

Исследование эволюции рельефа поверхностей отожженных образцов Cu и Pd под нагрузкой

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

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступила в Редакцию 14 февраля 1997 г.)

При помощи туннельной профилометрии проведены исследования эволюции субмикродфектов на отожженных после полировки поверхностях Cu и Pd под нагрузкой. Обнаружено, что наиболее мелкие дефекты, образующиеся при растяжении образца, имеют вид отпечатка призмы с углом при вершине $\approx 70^\circ$. Их глубина на поверхностях Cu составляет 15 ± 3 nm, а размеры в плоскости поверхности — 50×50 nm. Глубина дефектов на поверхностях Pd составляет ≈ 5 nm, размеры плоскости поверхности — 10×20 nm. Со временем дефекты растут и перед разрушением их глубина достигает $\approx 1 \mu\text{m}$, а размеры вдоль поверхности — нескольких μm . Этот процесс развивается скачкообразно: в течение некоторого интервала времени глубина дефектов приблизительно постоянна, а затем быстро изменяется, вновь стабилизируется, вновь изменяется и т.п. Дефекты, глубина которых меньше 100 nm, распределены равномерно по поверхности образца, а дефекты глубиной ≥ 200 nm сконцентрированы на границах блоков.

В работах [1–5] при помощи сканирующего туннельного профилометра и интерференционного микроскопа было обнаружено, что на полированных поверхностях металлов (Au, Mo, Cu и W) под нагрузкой образуются дефекты, имеющие вид отпечатка призмы, воткнутой одним из углов в поверхность. Глубина наиболее мелких дефектов составляла 10–20 nm, а размеры в плоскости поверхности — 50–80 nm. С течением времени размеры дефектов увеличивались, и перед разрывом образца их глубина достигала $1 \mu\text{m}$, а размеры вдоль поверхности — $10 \mu\text{m}$. Этот процесс имел выраженный ступенчатый характер: глубина дефектов в течение некоторого времени была приблизительно постоянной, затем изменялась, вновь стабилизировалась, вновь изменялась и т.п. Оказалось, что скачки глубины кратны глубине самого мелкого дефекта, а их форма в сечении, параллельном оси растяжения образца, подобна форме такого дефекта. Эти результаты позволили заключить, что механизм образования дефектов любого размера на полированных поверхностях металлов идентичен.

Из литературы [6,7] известно, что в процессе отжига при температурах $\approx 0.5T_m$, где T_m — температура плавления, происходит перекристаллизация металлов, при которой дефекты концентрируются на границах блоков и зерен. Чтобы выяснить, повлияет ли подобная перестройка на форму и закономерности эволюции дефектов, были предприняты исследования образцов Cu и Pd, отожженных после полировки при температурах $\approx 0.5T_m$.

Для изучения профилей поверхностей использовался растровый туннельный профилометр РТП-1, разработанный в НИИ физики Санкт-Петербургского государственного университета и изготовленный производственным кооперативом "Эра" [8]. Образцы Cu (толщиной $60 \mu\text{m}$) и Pd (толщиной $50 \mu\text{m}$) шириной 6 mm и длиной рабочей части 12 mm вырубались вдоль направления прокатки из заводских холоднокатаных лент чистотой 99.96% при помощи фигурных ножей. Чтобы локализовать место разрушения, на краях образцов делались полукруглые

вырезы радиусом 1.5 mm. Поверхность полировалась при помощи пасты ГОИ до зеркального блеска и промывалась в ацетоне и спирте. Отжиг проводился в атмосфере сухого азота при температуре 800 K в течение 1 h для Cu и при 1100 K в течение 15 min для Pd [9]. Химическое строение поверхностей до и после измерений контролировалось при помощи Оже-спектров, которые записывались на спектрометре LH-10. Найдено, что поверхности образцов покрыты слоем окисла, средняя толщина которого составляет $\approx 1.5\text{--}2$ nm. Нагружение производилось при помощи пружинного устройства, описанного в [1].

