# A deformáció hatása a réz egykristály felületén kialakuló fraktál dimenziójára

Tudományos Diákköri Dolgozat

Dálya Gergely Kapás Kornél

Eötvös Loránd Tudományegyetem Fizika BSc III. évfolyam



Témavezető:

Ispánovity Péter Dusán

Eötvös Loránd Tudományegyetem Anyagfizikai Tanszék

# Tartalomjegyzék

1.	Kiv	onat	<b>2</b>
2.	Elm	néleti háttér	<b>2</b>
	2.1.	Egykristály deformációja	2
		2.1.1. Képlékeny alakváltozás	2
		2.1.2. Tökéletes egykristály alakváltozása	3
		2.1.3. Diszlokációk	3
	2.2.	Fraktálok	4
		2.2.1. Önhasonlóság és skálafüggetlenség	4
		2.2.2. Kialakulás képlékeny alakváltozáskor	5
	2.3.	Irodalmi összefoglaló és célkitűzés	6
3.	Méi	rési előkészületek, adatfeldolgozás	7
	3.1.	Minta előkészítése és nyújtása	7
		3.1.1. Minta és mintatartó elkészítése	7
	3.2.	Minta előkészítése és nyújtása	9
		3.2.1. Hőkezelés és polírozás	9
		3.2.2. Minta nyújtása	11
	3.3.	Használt mérőberendezések	13
		3.3.1. Profilometria	13
		3.3.2. SEM	14
	3.4.	Fraktáldimenzió kiszámítása	16
4.	Öss	zefoglalás és kitekintés	<b>25</b>
K	öször	netnyilvánítás	27
Fi	iggel	ék	28
Hi	vatk	ozások	29

# 1. Kivonat

Az egykristályok folytonos rácsszerkezettel rendelkeznek, amelyben az atomok szabályos geometriai rendben helyezkednek el. Ideális esetben egy ilyen anyagban nincsen semmilyen rácshiba, a valóságban azonban egyetlen kristályos anyag sem mentes ezektől. A diszlokáció egy olyan vonalhiba, amely jelentős mértékben befolyásolja az anyag mechanikai tulajdonságait. Egy tökéletes egykristály nagyon kemény, azonban ha diszlokáció jelenik meg benne, puhává válik. A diszlokációk számának növekedésével az anyag egyre keményebb lesz, mert a rácshibák akadályozzák egymás mozgását.

Deformáció során a diszlokációk nem egyenletesen haladnak át az anyagon. Helyenként feltorlódnak és lavinákat keltenek, amelyek mozgása során elnyíródik egymáson két szomszédos atomi sík. A felületen kilépő diszlokációk lépcsős deformációkat hoznak létre az anyag felszínén, amelyek fraktálos szerkezetet alkotnak.

Célunk a kialakult fraktálok dimenziójának megállapítása volt különböző mértékű deformációk esetén, hogy jobban le tudjuk modellezni a diszlokációlavinák viselkedését a deformációk során. Méréseink során, melyeket az ELTE TTK Központi Kutató és Műszer Centrum pásztázó elektronmikroszkópjával (SEM) illetve a BME Atomfizika Tanszékének profilométerével végeztünk, egy réz minta két krisztallitjának felszínét térképeztük le három különböző mértékű megnyújtást követően. Vizsgálataink során két fontos korrekciót is elvégeztünk, amelyeket a szakirodalomban mellőztek.

# 2. Elméleti háttér

## 2.1. Egykristály deformációja

#### 2.1.1. Képlékeny alakváltozás

A szilárd testek deformációinak elmélete teljesnek mondaható, mind a kontinuumok, mint egy kristály rugalmas tárgyalása esetén. Azonban elég nagy erő hatására a deformált test alakja maradandóan megváltozhat, ami már nem tárgya a lineáris rugalmasságtannak. A maradandó, vagy más néven plasztikus deformációt kétféleképpen írhatjuk le. Egyik esetben megelégszünk az alakváltozás fenomenologikus, tehát leíró tárgyalásával. Ilyen esetben kísérletekből empirikus képleteket állítunk fel az anyagra jellemzően, és ezeket alkalmazzunk megfelelő határfeltételekkel más hasonló problémákra is. Ilyen esetben bár jól le tudjuk írni az anyagok viselkedését bizonyos behatásokra, nem tudunk meg semmit a jelenség okáról, mivel nem vesszük figyelembe az anyag kristályos szerkezetét, amire kiváló példa a az alakítási keményedés: a rugalmas határt elérve az anyag megfolyik, viszont leterhelési szakasz ismét rugalmas, így az anyag rugalmas tartománya nagyobb lesz, mint eredetileg volt. Ennek a jelenségnek is nyilvánvalóan az anyag kristályos szerkezetéhez van köze. Másik közismert tény, hogy képlékeny alakváltozáskor a befektetett energia egy része hővé alakul, másik része az anyagban tárolódik el, ami magas hőmérsékleten eltávozik a testből. Ez a tény számost kérdést tár fel. Miként tárolódik az anyagban az energia, hogyan és miért szabadul ez fel hőkezelés hatására? Kielégítő válasz erre csak a szerkezeti tulajdonságok pontos ismerete ad választ.

#### 2.1.2. Tökéletes egykristály alakváltozása

Összetettebb anyagok alakváltozásának mélyebb megértéséhez szükséges az egykristályok deformációjának a mechanizmusának ismerete, ezért a következőkben ezt tárgyaljuk. Ha egy egykristály pálcát nyújtási igénybevételnek teszünk ki, akkor azt tapasztalható, hogy az alakváltozás nem izotróp és nem homogén. A deformáció során egyes kristálytani síkok elcsúsznak egymáson, illetve a csúszási síkok között a kristály változatlan marad. Tapasztalat szerint a síkok elcsúszása nem indul meg egyből, csak egy anyagra jellemtő kritikus csúsztató feszültség felett. Természetesen ez nem kizárólag nyújtásra igaz, lehet szó torzióról, vagy egyéb deformációs módusról is. Ezek a jelenségek csak az atomos szerkezettel magyarázhatóak, de így is problémákba ütközünk. Ha ki akarjuk számolni az elméleti értékét a csúsztató feszültségnek, akkor több nagyságrenddel nagyobb értéket kapunk, mint ami a kísérletek során megfigyelhető [1]. Tehát az alkalmazott modell nem jó, és csak ott lehet benne hiba, hogy a kristály tökéletesnek, az elcsúszást pedig egyidejűnek tekintettük. Tehát a kristályban hibáknak kell lenniük.

