

УДК 538.971,539.382

©1994

ВЛИЯНИЕ ДВУХОСНОГО РАСТЯЖЕНИЯ НА КАРТИНЫ ДИФРАКЦИИ МЕДЛЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ ОТ ПОВЕРХНОСТИ СЛЮДЫ

С.А.Князев, В.Е.Корсуков, Б.А.Обиднов

Методом дифракции медленных электронов исследована модификация поверхности слюды под действием внешнего механического поля. Основной эффект, наблюдавшийся под действием двухосного растяжения, связан с уширением рефлексов, величина которого квазиупруго изменялась с нагрузкой. Анализ полученных данных позволяет предположить, что наблюдаемые эффекты связаны с возникновением электрических полей на поверхности слюды вследствие смещения ионных подрешеток при механическом воздействии.

Механическое воздействие на твердые тела приводит к деформации их кристаллической решетки, появлению различного рода структурных дефектов. Как правило, разрушение твердых тел начинается с поверхности. Поэтому исследование процессов деструкции поверхности под действием механической нагрузки методом дифракции медленных электронов (ДМЭ) представляет интерес как с точки зрения изучения характера нарушений на поверхности кристалла, возникающих при том или ином способе нагружения, так и точки зрения обогащения методики ДМЭ на случай исследования реальных поверхностей. В данной работе использовалась методика нагружения типа «кольцо в кольцо», описанная в [1]. Объектом исследования служили тонкие кристаллы слюды.

1. Методика эксперимента

Схема эксперимента представлена на рис. 1. Нагружающее устройство 6 крепилось на фланце кристаллодержателя 3 стандартного низковольтного дифрактометра. Нагружение образца осуществлялось при помощи миниатюрного ввода вращения 4, который посредством тросика 5 передавал вращательные усилия на нагружающее устройство. Такая схема нагружения позволила сохранить все степени свободы образца, предусмотренные конструкцией кристаллодержателя, а также наблюдать за трансформацией картин ДМЭ в процессе нагружения. Принцип работы нагружающего устройства следующий: цилиндр 7 ввинчивается в корпус нагружающего устройства и сжимает пружину 8, которая передает усилия на пуансон 10 через центрирующий шарик 9. Пуансон скользит по направляющим 11 и оказывает давление на образец своей торцевой частью. С противоположной

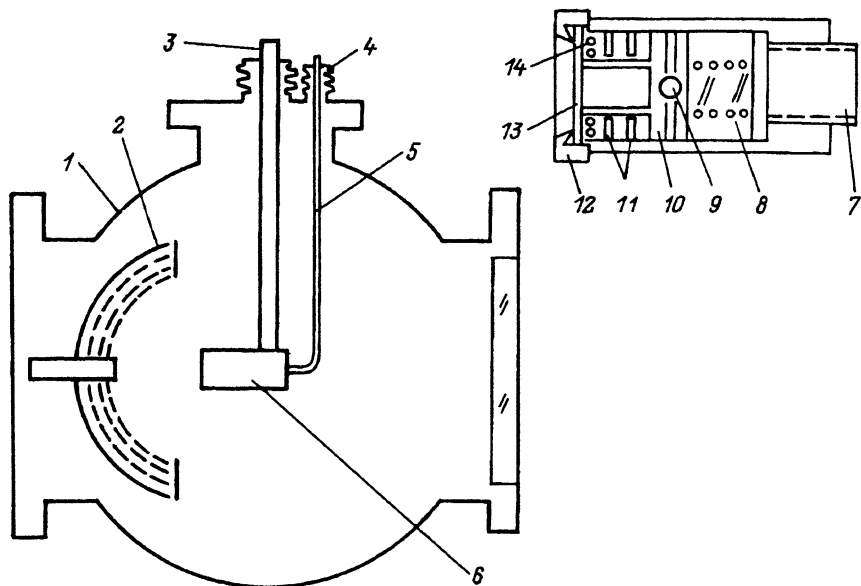


Рис. 1. Схема эксперимента.