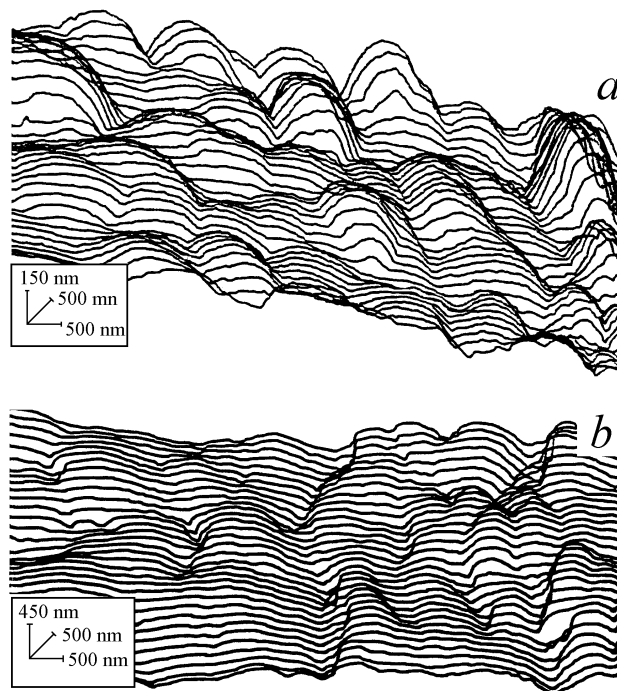


Рис. 1. Фрагменты топограмм отожженных после полировки поверхностей Pd (a) и Cu (b).

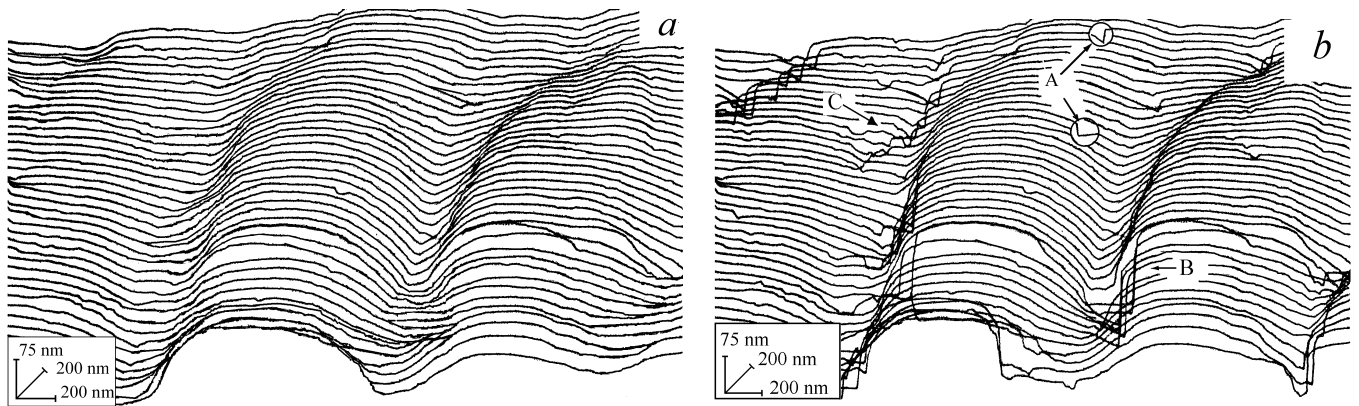


Рис. 2. Фрагменты топограмм поверхностей Cu через 20 min (a) и 21 h (b) после приложения нагрузки 250 МПа. А — одиночные ”мелкие” дефекты (внутри окружностей масштаб по всем осям увеличен в 2 раза), В — одиночный ”крупный” дефект, С — кластер из дефектов.

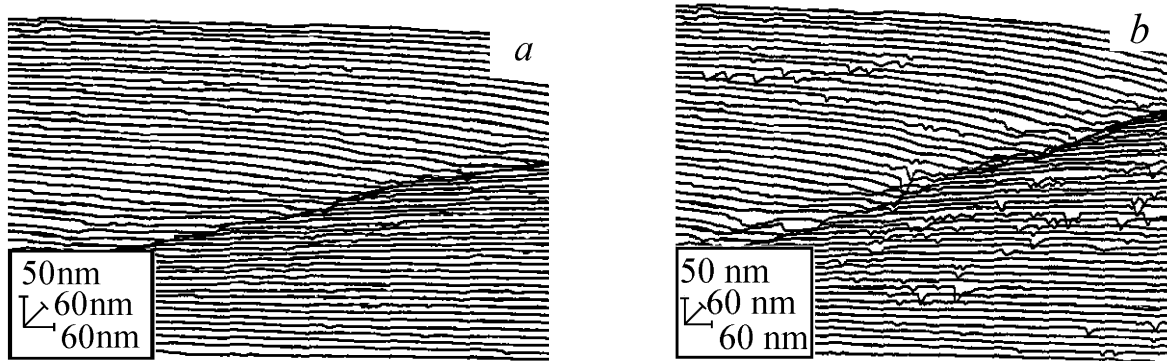


Рис. 3. Фрагменты топограмм поверхностей Pd через 20 min (a) и 4 h (b) после приложения нагрузки 200 МПа.