#### 2.1.3. Diszlokációk

A kristályhibákat térbeli dimenziójuk alapján csoportosíthatjuk. A ponthiba lehet rácsba beépült, rácsközi helyre került idegen atom vagy vakancia, a vonalhiba a diszlokáció, síkhiba a kristály széle, vagy szemcsék határa, háromdimenziós pedig a zárvány. Ezen alapvető kristályhibák sokféleképpen megvalósulhatnak [2], de most a továbbiakban a diszlokációk tüzetesebb tárgyalására szorítkozunk, hiszen ezek közvetítik a képlékeny alakváltozást. Az egyszerűbb szemléltetés végett az alábbiakban a köbös rács esetén tárgyaljuk a vonalhibákat. A diszlokációknak alapvetően két fajtája van. Ezeket két példán a legegyszerűbb bemutatni. Képzeljük el, hogy a tökéletes kristályrácsba egy extra félsík épül be (legyen ez y-z sík felső része ). E félsík határvonalát éldiszlokációnak hívjuk. A rács szerkezetének torzulása természetesen a diszlokáció közelében a legnagyobb, de attól távol is fellép. Ez akkor tűnik fel, ha x-y síkban zárt görbe mentén körüljárjuk az origót. Ha összeadogatjuk a rácspontok elmozdulását az ideális rácshoz képest nem nullát kapunk, hanem egy olyan vektort aminek nagysága a rácsállandóval egyezik meg, iránya pedig x tengellyel párhuzamos. A másik típust úgy tudjuk elképzelni, hogy ejtünk a kristályrácson egy félsíknak megfelelő vágást, és a félsík két oldalán a kristály két részét toljuk el egy rácsállandóval a bevágást határoló egyenessel párhuzamosan, ellentétes irányban. Ezt hívjuk csavardiszlokációnak. Ilyen esetben a körbejárás (csavarfelület tengelyének irányában) után a tengellyel megegyező irányt kapunk, szintén rácsállandó nagyságút. [3] A körbejárás során kapott vektort hívjuk Burgers-vektornak (b).



1. ábra. Él-, és csavardiszlokáció [5]

A diszlokációk termodinamikailag instabil képződmények, megnövelik a rendszer energiáját, ami a diszlokáció okozta feszültség miatt következik be. Az egyenes vonalú diszlokációk egységnyi hosszra jutó rugalmas energiája az alábbi képlettel számolható:

$$E = \int_{V} \frac{1}{2} \sigma_{kl} \epsilon_{kl} dV = C b^2 \ln \frac{L}{r_0}$$
<sup>(1)</sup>

A felső határt, L-t a diszlokációk átlagos távolsága határozza meg, b pedig az Burgers-vektor hossza. Az  $r_0$  távolság a diszlokációktól a feszültség levágási tartománya, mivel diszlokációkhoz nem lehet végtelenül közel deformálódott anyag. Sok esetben a levágás b-vel azonos nagyságrendbe esik. [3].

## 2.2. Fraktálok

#### 2.2.1. Önhasonlóság és skálafüggetlenség

A fraktál egy olyan objektum, ami önhasonlóságot mutat minden skálán [7], tehát egyik részét vizsgálva nem lehet eldönteni mekkora a skála. Egy tipikus példája a fraktáloknak a tengerpart hossza. Minél rövidebb vonalzóval mérik le, annál hosszabb lesz a part. Pár ismertebb fraktált mutatnak be az alábbi ábrák. [4]



2. ábra. Gosper szigetek



3. ábra. Sierpiński szita

Az önhasonlóság azt jelenti, hogy a fraktál megadható egy H homogenitási fokú homogén függvénnyel, mint ahogy 2 egyenletben láthatjuk.

$$h(\alpha x) = \alpha^H h(x) \tag{2}$$

Az ilyen függvények minden olyan tulajdonsággal rendelkeznek, hogy minden skálán hasonló alakúak, az eredetihez képest csak egy szorzótól különböznek egymástól. Gyakorlatban az atomok véges mérete miatt természetesen csak egy adott mérettartományon belül tekinthetünk önhasonlónak egy struktúrát. Tehát egy adott struktúrát felnagyítva nem teljesen ugyanazt látjuk, mint ami az eredeti volt, de a statisztikus jellemzői változatlanok. Ezt hívjuk sztochasztikus önhasonlóságnak. Megfelelő mérettartományon tehát a fraktáljelleg bizonyítéka az skálafüggetlenség. A fraktál dimenziót a következőképpen tudjuk kiszámolni: Legyen a kérdéses függvény értékkészletének és értelmezési tartományának hosszának szorzata egységnyi. Ezután fedjük le *n* darab téglalappal, ami hasonlóak a nagy téglalaphoz. Egy ilyen téglalap területe  $\frac{1}{n}$ -ede az eredetinek. Az eljárást addig kell folytatni, amíg el nem érjük az önhasonlóság szintjét. Ha l(n) a szükséges téglalapok száma *n* függvényében, akkor a fraktáldimenzió:

$$D = \frac{\ln[l(n)]}{\ln(n)} \tag{3}$$

Ha ábrázoljuk  $\ln[l(n)]$ -et  $\ln(n)$  függvényében, az illesztett egyenes meredeksége lesz a fraktáldimenzió. A *H*, ami a 2. egyenletben szerepel hívjuk Hurst kitevőnek [8], ami egyszerű módon függ a fraktáldimenziótól (*D*) [9]:

$$H = 2 - D \tag{4}$$

Az adatok elemzéséhez nekünk azonban egy másik módszer volt a kedvezőbb. A diszlokációk által kialakított felszín két pontja (x és  $x + \ell$ ) közötti magasságkülönbségek várható értéke az alábbi módon skálázódik [14] [15]:

$$R(\ell) := \langle |h(x) - h(x+\ell)|^q \rangle^{1/q}.$$
(5)

Akkor van szó skálafüggetlenségről, hogyha teljesül a

$$R(\ell) \propto \ell^H$$
 (6)

összefüggés, ahol H a Hurst- vagy durvasági kitevő, amiből a (4) képlet felhasználásával kaphatjuk meg a fraktáldimenziót. Akkor beszélhetünk önaffin felületről, hogyha ez a kitevő független q-tól. Ahogy a (6) képletben láthatjuk egy önaffin felület esetén az egymástól  $\ell$  távolságra lévő pontok magasságkülönbsége  $\ell$ növelésével egyre nagyobb lesz [15]. Ha a (6) összefüggést olyan skálán ábrázoljuk, ahol mindkét tengely logaritmikus, egy egyenest kapunk, amelynek a meredeksége a Hurst-kitevő. Ezt használtuk fel munkánk során a fraktáldimenzió kiszámítására.

