

УДК 539.2;539.16.04

©1995

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ НАГРУЖЕННЫХ ОБРАЗЦОВ МЕДИ ПРИ ПОМОЩИ РАСТРОВОГО ТУННЕЛЬНОГО ПРОФИЛОМЕТРА

В.И.Веттегрень, С.Ш.Рахимов, В.Н.Светлов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
(Поступила в Редакцию 12 апреля 1994 г.)

При помощи туннельного профилометра проведены исследования изменений профиля поверхности Cu, Pd, Mo, W и Au под нагрузкой. Подробно рассмотрены методические особенности исследований нагруженных образцов металлов при помощи профилометра в атмосфере воздуха и азота. Обнаружено, что после нагружения на поверхности исследованных металлов появляются дефекты, имеющие вид ямок нанометрового размера.

В последние годы было установлено, что поверхность твердых тел играет особую роль в механизме их деформации и разрушения под нагрузкой. Оказалось, что скорость накопления первичных очагов разрушения (зародышевых трещин в поверхностных слоях металлов и полимеров) на 1–3 порядка больше, чем в объеме образцов [1,2]. Кроме того, концентрация дислокаций и величина поворота фрагментов в поверхностных слоях металлов имеют большие значения, чем во внутренних областях тела [3,4]. Эти факты стимулировали интерес к изучению эволюции поверхности нагруженных твердых тел.

В данной работе для изучения изменения рельефа поверхности нагруженного образца меди используется метод сканирующей туннельной микроскопии. Как известно [5], сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) был построен Г. Рорером и Г. Биннигом в 1982 г. для изучения электронной топографии поверхности твердых тел в пространственном масштабе, сравнимом с размерами атомов. До последнего времени техника СТМ в основном развивалась для анализа топографии поверхности ювенильно чистых образцов в высоком вакууме или в среде с контролируемым набором примесей в масштабе, близком к размеру атомов [6].

По-видимому, впервые для изучения трансформации профиля поверхности нагруженного металла в условиях атмосферы воздуха этот метод был использован в [7–9]. Авторы этих работ обнаружили, что перед разрушением аморфного сплава $Fe_{70}Cz_{15}V_{15}$ на его поверхности образуются дефекты, имеющие вид трещин, ширина и глубина которых составляет $\approx 10^3$ нм. Настоящая работа продолжает эти исследования.

Перед нами стояла задача провести систематическое изучение эволюции профиля поверхности различных металлов в различные моменты времени, начиная от момента приложения нагрузки и кончая разрушением. Для этого был использован растровый туннельный профилометр РТП-1, разработанный в НИИ физики ЛГУ [10] и изготовленный производственным кооперативом «Эра». Этот прибор позволяет получить трехмерные топографические изображения поверхности на воздухе площадью с линейными размерами до $7.5 \times 7.5 \mu\text{m}$ с нанометровым разрешением.

Стоявшая перед нами задача обусловила высокие требования к стабильности работы пьезоэлементов и иглы в течение 30–40 суток. Необходимость проведения измерений в течение столь длительного времени обусловлена двумя обстоятельствами.

1. Нас интересовали дефекты, линейные размеры которых близки к размерам зародышевых трещин ($\approx 0.1 \mu\text{m}$) и больше их. Поэтому линейные размеры регистрирующей площадки составили 1×1 , 3×3 и $10 \times 10 \mu\text{m}$.

2. Из-за ползучести под нагрузкой исследуемая поверхность постепенно смещается относительно иглы профилометра. Чтобы получить качественное изображение, необходимо, чтобы абсолютная смещения за время записи была по крайней мере в 10–100 раз меньше линейных размеров изучаемой площадки, т.е. не должна превышать нескольких сотых микрона.

К сожалению, последнее требование не удалось удовлетворить непосредственно после нагружения образца и перед его разрушением, когда скорость ползучести повышена [11]. Поэтому рассматриваемые далее результаты относятся ко второму квазистационарному участку кривой ползучести. Как известно [12,13], скорость ползучести обратно пропорциональна времени до разрушения. Поэтому низкая скорость ползучести и обусловила длительность проведения опытов.

