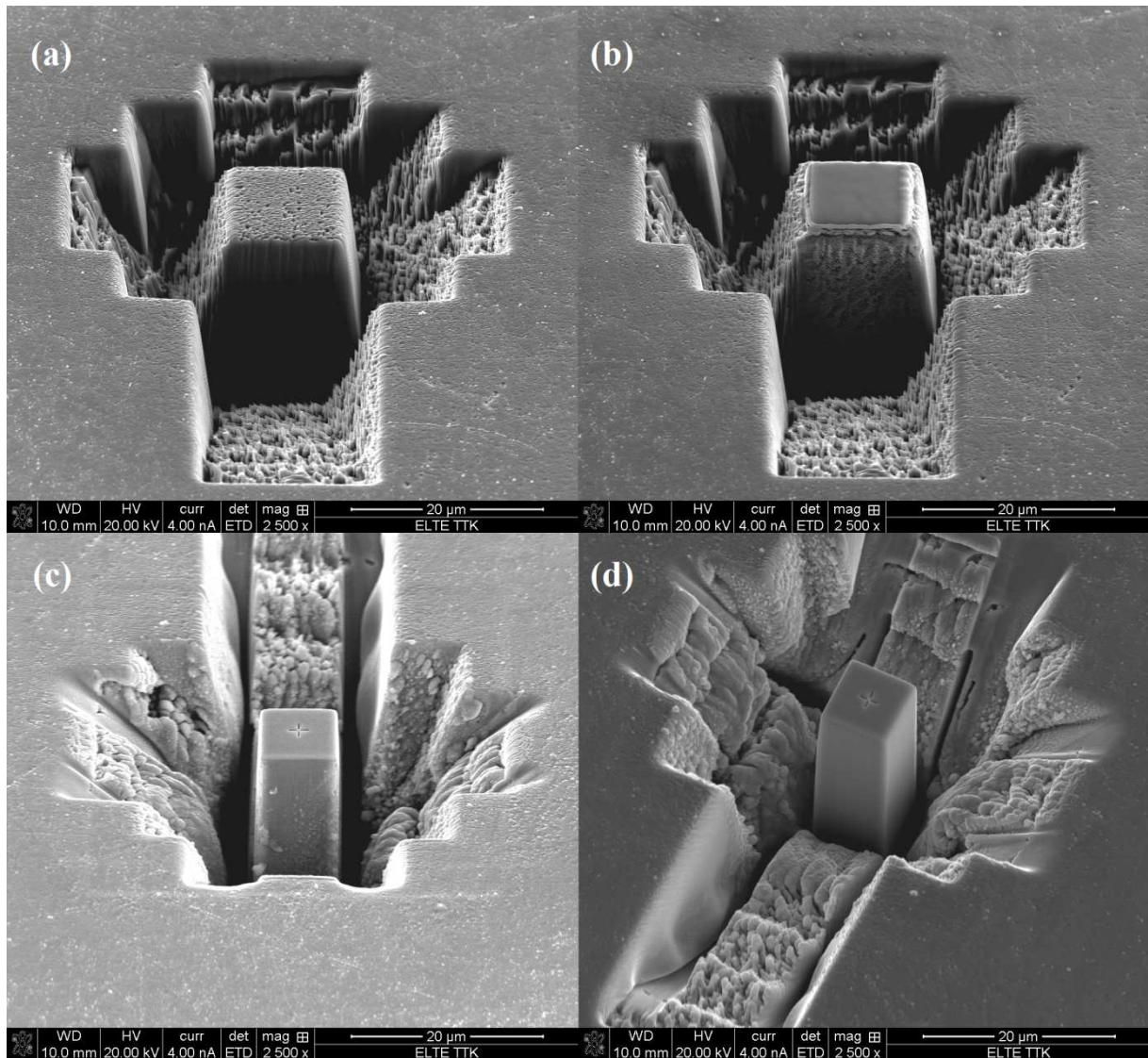
A mikrooszlopok elkészítését FIB technikával kivitelezttük. A mintán kiválasztott alkalmas felületen először nagy  $\text{Ga}^+$  ion árammal durva árkot készítettünk, melyben az oszlop átmérője jóval meghaladja a kész oszlop átmérőjét (22. ábra (a)). Az árok formáját, az előzetesen várt csúszási sávok geometriájának megfelelően választottuk. A felülről vizsgált kereszt alakú árok „szára” felől készül később a felvétel, mivel itt alakítjuk ki a megfelelő betekintésre alkalmas tartományt (a 22. ábra (a), (b) részén látható szemszögből). Várakozásaink szerint, az ilyen szemszögből készült felvételen a csúszási sávok  $45^\circ$  dőléssel fognak megjelenni, és az előre, vagy hátra araszoló deformációs mozgás helyett, egy oldalirányú, informatívabb deformációt láthatunk.

A 22. ábra (b) részén a nyers oszlopra leválasztott  $0,2 \mu\text{m}$  vastag amorf Pt réteg is látható. A réteg feladata az oszlop további finomításából származó sugárkárosodás csökkentése, az oszlop tengelyének megjelölése valamint a felületi egyenetlenségek simítása.

A fenti lépéseket követően elkezdttük az oszlop végleges formájának kialakítását. Ekkor a sugárkárosodás visszaszorításának érdekében, ahogy közelebb kerültünk a végső méretekhez, az ionáramot lépésenként csökkentettük. Ezekben a lépésekben az ionáram az oszlop tengelyéhez képest ferdén, oldallapjával párhuzamos síkban haladt. Ekkor egyszerre

két párhuzamos síkú oldallap faragását végeztük, minek eredményeképpen az éppen kihagyott oldalpárok felületén Zn/Ga kicsapódások keletkeztek (22. ábra (c)).

Az oszlop végső formáját a tengelyével párhuzamos nyalábirányú kis áramú ionáram segítségével értük el. Ennek feladata a kicsapódások megszüntetése, és a végső méret beállítása volt, esetünkben  $8\ \mu\text{m}$  átmérő és  $24\ \mu\text{m}$  magasság (20. ábra). A magasságot az átmérő háromszorosának választottuk, mert ezzel elkerülhető a hordósodás és a kihajlás.

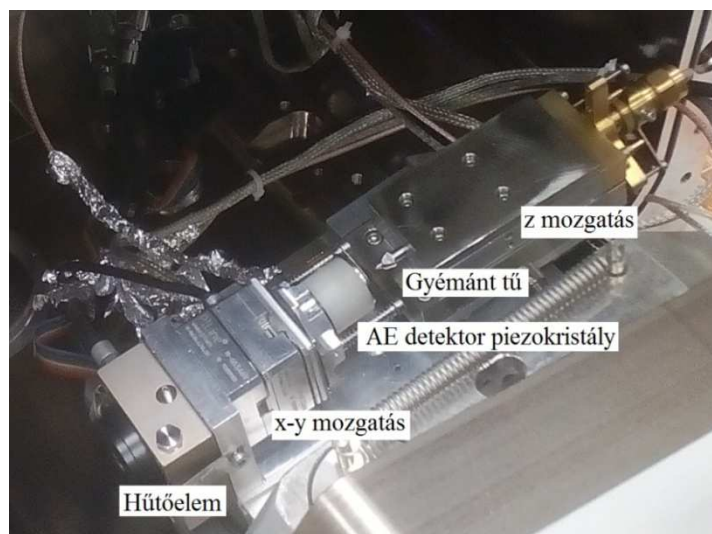


22. ábra: (a): nyers oszlop, (b): platinázott oszlop, (c): megfelelő átmérőjű oszlop, (d): kész oszlop

## 5. Eredmények

### 5.1 Indentáció

A feszültség-deformációs görbe kiméréséhez a 3.4 fejezetben bemutatott in situ eszközt helyeztem a SEM vákuumterébe (23. ábra). Ott a mikroszkóp elektron illetve ion képén tudtam tájékozódni. A tű mozgásáért felelős PC-n a tű hegyénél lévő  $\sim 10 \mu\text{m}$  átmérőjű sík felületet, a mikrooszlop tetejéhez irányítottam, majd elkezdtem a mérést. Az indentáció mérése alatt 5 ms-onként vettünk fel egy adatsort, mialatt a z mozgítás  $0,0136 \mu\text{m/s}$  sebességgel folyt.



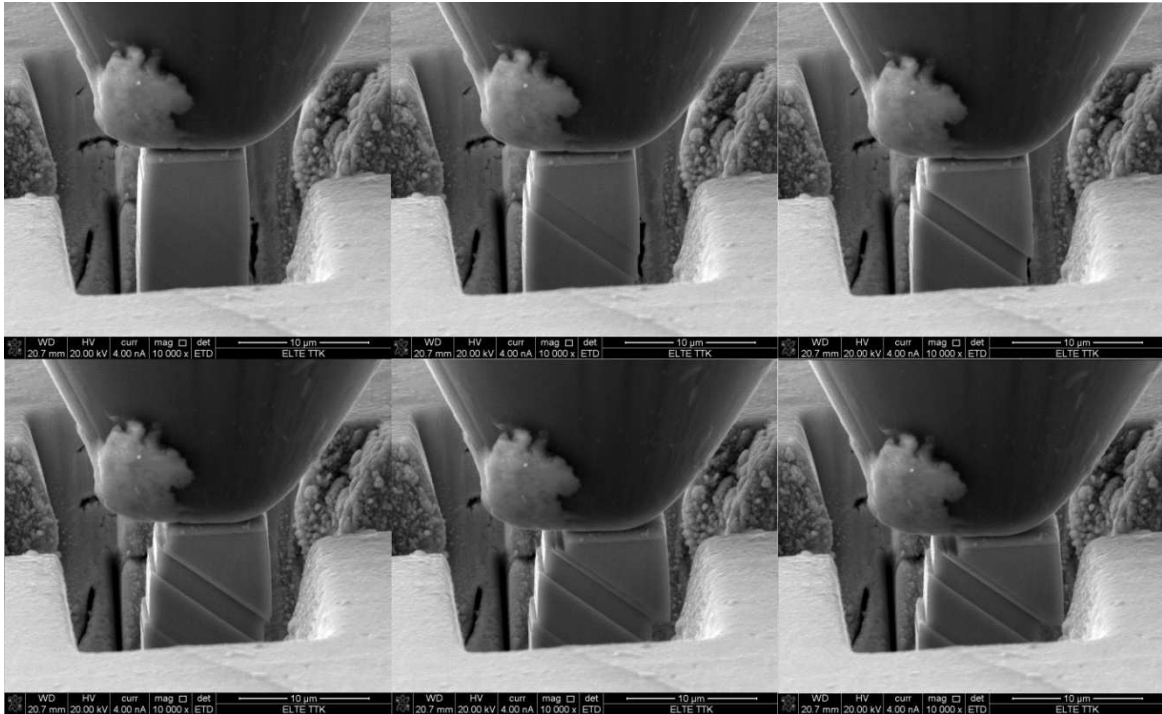
23. ábra: In situ nanoindentor az AE detektorral felszerelve a SEM vákuumkamrájának mintatartóján

A SEM felvételen [38] kitűnően látszik, hogy Zn oszlopok esetén a várakozásainknak megfelelően, meghatározó mértékben csak bazális síkú egyszeres diszlokáció csúszás zajlott, ikresedés, vagy másodlagos csúszás nem történt (24. ábra). Ez lehetőséget teremt arra, hogy a deformációt jellemző paramétereket az egyszeres csúszás jellemzésére használjuk, mert nem kell a plasztikus deformáció komplexebb viselkedésével számolnunk.

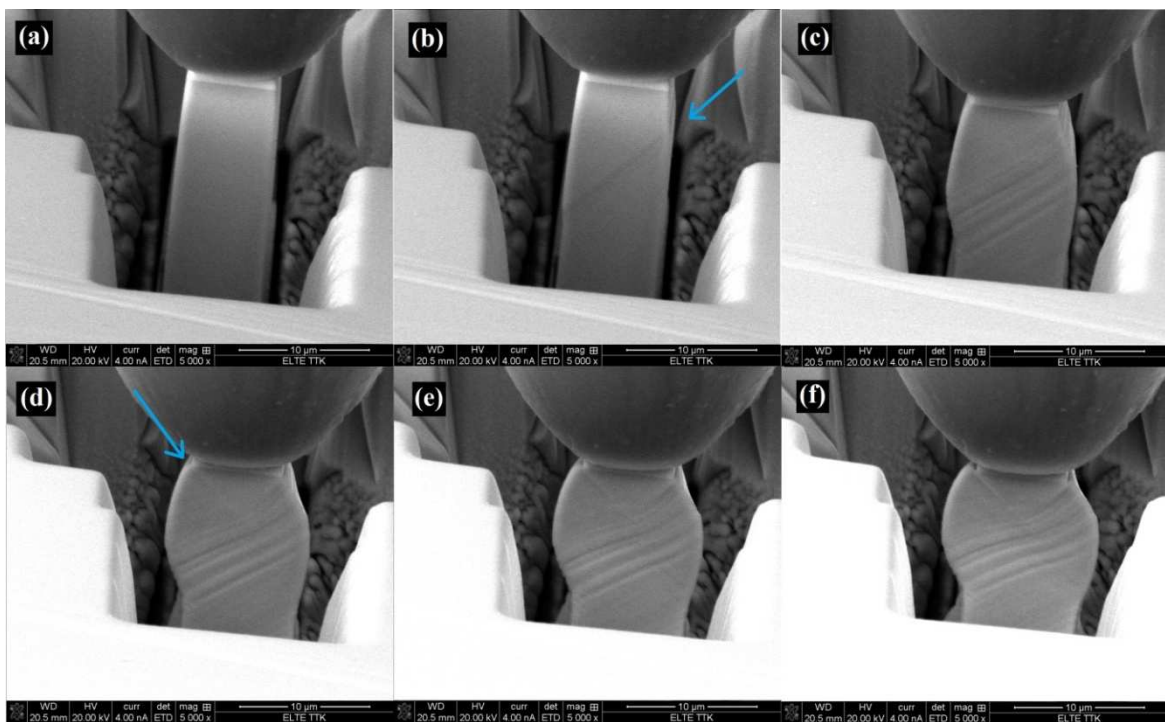
A dolgozatban használt feszültségértékek a mérnöki feszültségnek felelnek meg, mivel az oszlop z tengely menti keresztmetszete is idő és helyfüggő (24, 25. ábra). Ezt a korrekciót nem vettem figyelembe a számolásnál, mert nem célunk a folyáshatárok nagy pontosságú kimérése. A Zn kísérletekben a deformálódó oszlop kioldalazik az indentor tűje alól. Ez a jelenség ismét igazolja azt, hogy csak egyszeres csúszás van jelen. Ehhez a kioldalazáshoz a rendszernek úgy kell legyőznie a gyémánt és az amorf Pt védőréteg közti tapadási súrlódást, hogy közben a többi csúszási síkot nem aktiválja. Ez a Zn kísérletek során így is történt [38].



A Cu mikrooszlopok indentációja közben másodlagos csúszás is megfigyelhető. A negyedik elődeformált Cu mikrooszlop esetén ezek a sávok az in situ SEM felvételen is megjelennek (25. ábra).



24. ábra: Egy Zn mikrooszlop indentációjáról készült felvétel néhány pillanatképe



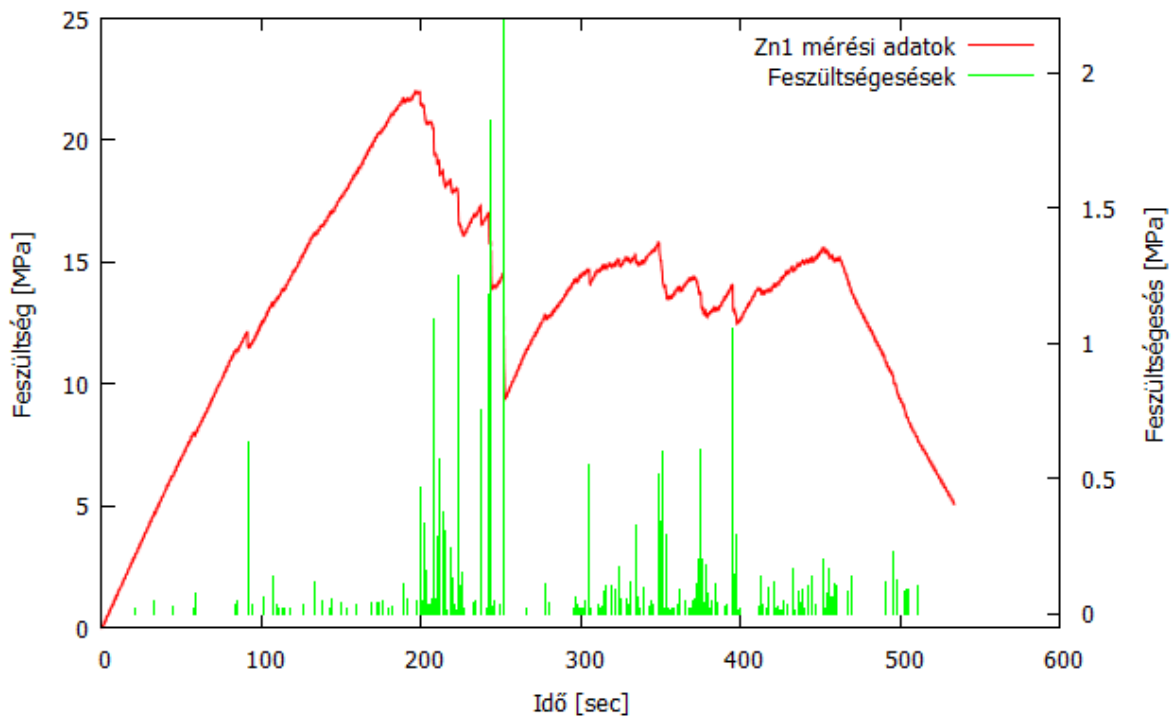
25. ábra: A negyedik Cu mikrooszlop indentációjának pillanatképei, a (d)-(e)-(f) részekben láthatóak a másodlagos csúszási sávok