#### 2.2.2. Kialakulás képlékeny alakváltozáskor

A csúszósíkon a legkönnyebb eldeformálni a kristályt, hiszen a vonalhiba mentén kell csak felszakítani a kötéseket. Ha nem a csúszósíkon akarnánk deformálni, az egész csúszósíkon fel kéne szakítani a kötéseket.

Idegen atom, vagy másik irányú diszlokáció esetén, keresztcsúszással tud a vonalhiba másik csúszósíkba átkerülni. Ennek hatására "összegabalyodnak" a diszlokációk. Ez okozza azt, hogy a deformálatlan vonalhibákkal rendelkező alacsony folyáshatárú minta deformáció során egyre keményebb lesz. A mintát egytengelyű nyújtással deformáltuk, így a továbbiakban az ilyen behatáskor fellépő változásokat tárgyaljuk. A rugalmas szakaszban a Hooke-törvény írja le a nyújtás folyamatát, de a rugalmas szakasz elhagyáskor a minta megfolyik, és a kristály maradandó alakváltozást szenved. Ilyenkor a húzás irányával adott szögben (b vektor irányába) csúsznak el egymáson a rétegek. A diszlokációk csúszósíkját, és a csúszási irányt hívjuk együttesen csúszási rendszernek. Legyen a csúszási irány és a meghúzás iránya által bezárt szög  $\alpha$ , míg a csúszósík normálvektorával bezárt szög  $\beta$ . Ekkora a síkra ható nyírófeszültség:

$$\tau = \frac{F'}{A'} \frac{F\cos(\alpha)}{\frac{A}{\cos(\beta)}} = \frac{F}{A} \cos(\alpha) \cos(\beta) =: \sigma m$$
(7)

Ahol m a Schmid-faktor, a  $\sigma$  a külső feszültség. A deformáció akkor indul meg egy csúszási rendszerben, ha

$$\sigma \ge \frac{\tau_{cr}}{m} \tag{8}$$

Ahol  $\tau_{cr}$  a kritikus csúsztatási feszültség. Abban az esetben például ha  $\alpha + \beta = \frac{\pi}{2}$ , akkor  $\alpha = \beta = \frac{\pi}{4}$ -nél  $m = \frac{1}{2}$ , ami a lehető legnagyobb. Így az ilyen helyzetű csúszási rendszerekben indul el legkönnyebben a diszlokációk mozgása, hiszen itt a legnagyobb a feszültség. Általánosan is abban rendszerben indult meg a csúszás, ahol m a legnagyobb.

#### 2.3. Irodalmi összefoglaló és célkitűzés

Több diszlokációkkal foglalkozó kutatócsoport vizsgálta a felületi struktúrák deformációk hatására változó fraktáldimenzióját. A [16] cikkben vas és cink minták nagy deformációja során ( $\approx 15 \%$ ) megmutatták, hogy a Hurst-kitevő a relatív megnyújtás hatására növekszik, és egy konkrét értékhez tart (alumínium esetén 0,8-hoz, cink és vas esetén 0,9-hez). A [9] cikkben a minta felületét atomi erő mikroszkóppal, és fehérfény-interferométerrel vizsgálva arra jutottak, hogy a Hurst-kitevő nagy nyújtásokra 0,75 körül stabilizálódik.

Méréseink során réz egykristály minta felületi morfológiáját vizsgáltuk pásztázó elektronmikroszkóp, és profilométer segítségével. Továbbá figyelembe vettük, hogy a minta nyújtás során torziós deformációnak is ki van téve, ami erős szisztematikus hibát adhat a fraktáldimenzió számításakor. Kutatásunk célja volt megvizsgálni az egykristály felületén kialakuló fraktálstruktúrák dimenziójának megváltozását kis relatív megnyújtásokra, hogy a fraktálok kialakulásának kezdeti stádiumait is jobban megismerhessük.

# 3. Mérési előkészületek, adatfeldolgozás

# 3.1. Minta előkészítése és nyújtása

#### 3.1.1. Minta és mintatartó elkészítése

A mintának az előkészítése és megnyújtása során szükség volt megfelelő, az mintához jól illeszkedő tartóra és befogófejre. A méréshez leginkább alkalmas alakú mintát egy egykristálytömbből szikraforgácsolással vágtuk ki annak érdekében, hogy minél kevésbé deformálódjon. A minta alakjának negatívját acélból készítettük el. A minta és a befogófej hosszparaméterei a 4. és 5. ábrákon láthatóak.



4. ábra. A minta méretei mm-ben



5. ábra. A befogófej méretei mm-ben

Csiszolás és polírozás alatt a minta egy vele teljesen megegyező alakú tartóban volt, hogy lehető legjobban elkerüljük a minta széleinek legömbölyödését. Egy ilyen tartót, és magát a mintát mutatják a 6. és 7. ábrák.



6. ábra. Fotó a mintáról



7. ábra. Fotó a mintatartóról

## 3.2. Minta előkészítése és nyújtása

#### 3.2.1. Hőkezelés és polírozás

Az általunk használt minta korábban már meg volt deformálva, így voltak benne diszlokációk. A minél simább felület elérésének érdekében több, egyre finomabb lépésben munkáltuk meg. Először salétromsavval marattuk a felszínét, majd csiszolások, végül polírozások következtek. Azonban a felületet nem sikerült tökéletesen megmunkálni, amit az orientációs térképek jól mutattak, így hőkezelésre volt szükség. A mintát fél órán át 600 °C-os kemencében vákuumban hőkezeltük, az újrakristályosodás folyamata miatt azonban így több, néhány mm-es méretű krisztallit alakult ki, különböző orientációval. A méréseink során azonban később ezt ki is használtuk, két krisztallitot is vizsgáltunk.

