

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ СУБМИКРОДЕФЕКТОВ НА ПОВЕРХНОСТИ НАГРУЖЕННОГО ЗОЛОТА ПРИ ПОМОЩИ ТУННЕЛЬНОГО ПРОФИЛОМЕТРА

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

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия
(Поступила в Редакцию 4 июля 1994 г.)
В окончательной редакции 1 сентября 1995 г.)

Обнаружено, что на поверхности полированных образцов золота под нагрузкой образуются дефекты, имеющие вид пирамидальных ямок. Самый «мелкий» из них имеет глубину ≈ 22 , ширину ≈ 60 и длину ≈ 100 нм. Более крупные дефекты образуются путем сложения «мелких».

В работе [1] при помощи сканирующего туннельного профилометра было обнаружено, что на полированной поверхности ряда металлов (Au, Mo, Pd, Cu, W) под грузом образуются субмикроскопические дефекты, имеющие форму пирамидальных ямок и линейные размеры от нескольких десятков нм до μm . Такие же дефекты были обнаружены в [2] на поверхности нагруженной меди при помощи интерференционной микроскопии. Исследование их эволюции на поверхности нагруженных образцов меди и молибдена было проведено в работах [2-4]. Обнаружено, что процесс изменения линейных размеров таких дефектов имеет скачкообразный вид: в течение длительного времени их размеры приблизительно постоянны, а затем быстро изменяются в несколько раз.

Как показали измерения при помощи оже-спектроскопии, поверхность меди и молибдена в атмосфере воздуха всегда покрыта слоем окисла, средняя толщина которого составляла ≈ 2 нм. Могут возникнуть сомнения относительно того, может ли наличие слоя окисла повлиять на результаты исследований. Предварительные измерения атомного состава поверхности «чистого» (99.99%) золота показали, что в пределах чувствительности оже-спектроскопии не удастся обнаружить наличие посторонних веществ. Эти результаты стимулировали исследование эволюции профиля поверхности образцов золота под нагрузкой.

1. Методика эксперимента

Для изучения поверхности использовали растровый туннельный профилометр РТП-1, разработанный в НИИ физики СПб ГУ и изготовленный производственным кооперативом «Эра» [5].

Для обеспечения стабильности непрерывной работы профилометра в течение длительного времени (до 50 суток) была разработана новая конструкция манипулятора точного перемещения острия (см. подробно в [1]).

Измерительные острия изготавливались из вольфрамовой проволоки диаметром ≈ 0.6 мм путем электрохимического травления в растворе NaOH [1], их качество контролировалось при помощи оптического микроскопа. Контроль разрешения профилометра осуществлялся при помощи дифракционной решетки на арсениде галлия, на поверхность которой нанесен тонкий слой золота [1].

Исследуемые полоски золота (99.99%) прокатывались между валами до получения образца, толщина которого составляла ≈ 30 мкм.

В использованной нами конструкции профилометра измерительное острие способно перемещаться в направлении, перпендикулярном изучаемой поверхности, не более чем на 1 мкм. Чтобы удалить микронеровности, превышающие 1 мкм, перед измерением полоски полировались при помощи пасты ГОИ до зеркального блеска.

Для удаления остатков пасты после полировки и очистки образца от примесей поверхность тщательно промывали в ацетоне и спирте.

Чтобы локализовать место разрушения, на краях полосок шириной 6 мм при помощи специальных ножей делали полукруглые вырезы, радиус которых составлял ≈ 1.5 мм. Длина рабочей части образца ≈ 12 мм.

Химическое строение поверхности образцов до и после измерения контролировалось при помощи оже-спектроскопии на спектрометре LH-10. Оказалось, что в пределах погрешности этого метода не удается обнаружить присутствие на поверхности посторонних атомов.

Нагружение образцов производили при помощи пружинного устройства, описанного в [1].

2. Результаты измерений и их обсуждение

На рис. 1,а показана поверхность образца золота через ≈ 2 h после приложения нагрузки ≈ 350 МПа. Видно, что она не содержит каких-либо неровностей, превышающих ≈ 15 нм.

На рис. 1,б показана топограмма поверхности того же образца через 60 h после нагружения. Видно, что на ней образовались дефекты, имеющие вид ямок. Около половины из них объединяется в кластеры (А), похожие на трещины. Глубина таких дефектов $H \approx 60-70$ нм, длина ≈ 600 нм, а ширина ≈ 200 нм.

Наряду с «трещинами» встречаются одиночные «мелкие» (В) и «крупные» (С) дефекты.

Исследования показали, что одиночный «мелкий» дефект представляет собой пирамиду, вершина которой направлена в глубь образца (рис. 2). Глубина дефекта составляет ≈ 22 , поперечный размер ≈ 60 , а продольный ≈ 100 нм. Одна из стенок дефекта перпендикулярна поверхности и приложенной силе, а противоположная наклонена под углом $\approx 12-15^\circ$ к поверхности. Две другие стенки приблизительно перпендикулярны поверхности.