## 5.2 Zn mikrooszlopok

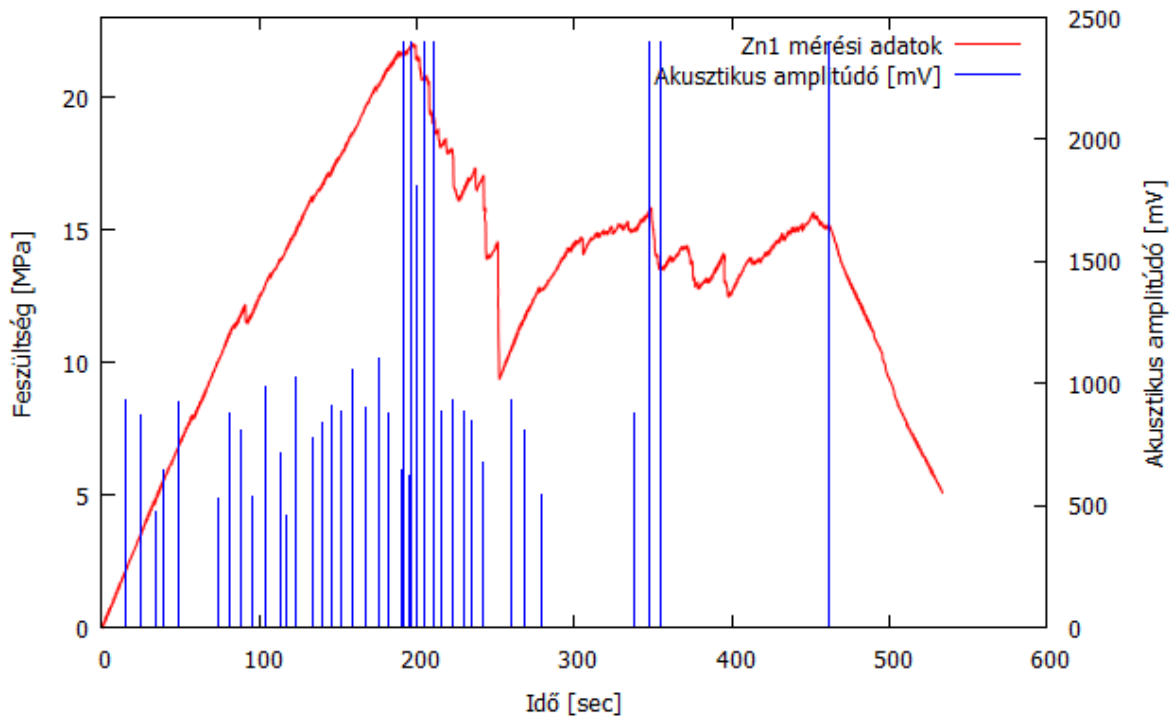
A Zn mintából három, egyenként  $8\ \mu\text{m}$  átmérőjű  $24\ \mu\text{m}$  magas oszlopot faragtunk ki, melyek indentációja közben mértük az akusztikus emissziót. A 26. ábrán látható az első oszlop feszültség-idő grafikonja, és az abból számolt feszültségesések. A feszültség-idő görbén látható feszültségeséseket, azoknak nagy száma miatt C programnyelven írt rövid programommal azonosítottam. A program az előre megadott zajszint feletti feszültségesések méretével, és azok időbeli helyével tér vissza, egyéb szűrők alkalmazási lehetőségei mellett. A szűrők megfelelő beállítását és a program működésének határfokát többek között a 26. ábra is igazolja.

### 5.2.1 Első Zn mikrooszlop

Ezen a mintán az indentáció sebességét  $0,01\ \mu\text{m/s}$ -nak állítottam be, mialatt összesen 185 feszültségesést találtam. A mérés alatt felvettük az akusztikus események paramétereit az idő függvényében. Összesen 43 eseményt detektáltunk. A mérés kezdetén vizsgáltuk a háttérzajt, amiből megállapítottuk, hogy a többlépcsős erősítést követően csak a  $422\ \text{mV}$  –nál nagyobb amplitúdójú jeleket érdemes vizsgálni, ez a beállított első határfeszültség. A második határfeszültséghez  $838\ \text{mV}$ -ot állítottunk be, továbbá a detektornak  $2400\ \text{mV}$ -nál méréshatára van, így az afeletti jelek amplitúdói mind  $2400\ \text{mV}$ . Az időskálán illesztett feszültség és akusztikus adatok a 27. ábrán szerepelnek. Az irodalom alapján nem szokatlan, hogy nem minden akusztikus jelhez rendelhető diszlokáció lavina, valamint nem található minden nagyobb feszültségesésnél akusztikus esemény [32]. Ennek magyarázatául szolgálhat, mind az akusztikus jelek, mind a diszlokáció lavinák detektálásának tökéletlensége. Mindkét mérés detektálásának alsó határa a zaj, ami a későbbiekben reményeink szerint javítható.

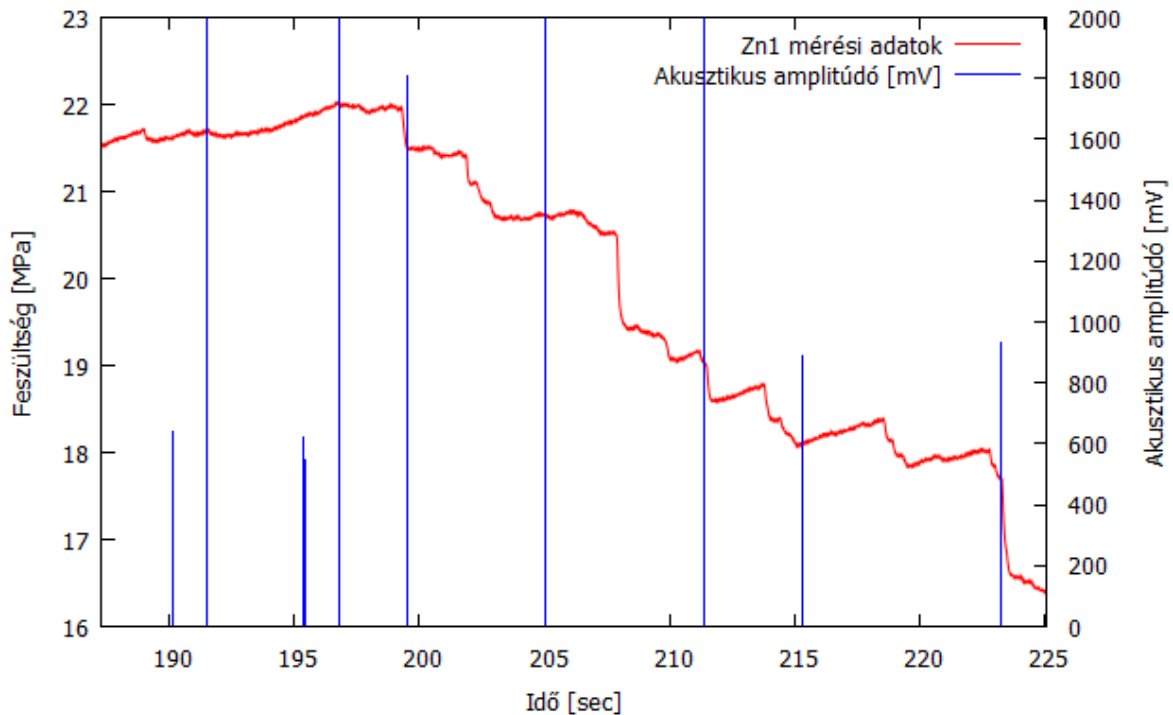


26. ábra: Zn mikrooszlop deformációs görbéje a számolt feszültségésekkel



27. ábra: Az első oszlop deformációs görbéjével összehangolt akusztikus események amplitúdói





28.ábra: A 27. ábra egy kinagyított része

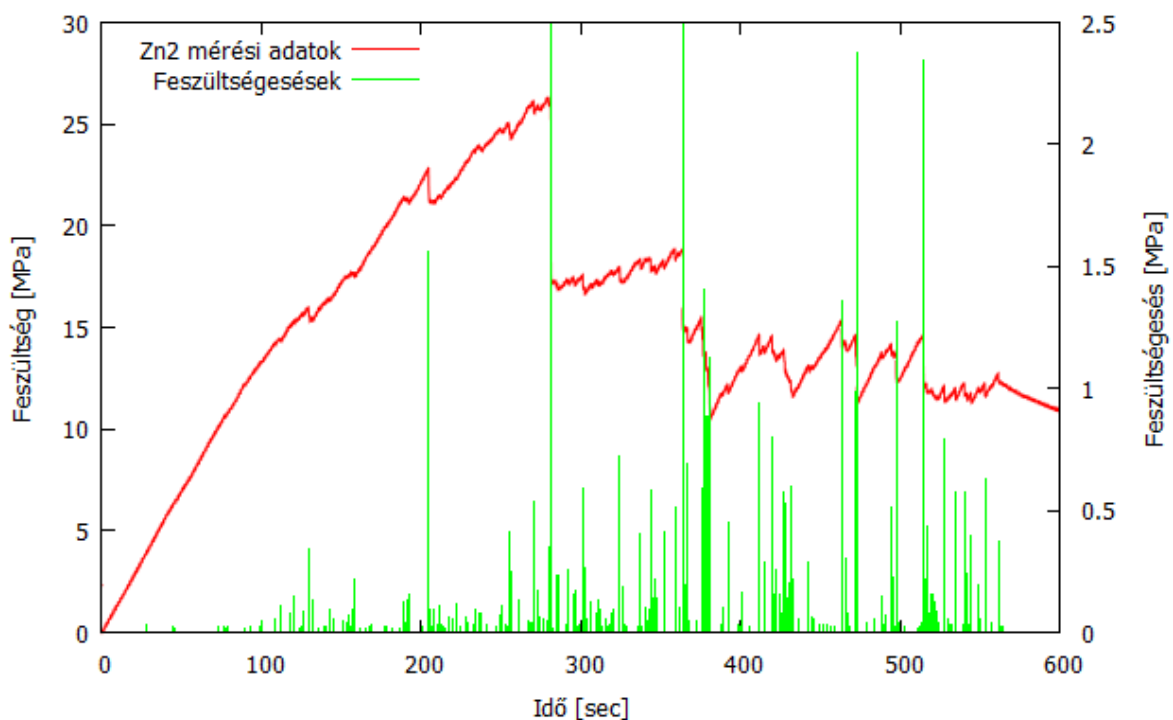
A jelen mérések során, a vártnál kevesebb egyezést találtunk a két adatsor között, azonban számos esemény során kielégítő egyezést kaptunk. Ezekre példa a 28. ábra, ahol a feszültség-idő görbe azon részére nagyítottam rá, ahol a nagy amplitúdójú jelek az átlagosnál magasabb sűrűséggel fordulnak elő. Általánosabban is leírható, hogy az ilyen tartományokban gyakrabban fordulnak elő az akusztikus jelek egyezései a feszültségesésekkel. Az ilyen egyezésekkel rendelkező jelek fizikai paramétereinek, egymásnak való kifogástalan megfeleltetéséhez, azonban több egyezésre lenne szükség.

A két adatsor közti összefüggéseket nem csak az individuális események megfeleltetése során tárhatjuk fel. A 26. és 27. ábrát összehasonlítva észrevehetjük, hogy a 190-250 másodperc tartományban a feszültségesések mérete, és száma nagymértékben növekszik. Ez a növekedés az akusztikus jeleket is jellemzi, ám nagymértékben csak az amplitúdójukra vonatkozik, a számuk csak kevésbé gyarapodott ebben az időtartományban. A plasztikus deformáció ekkor már zajlik, de még csak kisebb lavinák kíséretében. A 190. másodperc környékén elért maximális feszültség után a deformáció a nagyobb feszültségesések alatt zajlik, amit a nagy számban aktiválódó diszlokáció források magyarázhatnak. Ez a jelenség a feszültség adatsorát végig jellemzi, ám az akusztikus jeleknél a kezdeti hasonlóság után, éppen az ellenkezője figyelhető meg. Az akusztikus jelek mindössze 16 %-a található meg a 250. másodpercet követően

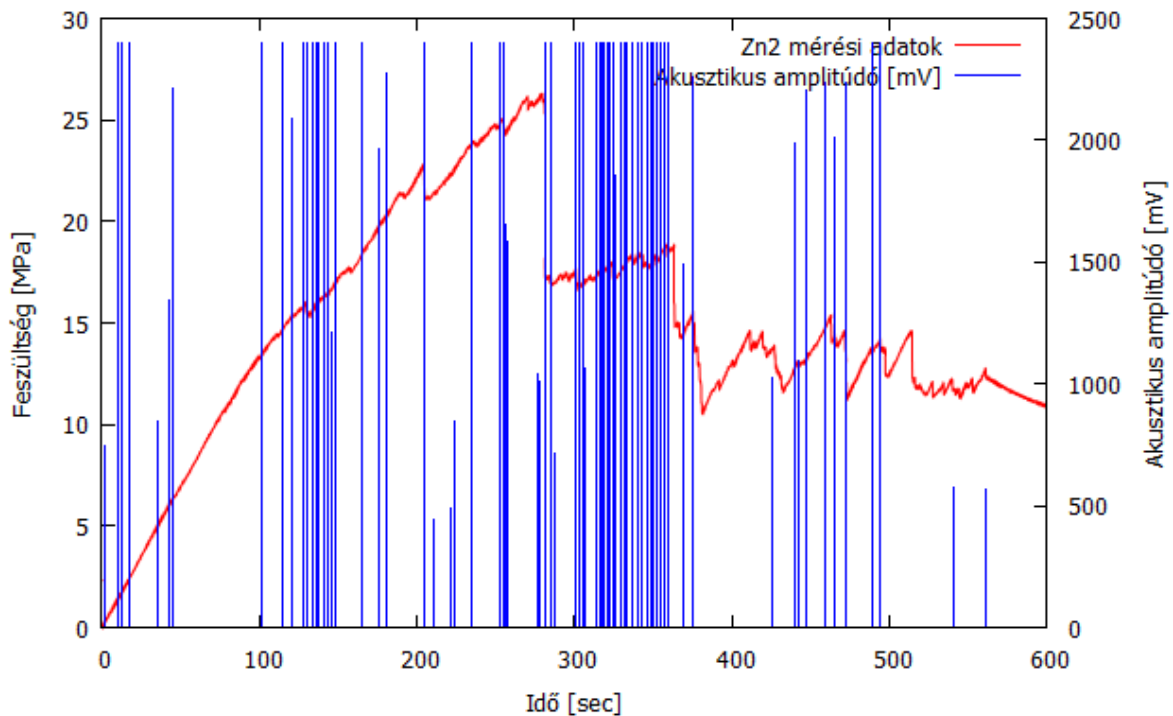
## 5.2.2 Második Zn mikrooszlop

A második Zn minta összenyomását kicsit kisebb,  $0.008 \mu\text{m/s}$  sebességgel végeztem. Ennek hatására jóval több, 296 feszültségesést találtam. Az akusztikus jelek száma szintén nőtt, szám szerint 72 db. Az események számának növekedését akár a meghosszabbodott mérési idő is okozhatta, nem feltétlenül mélyebb, fizikai kölcsönhatások.

Ennél a mintánál a 29. ábrán feltüntetett feszültségesések nem ugrásszerű, inkább folytonosan növekvő feszültségeséseket mutatnak. Az akusztikus jelek sűrűségében van egy ugrásszerű növekedés a 100. másodperc kezdeténél (30. ábra). Ez összhangban van a feszültségesésekkel, mivel itt kezdődik a plasztikus deformáció. Továbbá felfedezhetünk még egy ilyen növekedést 300-350 másodperc tartományban. Ez a növekedés az első mintával mutat hasonlóságot, mivel ekkor kezdődik a nagyobb lavinák keletkezése, itt éri el a feszültség a maximumát. Az akusztikus jelek a maximális feszültséget követő felszaporodását, a számuk nagymértékű csökkenése követi, akárcsak az első oszlop esetében.