A minta csiszolását és polírozását több lépésben végeztük. Először a csiszolást végeztük el, hogy a legnagyobb egyenetlenségeket eltávolítsuk. A felület simaságának változását a lépések között mikroszkóppal követtük nyomon. A csiszolás lépései a következők voltak:

- 1. 600-as papír, amíg szemmel simának tűnik
- 2. 1200-as papír, 1 percig
- 3. 2500-as papír, 3 percig
- 4. 4000-es papír, 5 percig

Ezután következett a finomabb megmunkálás érdekében a polírozás. Ehhez mindig kiválasztottuk a megfelelő szemcseméretű polírozófolyadékot és a hozzá való filcet, majd az utóbbit desztillált vízzel alaposan elmostuk, hogy nehogy valamilyen korábbi polírozófolyadék szemcséi vagy nagyobb méretű szennyeződések benne maradjanak. Ezután betettük a polírozógépbe, majd azt megfelelően beállítottuk. Minél finomabban

szerettük volna megmunkálni a felületet, akár annak árán is, hogy így tovább fog tartani, ezért a gépet 0 N erőre állítottuk, hogy csak a minta és a mintatartó saját súlya nyomja őt a filchez. A későbbi lépések során ehhez kifúrtuk a mintatartót is, hogy ezt a súlyt még inkább redukálni tudjuk. Hasonló okok miatt a polírozógép mintatartóját és a filcet ugyanolyan irányban forgattuk. A folyamat során mindvégig  $100 \frac{1}{\text{perc}}$ -es fordulatszámmal dolgoztunk.

A polírozás adott lépésének befejezése után mindig elmostuk desztillált vízzel a használt filcet, majd ezen még 10 percig políroztuk a mintát. Így a minta felszínére tapadt szemcsék nagy részét sikerült eltávolítani. Ezután lemostuk a mintát is desztillált vízzel, majd egy ultrahangos rázógépbe helyeztük az egykristályt, hogy a polírozófolyadék-szemcsék még nagyobb hányadától sikerüljön megszabadulni, ugyanis ezek a következő, kisebb szemcsemérettel végzett munka eredményességét nagyban gátolnák. A rázás után ismét megmostuk a mintát, majd filcet és folyadékot váltottunk, és rátértünk a következő lépésre. Mielőtt egy folyadékot kiöntöttünk volna, azt is mindig megráztuk a géppel, hogy a benne esetlegesen összeállt szemcséket szétválasszuk, és így tényleg a polírozófolyadékra írt szemcsemérettel dolgozzunk.

A polírozás lépései a következők voltak:

- 1. 1  $\mu m$ -es szemcseméret, 10 percig
- 2. 0,3  $\mu m$ -es szemcseméret, 20 percig
- 3. 50 nm-es szemcseméret, 30 percig
- 4. 20 nm-es szemcseméret, 1 óráig
- 5. csak filcen, 2 óráig

A megmunkálás során számos problémába ütköztünk, de végül mindegyiket sikerült kiküszöbölni. Az egyik ilyen probléma az volt, hogy ha két lépés között túl sok idő telt el, hiába volt addig vákuumban a minta, beszökött egy kevés levegő, és elkezdett oxidálódni a felület. Ezt a következő polírozás alkalmával vettük észre, és emiatt egy korábbi lépéstől kellett végezzük a munkát. Egy másik komoly probléma a polírozófolyadékok becsomósodása volt. A már régen használt folyadékokban a kis szemcsék klaszterekké kezdtek összeállni, és az így kialakuló nagyobb csomók összekarcolták a minta felületét, amin bizonyos esetekben az ultrahangos rázás sem segített. Ekkor is vissza kellett térjünk egy korábbi fázishoz, illetve új polírozófolyadékot kellett kikevernünk.



8. ábra. Polírozó- és csiszológép

Az elektropolírozás használatán is gondolkodtunk, de végül arra a konklúzióra jutottunk, hogy a megfelelő polírozófolyadékok és időtartamok kiválasztásával talán még simább felületet is tudunk majd létrehozni, így elvetettük az ötletet.

#### 3.2.2. Minta nyújtása

A mintát összesen háromszor nyújtottuk meg, mindig az Anyagfizikai Tanszék húzógépét használva. A mintát a gép mintatartóiba helyeztük úgy, hogy minél inkább egyenletes legyen a meghúzás és lehetőleg elkerüljük az egykristály torziós deformációját. Sajnos azonban ezt nem sikerült teljes mértékben kiküszöbölni, amint azt a későbbiekben látni fogjuk. A húzógéphez tartozik egy program, aminek a segítségével vezérelni tudjuk, illetve grafikonon ábrázolhatjuk a húzóerőt a mintatartó két végének relatív elmozdulásának függvényében.



9. ábra. A húzóerő az elmozdulás függvényében a három egymást követő megnyújtásra

A grafikonon észrevehetjük, hogy a visszaterhelt lineáris szakaszok nem teljesen egyenesek. Ennek oka az, hogy a húzógépnek nemlineáris részei is vannak például az áttéteknél vagy az erőmérőnél, a grafikon x-tengelyén pedig a húzófejek elmozdulása látszik, vagyis nem csak magának a mintának a deformációja. Ebből következően a grafikonnal a minta megnyúlását nem tudjuk pontosan meghatározni, ellenben a feszültséget jó pontossággal méri a gép.

Jól láthatjuk a grafikonból azt is, hogy a második megnyújtás nem rugalmas alakváltozáshoz tartozó szakasza előbb kezdődik, mint ahogy az első megnyújtásé véget ért volna. Ennek oka a minta nem teljesen azonos befogásában rejlik. Az első befogáshoz képest a másodikban jóval kisebb erő is elegendő volt a rugalmas szakasz átlépéséhez. A második és a harmadik meghúzást két szakaszban végeztük, hogy nehogy túlhúzzuk a mintát a kijelölt célon.