Первые попытки записать профиль поверхности образцов после отжига оказались неудачными: в профилометре измерительное острие перемещается перпендикулярно изучаемой поверхности не более чем на 1 μm . Между тем после отжига на поверхности появились выступы высотой не менее 1 μm , что приводило к поломке иглы. Чтобы уменьшить высоту выступов, полировка и отжиг повторялись 3–4 раза. После таких операций она уменьшилась до 0.2–0.6 μm .

Фрагменты топограмм с поверхностями Cu и Pd после трехкратной полировки и отжига показаны на рис. 1. Видно, что на поверхности появились куполообразные образования высотой 0.3–0.5 и диаметром 1.5–2 μm . Согласно данным работы [7], размер блоков на поверхностях отожженных образцов Cu составляет $\approx 1\text{--}2 \mu\text{m}$, а зерен $\approx 10 \mu\text{m}$. На этом основании куполообразные образования были ассоциированы с блоками, сформировавшимися при отжиге.

На рис. 2 показаны фрагменты топограмм поверхности Cu через 20 min и 21 h после приложения растягивающего напряжения 250 МПа, а на рис. 3 — Pd через 20 min и 4 h после приложения нагрузки 200 МПа. Видно, что на изучаемых поверхностях появилось большое число

”мелких” и ”крупных” углублений, а также кластеров из них.

Форма наиболее мелких дефектов показана на фрагментах топограмм, приведенных на рис. 4. Видно, что они имеют вид отпечатка призмы, вдавленной в поверхность. Их глубина на поверхности Cu составляет $\approx 15 \pm 3 \text{ nm}$, линейные размеры в плоскости поверхности $\approx 50 \times 50 \text{ nm}$, а угол при вершине — $70 \pm 10^\circ$. Глубина

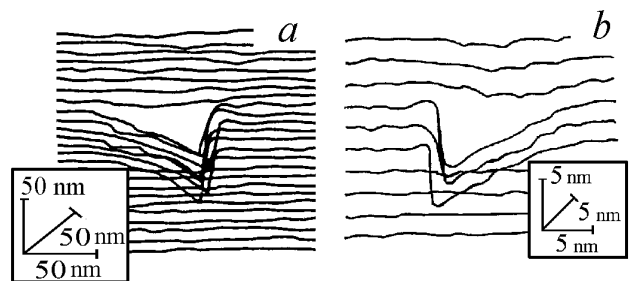


Рис. 4. Фрагменты топограмм поверхностей Cu (a) и Pd (b) с мельчайшими одиночными дефектами.

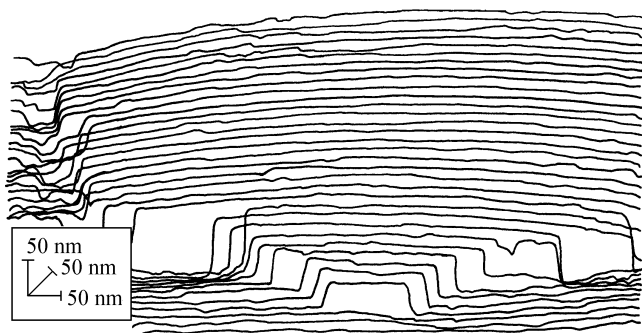


Рис. 5. Фрагмент топограммы поверхности Cu через 73 h после приложения нагрузки 250 МПа.