29. ábra: A második Zn mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel

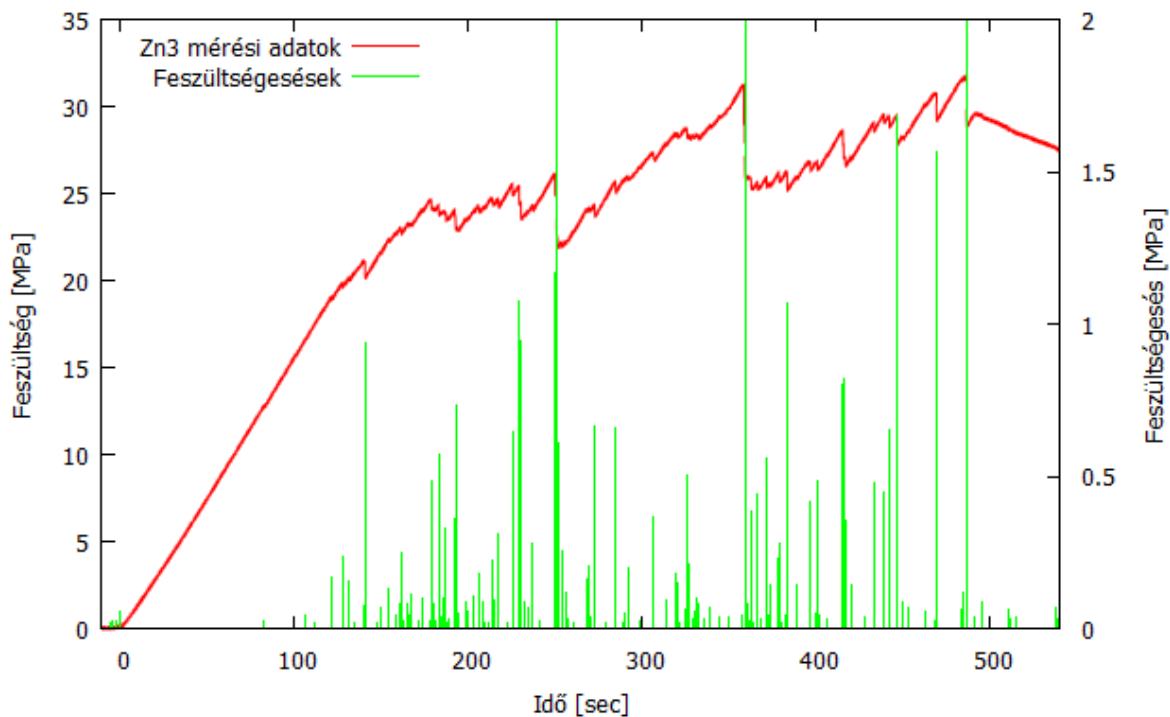


30. ábra: A második Zn mikrooszlop deformációs görbéje az akusztikus emisszióval

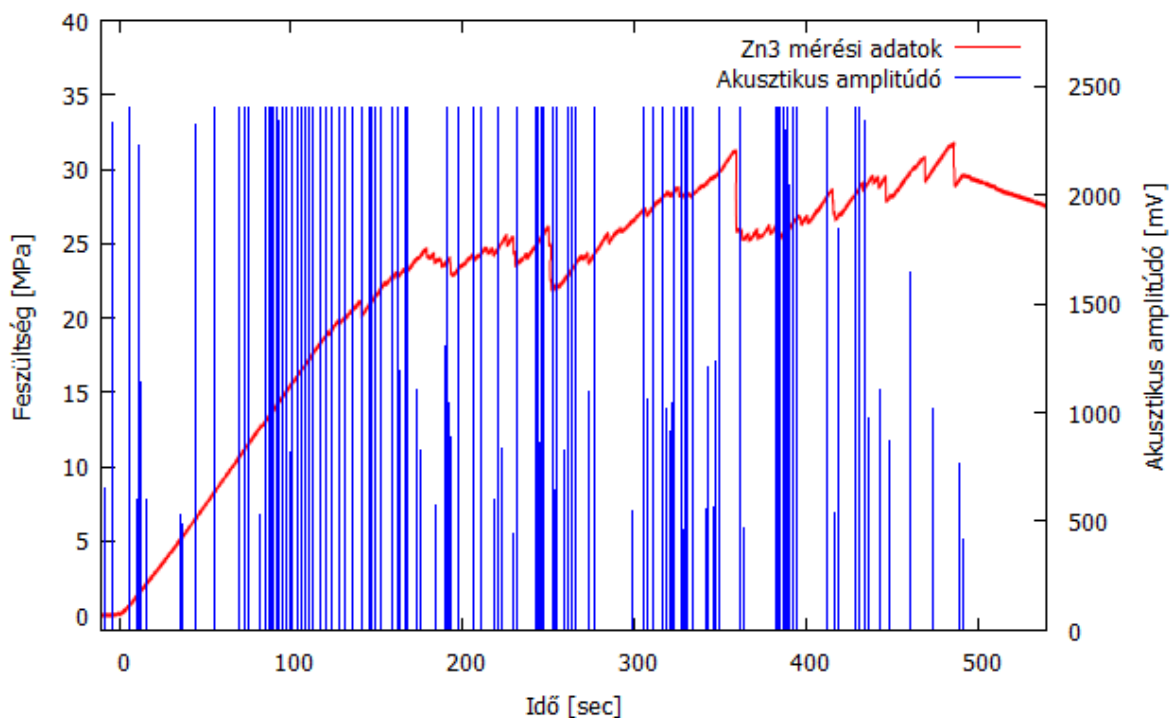
### 5.2.3 Harmadik Zn mikrooszlop

Ennél a mintánál  $0.008 \mu\text{m/s}$  indentációs sebességnél 184 feszültségesést találtam (31. ábra). A detektált 133 akusztikus esemény sajnos túlerősített, így azok 80 %-a  $2400 \text{ mV}$  nagyságú (32. ábra), de az adatsor ennek ellenére teljes mértékben használható.

Az akusztikus események első sűrűsödése a 90. másodperc környékére tehető, ami egybeesik a plasztikus deformáció kezdetével. Ennél a mintánál - ellentétben a többinél - határozott feszültségmaximum nem figyelhető meg. A maximális feszültséget a 360. másodperc környékén detektáltam. Az ezt követő sűrűsödést az akusztikus jelek mutatják a 380.-390. másodpercben, és a sűrűsödést követő extrém csökkenés itt is megfigyelhető. Az akusztikus jelek 9,8 %-a található csak meg a 400. másodpercet követően. Ez a fajta csökkenés ellentétben áll a feszültségesések viselkedésével ebben a tartományban. Az ilyen összefüggés mindegyik Zn minta esetében megfigyelhető.



31. ábra: A harmadik Zn mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel



32. ábra: A harmadik Zn mikrooszlop deformációs görbéje az akusztikus emisszióval

### 5.3 Hőkezelt Cu mikrooszlopok

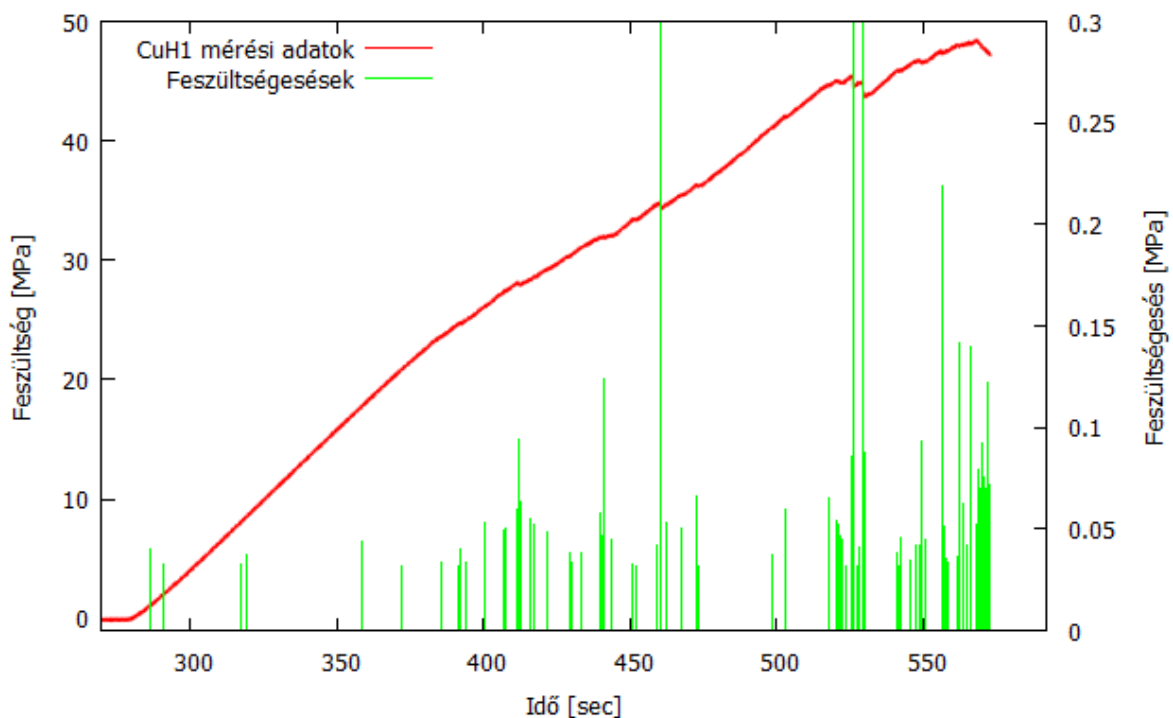
A tanszéken fejlesztett in situ nanoindenter nagyon sokrétű, nem csak az akusztikus események vizsgálatához használható. Munkám során egyéb célokra, mások által készített

mikrooszlopokon is indentációs kísérleteket végeztem. Ezeket a mikrooszlopokat előkészítésük mivoltából az akusztikus detektorra nem tudtam átvinni, viszont a feszültségük adatsorát felhasználhattam. A deformációjuk során a SEM felvételen is könnyen láthatóak az aktiválódó másodlagos csúszási sávok. Részletesebb elemzésük az 5.5. fejezetben található.

Kalácska Szilvia  $6\ \mu\text{m}$  átmérőjű, a Zn-hez hasonló geometriájú Cu mintája  $400\ ^\circ\text{C}$ -on 3 napot töltött vákuumban az oszlopkészítés előtt.

### 5.3.1 Első hőkezelt Cu mikrooszlop

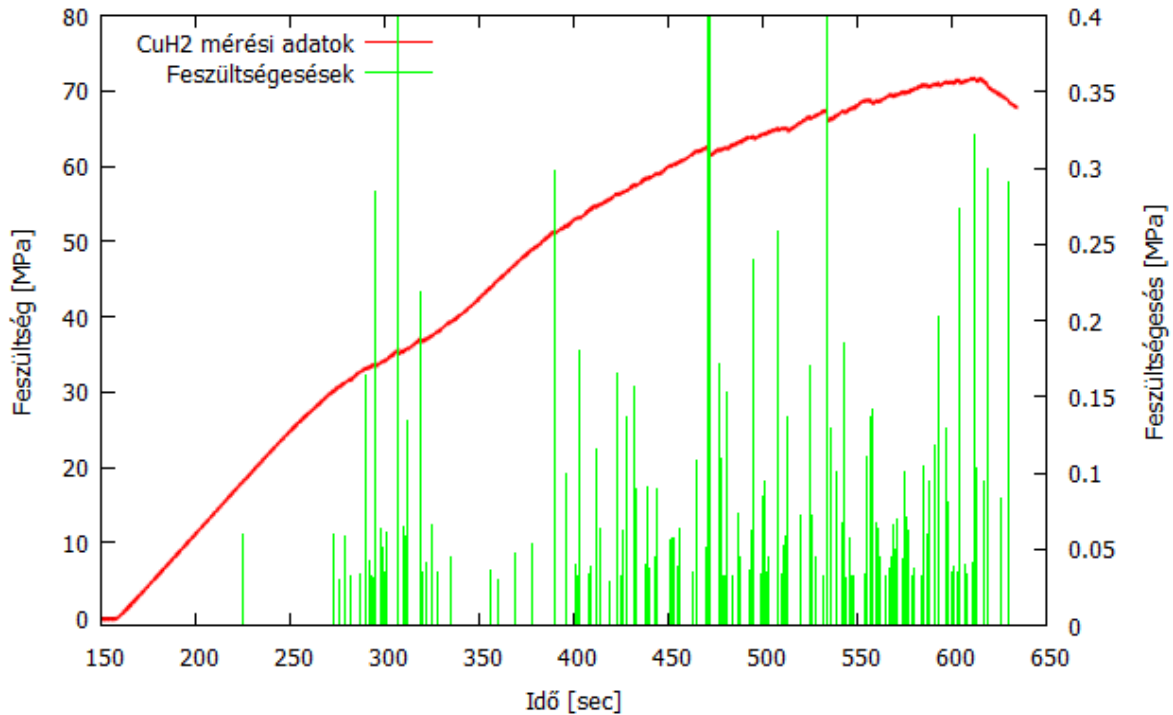
Az indentáció sebessége  $0,009\ \mu\text{m/s}$ , mialatt 93 feszültségesést találtam. A 33. ábrán látható, hogy a kevesebb diszlokációval rendelkező oszlop magasabb feszültségeket ér el, valamint a diszlokáció lavinák mérete is jóval kisebb a Zn-ből készült mikrooszlopokhoz képest. Ebben az esetben az 5 %-os deformációhoz  $48,5\ \text{MPa}$  feszültség szükséges, míg a Zn mintáknál akár  $30\ \text{MPa}$  alatti feszültséggel a 20 %-os deformáció is elérhető. A 33. ábrához hasonló ábrák jobb oldali skáláján látható, hogy az átlagos feszültségesések a kevesebb diszlokációt tartalmazó mintában egy nagyságrenddel is kisebbek.



33. ábra: Az első hőkezelt Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel

### 5.3.2 Második hőkezelt Cu mikrooszlop

Ennél a mikrooszlopnál, magasabb deformáció volt a cél, így hasonló feltételek mellett több lavinát tudtam találni, összesen 182 darabot. A lavinákról, és a feszültségekről ebben a fejezetben ugyanazokat a megfigyeléseket tehetjük, mint az első mikrooszlop esetében.



34. ábra: A második hőkezelt Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel

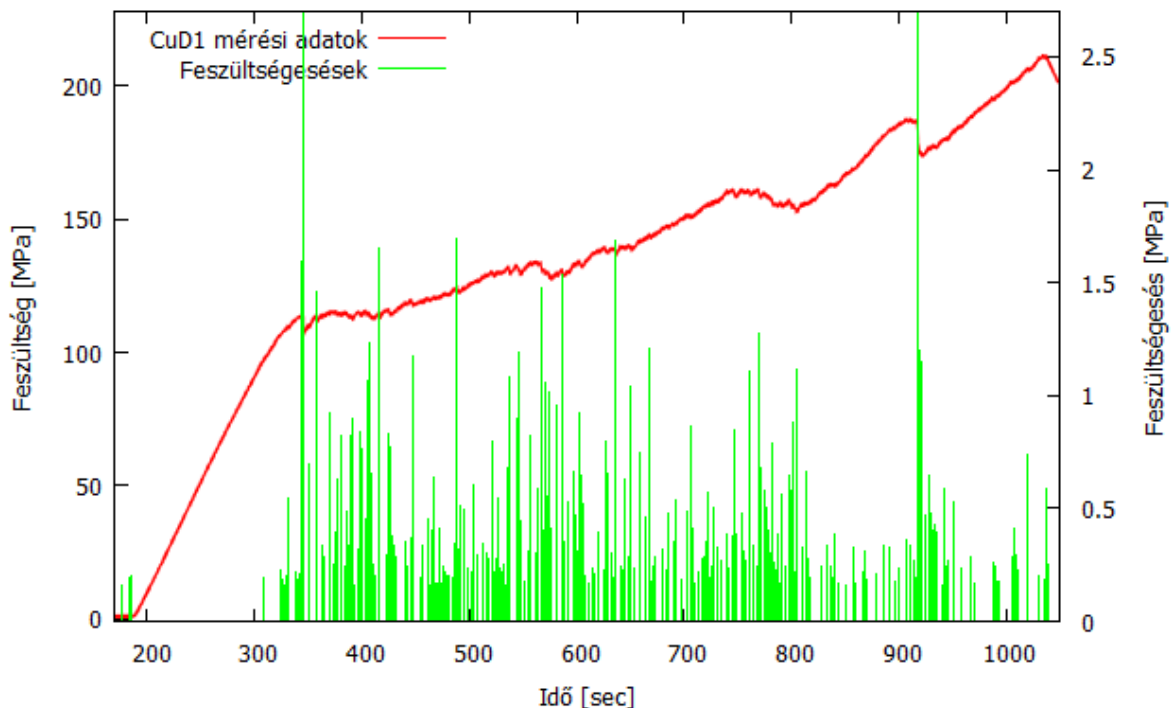
### 5.4 Elődeformált Cu mikrooszlopok

A kísérletek során felhasznált elődeformált Cu mikrooszlopokat Hegyi Ádám készítette. A mintát az oszlopkészítés előtt 40 MPa deformációnak vetette alá, ami megnövelte a mintában lévő diszlokáció mennyiségét. Az elődeformált minta keménységét magasabbnak várjuk, mert a belekerülő extra diszlokációk egymást akadályozzák, így csak magasabb feszültségek hatására kezdődik a plasztikus deformáció.

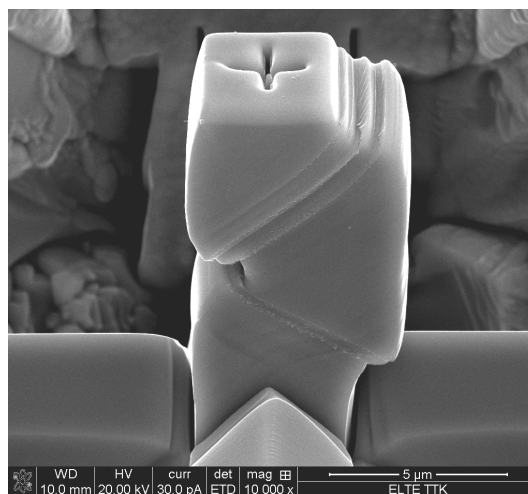
Rendelkezésünkre állt 1 db 3  $\mu\text{m}$  átmérőjű, és 3 db 6  $\mu\text{m}$  átmérőjű mikrooszlop, amiknek a kialakításuk lehetővé tette az akusztikus vizsgálatok elvégzését. Az akusztikus detektor megfelelő erősítését az első kettő oszlop indentációja során találtuk meg, ezért kiértékelhető mennyiségű jelet a harmadik és negyedik oszlop indentációja alatt kaptunk.

### 5.4.1 Első elődeformált Cu mikrooszlop

Az első rendelkezésünkre álló oszlop  $3\ \mu\text{m}$  átmérővel és  $12\ \mu\text{m}$  magassággal rendelkezett. Az indentáció sebességét  $0,009\ \mu\text{m/s}$ -nak választottam, mialatt 409 feszültségesést találtam. A 35. ábrán látható, hogy a nagyobb kezdeti diszlokációsűrűség és kisebb mintaméret együttes hatására, majdnem egy nagyságrenddel nagyobb lavínakat találtunk, mint a hőkezelt minták esetén, valamint a feszültségértékek a mérethatásnak megfelelően több mint háromszorosára növekedtek. A 36. ábrán az indentációt követő ex situ felvétel szerepel, amin egyértelműen megfigyelhetők a másodlagos csúszási sávok.