Az első két megnyújtásnál körülbelül 1%-ot szerettünk volna nyújtani, míg a harmadiknál valamivel többet, olyan 3-4%-ot. A grafikonok alapján nehéz volt ezeket pontosan meghatározni, így nem mindig pont ekkora lett a deformáció. Végül a tanszék pásztázó elektronmikroszkópjával (SEM) mértük le a megnyúlásokat. Az eredményeket a következő táblázat foglalja össze:

	nagy krisztallitbeli	változás az eredetihez	kis krisztallitbeli	változás az eredetihez
	jelsor hossza $(\mu m)$	képest $(\mu m,\%)$	jelsor hossza $(\mu m)$	képest $(\mu m,\%)$
Meghúzás előtt	398,80		394,65	
1. meghúzás	402,04	3,24;0,81%	397,98	3,33;0,84%
2. meghúzás	403,04	4,24;1,06%	399,00	4,35;1,10%
3. meghúzás	412,21	13,41;3,36%	410,10	15,45;3,91%

1. táblázat. Az egyes krisztallitokban lévő jelsorozatok hosszváltozása az eredeti mérethez képest

# 3.3. Használt mérőberendezések

## 3.3.1. Profilometria

A minta felületének magasságprofilját a BME Atomfizika Tanszékének Bruker Contour G GTK0X optikai profilométerével vettük fel. Az eszköz segítségével a minták felülete három dimenzióban letapogatható. A műszernek két üzemmódját használtuk: a kiértékelés során használt magasságértékeket a VSI (Vertical Scanning Interferometry) módban vettük fel, amellyel elvben 0, 1 nm pontosság érhető el; míg a fázistoló üzemmóddal (PSI, Phase Shifting Interferometry) csupán néhány képet készítettünk. A műszer VSI-üzemmódban fehérfény-interferometriát valósít meg egy Mirau-tipusú interferométer révén [17].

A műszer legnagyobb, ötvenszeres objektív nagyítását használva mindkét krisztallitban a meghúzás négy fázisában vettük fel a profilokat. Minden alkalommal a bevésett jelek környezetét vizsgáltuk, 4-4 képet készítve, hogy a teljes jelsorozatokat lefedjük.



10. ábra. A profilométer

# 3.3.2. SEM

Az egyetem FEI Quanta 3D SEM/FIB-típusú kétsugaras pásztázó elektronmikroszkópját sokrétűen használtuk a kutatás során. Ezzel a műszerrel ellenőriztük, hogy a csiszolás és polírozás után mennyire lett sima a felület, és kristályorientációs térképeket (IPF, Inverse Pole Figure) is készítettünk, hogy megtudjuk, valóban egykristály-e a minta. A mérések megmutatták, hogy ez nem így van, hanem végül is a hőkezelés hatására több krisztallit maradt benne.



11. ábra. A minta orientációi a hőkezelés előtt. A zajos eredményt a felület nem megfelelő előkészítése okozta.



12. ábra. Két krisztallit és orientációik az IPF-képen a megmunkálások után



13. ábra. IPF színmagyarázat

A műszer a felületek elektronmikroszkópos vizsgálata mellett nano-megmunkálásra is alkalmas, mert rendelkezik fókuszált ionsugaras egységgel (FIB, Focused Ion Beam). Az egység révén maximum 30 kV-tal gyorsított fókuszált Ga-ionokkal bombázhatjuk a mintát. Az ionáramot 2 – 70 nA között változtathatjuk [18]. Ezzel az üzemmóddal jeleket alakítottunk ki a felületen, hogy mindig ugyanazt a részt tudjuk vizsgálni a későbbiekben. A két krisztallitba különböző jeleket tettünk, hogy egyértelműen meg lehessen majd a képeken különböztetni őket.

A bevésett jelek továbbá amiatt is hasznosak voltak, mert a SEM-mel az egyes megnyújtások után mindig meg tudtuk mérni azok egymáshoz képesti relatív elmozdulását. Ez sokkal pontosabb módszernek bizonyult, mint ha a meghúzó gép feszültség-elmozdulás grafikonjából következtettünk volna, így a méréseink során ezt használtuk. Az elektronmikroszkóp kétféleképpen is képes mérni a hosszakat. Egyrészt a készített képeken szakaszokat helyezhetünk le, amelyeknek a két végpontja közötti különbséget kiírja a program. Másrészt a tárgyasztal mozgatása közben annak pozícióját figyelve is megkaphatjuk a kívánt értékeket. Mindkét módszerrel mértünk, de az eredmények közel azonosak voltak, és egyik módszer hibája sem jelentősen kisebb a másikénál, így a későbbiekben csak a mérőléces módszerrel dolgoztunk.



14. ábra. Az egyik bevésett jel széle. Jól látható, hogy az ionok egyenetlen felületet hoztak létre



15. ábra. Az egyik kialakított jelsorozat az egyes jelek távolságaival

#### 3.4. Fraktáldimenzió kiszámítása

A fraktáldimenzió megállapításához MATLAB-ban írtunk néhány programot, amikkel feldolgozhattuk a profilométerrel készített képeket. Rendelkezésünkre bocsátottak egy szkriptet, amivel a speciális adatsorokat be tudtuk tölteni megfelelő formátumban, és így megkezdhettük velük a munkát. Először írtunk egy olyan programot, amely a készített kép kiválasztott soraira elkészíti az  $\ell - R(\ell)$  görbéket, ezt három dimenzióban tudjuk vele ábrázolni, és ezek kiátlagolásával megadja a Hurst-exponenst. A program megfelelő működését a Brown-mozgás egyszerű példáján teszteltük.

Az 1-dimenziós Brown-mozgás avagy Wiener-folyamat is önaffin, így a 2.2. fejezetben leírt módszerrel vizsgálhatjuk ezen folyamat során létrehozott görbék fraktáldimenzióját. A mozgás során  $\ell$  a lépések száma,  $R(\ell)$  pedig a kiindulási ponttól való távolság lesz. Utóbbiról tudjuk, hogy  $R(\ell) \propto \sqrt{\ell}$ , vagyis a Hurst-kitevő értéke: H = 0.5, ahonnan a fraktáldimenzió: D = 1.5.

1000 darab 1000 lépés hosszúságú Wiener-folyamatot szimuláltunk, majd ezek  $\ell - R(\ell)$ -görbéit átlagoltuk és *Gnuplot*-tal a log-log skálán ezen adatpontokra egyenest illesztettünk. Az egyenes meredeksége  $H = 0,491 \pm 0,001$  lett, ami nagyon közel van az elméleti értékhez, vagyis az általunk írt elemzőprogram megfelelően működik.