Однако длительность времени циклически повторяющегося процесса записи исследуемой площадки, как оказалось, вызывает разрушение стандартной конструкции из жестко склеенных пьезоэлементов вследствие явления циклической усталости. Поэтому была разработана новая конструкция манипулятора точного перемещения острия, в которой пьезодвигатели по координатам X и Y были развязаны, но обеспечивалась необходимая для точной работы жесткость устройства.

Схематически эта конструкция показана на рис. 1. Основание 1 пьезодвигателя 2 по вертикали (координата z) крепилась к кольцу 3 из дюраля при помощи конических винтов. В свою очередь кольцо 3 с помощью рычажного подвеса, который обеспечивает свободу качания по направлениям X и Y пьезодвигателя с укреплением на его конце острием 8, крепилось к кронштейнам 4 коническими винтами. Пластины 5, 6 пьезодвигателя по координатам X и Y с одной стороны фиксировались упорами 7, закрепленными регулировочными винтами, а с другой стороны — плотно прижимались к основанию пластины пьезодвигателя по координате z при помощи специально подобранных жестких пружин. Такая конструкция позволила развязать двигатели по координатам X и Y и, как показал опыт эксплуатации в течение непрерывной работы более одного года, не приводит к их разрушению.

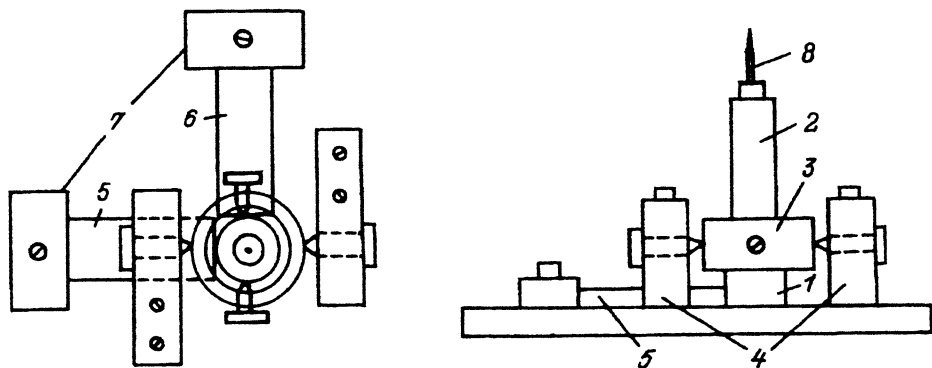


Рис. 1. Манипулятор точного перемещения измерительного острия.

1 — основание пьезодвигателя по координате z , 2 — пьезодвигатель по координате z , 3 — кольцо из дюрала, 4 — кронштейны, 5 — пьезодвигатель по координате X , 6 — пьезодвигатель по координате Y , 7 — упоры, 8 — измерительное острие.

Рычажный подвес с соотношением плеч 1:4 позволил увеличить линейные размеры исследуемой площадки поверхности до $10 \times 10 \mu\text{m}$ при максимальной деформации пьезоэлементов X и $Y \approx 3 \mu\text{m}$.

Для контроля разрешения и стабильности работы прибора использовали дифракционную решетку на арсениде галлия, на поверхность которой был напылен слой золота. Расстояние между штрихами решетки составляло $0.8 \mu\text{m}$, а глубина штрихов — $0.3 \mu\text{m}$.

В процессе измерений в течение длительного времени потребовалось многократно подводить иглу к исследуемой поверхности и отводить от нее. При этом из-за люфтов в манипуляторе грубого перемещения игла попадает в различные участки поверхности. Чтобы определить величину смещения площадки, на решетке был найден дефект, и по величине его смещения при повторных сканированиях судили о смещении площадки. Оказалось, что в нашей конструкции смещение по координатам X и Y не превышает $\pm 0.5 \mu\text{m}$ после нескольких десятков операций подвода и отвода иглы.

На первом этапе исследований был произведен отбор металлов, наиболее удобных для изучения эволюции неровностей поверхности под нагрузкой. С этой целью были выполнены предварительные исследования поверхности нагруженных образцов золота, палладия, меди, вольфрама, молибдена. Для сравнения анализировали также поверхность углерода.

Образцы металлов предварительно прокатывались, полировались до зеркального блеска при помощи пасты ГОИ, а затем промывались спиртом.