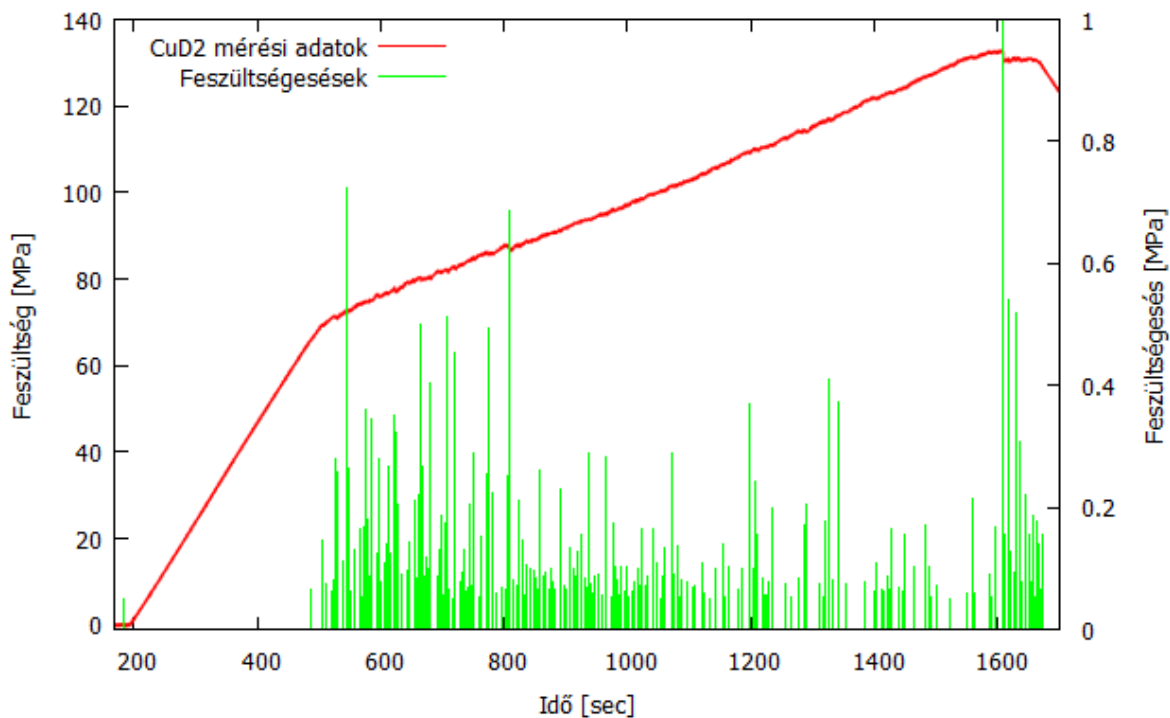
35. ábra: Az első elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel



36. ábra: Az első elődeformált,  $3\ \mu\text{m}$  átmérőjű Cu mikrooszlop ex situ SEM képe

## 5.4.2 Második elődeformált Cu mikrooszlop

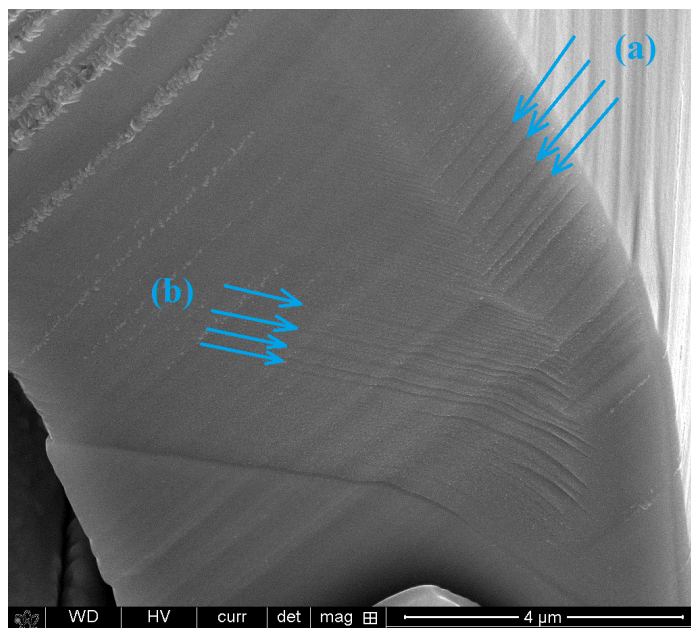
Ez a minta  $6\ \mu\text{m}$  átmérővel és  $16\ \mu\text{m}$  magassá rendelkezik, ezáltal a csekélyebb méreteffektus miatt könnyebben összehasonlítható az eddigi mérésekkel. Az indentációt  $0,009\ \mu\text{m}/\text{sec}$  sebességgel végeztem, mialatt 349 feszültségesést találtam (37. ábra). Az in situ SEM felvételen csak egyszeres csúszás figyelhető meg. Az indentációt követő vizsgálatokban a sorozatkép alkotásának terhe nélkül jobb minőségű felvételeket tudunk csinálni (38. ábra). Ezeken a képeken megfigyelhetjük a másodlagos csúszási sávokat.



37. ábra: A második elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel

A feszültségesések átlagos mérete kisebb az előző, fele akkora átmérőjű Cu oszlophoz képest. A hőkezelt mintákhoz képest magasabb, de a Zn oszlopok feszültségeséseinek az átlagos méreteit nem éri el. A feszültségesések adatsorában az 500. másodperc körüli plasztikus deformáció kezdete és a 800. másodperc között, az átlagosnál magasabb lavinák jellemzik a deformációt. Ez a növekedés a  $3\ \mu\text{m}$  átmérőjű oszlop esetén gyengén látható 300-800 másodperc időintervallumban. A  $6\ \mu\text{m}$  átmérőjű oszlop esetén, még a leterhelési szakasz kezdete előtt 1600 másodperctől a lavinák újbóli felszaporodása akár a deformáció mechanizmusának a megváltozására is utalhat.



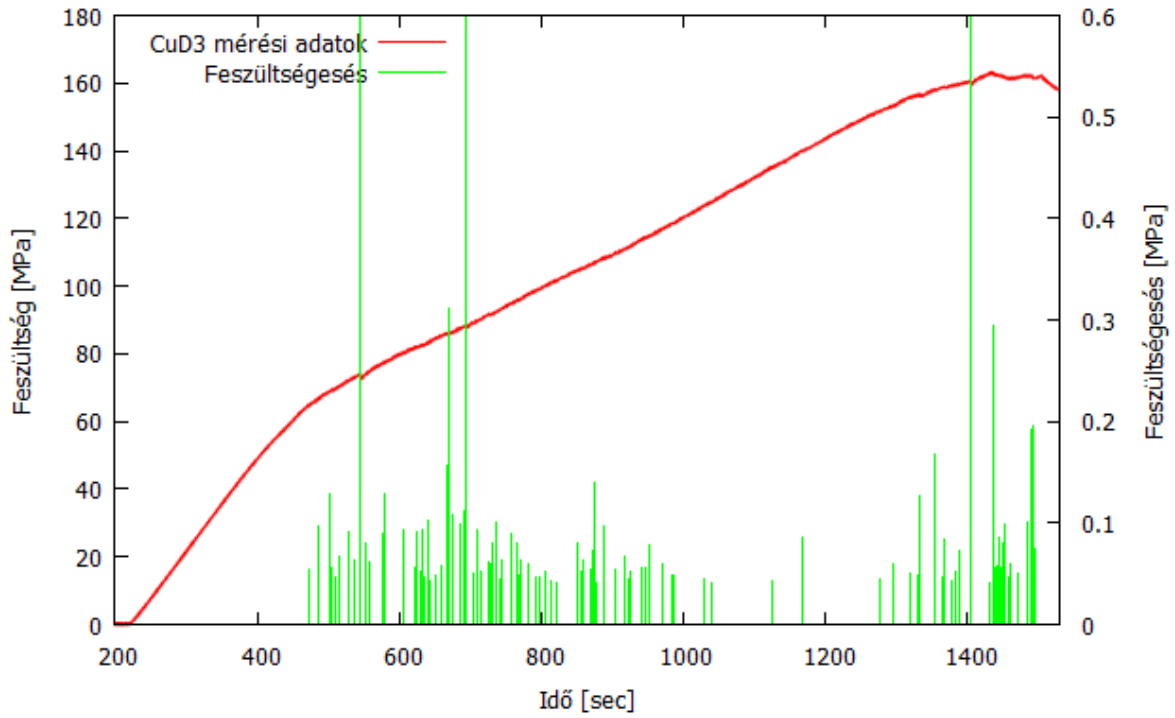


38. ábra: A második elődeformált Cu mikrooszlop *ex situ* SEM képe az oszlop tővénel. (a) az elsődleges csúszási sávok, (b) a másodlagos csúszási sávok

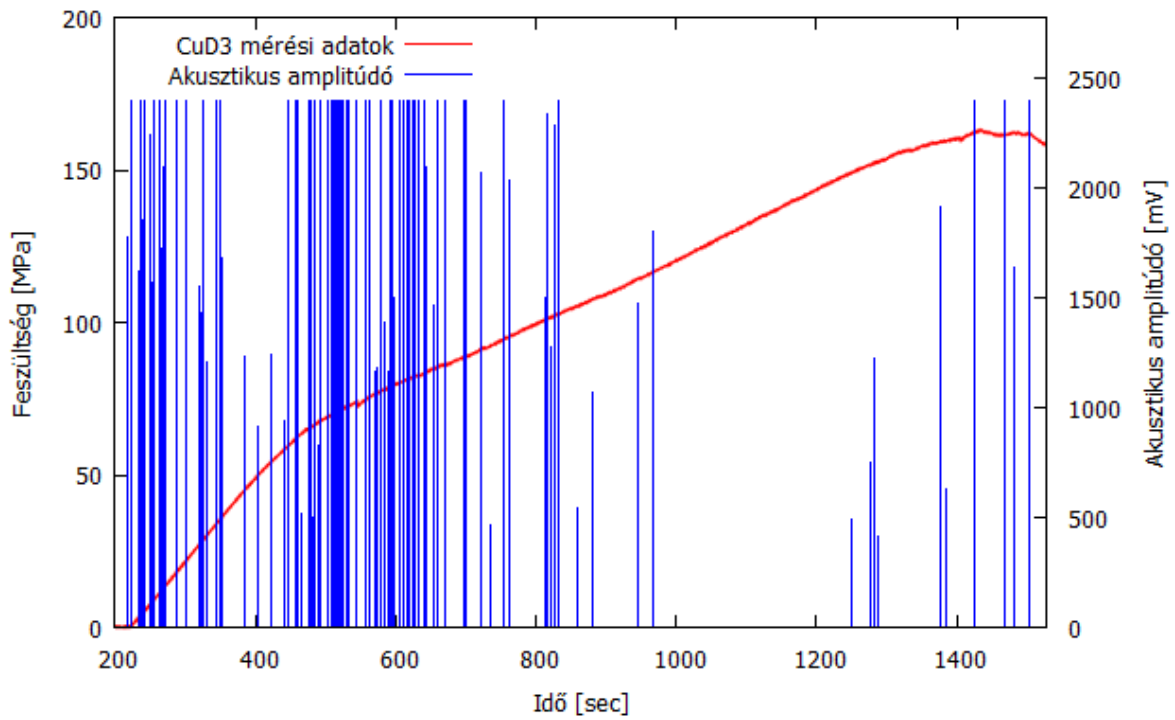
### 5.4.3 Harmadik elődeformált Cu mikrooszlop

Ennél az oszlopnál a geometria megegyezik a második oszlopéval. Az indentáció sebessége  $0,008 \mu\text{m}/\text{sec}$ , mialatt 81 akusztikus jel, és 133 feszültségesést találtam. A lavinák méretében és számában tapasztalható nem elhanyagolható csökkenést, nem pusztán a kis mértékben csökkentett sebességnek, hanem az elődeformáció során keletkezett inhomogén diszlokációsűrűségnek is tulajdoníthatjuk. A deformáció az előző mikrooszlop mintájára másodlagos csúszási sávokon is történt, hasonlóan a 38. ábrához.

A 39. ábrán látható 480-820 másodperc időtartományban a feszültségesések sűrűbbek és nagyobbak az átlagosnál. Ez a 40. ábrán megtalálható akusztikus jelekre is érvényes, habár ekkor a 480 másodperc alatti rugalmas tartományban is detektáltunk akusztikus jeleket. Az 1380. másodperctől egy újabb növekedésre lehetünk figyelmesek, melyet mindkét adatsor követ. Erről a mikrooszlopról elmondható, hogy a plasztikusan deformálódó tartomány feszültség és akusztikus adatainak kvalitatív jellemzői követik egymást.



39. ábra: A harmadik elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel



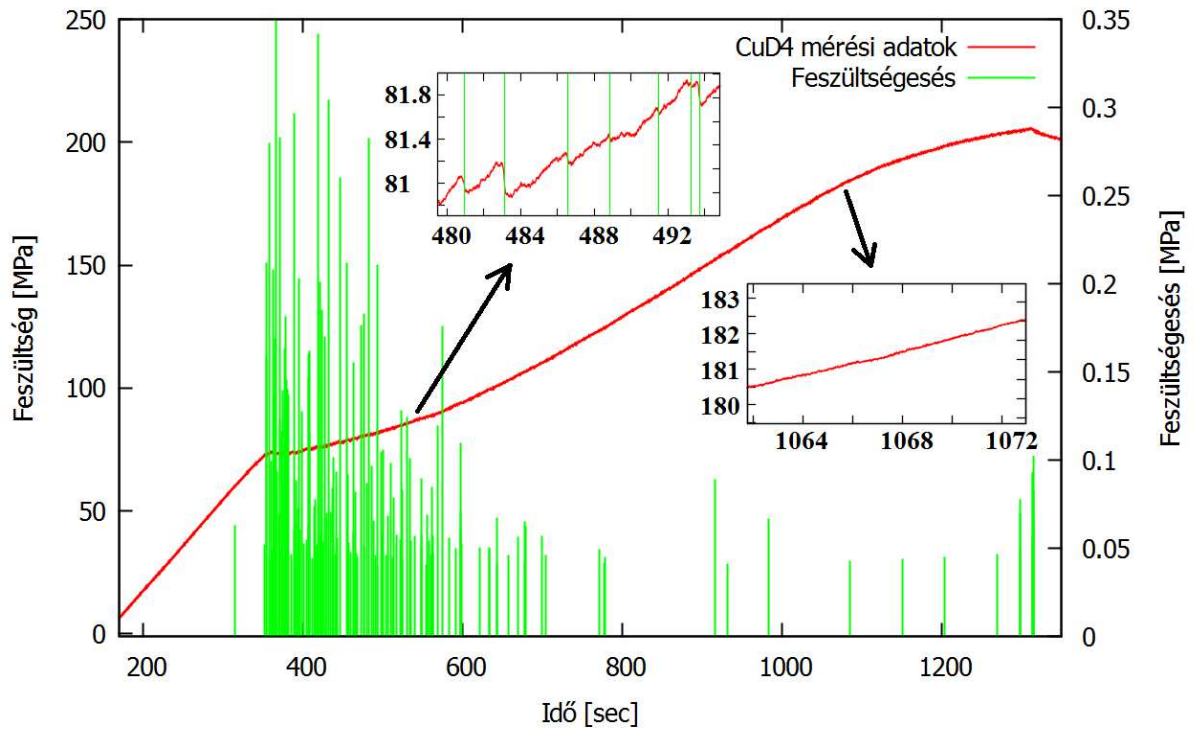
40. ábra: A harmadik elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje az akusztikus eseményekkel

#### 5.4.4 Negyedik elődeformált Cu mikrooszlop

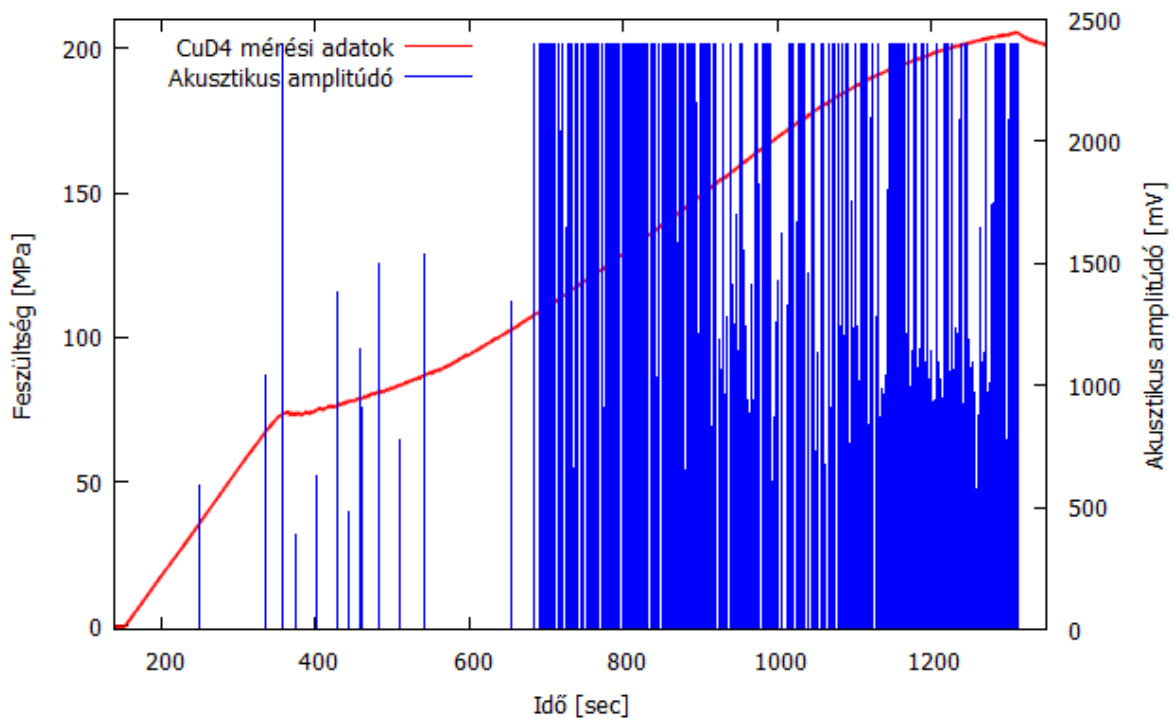
Ezt az indentációt a harmadik oszlop kísérletének feltételei mellett végeztem. A 41. ábrán a plasztikus deformáció körülbelül a 320. másodpercnél kezdődik, majd a leterhelést az 1300. másodpercnél indítottam el. A plasztikus deformáció szakaszában, az egykristályokra jellemző három szakasz jól megkülönböztethető. Az első szakasz az egyszeres csúszás szakasz, ahol a diszlokációk egy csúszási síkon mozognak. (A Zn kísérletekben, csak ez a szakasz kapott szerepet.)