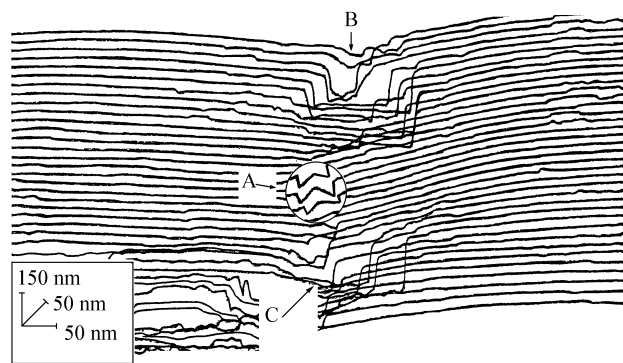


Рис. 6. Фрагмент топограммы поверхности Cu, показывающий, каким образом развиваются дефекты на границе между блоками. А — ”лево”- и ”правосторонний” дефекты (масштаб по всем осям увеличен в 2 раза), В — участок дефектной области, образовавшийся при слиянии ”лево”- и ”правостороннего” дефектов, С — ”левосторонний” крупный дефект.

дефектов на поверхности Pd составляет 5 ± 2 nm, а размеры вдоль поверхности образца $\approx 10 \times 20$ nm. Вершина дефектов закруглена. По-видимому, закругление обусловлено наличием окисного слоя на поверхности образцов, толщина которого составляет ≈ 1.5 nm. Существование закругления и малая глубина дефектов на поверхностях Pd не позволили определить величину угла при их вершине.

”Мелкие” углубления, глубина которых не превышала 100 nm, наблюдались в произвольных областях поверхности образца: на вершинах, склонах блоков и границах между ними (рис. 2, 3). ”Крупные” дефекты, глубина которых превышает 200 nm, также напоминают отпечаток призмы с углом при вершине $\approx 70^\circ$. Их линейные размеры в плоскости поверхности ≥ 200 nm, а глубина ≥ 100 nm. Кластеры представляют собой совокупность слившихся крупных и мелких дефектов, и их форма и размеры изменяются в широких пределах. ”Крупные” дефекты и кластеры из дефектов наблюдались, как правило, только на границах между блоками.

Последовательная, друг за другом, запись топограмм показала, что с течением времени мелкие дефекты на

поверхности блоков рассасываются, а на границах между ними — растут. Перед разрушением образца вершина и склоны блоков оказываются полностью свободными от дефектов, а на границах между ними образуются дефектные области глубиной ≥ 100 nm и размерами в плоскости поверхности порядка нескольких μm (см., например, рис. 5).

Каким образом формируются такие области, можно видеть из фрагмента топограммы поверхности Cu (рис. 6). Сначала рядом друг с другом образуются два ”призмоподобных” дефекта. У одного из них правая стенка приблизительно перпендикулярная поверхности, а у другого — левая. Затем они растут и сливаются, что и приводит к образованию участка дефектной области между куполообразными структурами, показанной на рис. 5.

Как уже отмечалось выше, на полированных поверхностях нагруженных образцов Au, Cu и Mo глубины дефектов со временем изменяются скачкообразно [2–5]. Представляло интерес выяснить, сохранится ли такой характер эволюции дефектов при нагружении отожженных образцов. С этой целью последовательно (с интервалом 40 s) были записаны профили поверхности в одном из выбранных сечений нагруженных образцов Cu и Pd. Для примера на рис. 7 показаны сечения профиля поверхности образца Cu, записанные через 70 h после приложения нагрузки 250 МПа. Видно, что