Химическое строение поверхности изучалось при помощи спектроскопии. Было найдено, что поверхности золота и углерода (графиты) практически не содержат примесей. Небольшое количество углерода (монослой) существует на поверхности палладия. На поверхности меди, вольфрама и молибдена после полировки и промывки образуются пленки толщиной $\approx 5 \text{ nm}$, содержащие атомы кислорода и углерода (рис. 2).

Использование дифракционной решетки в качестве тест-образца позволило установить, что при сканировании поверхностей палладия, ме-

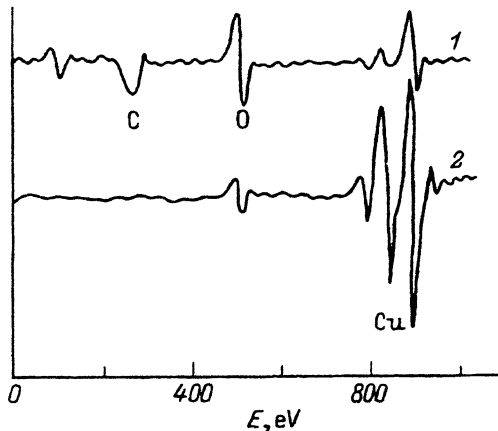


Рис. 2. Оже-спектр поверхности меди.

1 — после полировки, 2 — после травления бомбардировкой ионами аргона слоя толщиной 5 нм.

ди, вольфрама и молибдена разрешение по глубине (координате z) со временем уменьшается (рис. 3). Это явление обусловлено диффузией примесей с поверхности образца на иглу. При этом на ее поверхности образуется много точек, способных проводить туннельный ток и участвующих в проводимости вместе с измерительным «усом». Скорость, с которой уменьшается разрешение, зависит от металла, знака и величины заряда образца по отношению к игле. Так, при потенциале поверхности вольфрама +30 мВ после 10 минут сканирования разрешение по z уменьшается в 10–15 раз. В то же время при потенциале поверхности меди +41 мВ после 20 минут сканирования разрешение уменьшается в два раза.

Чтобы подавить это явление, образец вместе с нагрузочным устройством накрывали колпаком из полиуретана, через который продували сухой азот. В этих условиях разрешение по z уменьшалось только в два раза после сканирования в течение 15 суток.

Пленка примесей на поверхности иглы непрочна: достаточно однократного опускания иглы в электролит, чтобы ее разрешение восстановилось полностью.

Интересно, что теряется разрешение по глубине только для тех дефектов, размер которых по осям X и $Y \approx 1 \mu\text{m}$ и близок к радиусу закругления иглы. Более мелкие и крупные дефекты $\leq 1 \mu\text{m}$ регистрируются без заметных искажений.

Из-за уменьшения по z необходимо перед каждым опытом заново менять (или очищать от примесей) иглу. С этой целью на пьезодвигатель по z был установлен новый держатель иглы диаметром 0.5 мм и разработана технология изготовления иглы из проволоки любого диаметра. Диаметр заготовки длиной ≈ 10 мм уменьшается с одного конца травлением в электролите до величины, равной диаметру крепежного отверстия. Затем на другой конец заготовки надевается кембрик (трубки из поливинилхлорида), и она опускается в электролит на глубину, при которой расстояние от поверхности электролита до кембрика составляет ≈ 2 мм. Травление производится в течение 10–15 минут при токе 0.4 А, затем ток уменьшается до 30 мА подключением сопротивления 100 Ω . Момент отрыва кусочка заготовки с надетым на нее кембриком определяется визуально. При этом одновременно выключается ток для сохранения качества получившегося острия [14].