На топограмме, полученной перед разрывом образца (рис. 1,с), дефекты образуют ряды, глубина которых составляет ≈ 225 нм, длина ≈ 4 мкм, а ширина ≈ 200 нм. Расстояние между рядами ≈ 1 мкм.

Из рис. 1 видно, что с момента образования дефектов до разрушения образца их форма в сечении, параллельном приложенной силе, остается неизменной: одна из его стенок по-прежнему перпендикулярна поверхности и внешней силе, а противоположная составляет с ней

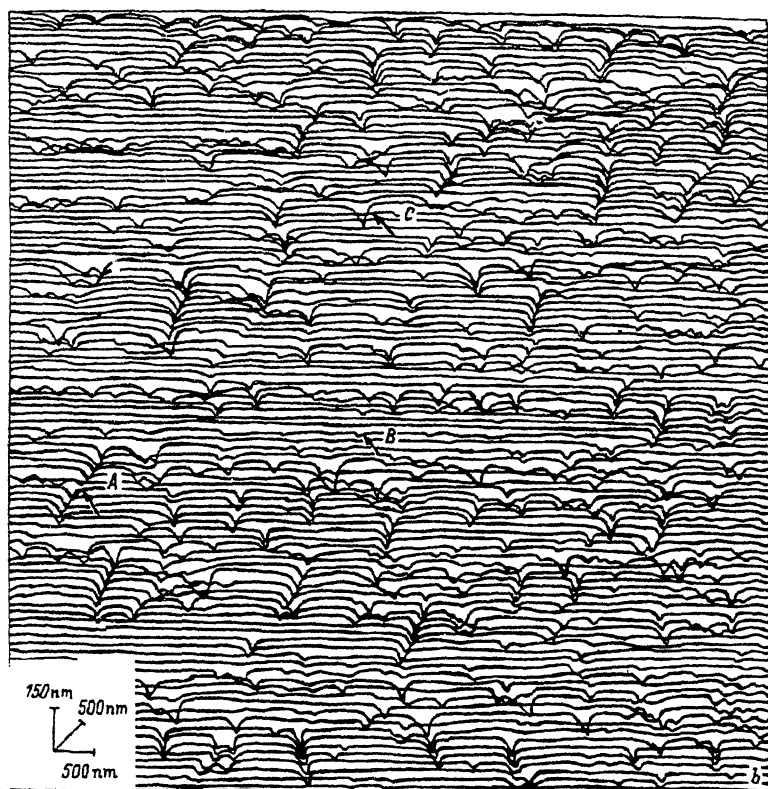
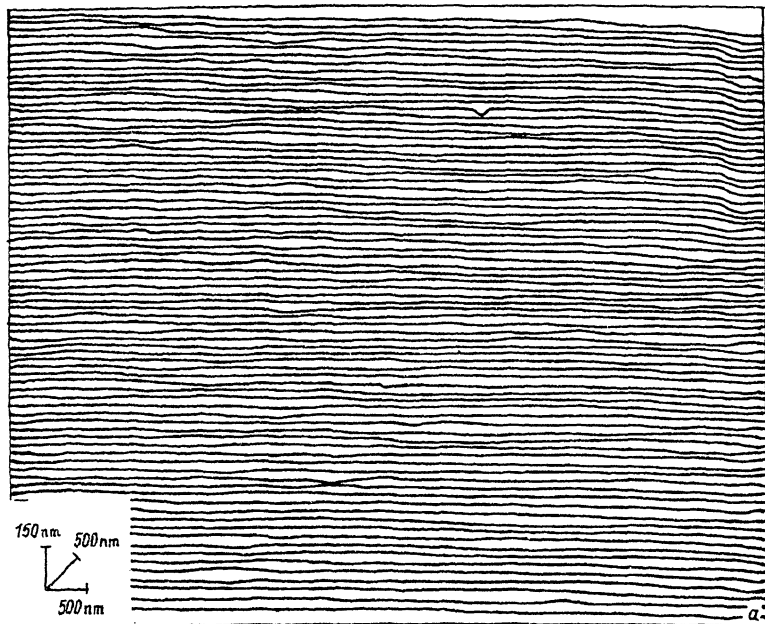


Рис. 1. Топограмма поверхности золота после приложения нагрузки 350 МПа в различные моменты времени.

t (h): а — 2, б — 60, с — 96. Время до разрушения составляет 104 h.