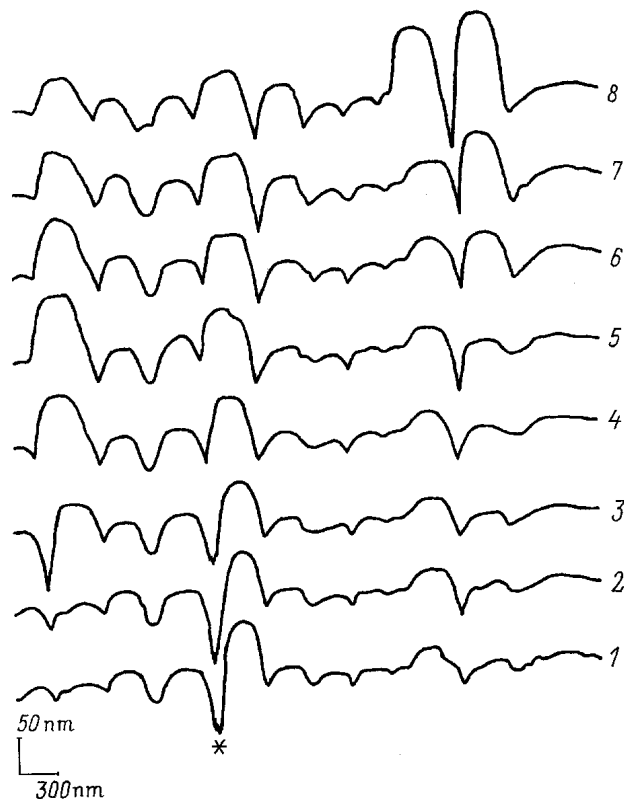


Рис. 7. Сечения профиля поверхности Cu, записанные в различные моменты времени через 70 h после приложения нагрузки 250 МПа. t (s): 1 — 40, 2 — 80, 3 — 200, 4 — 600, 5 — 800, 6 — 1400, 7 — 1600, 8 — 2000.

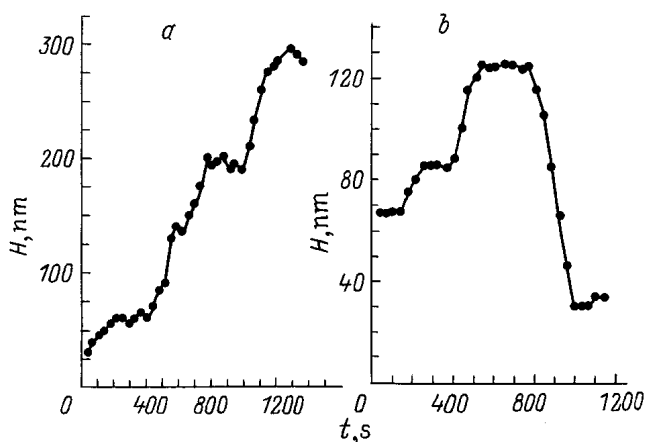


Рис. 8. Зависимость глубины дефектов H от времени на поверхностях Cu (а) и Pd (б) под нагрузкой 250 и 200 МПа соответственно.

глубина одних дефектов растет, а других — уменьшается. Построенные по профилограммам зависимости глубины от времени также имели вид “скачкообразных” кривых (рис. 8).

Из таблицы видно, что скачки глубины дефектов на поверхности Cu кратны 15 nm, а для Pd — 5 nm. Природа подобной скачкообразности и причины, обуславливающие специфическую треугольную форму дефектов, в настоящее время не ясны и требуют дальнейших исследований.

Глубины дефектов (H), образовавшихся на поверхностях отожженных образцов Cu и Pd под нагрузкой

Cu		Pd	
H , nm	$H/15$ nm	H , nm	$H/5$ nm
15	1	5	1
46	3	27	5
58	4	36	7
90	6	67	13
122	8	73	15
135	9	83	17
200	13	115	23
270	18	142	28

Таким образом, на поверхностях отожженных после полировки образцов Cu и Pd под влиянием растягивающего напряжения образуются дефекты, имеющие вид отпечатка призмы, воткнутой в поверхность. Глубина мельчайших дефектов на поверхности Cu составила ≈ 15 nm, а Pd ≈ 5 nm. Линейные размеры дефектов в плоскости поверхности Cu $\approx 50 \times 50$ nm, а Pd $\approx 10 \times 20$ nm. Такие дефекты с одинаковой вероятностью образуются как на вершинах блоков, так и между ними. С течением времени дефекты на поверхности блоков рассасываются, а между ними растут. Глубина дефектов со временем изменяется скачкообразно, величина скачков для Cu кратна 15 nm, а для Pd — 5 nm.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 96-02-16874-а).

Список литературы

- [1] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 4, 913 (1995).
- [2] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, Е.А. Бакулин. ФТТ **37**, 12, 3630 (1995).
- [3] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **37**, 12, 3635 (1995).
- [4] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **38**, 2, 590 (1996).
- [5] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов. ФТТ **38**, 4, 1142 (1996).
- [6] А.П. Гуляев. *Металловедение. Металлургия*, М. (1977). 646 с.
- [7] О.А. Приходько. Автореф. канд. дис. Л. (1991). 15 с.
- [8] В.К. Адамчук, А.В. Ермаков, И.В. Любинецкий, Г.А. Житомирский, А.В. Панич. ПТЭ **5**, 182 (1989).
- [9] В. Эспе. *Технология электровакуумных материалов*. М.—Л. (1962). Т. 1. 631 с.