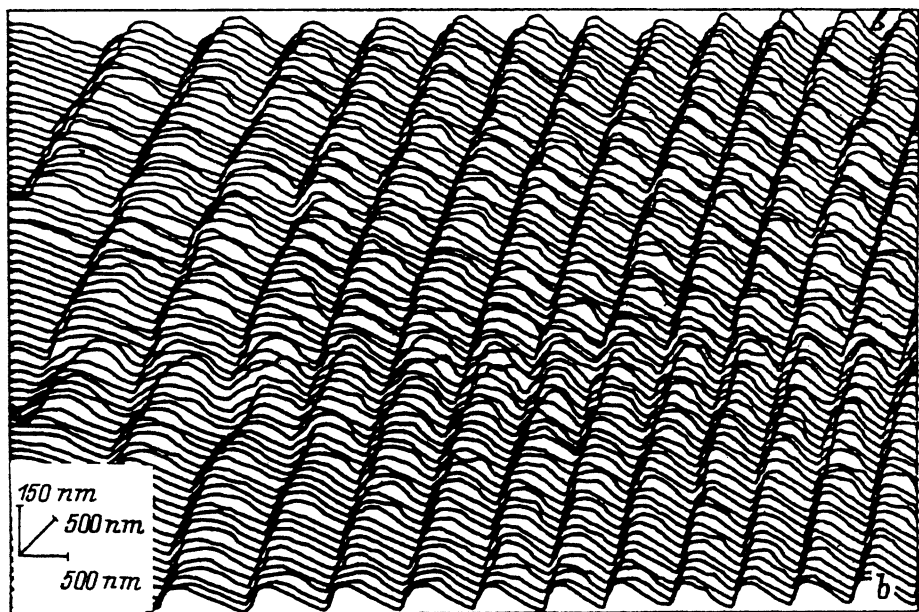
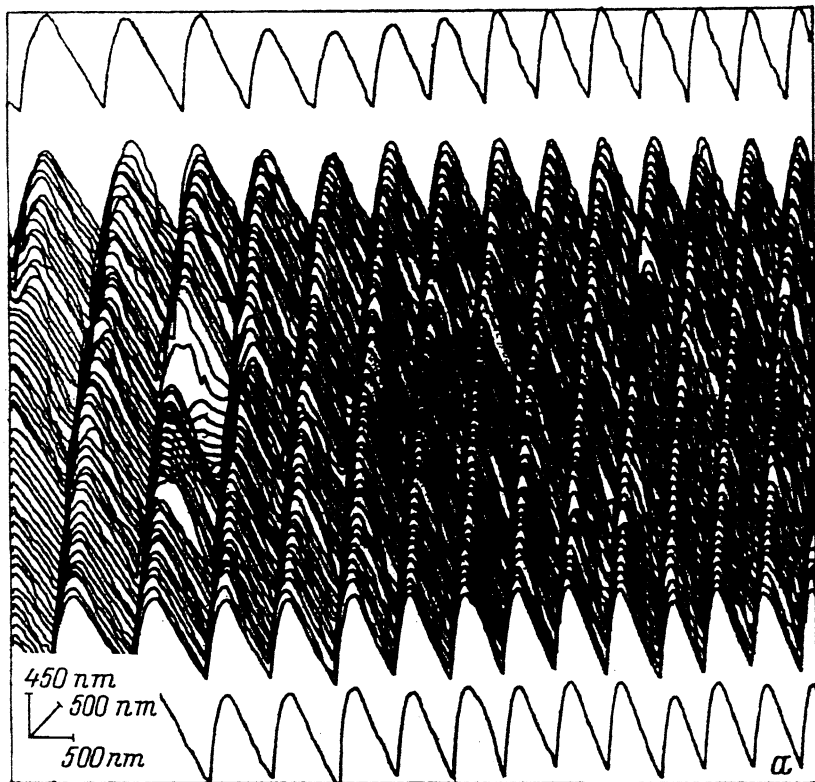


Рис. 3. Профиль поверхности дифракционной решетки.
a — до сканирования поверхности образца, *b* — после сканирования в течение 80 часов.

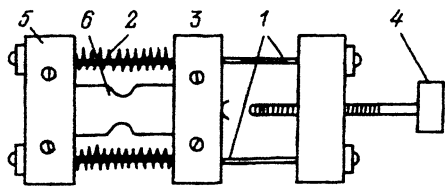


Рис. 4. Устройство для нагружения образцов.

Качество острия контролируется оптическим микроскопом (с увеличением $600\times$), а также профилограммами дифракционной решетки.