A második szakasz a második csúszási sáv aktiválódásának kezdete, amit a 700. másodperc körül értünk el. Ezt a SEM felvételek is igazolják, melyeknek pillanatképei a 25. ábrán szerepelnek. A két síkon is mozgó diszlokációk egymást akadályozva keményítik az anyagot, növelve a feszültség görbe meredekségét. Az akadályozó hatás Frank-Reed forrásokhoz hoz létre, amik a körülményeknek megfelelően aktiválódva szaporítják a diszlokációkat. A források működése az akusztikus jelek extrém felszaporodásával igazolható, amit a 42. ábra mutat.

A harmadik szakasz a 880. másodperc közelében kezdődik. Ekkor a feszültségek értékei lehetővé teszik, hogy a diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatás ne aktivizálja a Frank-Reed forrásokat. A különböző csúszási síkon mozgó diszlokációk mászási, illetve keresztcsúszási mechanizmussal kikerülhetnek egymást. Ekkor a diszlokáció lavinákat jelző akusztikus jelek mennyisége enyhén visszaesik, de a jelek száma még mindig felülmúlja az első szakaszbeli értékét a nagyobb számban mozgó diszlokációk miatt.



41. ábra: A negyedik elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje a megtalált feszültségesésekkel



42. ábra: A negyedik elődeformált Cu mikrooszlop deformációs görbéje az akusztikus eseményekkel

Az egyszeres csúszás szakaszában, a csupán 13 akusztikus jelre 137 feszültségesés jutott, míg a kétszeres csúszás időtartományában a 659 akusztikus eseményhez 22 feszültségesést találtam. Ennél a kísérletnél világosan látszik, hogy az akusztikus jelek extrém változást mutatnak a deformációs mechanizmus változásaival, így azok használhatóak a deformáció jellemzésére. A feszültségesések ekkor ellentétesen viselkednek az akusztikus jelekhez képest, ami szintén jól jellemzi a deformáció mechanizmusát.

Az egyszeres csúszás szakasza ennél az indentációnál kevés ideig tartott, ezért a kevés számban detektált jelekről messzemenő következtetés nem vonható le. Az látszik, hogy ebben a szakaszban a feszültségesések jellemzőinek csökkenése jelen van, ami hasonlóságot mutat a második és harmadik oszlopon végzett kísérletekkel.

## 5.5 Statisztikai analízis

Kísérleti eredményeinket kiértékelhetőségi szempontokból nem a (6) sűrűségfüggvény megalkotásával diszkutáltam. A valószínűség-sűrűség függvényt a valószínűségi változóig integrálva megkapjuk a kumulatív eloszlást, azaz a változó adott értékénél milyen valószínűséggel kapunk kisebb értéket. Az irodalomban elterjedt jellemzés a kumulatív eloszlás tükrözöttjével történik, azaz azt a valószínűséget keressük, ami az adott értéknél nagyobb adatok valószínűségét mutatja (12).

$$\int_s^{\infty} P(s) ds = P(> s) \quad (12)$$

Ez az eloszlás diszkrét változókkal a következőképpen valósítható meg. A feszültségesések értékeit csökkenő sorrendbe rendeztem és sorszámoztam, majd a sorszámokat egyre normáltam. Ezzel az eljárással a legkisebb feszültségesés normált sorszáma egy, ami megegyezik azzal a valószínűséggel, hogy nagyobb feszültségesést találunk nála. Erre az adatsorra (13) függvényt illesztettem,

$$P(> s) = C s^{-t} g(s) \quad (13)$$

$$g(s) = \exp\left(-\left(\frac{s}{s_0}\right)^2\right) \quad (14)$$

$g(s)$  a levágási függvény, amely kis  $s$  értékek esetén egyhez tart, nagy  $s$  értékekre pedig a hatványnál gyorsabban tart nullához. Ilyen levágási függvény például (14), ami az  $s_0$  levágási

paraméternél nagyobb eseményeket elhanyagolja. A (13) eloszlásfüggvényt  $s$  szerint deriválva a valószínűség-sűrűség függvényt kapjuk (15).

$$P(s) = C s^{-(t+1)} g(s) \left( -t - 2 \frac{s^2}{s_0} \right) \quad (15)$$

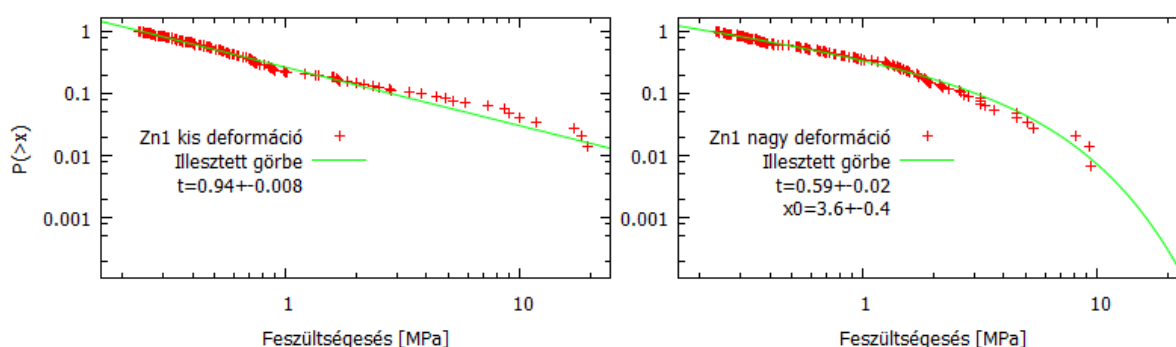
A hatványeloszlás tulajdonságairól tudjuk, hogy az adatok meghatározó része  $s \ll s_0$  tartományba esik. Ezért a (15) függvény második tagját, az 1 nagyságrendű első taghoz képest elhanyagolhatjuk, ekkor kapjuk (16) valószínűség-sűrűség függvényt.

$$P(s) = \tilde{C} s^{-(t+1)} g(s) \quad (16)$$

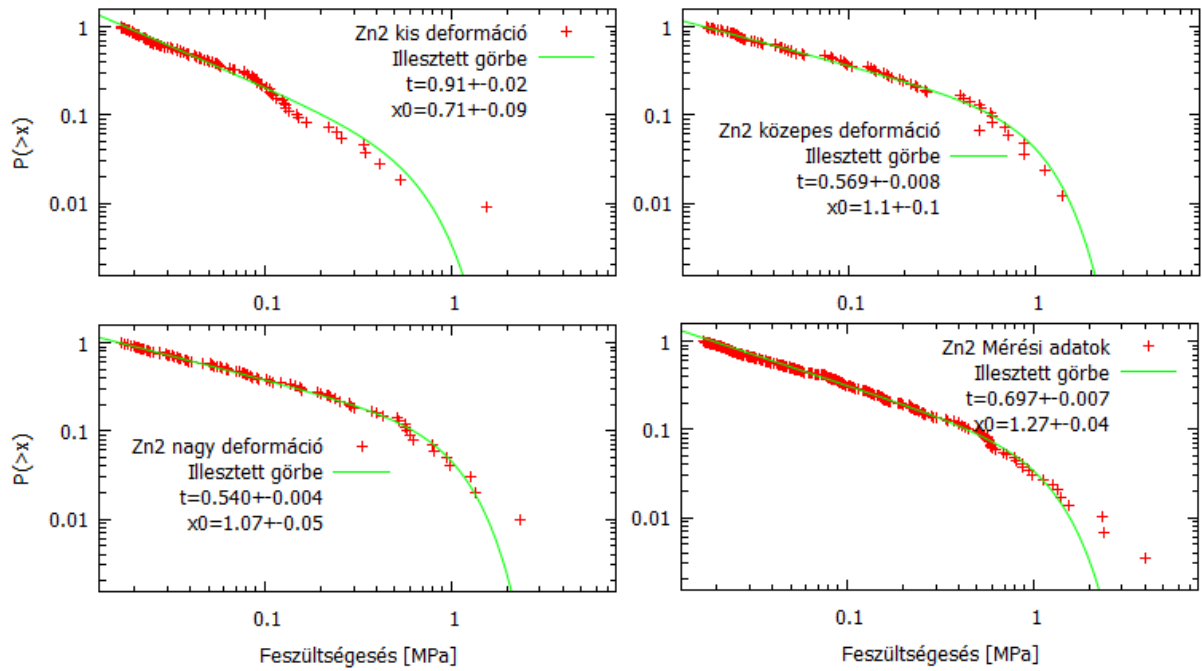
Innen látszik, hogy a fenti módon előkészített adatokra illesztett (13) tükrözött kumulatív eloszlás függvényének  $t$  hatványkitevője, a (6) egyenletben bevezetett exponenssel  $\tau = t + 1$  módon jellemzi az eloszlást.

### 5.5.1 Zn mikrooszlopok

Megfelelő mennyiségű adat esetén vizsgáltam az eloszlások hatványkitevőinek deformációtól való függését. Az eloszlás jellemző paramétereit az 5.5 fejezet ábrái, jelmagyarázat formájában tartalmazzák. Ahol a levágási paraméter  $x_0$  adata nem szerepel, ott a kevés adat okán nem tudtam illeszteni. Ekkor az illesztést leolvasással helyettesíttem. A jelmagyarázatokban továbbá szerepelnek hibaadatok, amik az illesztésből adódó hibák. Ezek a hibák azt jellemzik, hogy az illető adatsor mennyire követi a skálafüggetlen eloszlást, nem a deformációs mechanizmus hatványkitevőjének a hibáját jellemzik.

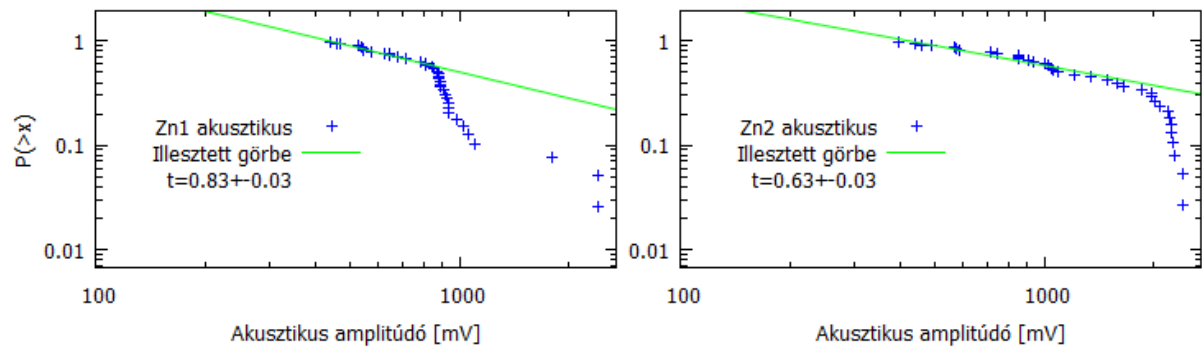


43. ábra: Az első Zn mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 145 feszültségés a 0-320 s és 0-10,5 % deformáción, jobbra: 146 feszültségés a 320-510 s és 10,5-16,8 % deformáción

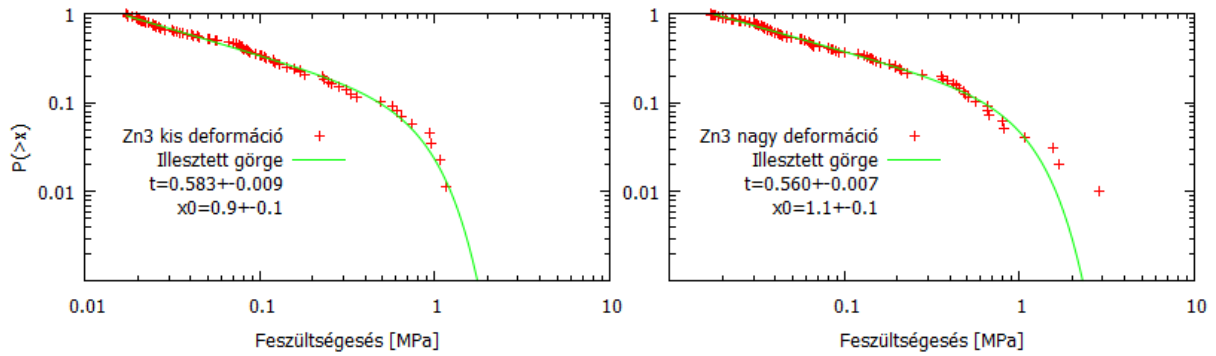


44. ábra: A második Zn mikrooszlop kumulatív eloszlása. Kis deformáció: 109 feszültségesés 0-282 s és 0-5,3 % deformáción. Közepes deformáció: 84 feszültségesés 282-408 s és 5,3-13,75 % deformáción. Nagy deformáció: 101 feszültségesés 13,75-20,7 % deformáción. Jobb alsó ábrán a teljes adatsor eloszlása

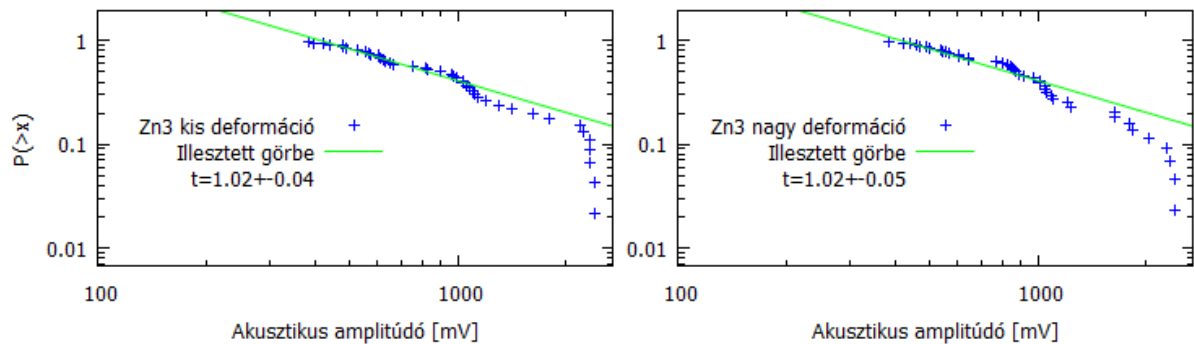
Az akusztikus emisszió eloszlásainak elvégzésekor, nem az összes adatot használtam fel. A túlsorduló 2400 mV-os adatok közül csak kettőt hagytam meg.



45. ábra: Zn első és második mikrooszlop akusztikus emissziójának kumulatív eloszlása. Balra: 39 akusztikus jel, jobbra 38 akusztikus jel alapján



46. ábra: A harmadik Zn mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 87 feszültségésés a 0-258 s és 0-5,1 % deformáció, jobbra: 97 feszültségésés a 258-561 s és 5,1-13 % deformáció



47. ábra: A harmadik Zn mikrooszlop akusztikus emissziójának kumulatív eloszlása. Balra: 46 akusztikus jel, jobbra 44 akusztikus jel alapján

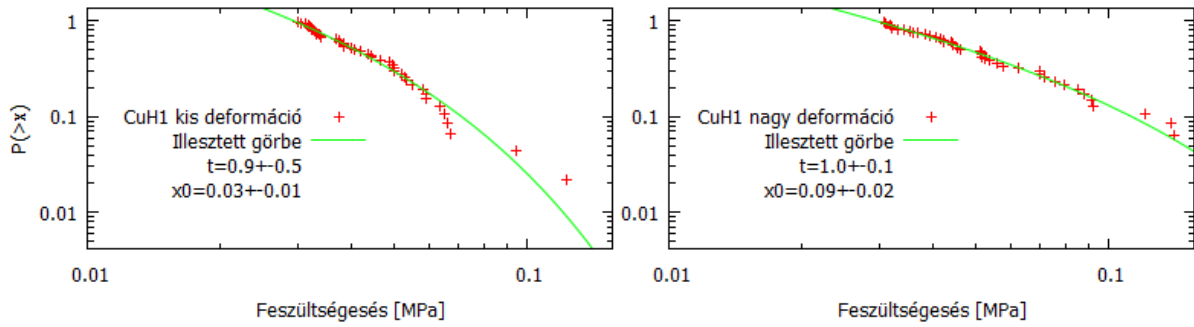
A Zn mintákat minden esetben a deformáció növekedésével, csökkenő hatványkitevő jellemzi, több esetben határozott a csökkenés. A 44. ábán látható a levágási paraméter deformációfüggése. Növekvő deformáció esetén enyhén növekedik, ami a 29. ábrát globálisan vizsgálva a vártnak megfelelően alakul, mert a deformáció növekedésével egyre gyakrabban láthatunk magasabb feszültségéséseket. Ezt magyarázhatja a nagy feszültségeken működő diszlokáció források által megnövekedett diszlokációmennyiség.