1 — камера дифрактометра, 2 — электронно-оптическая система ДМЭ, 3 — манипулятор, 4 — ввод вращения, 5 — тросик, 6 — нагружающее устройство, 7 — цилиндр с резьбой, 8 — пружина, 10 — пуансон, 11 — направляющие, 12 — крышка, 13 — образец, 14 — печь.

стороны образец упирается в кромку крышки нагружающего устройства 12. Таким образом, образец оказывается зажатым между двумя концентрическими кольцами и для его центральной части реализуется плоско-напряженное состояние.

В качестве объекта исследования нами были выбраны слюда (мусковит), поскольку у нее велика область упругой деформации и тонкие (~ 0.03 мм) образцы с атомно-чистой и атомно-гладкой поверхностью сравнительно легко получить после расщепления слюды на воздухе и ее прогрева при $150 - 200^\circ \text{C}$ в вакуумной камере дифрактометра.

2. Результаты и их интерпретация

Первые эксперименты по нагружению слюды показали, что имеется несколько сценариев трансформации картин ДМЭ при двухосном растяжении образца. Наблюдались изменение формы и интенсивности рефлексов, появление полос между рефлексами, смещение всей дифракционной картины по люминесцентному экрану. Эти изменения в большинстве случаев носили квазиобратимый характер — после снятия нагрузки происходило почти полное восстановление исходной картины дифракции. Сканирование электронным пучком по нагруженной поверхности показало значительные изменения картин ДМЭ при движении электронного пучка по поверхности слюды, даже если первоначально картина дифракции от различных точек образца была практически одинаковой.

Причинами, вызывающими такую неоднородность при нагружении типа «кольцо в кольцо», могло быть неоднородное распределение на-

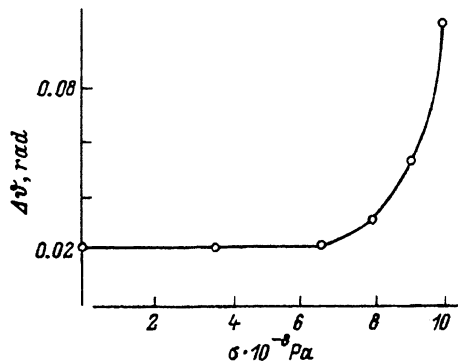


Рис. 2. Зависимость угловой ширины рефлекса (20) от величины нагрузки.

пряжения по поверхности, возможность изгиба тонкой слюды в пространстве между кольцами, появление мозаичных электрических полей на поверхности слюды при ее деформации. Поэтому в дальнейшем электронным пучком сканировалась лишь центральная часть образца (круг диаметром 2–3 mm), где напряжение можно было считать однородным и исключалось влияние наклона. В ряде экспериментов образец экранировался алюминиевой фольгой, за исключением его центральной части. Оказалось, что и для центральной области образца наблюдаются изменения в картинах дифракции при сканировании по нагруженной поверхности. Размеры доменных областей, соответствующих тем или иным особенностям картин ДМЭ, составляли около 1 mm. Как и в случае ДМЭ от расщепленной в вакууме слюды [2], геометрическая форма рефлексов была связана с кристаллографией поверхности. Измерения угловой ширины рефлексов в зависимости от величины нагрузки и ускоряющего напряжения проводились для случая, когда электронный пучок попадал в область одного домена, т.е. ситуации, когда под нагрузкой рефлекс уширялся в одном направлении.

На рис. 2 представлена зависимость углового уширения $\Delta\nu$ рефлекса (20) от величины нагрузки. Видно, что уширение возникает начиная

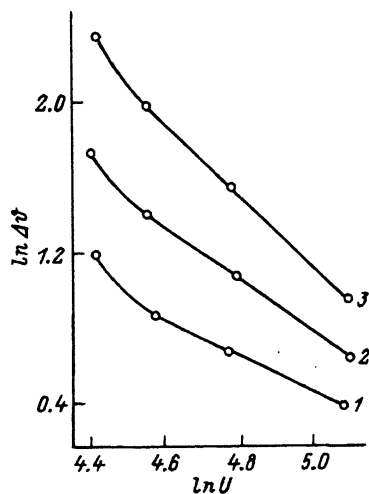


Рис. 3. Энергетическая зависимость угловой ширины рефлекса (22) при разных нагрузках. $\sigma \cdot 10^{-8} \text{ Па}$: 1 — 0, 2 — 8, 3 — 9.