Для нагружения образцов использовали устройство, схематически изображенное на рис. 4. На стержнях 1 неподвижной рамки установлены пружины 2, которые через подвижную пластину 3 при помощи винта 4 сжимаются до требуемого усилия. Затем к основанию 5 рамки и к подвижной пластине 3 крепится при помощи зажимов образец 6.

Для локализации области разрушения на краях образца шириной 6 мм вырубались при помощи специальных ножей выемки радиусом 1.5 мм.

Чтобы попасть измерительным острием в область максимальных напряжений, использовался микроскоп, в оптической схеме которого располагается прозрачная пластина с перекрестием. Острие с помощью ручного манипулятора устанавливается на высоте, соответствующей будущему расположению поверхности образца. Перекрестие наводится на острие. Затем острие опускается, и на столик туннельного профилометра устанавливается нагружательное устройство с образцом так, чтобы изображение перекрестия оказывалось в области наименьшего сечения образца. Затем нагружательное устройство жестко фиксируется на столике при помощи специальных зажимов.

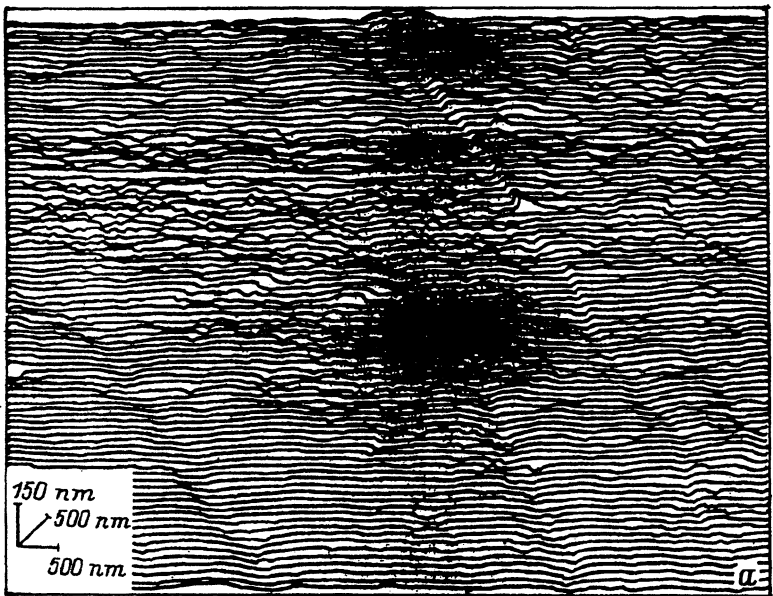


Рис. 5. Профилограмма поверхности меди до нагружения (а) и под нагрузкой 400 МПа в различные моменты времени (b-e).

$t(h)$: b — 0.5, c — 24, d — 50, e — 80. Долговечность образца составила 82 h.