Az akusztikus jelek hatványkitevője, a becsülhető hibáján belül megegyezik a feszültségésések hatványkitevőjével, ezért a kettő közötti kapcsolat feltételezése megalapozott. Az akusztikus jelek skálafüggetlen eloszlástól való enyhe eltérését a kevés adatnak tulajdoníthatjuk.

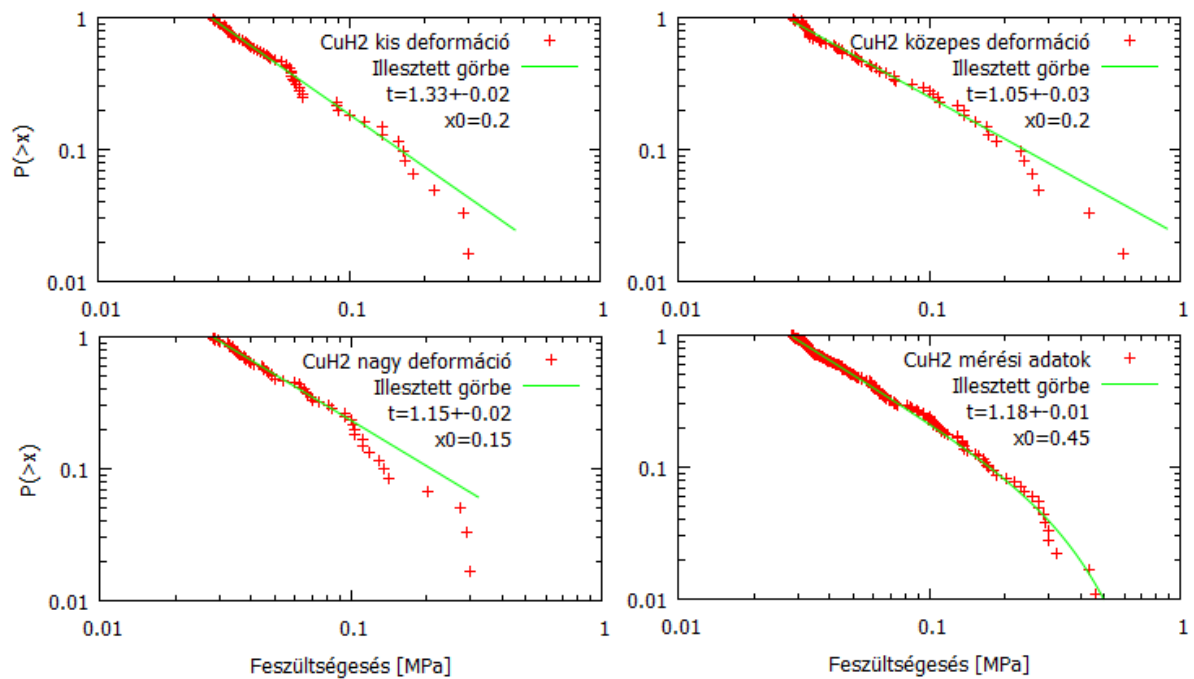
## 5.5.2 Hőkezelt Cu mikrooszlopok

Ezeknél a mintáknál a vizsgált eloszlás szignifikánsan nem függ a deformációtól. Ennek oka akár a hőkezelés hatására lecsökkent diszlokációmennyiség, vagy a szintén ez okból detektált kevés adat, ami az illesztés pontatlanságát vonta maga után.



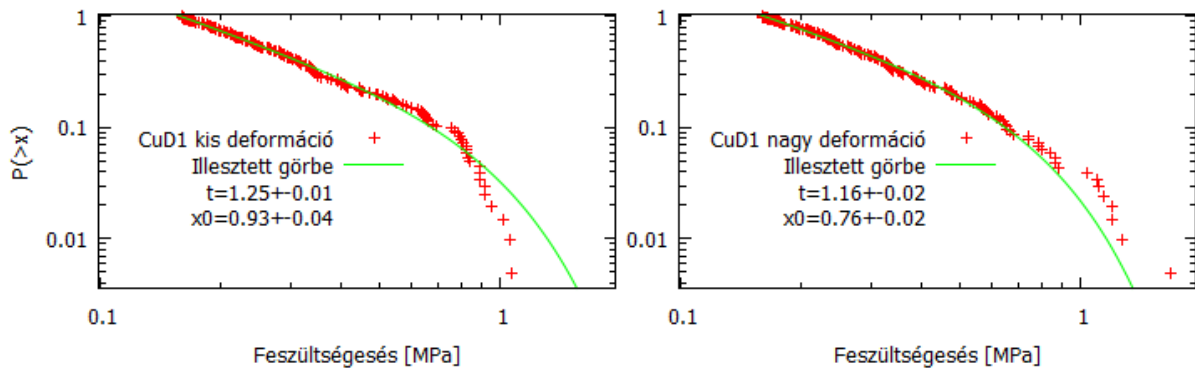


48. ábra: Az első hőkezelt Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 46 feszültségés a 0-518 s és 0-3,2 % deformáción, jobbra: 47 feszültségés a 518-573 s és 3,2-5 % deformáción



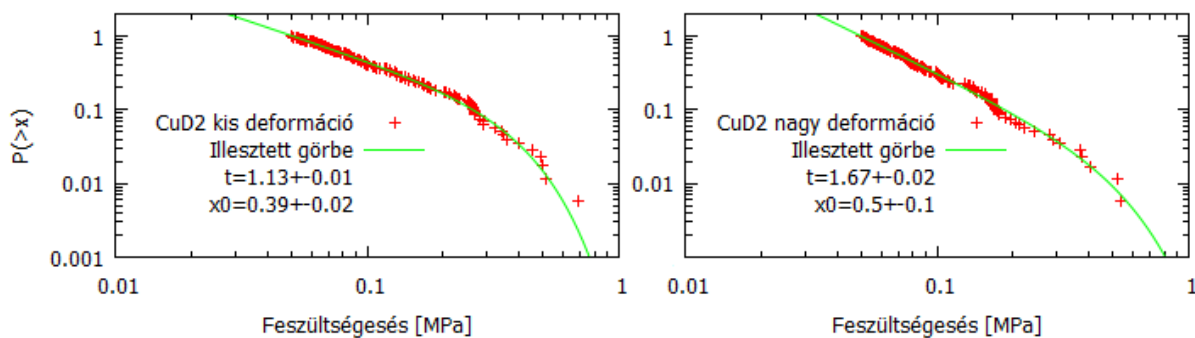
49. ábra: A második hőkezelt Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Kis deformáció: 61 feszültségés 0-450 s és 0-3,9 % deformáción. Közepes deformáció: 61 feszültségés 450-550 s és 3,9-7,8 % deformáción. Nagy deformáció: 60 feszültségés 7,8-10,5 % deformáción. Jobb alsó ábrán a teljes adatsor eloszlása

### 5.5.3 Elődeformált Cu mikrooszlopok



50. ábra: Az első elődeformált Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 204 feszültségésés a 175-620 s és 0-15,6 % deformáción, jobbra: 205 feszültségésés a 620-1040 s és 15,6-34,8 % deformáción

Az első oszlop esetén a Zn oszlopokhoz hasonlóan nagyobb deformáció hatására csökken az eloszlás hatványkitevője. A levágási paraméter illesztett adata nem követi a Zn mintánál megfigyelt növekedést. Viszont ennek a paraméternek az illesztésére jóval kevesebb adat van nagy hatással. A hatványeloszlás egyik tulajdonsága a kevés kiugróan magas adat. Pont ezek a pontok határozzák meg a levágási paramétert. Ebből kifolyóan nem az illesztésben bízva, a levágási paraméter akár növekedhet is a deformációval. Az 50. ábráról leolvassa 1 MPa-nál nagyobb feszültségésések száma nagy deformáció esetén 8, míg a kis deformációhoz tartozó bal oldali részében csak 3.

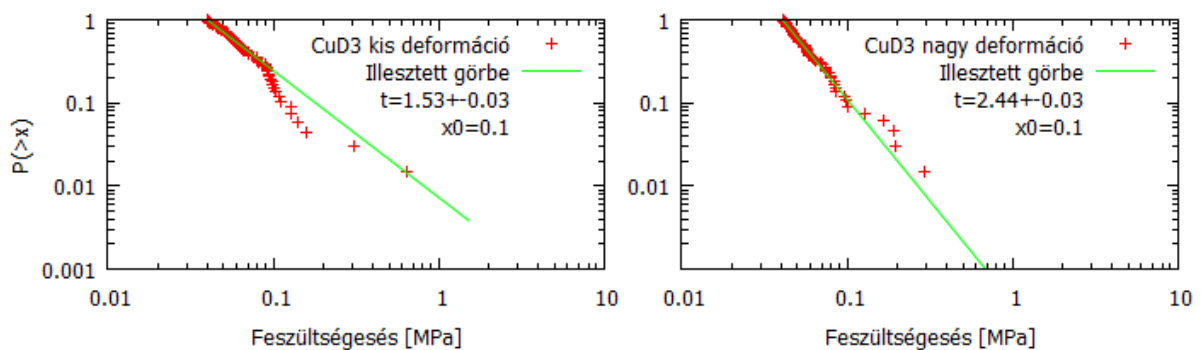


51. ábra: A második elődeformált Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 174 feszültségésés a 170-937 s és 0-16,4 % deformáción, jobbra: 175 feszültségésés a 937-1670 s és 16,4-44,2 % deformáción

A második oszlopnál a levágási paraméter a deformációval a megszokott módon növekedik. A hatványkitevő az eddigiekkel ellentétben, nagyobb deformáción határozottan megnőtt. Ennél a mintasorozatnál az első és a második oszlop között méretbeli különbség van, ami tükröződik a levágási paraméter alakulásában. Ez a különbség önmagában azonban nem

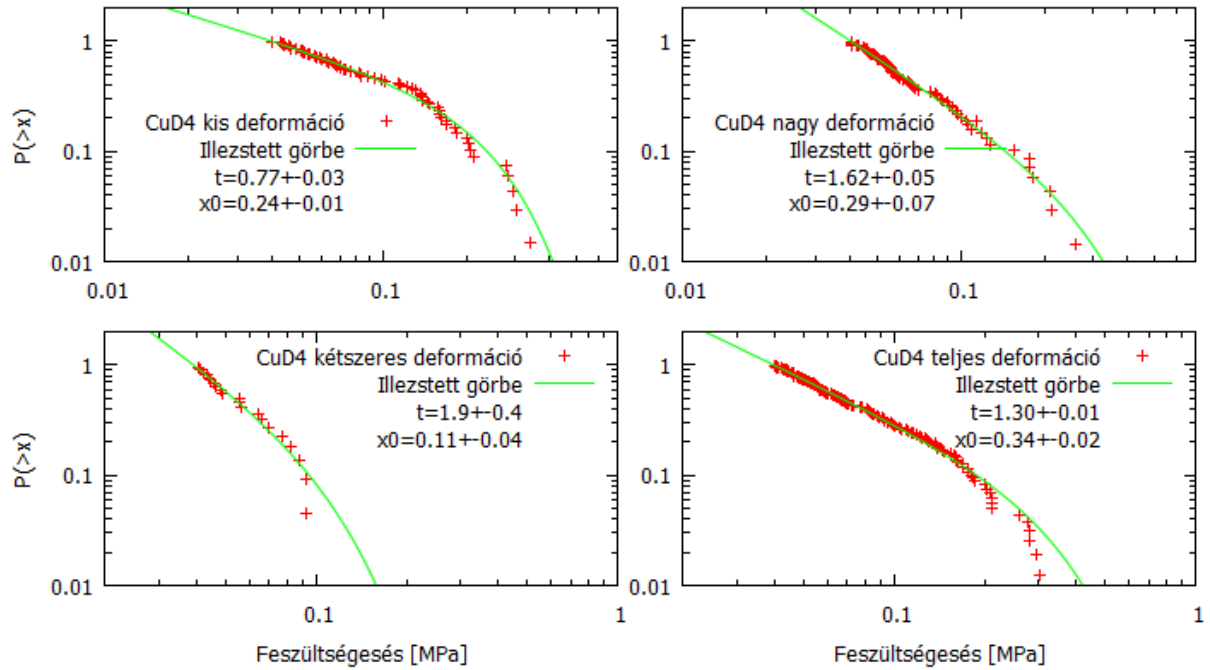
magyarázza a hatványkitevő szokatlan alakulását. Egyéb különbség, hogy a második oszlop esetében a végső deformáció 10 %-al magasabb, ami egyéb deformációs mechanizmusokat is aktiválhatott. Ez a lehetőség fennáll, azonban a SEM felvétel nem igazolja.

A nagyszámban talált feszültségesések pontosabban követik a hatványeloszlást. Ez jól megfigyelhető az 5.5 fejezet ábráin. Az 51. ábrán nagyszámú adatból alkotott eloszlások láthatóak. A bal oldalon szépen követik a hatványeloszlást, míg a jobb oldalon a magas adatszám ellenére rosszabbul követik - de követik - a skálafüggetlen eloszlást. Ez a viselkedés összefüggésben lehet a hatványkitevő viselkedésével, és rajta keresztül a deformációs mechanizmussal.



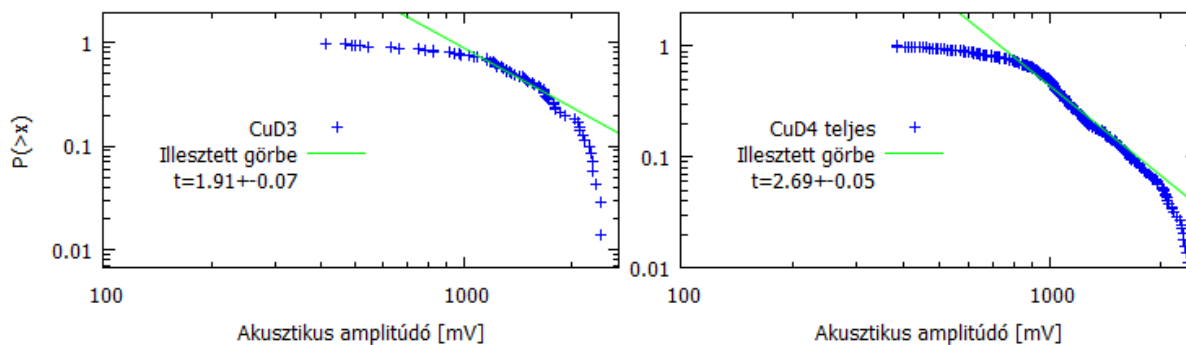
52. ábra: A harmadik elődeformált Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Balra: 67 feszültségesés a 473-917 s és 0-17,8 % deformáción, jobbra: 66 feszültségesés a 917-1500 s és 17,8-42,1 % deformáción

A harmadik mikrooszlop már kis deformációk esetén is magas hatványkitevővel rendelkezett, ami a nagyobb deformációnál extrém magasra fejlődött (52. ábra). Ennek az oszlopnak a végső deformációja hasonló a második oszlopéhoz, ezért az egyszeres csúszás mellett, egyéb deformációs mechanizmusra is gyanakodhatunk. A gyanút az ex situ vizsgálatok igazolták. Ennél a kísérletnél a feszültségesések, és az akusztikus jelek gyakoriságában ugyanolyan határozott csökkenés történt (39-40. ábra), ami már magyarázhatja az eloszlás hatványkitevőjének szokatlan viselkedését.

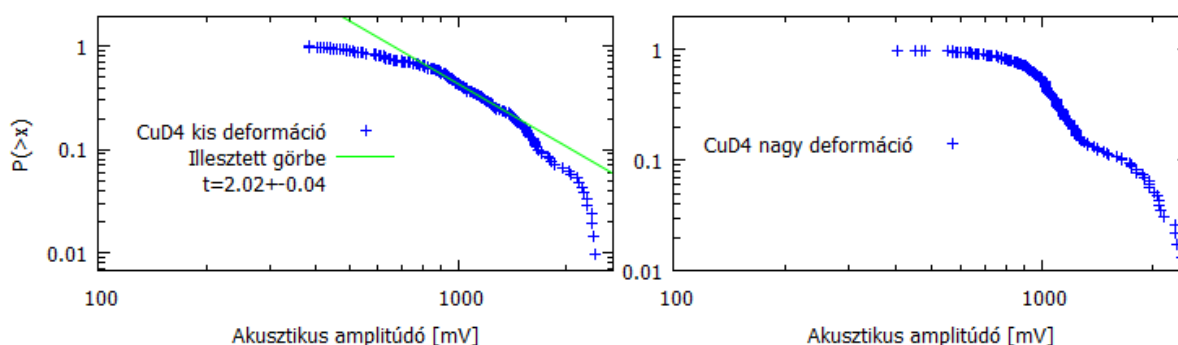


53. ábra: A negyedik elődeformált Cu mikrooszlop kumulatív eloszlása. Kis deformáció: 68 feszültségésés 315-441 s és 0-6,2 % deformáción. Közepes deformáció: 69 feszültségésés 441-679 s és 6,2-18,9 % deformáción. Kétszeres deformáció: 22 feszültségésés 18,9-48,4 % deformáción. Jobb alsó ábrán a teljes adatsor eloszlása

A negyedik mikrooszlop indentációjáról készült SEM felvétel igazolja a deformációs mechanizmus kísérlet közbeni változását. A deformáció növekedésével a második csúszási sík is aktiválódik, ahogy a 25. ábrán szerepel. Az 53. ábrán láthatjuk, hogy a vizsgált deformációs intervallumok alatt az eloszlás hatványkitevője folyamatosan növekszik, ellentétben az egyszeres csúszással deformálódó Zn minta esetével. Az 53. ábra kétszeres deformáció (bal alsó) részábrája egyértelműen mutatja, hogy az eloszlás hatványkitevője a megváltozott deformációs mechanizmus miatt növekedik. Cu mikrooszlop esetén az aktív másodlagos csúszási sávok tartományában jelen lévő kevés feszültségésés deformációs sajátossága. Ezek a lavinák, mennyiségük ellenére igen pontosan követik a hatványeloszlást (53. ábra bal alsó része), ezért a hatványkitevő igen magas értékét nem tekintem mérési hibának.