с определенных значений нагрузки. Дальнейшее ее увеличение приводит к быстрому расплыванию рефлексов. При разгрузке величина $\Delta\vartheta$ уменьшается, наблюдается гистерезис обратного хода зависимости $\Delta\vartheta(\sigma)$.

Зависимость угловой ширины рефлексов $\Delta\vartheta$ от ускоряющей разности потенциалов U в двойном логарифмическом масштабе представлена на рис. 3. Видно, что эта зависимость достаточно хорошо может быть выражена в виде $\Delta\vartheta \sim U^{-n}$ в диапазоне напряжений 100-160 В. Для ненагруженной поверхности величина n лежит между 0.5 и 1 и увеличивается с ростом нагрузки.

Во многих экспериментах по нагружению кристаллов-диэлектриков на воздухе наблюдалось изменение величины поверхностного заряда с течением времени с характерным временем релаксации порядка 10^3 С. Поиск кинетики трансформации картин ДМЭ от времени показал, что выдержка образцов слюды при постоянной нагрузке вплоть до времен 10^5 С на разных стадиях нагружения не привела к изменению углового положения рефлексов и их ширины.

Поскольку электрометрические измерения показали, что на поверхности свежесколотой на воздухе слюды образуется мозаичная структура с характерными размерами в 1 мм [3], а исследования вакуумных сколов слюды дали аналогичные результаты, рассмотрим влияние электрических полей на параметры картин ДМЭ. Влияние продольного электрического поля на угловое положение дифракционных максимумов промоделируем на примере заряженного диска радиусом r и поверхностной плотностью заряда σ , расположенного на поверхности образца (рис. 4, а). Действие электрического поля сводится к двум эффектам: ускорению первичного электронного пучка и, следовательно, изменению длины волны электрона в кристалле, а также к отклонению электронного пучка, рассеянного под углом ϑ , от начального направления. Эти эффекты приводят к отклонению дифрагировавшего пучка в разные стороны, и при перпендикулярном падении первичного пучка на поверхность кристалла результирующее отклонение определяется соотношением

$$\Delta\vartheta = \text{tg } \vartheta / \left(\text{tg}^2 \vartheta + \frac{4U\varepsilon_0}{\sigma r} \right) - \sigma r \text{tg } \vartheta / 4U\varepsilon_0.$$

Дополнительная разность потенциалов φ , создаваемая заряженным диском, равна $\int E_z dz = \sigma r / 2\varepsilon_0$. Для создания дополнительной разности потенциалов, равной по величине ускоряющей (100 В) при $r =$

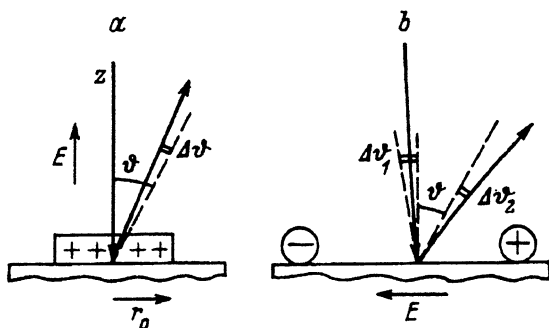


Рис. 4. Влияние продольного и поперечного электрических полей на угловое положение рефлексов.

а — поле диска, б — поле диполя.

$= 1 \text{ nm}$, достаточно поверхностной плотности заряда $\sigma = 2 \cdot 10^{-6} \text{ C/m}^2$. Это соответствует 10^{-6} от монослоя центров на поверхности с зарядом, равным заряду одного электрона. Если $\varphi \ll U$, то $\Delta\vartheta \rightarrow 0$. Таким образом, основное влияние продольного электрического поля сводится к изменению интенсивности рефлексов из-за изменения λ_{el} в кристалле, тогда как угловое положение рефлексов может измениться незначительно.