16. ábra. A Brown-mozgás szimulációja során létrehozott 3-dimenziós térkép. Az y-z tengelyeken van ábrázolva az  $\ell - R(\ell)$  összefüggés.



17. ábra. A Brown-mozgás  $\ell-R(\ell)$ karakterisztikája és az illesztett egyenes

Ezt az ellenőrzést követően megkezdtük a minta felszíni profiladatainak feldolgozását. Először a [9] cikkben megfogalmazott eljárást alkalmaztuk, vagyis semmit nem vontunk ki a felületekből, szimplán lefuttattuk a programot a két krisztallit esetében mind a négy nyers adatsorozatra. Ez az eljárás azonban - ellentétben a cikkben kapottakkal - nem vezetett egyértelmű eredményre, a Hurst-exponens (H) nem mutatott egyértelmű tendenciát, sőt adott meghúzásnál az azonos krisztalliton készített képek között is nagyon nagy eltéréseket kaptunk.

Ezek után írtunk egy másik programot, amivel a vizsgált kép minden sorára egyenest illesztettünk és ezt kivontuk belőle. Ezáltal az igen szignifikáns lineáris trendeket eltávolítottuk, amelyek nagyban befolyásolják a Hurst-exponenst. A 18. ábrán láthatjuk az egyik területről készült nyers képet, míg a 19. ábrán ugyanazt a területet az egyenesek levonása után. Jól látszik, hogy függőleges irányban (ahol vizsgáljuk a felület érdességét) sokkal homogénebb lett a felszín. A két ábrán a pontok koordinátái pixelben vannak megadva, ahol 1 pixel =  $0,1286 \ \mu$ m; a magasságokat pedig nanométerben láthatjuk.

A lineáris tag Hurst-kitevője 1, így ennek levonása után a mintára kapott Hurst-exponensnek csökkennie, vagyis a fraktáldimenziónak növekednie kell. Ezt az eredményt szépen vissza is kaptuk, a korábbi eljárással számított meredekségek körülbelül 0, 1-gyel csökkentek. Ez az eljárás a [9] cikkben végrehajtottól jelentősen különbözik, de véleményünk szerint pontosabb fraktáldimenzió-mérést tesz lehetővé, csökkenti a hibákat. Az általunk kapott adatokat a következő két táblázat foglalja össze.



18. ábra. Az egyik nyers, egyenes levonása nélküli kép. Az x-y tengelyeken a mértékegység pixel, a színskálán pedig nanométer.



19. ábra. Ugyanaz a terület, mint az előző ábrán, egyenesek levonásával. Az x-y tengelyeken a mértékegység pixel, a színskálán pedig nanométer.

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0	0,478	0,454	0,448	0,477	$0,464 \pm 0,008$	$1,536\pm0,008$
0,81	0,505	0,532	0,521	0,526	$0,521\pm0,006$	$1,479\pm0,006$
1,06	0,533	0,536	0,536	0,527	$0,533 \pm 0,002$	$1,467\pm0,002$
3,36	0,589	0,579	0,602	0,598	$0,592 \pm 0,005$	$1,408\pm0,005$

2. táblázat. A nagy krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0	0,385	0,385	0,404	0,336	$0,378 \pm 0,015$	$1,622\pm0,015$
0,84	0,326	0,390	0,370	0,383	$0,367\pm0,014$	$1,633\pm0,014$
1,10	0,419	0,446	0,449	0,447	$0,440\pm0,007$	$1,560\pm0,007$
3,91	$0,\!576$	0,602	0,626	0,616	$0,605\pm0,011$	$1,395\pm0,011$

3. táblázat. A kis krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban

Az adatokat úgy kaptuk, hogy a log-log skálán ábrázolt  $\ell - R(\ell)$  görbék első lineáris szakaszára illesztettem. Sok esetben gondot okozott, hogy hova is kellene illeszteni, mert a megmaradt felületi egyenetlenségek következtében a görbék alakjából ez nem volt mindig nyilvánvaló. Ettől azonban erősen függ a végeredmény, a minta fraktáldimenziója, ahogy a későbbiekben majd látni is fogjuk. Az első lineáris szakaszra való illesztés mellett szól, hogy nagyon pontosan lehet illeszteni minden esetben, hátránya azonban, hogy csupán néhány tíz pixel hosszú szakaszokon vizsgáljuk vele az önhasonlóságot.

A kapott adatokból egyértelműen kirajzolódik, hogy az egymást követő meghúzások során egyre csökken a fraktáldimenzió. Ez alól kivételt esetleg a kis krisztallit meghúzás előtti és első meghúzás utáni állapota képezhet, ezek hibahatárai túlságosan nagyok; bármelyik lehet nagyobb a másiknál.



20. ábra. A kis krisztallit  $\ell - R(\ell)$  görbéi az egyes meghúzásokra.  $\ell$  pixelben,  $R(\ell)$  nm-ben van megadva. Minden meghúzásnál négy területet vizsgáltunk, ezért a négy-négy görbe



21. ábra. A nagy krisztallit  $\ell - R(\ell)$  görbéi az egyes meghúzásokra.  $\ell$  pixelben,  $R(\ell)$  nm-ben van megadva. Minden meghúzásnál négy területet vizsgáltunk, ezért a négy-négy görbe

Ezt követően tovább szerettük volna csökkenteni a felületi egyenetlenségek következtében fellépő hibákat. Írtunk egy új programot, amivel két képet össze tudtunk illeszteni és így lehetőségünk nyílt arra, hogy a meghúzások után készített képekből levonjuk a nyújtatlan állapotban készített felvételt. Ez a felület nagymértékű javulásához vezetett, mind a kisebb szennyeződések, mint a nagyobb trendek tekintetében.

Mindazonáltal még így is maradtak olyan szennyeződések a mintán, amelyeket nem tudtunk eltüntetni; ezek valószínűleg két meghúzási fázis között kerültek a felületre. A 22. ábrán láthatunk egy levonással keletkezett képet. Jól látható, hogy itt az általunk bevésett jelek alján is megjelent a levonás hatására a jellegzetes mintázat; ami nagyon érdekes, és a módszer hatékonyságát bizonyítja, ugyanis, ahogy a 14. ábrán látható, nagyon egyenetlenek azok a felületek.