54. ábra: A harmadik és negyedik elődeformált Cu mikrooszlop akusztikus emissziójának kumulatív eloszlása. Balra 71, jobbra 676 akusztikus jel alapján

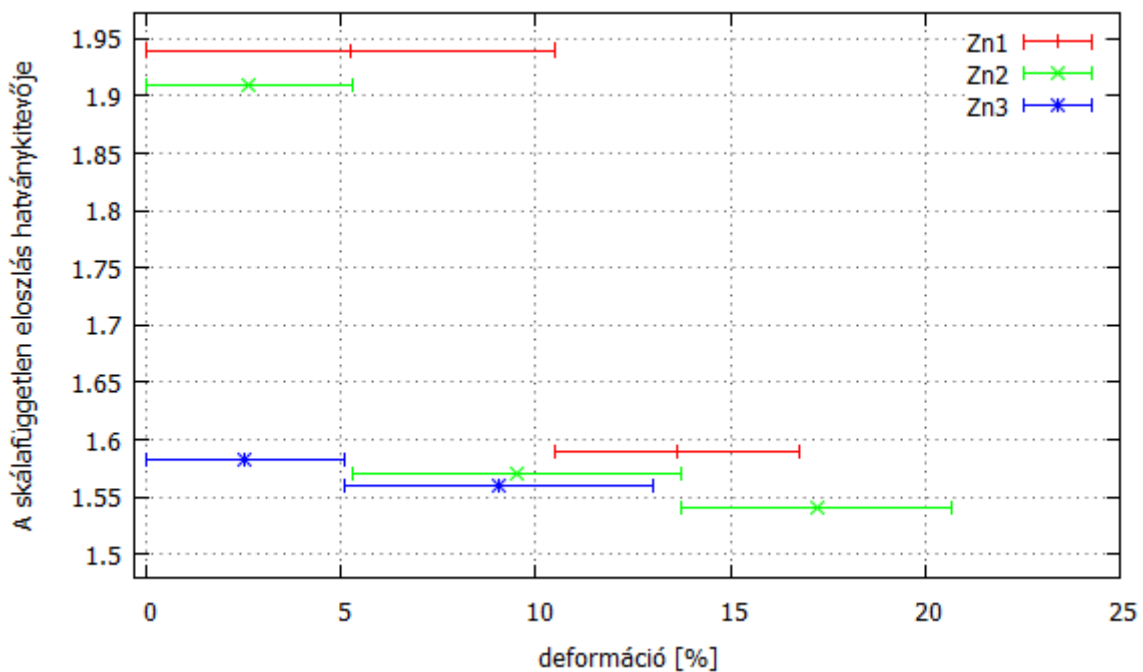


55. ábra: A negyedik elődeformált Cu mikrooszlop akusztikus emissziójának kumulatív eloszlása. Balra: 231, jobbra 448 akusztikus jel alapján

A kísérlet során vizsgált akusztikus események különös viselkedést mutatnak. Az eddigi adatokból kiderült, hogy az akusztikus események globálisan érzékenyebbek a deformációs mechanizmus változására (42. ábra), ám eloszlásuk nem mutat határozott függést a deformációtól. A feszültségesések eloszlásához képest, ezeket alsó levágás is jellemzi (54. ábra), amit a kis jelek pontatlan mérése is magyarázhat. Ennél szokatlanabb, hogy a negyedik oszlop akusztikus eloszlása – a harmadik oszlop eloszlásával együtt – jól követi a hatványeloszlást, viszont adott deformációs intervallumokat vizsgálva már nem beszélhetünk hatványeloszlásról. Az 55. ábrán azok az akusztikus jelek láthatóak, amik a másodlagos sávok megjelenésétől keletkeztek. Ez a jelek 98 %-át jelenti. Ezeknek a jeleknek a kisebbik deformációhoz tartozó fele hatványeloszlású, míg a nagy deformáció esetén nem. A megszokott eloszlástól való eltérést nem vehetjük eseti mérési hibának, mivel az ilyenfajta eltérés, sokkal kisebb mértékben, de megfigyelhető a többi akusztikus adatsor esetén is.

## 5.5.4 Összegzés

Az alábbi fejezetben összefoglalom a statisztikai analízis eredményeit. A feszültségesések eloszlása minden esetben követi az irodalom által is megjósolt hatványeloszlást. A Zn kísérletekben három mikrooszlopból kettő esetén határozott csökkenést tapasztaltunk a hatványkitevőben a deformáció növekedésével. Egy oszlopnál ez a csökkenés nem annyira számottevő, de mivel van, ezt a csökkenést törvényszerűnek tekinthetjük az adott kísérleti elrendezésben. Ezekben a kísérletekben nincs okunk az egyszeres csúszástól eltérő deformációs mechanizmust feltételezni.

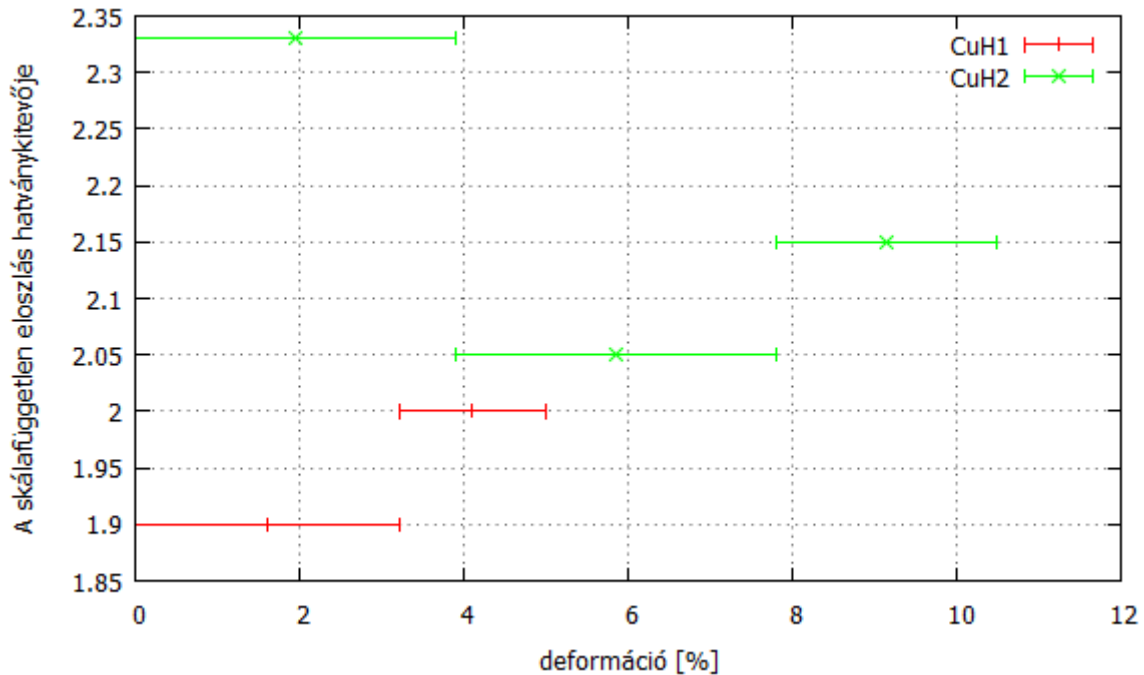


56. ábra: A Zn minták hatványkitevőinek a deformációfüggése

A hőkezelt minták esetén csak kis deformációkat volt lehetőségem vizsgálni, ami az események számának csökkenését vonta maga után. Ez a pontosságon is kimutatható. Az 57. ábrán a CuH2 nevű oszlop kis deformációkra magas hatványkitevőt mutatott. Ez szokatlan az eddigiekhez képest, viszont a 49. ábrán feltüntettem azt az eloszlást, amit a teljes indentáció során kapott lavinák produkáltak. Ennek az eloszlásnak a hatványkitevője a deformáció-intervallumoknál vizsgált hatványkitevők közé esik. Ez nem lenne igaz, ha a kis deformáció esetén mért hatványkitevő nem lenne magas, így ezt nem veszem mérési hibának.

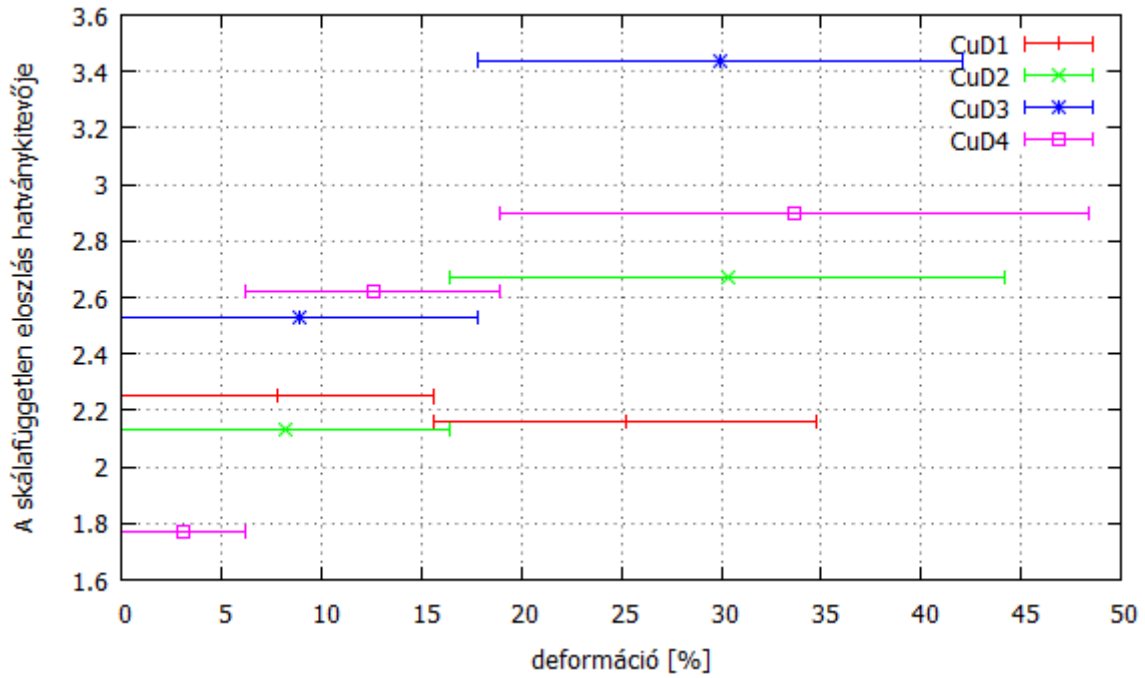
Tegyük fel, hogy a hatványkitevő adott deformációs mechanizmus mellett a deformáció növekedésével csökken. Ezt a Zn minták mindegyike igazolja. Továbbá feltételezzük, hogy a másodlagos csúszás megjelenésével a hatványkitevő, nagyobb deformációk mellett növekszik. Ha ezt elfogadjuk, akkor magyarázhatjuk az 57. ábrán

szereplő adatokat. Az általam fel nem használt hőkezelt Cu mikrooszlop indentációjakor is tapasztaltunk SEM felvételen azonosítható másodlagos csúszási sávokat. Innen, az 57. ábrát magyarázhatja a diszlokációsűrűség inhomogenitása, miszerint a CuH1 esetén volt másodlagos csúszás a deformáció kezdetén, illetve 3 % deformáció alatt, viszont a CuH2 mintánál a másodlagos csúszás 7 % deformáció felett kezdődött.



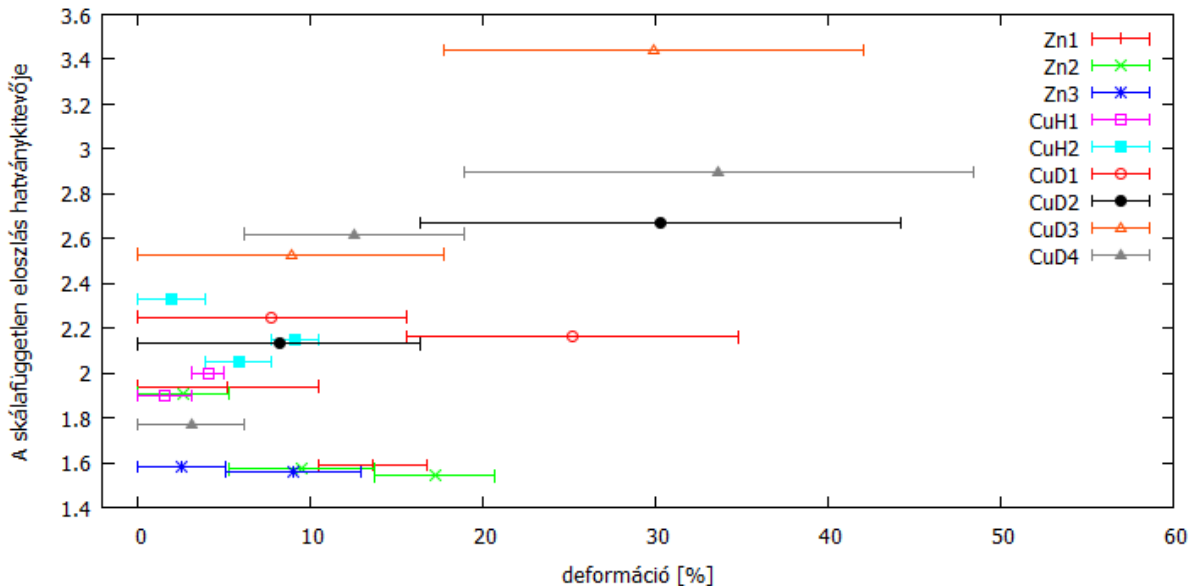
57. ábra: A hőkezelt Cu minták hatványkitevőinek a deformációfüggése

Az 58. ábrán az elődeformált Cu mikrooszlopok eredményei láthatóak. A négy indentációból három esetén egyértelműen növekedik a hatványkitevő, amit a másodlagos csúszás megjelenése indokol. A CuD1 nevű oszlop viselkedése eltérő. Ennél a mikrooszlopnál a feszültségesések száma magas, így az illesztési hiba nem magyarázza a jelenséget. Egyéb különbség az elődeformált mintán lévő oszlopokkal szemben a mérete, ami kevesebb kezdeti diszlokációt jelent. Ez összhangban van a hőkezelt mintánál tapasztaltakkal, mivel abban az esetben is megfigyeltük a hatványkitevő csökkenését. Ez a jelenség már megengedi a következtetést, miszerint a kevesebb kezdeti diszlokáció esetén kisebb valószínűséggel tapasztalunk másodlagos csúszást. Ez a következtetés a fizikai érzetünknek sem mond ellent.



58. ábra: Az elődeformált Cu minták hatványkitevőinek az eloszlásfüggése

A kísérleteink egy összefoglaló ábrázolását láthatjuk az 59. ábrán. Itt megfigyelhetjük, hogy 20 % deformációig az összes kísérletet figyelembe véve a hatványkitevő  $\tau = 2 \pm 0.5$ , míg 20-50 % deformációnál  $\tau = 2,8 \pm 0,7$ . Ezáltal a diszlokációlavinák hatványkitevőjének deformációtól való függését igazoltnak tekintem.



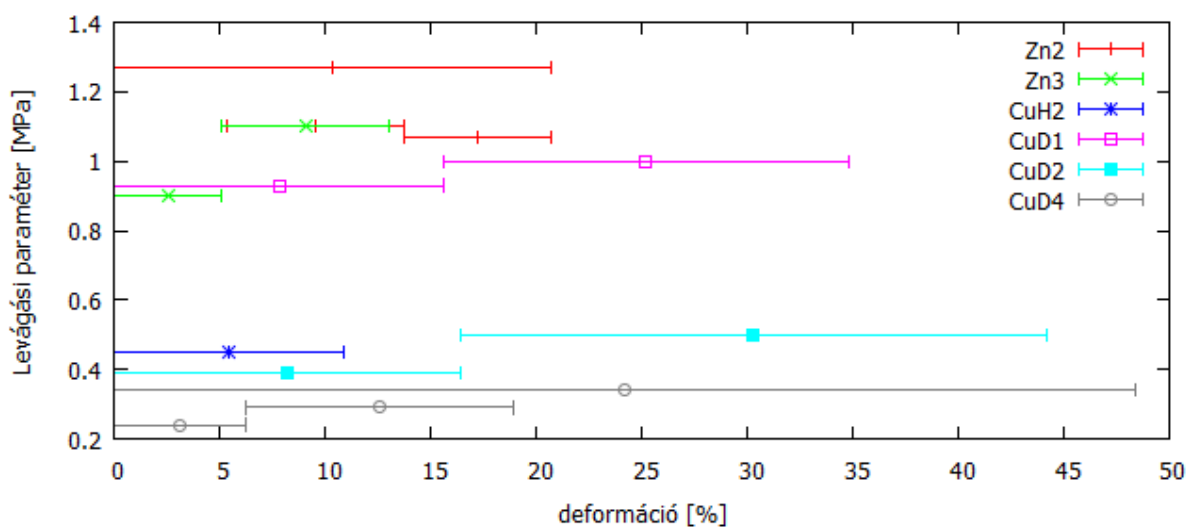
59. ábra: Összefoglaló ábra a számolt hatványkitevők deformációfüggéséről

A kiértékelhető levágási paraméterek deformációfüggése látható a 60. ábrán. Az eredmények közül csak egy (Zn2) esetben láthatunk nagyobb deformáción kisebb levágási



paramétert, a többi esetben csekély növekedést tapasztalhatunk. Ezek az értékingadozások a becsülhető hibán belülrre esnek, ezért a levágási paraméter deformációtól való függésről határozott következtetést nem vonhatunk le.