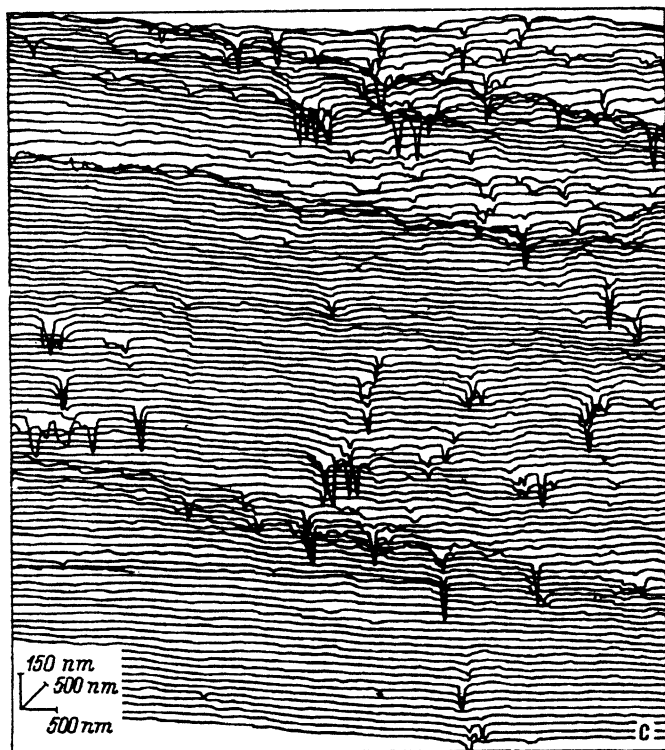
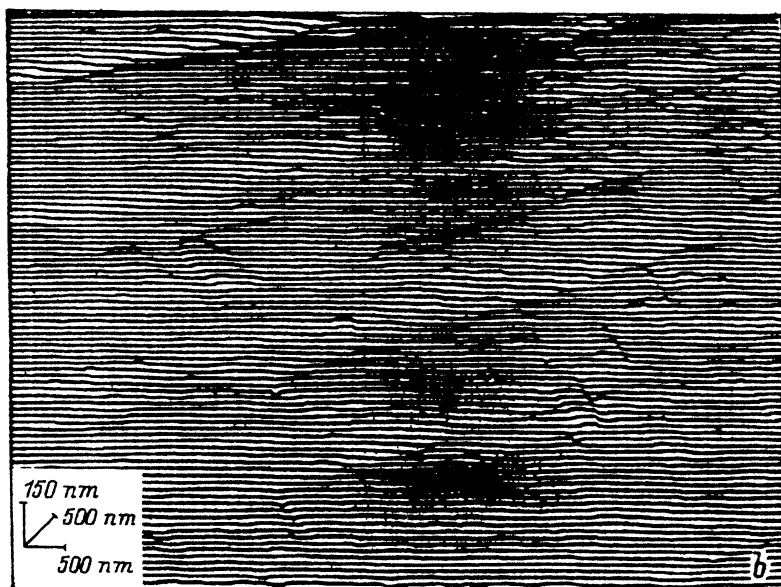


Рис. 5 (продолжение).

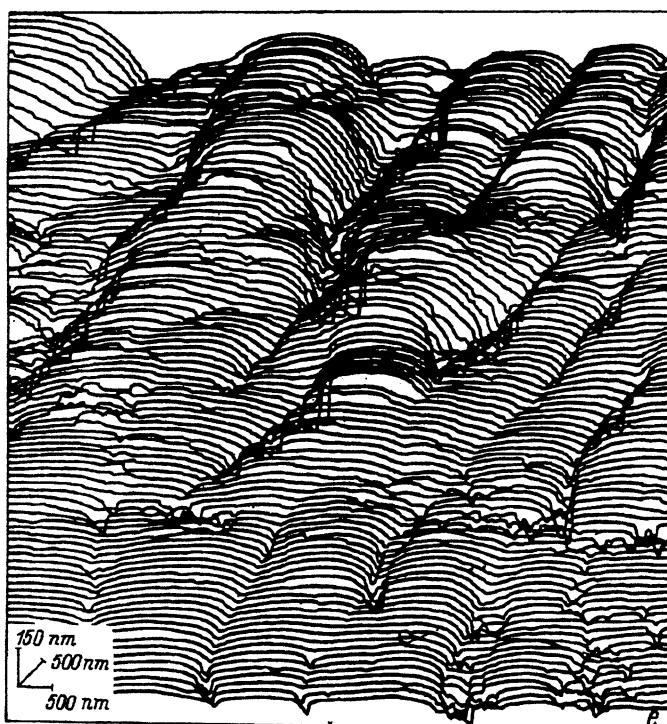
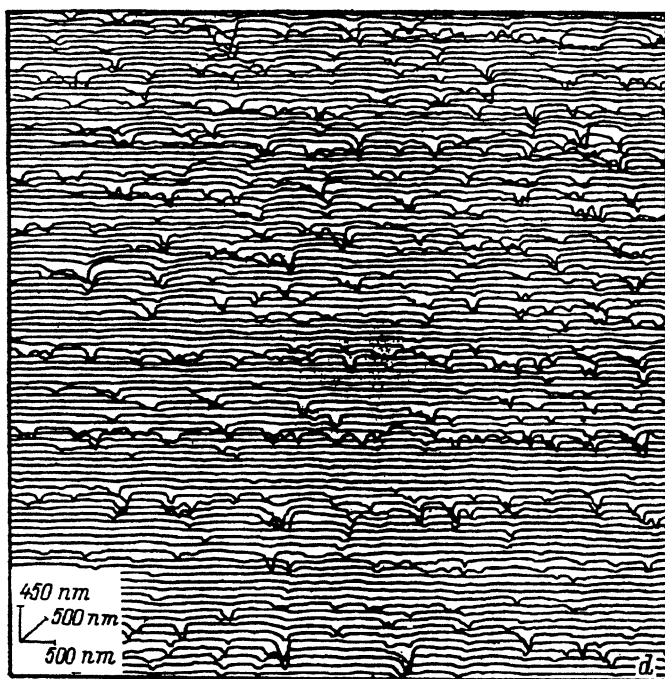


Рис. 5 (продолжение).