Влияние поперечного электрического поля на картины ДМЭ промоделируем, рассматривая движение электронного пучка в поле диполя (рис. 4, е). Поперечное поле приводит к изменению угла падения первичного пучка на поверхность кристалла на величину $\Delta\vartheta_1$

$$\text{tg } \Delta\vartheta_1 = q/4\pi\epsilon_0 U d.$$

Изменение угла рассеяния $\Delta\vartheta_2$ для дифрагировавшего пучка можно найти из

$$\text{tg } \Delta\vartheta_2 = (4\pi\epsilon_0 U d / q + \text{tg } \vartheta)^{-1}.$$

При малых величинах $\Delta\vartheta_1$ и $\Delta\vartheta_2$ по сравнению с ϑ общее угловое смещение дифракционных максимумов приблизительно одинаково для всех рефлексов. Для данного поля диполя величина углового отклонения изменяется с ускоряющей разностью потенциалов U как $\Delta\vartheta \sim U^{-1}$, что достаточно хорошо согласуется с результатами (рис. 3). Отметим также, что в вышеупомянутой работе [3] по исследованию электризации сколов слюды отмечается, что каждая из расщепляемых поверхностей в целом остается электронейтральной, т.е. электрические поля, возникающие при расщеплении слюды, имеют дипольное происхождение.

Отсутствие временных зависимостей при приложении постоянной нагрузки, обратимость дифракционных картин в циклах «нагрузка-разгрузка» позволяют предположить, что процесс деструкции поверхности при нагружении не связан с массопереносом. Литературные данные, касающиеся электризации слюды при расщеплении как на воздухе [3], так и в вакууме [2], свидетельствуют о возникновении электрических полей, параллельных поверхности. Зависимость $\Delta\vartheta$ от U , совпадение размеров областей мозаичности, возникающих при механическом воздействии, с данными упомянутых работ позволяют предположить, что на поверхности слюды при двухосном растяжении происходит образование электрических диполей, тесно связанных с кристаллографией поверхности.

Кристаллы слюды имеют ярко выраженную слоистую структуру, в основе которой лежат гексагональные сетки кремний-кислородных тетраэдров. Реальная структура кристаллов мусковита является сильно искаженной [4]. Расщепление слюды происходит по сетке ионов калия, так что на каждой из свежесформированных поверхностей находится по половине слоя калия. Поскольку на картинах ДМЭ от сколов слюды не обнаружено сверхструктурных рефлексов, то считается, что ионы калия расположены неупорядоченно по поверхности. Исходя из симметрии строения мусковита, можно предположить, что на поверхности слюды имеются три полярных направления, расположенных под углами 120° относительно друг друга. Эти направления могут быть образованы совокупностью деформированной сетки кремний-кислородных тетраэдров, ионами алюминия, заменяющими ионы кремния, и ионами

калия, которые имеют большую степень свободы на поверхности. Форма рефлексов определяется числом и дипольными моментами доменов различной ориентации, охватываемых электронным пучком.

Оценка величины электрических полей, соответствующих наблюдаемым угловым уширениям рефлексов, показывает, что необходимые для этого случая смещения ионных подрешеток составляют величину, меньшую 10^{-4} от межатомного расстояния, т.е. лежат за пределами чувствительности метода ДМЭ. Таким образом, малые смещения в ионных подрешетках кристаллов слюды при двухосном растяжении проявляются на картинах ДМЭ через электрические поля, возникающие в процессе деформации кристаллов. Более детальные сведения об этих процессах можно получить путем модельных расчетов.

Список литературы

- [1] Корсуков В.Е., Князев С.А. Лукьяненко А.С., Назаров Р.Р., Патриевский П.В., Шарматов М. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 8. С. 2380–2386.
- [2] Muller K., Chang C.C. // Surf. Sci. 1969. V. 14. N 1. P. 39–51.
- [3] Дерягин Б.В., Мецик М.С. // ФТТ. 1959. Т. 1. № 5. С. 1521–1528.
- [4] Radoslovich E.W. // Acta Crys. 1960. V. 13. P. 919–932.

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию
15 ноября 1993 г.