A 60. ábra adatai alapján a levágási paraméter anyag, illetve méretfüggéséről kaphatunk információt. A levágási paraméter látszólag független a minta diszlokációsűrűségétől, mivel a hőkezelt (CuH2) és elődeformált (CuD2, CuD4) minták esetén is hasonló értéket kaptunk. Határozott függés tapasztalható a mikrooszlop méretétől, mivel a CuD1 3  $\mu\text{m}$  átmérőjű oszlop paramétere jóval magasabb, mint a nagyobb, elődeformált minták levágási paramétere. A levágási paraméter szerkezetfüggése is megfigyelhető, mivel az a Zn minták esetén határozottan magasabb értékű.



60. ábra: A levágási paraméter deformációfüggése

## 6. Összefoglalás

Dolgozatomban olyan kísérleti elrendezést valósítottunk meg, melyben az akusztikus jelek paramétereit, és az azokat kibocsájtó események tulajdonságait szimultán vizsgálhattuk. Az elrendezés lehetőséget teremtett a gyakorlatban megszokott módon makroszkopikus skálájú kísérletek által kapott akusztikus események tulajdonságainak, és a mikrooszlop kísérletek akusztikus jeleket adó eseményei közti feltételezett összefüggések vizsgálatára.

Kísérleteinkben bazális síkra orientált Zn egykristályba mikrooszlopokat faragtunk FIB megmunkálással, valamint rendelkezésünkre álltak hőkezelt és elődeformált Cu egykristály mikrooszlopok is. Az így előkészített mintákat akusztikus emisszió mérésére alkalmas piezoelektromos detektorra helyeztük. A detektort, egy in situ nanoindentációra

alkalmas gyémánttüvel együtt, a SEM vákuumterébe helyeztük. Ekkor képesek voltunk SEM felvétel készítése közben a mikrooszlopokon terheléses kísérleteket végrehajtani, közben mérni az akusztikus jeleket, és azokat a feszültség-deformációs görbéhez illeszteni.

Az indentációról készült felvételeken [38], és ex situ vizsgálatokon bebizonyosodott, hogy a Zn plasztikus deformációja a vártak megfelelően a bazális síkon mozgó diszlokációk idézik elő. A Cu oszlopok esetén az eredmények mindegyike a többszörös csúszással történő deformációt támasztotta alá. A sikeres kísérleti összeállítás miatt az eredményeket a deformációs mechanizmushoz tudtuk illeszteni, így új módot találtunk a deformáció jellemzésére.

A mikroméretű oszlopok terhelésekor felvett akusztikus jelek egyértelműen az oszlop deformációjához társíthatóak. A Zn kísérletekben az akusztikus jelek a mechanikai feszültség maximumát követően sűrűsödik összhangban a feszültségesésekkel. Utóbbinak a méretei is határozottan magasabbak a maximumot követő tartományban. Ezt a sűrűsödést az akusztikus jelek extrém csökkenése követi, ellentétben a feszültségesésekkel.

A Cu mikrooszlopokon végzett kísérletek során, minden esetben találtunk többszörös csúszásra bizonyítékot SEM képek alapján. A másodlagos csúszási sáv megjelenésének határozottsága egyértelmű összhangban van a diszlokációmennyiséggel. Kevesebb diszlokáció hatására határozottabb másodlagos sávok jelennek meg (36. ábra), míg több diszlokáció jelenléte sűrűbb, kisebb sávokat eredményez (38. ábra). Az elődeformált minták vizsgálatából továbbá kiderült, hogy az akusztikus jelek és a feszültségesések a plasztikus deformáció tartományában ugyanolyan kvalitatív tulajdonságokkal rendelkeznek. Az egyik esetben az in situ SEM felvételen is megfigyelhető, határozott másodlagos sávok megjelenését tapasztaltuk. Ezeknek a megjelenése extrém hatással volt az akusztikus jelekre, ezért megállapíthatjuk, hogy a deformációs mechanizmus változása pusztán akusztikus mérésekkel is megfigyelhető.

Az akusztikus jelek, és a feszültségesések kvantitatív megfeleltetéséhez bizonyítékot keresve vizsgáltam az adatsorok eloszlását. A Zn minták eloszlásának vizsgálata során kiderítettük, hogy csak egyszeres csúszás jelenlétében a hatványkitevő csökken a deformáció növekedésével. A Cu mikrooszlop kísérletekből a többszörös csúszással történő deformáció hatását vizsgáltuk. Kiderült, hogy ilyen deformációs mechanizmus során a deformáció növekedésével a hatványkitevő nagymértékű növekedése figyelhető meg. Az anyagokat jellemző hatványkitevők az 1. táblázatban szerepelnek.

| Zn         | hőkezelt Cu | elődeformált Cu |
|------------|-------------|-----------------|
| 1,75 ± 0,2 | 2,12 ± 0,2  | 2,6 ± 0,8       |

1. táblázat: A minták feszültségeséseinek  $\tau$  hatványkitevőjük

Vizsgálataim kitértek a levágási paraméter viselkedésére is. Erről a paraméterről kiderült, hogy a hatványkitevővel szemben, igazolható deformációfüggést nem mutat. A várakozásnak megfelelően a hasonló előéletű minták közül, kisebb méretű oszlop esetén a levágási paraméter magasabb. Továbbá a levágási paraméter anyagfüggése igazoltnak tekinthető a 60. ábra alapján. A levágási paraméterek értékét a 2. táblázatba gyűjtöttem össze.

| Zn        | Cu 3 $\mu\text{m}$ | Cu 6 $\mu\text{m}$ |
|-----------|--------------------|--------------------|
| 1,1 ± 0,2 | 1,0 ± 0,2          | 0,35 ± 0,15        |

2. táblázat: A minták levágási paramétere [MPa]

A Zn kísérletekből kiderült, hogy az akusztikus amplitúdók hatványkitevője megegyezik a feszültségesésekével, ezzel is egyértelműsítve a közöttük lévő kapcsolatot  $\tau_{AE}^{Zn} = 1,83 \pm 0,2$ . Az összes kísérlet során, a jelek eloszlásának deformációfüggése nem mutatott egyértelmű viselkedést, viszont a változó deformáció mechanizmus az akusztikus események eloszlására is hatással van. A hatás létezése egyértelmű, viszont annak jellege kérdéses (55. ábra).

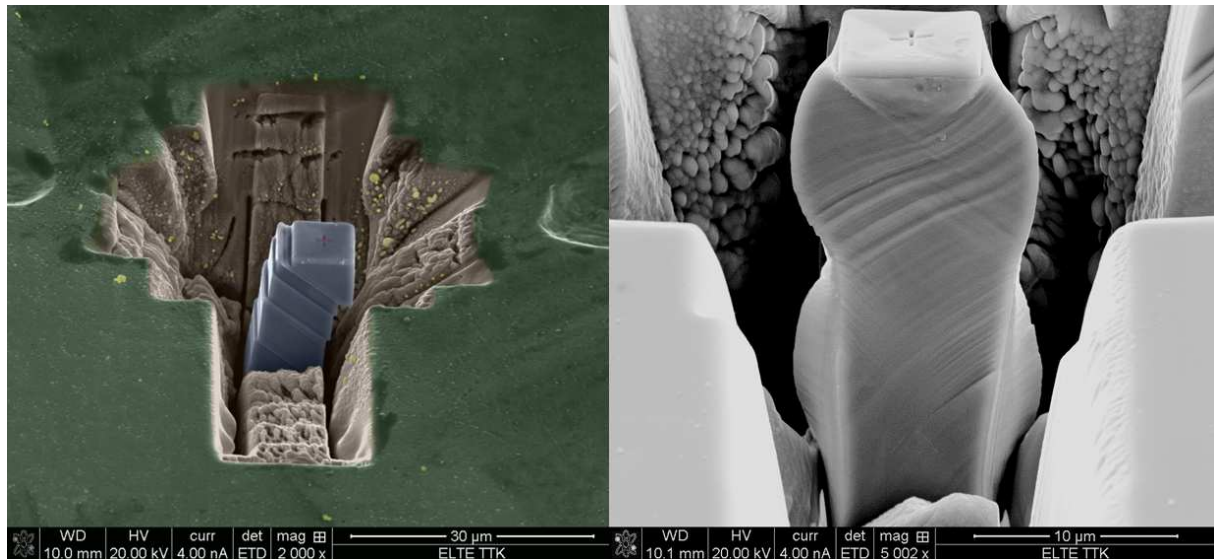
## 7. Továbblépési lehetőségek

Dolgozatomban az akusztikus jelek és a diszlokációk lavinaszerű mozgására utaló feszültségesések közti összefüggéseket vizsgáltam. Az összefüggéseket a dolgozat alapján megfelelő mértékben bizonyítottak véljük, ezért a közöttük lévő kapcsolatok pontosabb feltárása indokolt. Ennek a kapcsolatnak a szabatosabb feltárása, a mikromechanikai deformációk pontosabb megérését segítheti elő. Ezzel a tudással a használati anyagok tervezési eljárását tehetjük kifinomultabbá.

Habár az akusztikus események és a deformáció sajátosságai közötti kapcsolat létezése egyértelmű a dolgozat eredményei alapján, kvantitatív elemzésre csak korlátozott mértékben volt lehetőségünk. A lehetőségeink bővítése hosszabb megmunkálási időt igénylő, nagyobb diszlokáció mennyiséggel jellemezhető mikrooszlopok létrehozásával, és az azokon végzett

kísérletekkel lehetséges. A statisztikus vizsgálatok eredményeinek javításához a magasabb eseményszám más módon is elérhető. Az ELTE Anyagfizikai Tanszékén új akusztikus detektor beszerzése van folyamatban, amely beépített előerősítőt is tartalmaz, amivel csökkentett zajszint érhető el, ezáltal növelve a zajból egyértelműen kiemelkedő események számát. Az akusztikus események számának növelése bizonyára magasabb arányú egyezést fog mutatni nanoindentációs méréssel. A megfelelő számú egyezést segítségével az akusztikus események és a diszlokációlavinák közötti kapcsolat akár számszerűsíthető.

A jövőbeli vizsgálataim tárgyát akár egyéb deformációs mechanizmusok jellemzése is képezhetik, valamint az 55. ábrán tapasztalt szokatlan viselkedés magyarázata is elősegítheti a deformációs folyamatok megérését.



61. ábra: Zn mikrooszlop ex situ SEM felvétele balra, Színezte: Vida Ádám. Cu mikrooszlop ex situ SEM felvétele jobbra

## Köszönetnyilvánítás

Elsősorban szeretném megköszönni konzulensemnek Ispánovity Péter Dusánnak aki, a dolgozatom valamennyi területén hasznos segítséget nyújtott, és tanácsaival segítette a szakmai fejlődésemet. Valamint kiváló témavezetőként koordinálta a kísérleteket és vezetett be a tudományos munkába. Kiemelt köszönet illeti a SEM/FIB operátorait, Dankházi Zoltánt, Németh Anikót, Szabó Ábelt és Varga Gábort, akik segítségére munkaidejükön kívül is bátran számíthattam, és oktatásomat is vállalták. További köszönettel tartozom Kalácska Szilviának az EBSD kiértékelésénél, és a mechanikai polírozásnál nyújtott segítségével, valamint Vida Ádámnak, Michal Knapeknek és Máthis Krisztiánnak az akusztikus emissziós méréseknél nyújtott segítségükért. További köszönettel tartozok Groma Istvánnak az in situ eszköz szoftverének folyamatos fejlesztéséért. Nem utolsósorban szeretném megköszönni családomnak a dolgozat megírásához szükséges feltételek kifogástalan megteremtését.

# Függelék

## A szerző munkássága

A szerző a kísérleti munka minden lépésnél jelen volt. A feladatok java részét önállóan végezte, ha segísége szorult, akkor a koordinátori feladatokat látta el. Az adatfeldolgozást egymaga az általa készített programok segítségével végezte, a dolgozat ábráit és videóit szintén saját kezűleg készítette el, vagy formázta meg.

A dolgozat megírása közben a későbbi tudományos pályája során hasznos képességekre tett szert:

- SEM mintaelőkészítés, mechanikai polírozás
- EBSD mérések, és az adatok kiértékelése
- Mikronos skálájú minták kialakítása FIB technológiával
- In situ nanodeformációs kísérletek végrehajtása
- Akusztikus emissziós mérések
- Adatfeldolgozó programok fejlesztése és alkalmazása

## Irodalomjegyzék

- [1] D. Hull, D. J. Bacon. Introduction to dislocations. Butterworth–Heinemann Fifth edition (2011)
- [2] M. Abbadi, P. Hähner, A. Zeghloul. Mater Sci Eng. **A337** (2002) 194
- [3] Kovács I. Zsoldos L. Diszlokációk és képlékeny alakváltozás (1965)
- [4] N. Q. Chinh, Gubicza J. Dinamikus nano- és mikrokeménység mérése. ELTE (2013)
- [5] R. Parisot, S. Forest, A.-F. Gourgues, A. Pineau, D. Mareuse. Comp Mater Sci. **19** (2000) 189
- [6] H. J. Frost, M. F. Ashby. Deformation-mechanism maps (1982)
- [7] K. H Adams, T. Vreeland. T Metall Soc AIME. **242** (1968) 132-139
- [8] E. J. Stofel, D. S. Wood. Fracture Of Solids, Metal Soc Conference (Ed.), 21 **20** (1963) 521
- [9] J. J Fundenberger, M. J. Philippe, F. Wagner, C. Esling. Acta Mater. **45** (1997) 4041
- [10] Q. Yu, R. K. Mishra, A. M. Minor. JOM. **64** (2012) 1235
- [11] T. Kitahara, S. Ando, M. Tsushida, H. Kitahara, H. Tonda. Eng Mater. **345** (2007) 129
- [12] H. S. Rosenbaum. Acta Metall Mater. **9** (1961) 742
- [13] T. B. Britton, F. P. E. Dunne, A. J. Wilkinson. Proc R Soc A. **471** (2015) 20140881
- [14] K. E. Prasad, K. Rajesh, U. Ramamurty. Acta Mater. **65** (2014) 316-325
- [15] C. M. Byer, B. Li, B. Cao, K. T. Ramesh. Scripta Mater. **62** (2010) 536
- [16] J. Wang, N. Stanford. Acta Mater. **100** (2015) 53
- [17] J. Ye, R. K. Mishra, A. K. Sachdev, A. M. Minor. Scripta Mater. **64** (2011) 292
- [18] Q. Sun, Q. Guo, X. Yao, L. Xiao, J. R. Greer, J. Sun. Scripta Mater. **65** (2011) 473
- [19] Q. Yu, Z. W. Shan, J. Li, X. Huang, L. Xiao, J. Sun, E. Ma. Nature. **463** (2010) 335
- [20] E. Lilleodden. Scripta Mater. **62** (2010) 532
- [21] D. Kiener, C. Motz, G. Dehm. Mat Sci Eng A-Struct. **505** (2009) 79
- [22] A. T. Jennings, M. J. Burek, J. R. Greer. Phys Rev Lett. **104** (2010) 135503
- [23] D. M. Dimiduk, C. Woodward, R. LeSar, M. D. Uchic. Science. **312** (2006) 1188
- [24] M.-C. Miguel, A. Vespignani, S. Zapperi, J. Weiss, J.-R. Grasso. Nature. **410** (2001) 667
- [25] J. Weiss, F. Lahaire, J. R. Grasso. J Geophys Res. **105** (2000) 433
- [26] J. Weiss, T. Richeton, F. Louchet, F. Chmelík, P. Dobron, D. Entemeyer, M. Lebyodkin, T Lebedkina, C. Fressengeas, R. J. McDonald. Phys Rev B. **76** (2007) 224110
- [27] Havancsák K. Fizikai mérési módszerek ELTE (2013)
- [28] Radnóczy Gy. A transzmissziós elektronmikroszkópia és elektrondiffrakció alapjai. KLTE Debrecen (1994)
- [29] Szabó Péter J. Bányászati és kohászati lapok. **137(5)** (2004) 39
- [30] Havancsák K, Kalácska Sz, Baris A, Dankházi Z, Varga G. Fizikai szemle. **6** (2014) 191
- [31] Horváth Enikő Ph.D. értekezés, Fókuszált ionsugaras megmunkálás. BME (2009)

- [32] Michal Knapek. Ph.D. értekezés, Study of cooperative dislocation phenomena in solid by the acoustic emission technique. Charles University (2016)
- [33] Wojciech Sikorsky. Acoustic Emission (2012) Chapter 2 by K. Máthis, F. Chmelík 23
- [34] J. Weiss, D. Marsan. Science. **299** (2003) 89
- [35] J. Weiss, J.-R. Grasso. J Phys Chem B. **101** (1997) 6113
- [36] N. Kieseletter, P. Schiller. Phys Stat Sol (a). **38** (1976) 569
- [37] <http://www.vfx.hu/info/szikra/szikracsolas.html>
- [38] [http://metal.elte.hu/~ispanovity/ugi\\_david\\_tdk/](http://metal.elte.hu/~ispanovity/ugi_david_tdk/)



# NYILATKOZAT

Név: Ugi Dávid

**ELTE Természettudományi Kar, szak:** Anyagtudomány MSc

**Neptun azonosító:** B4VBAA

**Diplomamunka címe:**

Egykristályok mikromechanikai tulajdonságainak kísérleti vizsgálata

A **diplomamunka** 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, 2017.

---

a hallgató aláírása