22. ábra. Egyik kép, ahol levontuk a meghúzatlan felvételt. Az x-y tengelyeken a mértékegység pixel, a színskálán pedig nanométer.

Az összeillesztés során négy paramétert kellett változtatni: kettő a két kép közötti eltoláshoz, egy a forgatáshoz, egy pedig a meghúzott mintáról készült kép összenyomásához, átskálázásához kellett. Ezeket a paramétereket finomhangolva minden esetben megkerestük a két felvétel közötti tökéletes átfedést. A módszerrel kapott adatokat a következő két táblázat tartalmazza:

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0,81	0,422	0,491	0,482	0,469	$0,466 \pm 0,011$	$1,534\pm0,011$
1,06	0,507	0,507	0,508	0,502	$0,506 \pm 0,001$	$1,494\pm0,001$
3,36	0,538	0,543	0,591	0,548	$0,555 \pm 0,012$	$1,445\pm0,012$

4. táblázat. A nagy krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban a nyújtatlan állapotban készített képet levonva

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0,84	0,370	0,383	0,350	0,344	$0,362 \pm 0,009$	$1,638\pm0,009$
1,10	0,435	0,419	0,376	0,366	$0,399\pm0,017$	$1,601\pm0,017$
3,91	$0,\!550$	$0,\!579$	0,604	0,549	$0,571 \pm 0,013$	$1,429\pm0,013$

5. táblázat. A kis krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban a nyújtatlan állapotban készített képet levonva

Láthatjuk, hogy ezzel a módszerrel is hasonló eredményeket kaptunk, mint az előzővel. A nagyobb meghúzások hatására a Hurst-kitevő egyre növekszik, ahogy korábban is, a konkét számok azonban kissé eltérőek.

Végül pedig azt vizsgáltuk meg, hogy mennyiben változnak az eredmények, hogyha nem a görbék elejére, hanem a középső egyenes szakaszra illesztünk. Ahogy korábban említettük, ezzel nagyobb skálán vizsgálhatjuk az önhasonlóságot, azonban az illesztések pontossága csökken. Úgy gondoljuk, hogy ez az illesztés a valóshoz közelebb álló eredményt kell adjon, mint a korábbiak. Az illesztést azokra a görbékre végeztük el, amelyeket a meghúzatlan kép levonásával kaptunk. Az adatok a következő két táblázatban láthatóak:

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0,81	0,250	0,368	0,365	0,313	$0,324 \pm 0,028$	$1,676 \pm 0,028$
1,06	0,135	0,205	0,264	0,170	$0,194\pm0,028$	$1,806\pm0,028$
3,36	0,250	0,482	0,486	0,453	$0,417\pm0,038$	$1,583\pm0,038$

6. táblázat. A nagy krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban a nyújtatlan állapotban készített képet levonva, a középső egyenes szakaszra illesztve

$\varepsilon$ (%)	1. kép	2. kép	3. kép	4. kép	átlag	fraktáldimenzió
0,84	0,121	0,185	0,194	0,252	$0,188 \pm 0,027$	$1,812\pm0,027$
1,10	0,108	0,115	0,164	0,231	$0,154\pm0,029$	$1,846\pm0,029$
3,91	0,583	0,253	0,255	0,544	$0,409\pm0,090$	$1,591\pm0,090$

7. táblázat. A kis krisztallit egyes részeinek Hurst-exponensei a meghúzás különböző fázisaiban a nyújtatlan állapotban készített képet levonva, a középső egyenes szakaszra illesztve

A kapott eredményekből itt az látszik tisztán, hogy a harmadik, vagyis a legnagyobb meghúzás után változott csak szignifikánsan a minta felülete, bár az erre kapott fraktáldimenzió kissé eltér a korábbi módszerek által adottól. Az első és a második meghúzás között nincsen nagy különbség, valószínűleg túl kicsi volt a deformáció ebben a két esetben.

A kapott görbék átlagait logaritmikus skálán ábrázolva láthatjuk a nagy krisztallitra a 23., míg a kis krisztallitra a 24. ábrán.



23. ábra. A nagy krisztallit esetén a meghúzatlan állapotot levonva kapott görbék átlagolva az egyes meghúzásokra.  $\ell$  pixelben,  $R(\ell)$  nm-ben van megadva.



24. ábra. A kis krisztallit esetén a meghúzatlan állapotot levonva kapott görbék átlagolva az egyes meghúzásokra.  $\ell$  pixelben,  $R(\ell)$  nm-ben van megadva.

# 4. Összefoglalás és kitekintés

Azon egykristályok felületén melyekben vonalhibák vannak, deformáció során lépcsőzetes struktúrák jelennek meg a mintából kilépő diszlokációk miatt. Ezek a kialakult lépcsők fraktálos szerkezetűek. Célunk

a kialakult fraktálok dimenziójának megállapítása volt különböző mértékű deformációk esetén, hogy jobban le tudjuk modellezni a diszlokációlavinák viselkedését a deformációk során. Méréseink során egy réz minta két krisztallitjának felszínét térképeztük le három különböző mértékű megnyújtást követően.

A megnyújtott minta felületét profilometriás műszer segítségével térképeztük fel, illetve a kapott adatokat MATLAB program segítségével dolgoztuk fel. A konkrét fraktáldimenziók számolása előtt kétféle korrekciót végeztünk el az adatsoron, amit korábbi mérések alkalmával nem végeztek el. A deformálatlan mintának a felülete az előkészületek ellenére sem lehet teljesen sima, kisebb egyenetlenségek, szennyeződések maradtak rajta. A deformált minta adataiból kivontuk a deformálatlant, így az ezek okozta zajt jelentősen le tudtuk csökkentei. A második zavart a minta csavarodása okozta. Ezt úgy vettük figyelembe, hogy a minta felületét leíró mátrix soraira (amiből a fraktáldimenziót számoltuk) egyenest illesztettünk, és ezeket levontuk. Ennek korrigálása azért jelentős, mert eddigi mérések során ezt nem vették figyelembe, pedig az egyenes fraktáldimenziója 1, így nagyon elronthatja a kiszámolt értékeket, ha a minta kicsit is torzul a meghúzás során.