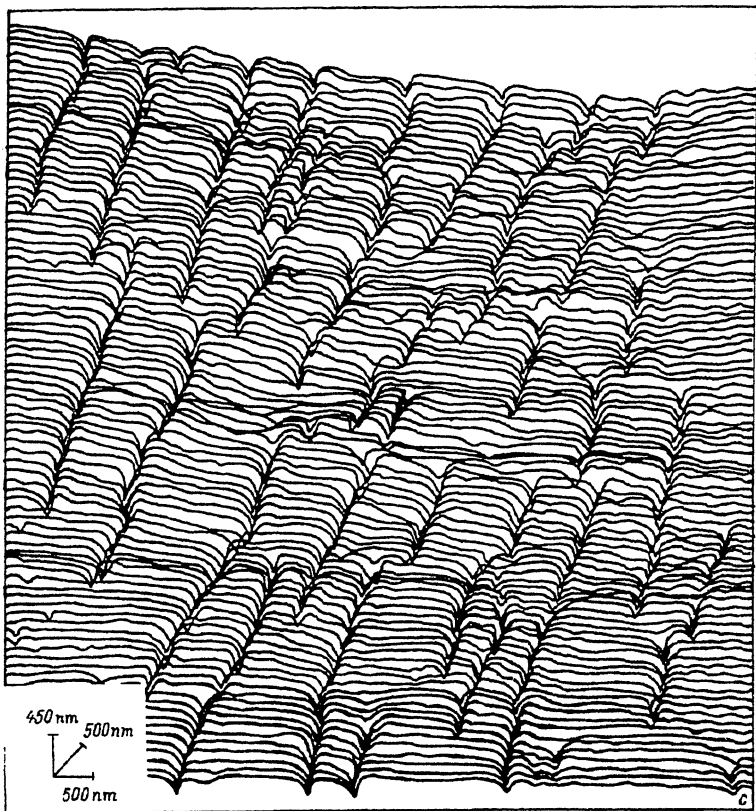


Рис. 1 (продолжение).

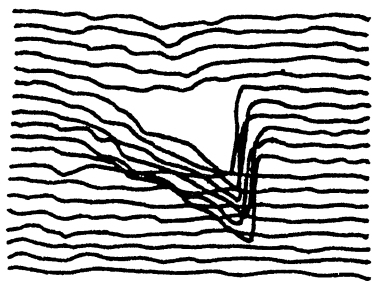


Рис. 2. Фрагмент топограммы с «одиночным дефектом», образовавшимся на поверхности золота под нагрузкой

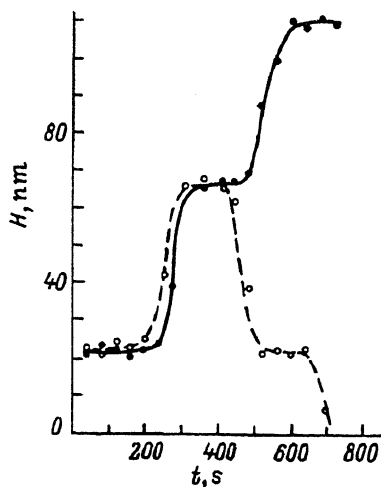


Рис. 3. Зависимость «глубины» H от времени двух произвольно выбранных дефектов на поверхности золота под нагрузкой 350 МПа.

Глубина (H) наиболее устойчивых дефектов, образующихся на поверхности золота под нагрузкой

Размер, nm	Q	Размер, nm	Q
22	1	158	7
41	2	215	10
65	3	245	11
90	4		

острый угол. Две другие стенки всегда приблизительно перпендикулярны поверхности.

Чтобы исследовать эволюцию размеров дефектов, в одном из выбранных сечений, параллельном внешней силе, периодически с интервалом 40 с записывали профиль поверхности нагруженного образца и измеряли глубину одного из дефектов. Примеры полученных зависимостей «глубины» H дефектов от времени показаны на рис. 3. Они имеют вид «скачкообразных» кривых: в течение определенного интервала времени глубина дефекта изменяется слабо, а затем быстро увеличивается или уменьшается на несколько десятков нм.

В таблице приведены значения «глубины» устойчивых дефектов. Оказалось, что они подчиняются эмпирическому соотношению $H \approx 22Q$ (nm), где Q — целое число.

Изложенные результаты позволяют предположить, что дефекты на поверхности нагруженного золота образуются путем сложения «мелких», изображенных на рис. 2. Такое предположение позволяет объяснить неизменность формы дефектов как в сечении, параллельном приложенной силе, так и перпендикулярном ей. В рамках такого объяснения также становятся понятными эмпирическое соотношение между их «глубинами» H (см. таблицу) и скачкообразный вид изменения глубины со временем. Причины, обуславливающие особую роль дефектов глубиной $H \approx 22$ nm и скачкообразный характер изменения размеров дефектов со временем, в настоящее время не ясны и требуют дальнейших исследований.

Таким образом, в данной работе установлено, что на поверхности полированного золота под нагрузкой в первую очередь образуются дефекты, имеющие вид перевернутых пирамид глубиной ≈ 22 , шириной ≈ 60 и длиной ≈ 100 nm. С течением времени путем сложения таких дефектов образуются другие, более крупные, имеющие вид трещин или рядов длиной до $4 \mu\text{m}$.

Отмеченные черты процессов образования, накопления и изменения размеров дефектов ранее были обнаружены при исследовании поверхности полированных нагруженных образцов меди и мелибдена. По-видимому, они имеют общий характер для различных металлов.

Список литературы

- [1] Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 4, 913 (1995).
- [2] Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 12, 3630 (1995).
- [3] Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 12, 3635 (1995).
- [4] Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ. В печати.
- [5] Адамчук В.К. ПТЭ **5**, 4, 182 (1989).