На рис. 5 показана профилограмма поверхности меди до нагружения и через 0.5 часа после нагружения. Видно, что после нагружения поверхность стала менее шероховатой, т.е. часть дефектов с линейными размерами 300 нм по осям X и Y исчезла. Однако с течением времени на поверхности появились мелкие дефекты, размер которых по осям X и Y составляет 80 нм, а глубина — 60 нм. По мере накопления таких дефектов из них формируются кластеры и более крупные дефекты, размер которых по осям X и Y составляет 200–600 нм, а по оси z — 100–300 нм. Размеры крупных дефектов со временем растут и перед разрывом образца (началом третьей ускоренной стадии ползучести) наблюдались дефекты типа валов, ширина и глубина которых достигает микрометра. Обнаруженные изменения необратимы: при нагрузке образца дефекты не исчезают. Напротив, в ряде случаев образуются даже более крупные.

Природа дефектов, образующихся на поверхности, в настоящее время не ясна, полученные результаты показывают, что они присущи не только меди. Так, мелкомасштабные дефекты с линейными размерами ≈ 10 нм были обнаружены на поверхности образцов вольфрама, палладия и молибдена. Предварительные опыты показали, что, как и для меди, с течением времени на поверхности нагруженных образцов этих металлов образуются более крупные дефекты с размерами до микрометра. По-видимому, явления образования таких дефектов на поверхности нагруженных металлов широко распространены.

Таким образом, результаты данной работы показывают, что метод растровой туннельной профилометрии открывает широкие возможности для изучения микромеханики деформации и разрушения проводящих твердых тел.

Список литературы

- [1] Тамуж В.П., Куксенко В.С. Микромеханика разрушения полимерных материалов. Рига (1978), 294 с.
- [2] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М. (1990), 376 с.
- [3] Алексин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. М. (1983), 280 с.
- [4] Бетехтин В.И., Иванов С.А., Мальчуженко К.В. ФТТ, **20**, 5, 3575 (1978).
- [5] Binning G., Rohrer H., Gerber Ch., Weibel E. Appl. Phys. Lett. 1982, **40**, 178 (1982).
- [6] LEC van de Leemput, van Kempen H. Rep. Prog. Phys. **55**, 1165 (1992).
- [7] Журков С.Н., Корсуков В.Е., Лукьяненко А.С., Обидов Б.А., Светлов В.Н., Смирнов А.П. Письма в ЖЭТФ. **51**, 6, 324 (1990).
- [8] Корсуков В.Е., Лукьяненко А.С., Обидов Б.А., Светлов В.Н. Письма в ЖЭТФ **57**, 6, 343 (1993).
- [9] Корсуков В.Е., Лукьяненко А.С., Обидов Б.А., Светлов В.Н. Письма в ЖЭТФ **55**, 10, 595 (1992).
- [10] Адамчук В.К. ПТЭ **5**, 4, 182 (1989).
- [11] Салли А. Ползучесть металлов и жаропрочные сплавы. М. (1953), 290 с.
- [12] Регель В.Р., Слуцкер А.И., Томашевский Э.Е. Кинетическая природа прочности твердых тел. М. (1974), 560 с.
- [13] Петров В.А., Башкарев А.Я., Веттегрень В.И. Физические основы прогнозирования долговечности конструкционных материалов. СПб (1993), 475 с.
- [14] Ibe J.P., Beg P.P., Braridow S.L., Brizzolara R.A., Burnham N.A., DiLella D.P., Lee K.P., Marrion R.K., Colton J.J. Vac. Technol. **8**, 3570 (1990).