Eredményeink egyértelműen megerősítik azt, hogy fraktálszerkezet alakul ki a minta felszínén, és a különböző vizsgálataink mindegyike 1, 5 - 1, 6 közötti fraktáldimenziót hoz ki a legnagyobb megnyújtás esetében. Ez az érték nagyobb, mint amit korábbi mérésekkel mások kaptak, ami annak tudható be, hogy több korrekcióval is éltünk, amiket máshol nem vettek figyelembe.

Eredményeink azt mutatják, hogy a fraktáldimenzió egy kezdeti értékről csökken 1, 5 - 1, 6 környékére. A szakirodalomban ezzel ellentétes tendenciát figyelhetünk meg, azonban ez annak köszönhető, hogy a felület kezdeti gradiensét nem korrigálták. A kapott 1, 5 - 1, 6 körüli fraktáldimenzió fizikai oka a következő. Deformáció hatására a minta nem egyenletesen változik, hanem sok apró elmozdulás történik, amit akusztikus emissziós mérésekkel támasztottak alá többek között a [19], [20], [21] cikkekben. A diszlokációk tehát nem egyenletesen lépnek ki a felszínen, de nagyobb deformáció hatására több lépcső alakul ki, így egyre jobban kirajzolódik a fraktálszerkezet.

A munka folytatásaként célunk további, még nagyobb megnyújtásokat is megvizsgálni, ezáltal még pontosabban feltérképezhetnénk a fraktáldimenzió és a deformáció mértékének kapcsolatát.

# Köszönetnyilvánítás

Ezúton meg szeretnénk köszönni témavezetőnknek, Ispánovity Péternek a támogatását, szakmai tanácsait mind a kutatásunk, mind a dolgozat írása során. Köszönjük továbbá a segítséget az általunk használt minta előkészítésében és megmunkálásában Kalácska Szilviának és Tüzes Dánielnek. Köszönjük Varga Gábornak és Baris Adriennek a mintánkon SEM-mel végzett méréseket. Végül köszönetet szeretnénk mondani Erdei Gábornak, hogy segített a minta profilometriás vizsgálata során.

# Függelék

Munkánk során a következő feladatokat végeztük el önállóan:

• Minta előkészítése

Kivágtuk és hőkezeltük a mintát, továbbá készítettünk a mintához való befogó fejet is. Több lépésben elvégeztük a minta csiszolását és polírozását, hogy a lehető legsimább felületet hozzuk létre.

• Minta megnyújtása

Összesen háromszor nyújtottuk meg a mintát a tanszéki húzógéppel.

• Mérések a SEM-mel és a profilométerrel

Ugyan a méréseket szakember végezte, de mi mondtuk meg, hogy melyik területekről, milyen beállítással készítsünk képet.

• A kapott felületprofilok vizsgálata

A felületről kapott adatsorokat általunk írt MATLAB-programok segítségével elemeztük. Ennek része volt két különböző típusú szisztematikus hiba levonása illetve a fraktáldimenziók kiszámítása is.

# Hivatkozások

- DR. KOVÁCS I., DR. ZSOLDOS L.
   Diszlokációk és képlékeny alakváltozás Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1965
- [2] R.P. FEYNMAN, R.B. LEIGHTON, M.SANDS Mai Fizika 7. Kristályszerkezetek, Dia-, para- és ferromágnesség, Folyadékok áramlása Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1970
- [3] L.D.LANDAU, E.M. LIFSIC
   Elméleti fizika VII. Rugalmasságtan
   Typotex Kadió, 2010
- [4] MATHWORLD weblap http://mathworld.wolfram.com/Fractal.html
- [5] BÍRÓ L.

Diszlokációk mozgása következtében kialakuló felületi morfológiák vizsgálata Szakdolgozat, 2011

#### [6] B.B. MANDELBROT

Gaussian self-affinity and fractals Springer Kiadó, 2001

#### [7] B.B. MANDELBROT

The Fractal Geometry of Nature W. H. Freeman and Co., 1982.

[8] J. FEDER

Fractals Plenum Press, New York, 1988.

- [9] M. ZAISER, F. MADANI-GRASSET, V. KOUTSOS, E.C. AIFANTIS Self-affine surface morphology of plastically deformed metals Physical Review Letters 93, 19 (2004), 195507.
- [10] J. WEISS, J.-R GRASSO., M.-C MIGUEL., A. VESPIGNANI, S. ZAPPER Complexity in dislocation dynamics: experiments Materials Science and Engineering A309–310 (2001), 360–364.
- SZÉKELY F., GROMA I., LENDVAI J.
   Statistical properties of dislocation structures investigated by X-ray diffraction Materials Science and Engineering A309–310 (2001), 352–355.

#### [12] O. WOUTERS, W. P. VELLINGA, R. van TIJUM, J. T. M. de HOSSON

On the evolution of surface roughness during deformation of polycrystalline aluminium alloys Acta Materialia 53 (2005), 4043–4050.

[13] M. ZAISER

Statistical modelling of dislocation systems Materials Science and Engineering A309–310, 1–2 (2001), 304–315.

[14] M. ZAISER

Scale invariance in plastic flow of crystalline solids Advances in Physics 55, 1–2 (2006), 185–245.

# [15] GYÖRGYI G.

Fluktuáló felületek. Térátlagok, skálafüggvényeik és a határfeltételek szerepe. Az MTA-n elhangzó előadás anyaga, 2001

## [16] O. WOUTERS, W.P. VELLINGA, R. VAN TIJUM, J.TH.M. DE HOSSON

Effects of crystal structure and grain orientation on the roughness of deformed polycrystalline metals Acta Materialia 54 (2006) 2813–2821

[17] ERDEI G.

Fehérfényű interferometria alkalmazása a felületalak mérésében Szemináriumi előadás diasora, 2012

- [18] ELTE SEM weblapja http://sem.elte.hu/hu/
- [19] M.-C. MIGUEL, A. VESPIGNANI, S. ZAPPERI, J. WEISS, J.-R. GRASSO Intermittent dislocation flow in viscoplastic deformation Nature 410 (2001), 667-671.
- [20] J. WEISS, D. MARSAN

Three-dimensional mapping of dislocation avalanches: clustering and space/time coupling Science 299 (2003), 89-92.

[21] J. WEISS, T. RICHETON, F. LOUCHET, F. CHMELIK, P. DOBRON et al. Evidence for universal intermittent crystal plasticity from acoustic emission and high-resolution extensionetry eyperiments Physicsal Review B 76 (2007)