

05;07;11;12

## Механолюминесценция и субмикрорельеф поверхности меди

© К.Б. Абрамова, В.И. Веттегрень, И.П. Щербаков, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 30 ноября 1998 г.)

Одну из сторон пластинок меди облучали светом импульсного лазера, а другую исследовали при помощи туннельной сканирующей микроскопии. Обнаружено, что после облучения изменяется субмикрорельеф изучаемой поверхности. Во время облучения она испускает импульс света. Установлено, что существует связь между интенсивностью люминесценции и величиной изменения субмикрорельефа поверхности.

В предыдущих работах [1,2] было обнаружено, что при облучении поверхности металлических пластин светом импульсного лазера их обратная сторона люминесцирует. В [3–5] это явление объяснено выделением энергии, запасенной в ядрах дислокаций, при их выходе на поверхность металла под воздействием полей напряжений. Согласно теории [3–5], интенсивность  $I_m$  ( $J/s \cdot cm^2$ ) механолюминесценции связана с плотностью дислокаций  $N_d$  ( $cm^{-2}$ ) в приповерхностном слое толщиной  $S_t$  (см) следующим образом:

$$I_m = \eta P_h N_d \frac{S_t}{at}, \quad (1)$$

где  $a$  (Å) — параметр кристаллической решетки металла,  $P_h$  — вероятность образования дырки в электронной подсистеме металла при деформировании,  $\eta$  — вероятность излучательной рекомбинации,  $t$  (с) — время свечения.

Из (1) видно, что интенсивность механолюминесценции прямо пропорциональна плотности дислокаций.

Известно, что плотность дислокаций в металлах растет при деформации и уменьшается при высокотемпературном отжиге. Поэтому можно ожидать, что интенсивность механолюминесценции поверхностного слоя деформированного образца будет выше, чем поверхности отожженного. Действительно, в работе [1] показано, что уже при мощности импульса света  $P_l \approx 0.2P_{thr}$  (где  $P_{thr}$  — мощность, вызывающая появление плазменного факела) наблюдается люминесценция образцов меди, деформированных путем холодной прокатки и не регистрируется люминесценция поверхности отожженного образца.

Известно, что при выходе дислокаций на поверхность металла образуются "ступеньки", "выступы" и другие дефекты [6]. Измерив высоту "ступенек" и зная величину вектора Бюргерса, можно оценить количество дислокаций, вышедших на поверхность. Далее, сопоставляя концентрацию таких дислокаций с интенсивностью механолюминесценции, можно подтвердить справедливость выражения (1). Данная работа поставлена с целью проверки этого предположения.

Изучали профили поверхностей двух партий медных пластин (чистотой 99.96%) толщиной 0.1–0.5 мм, площадью 30 × 30 мм: одна выпиливалась из холоднокатаных лент, а вторая была получена путем отжига

указанных лент в атмосфере сухого азота при температурах 700 К в течение 1 h.

Изменения рельефа поверхности изучали при помощи сканирующего туннельного профилометра РТП-1, разработанного в НИИ физики ЛГУ и изготовленного производственным кооперативом "Эра".

Для контроля разрешения и стабильности работы прибора использовали дифракционную решетку на арсениде галлия, на поверхность которого был напылен слой золота. Измерительные острия изготавливали из вольфрамовой проволоки электрохимическим травлением. Их форму оценивали по изображениям наиболее мелких дефектов на топограммах.

В профилометре измерительное острие способно перемещаться перпендикулярно поверхности не более чем на 1 μm. Чтобы удалить микронеровности, превышающие 1 μm, образцы полировали при помощи пасты ГОИ, затем промывали ацетоном и спиртом.

Химическое строение поверхности образцов до и после исследований контролировали при помощи спектроскопии на спектрометре ЛН-10. Оказалось, что исследуемые поверхности покрыты слоем окисла толщиной ~ 1.5–2 nm. Чтобы нивелировать искажения, которые могли возникнуть из-за наличия такого слоя, исследовали форму и размеры дефектов, глубина которых превышала 5 nm.

При конденсации водяных паров воздуха на исследуемую поверхность металлов образуется электролит, в котором возникает ионный ток, исключающий возможность получения профиля поверхности. Чтобы подавить это явление, образец накрывали колпаком из полиуретана, через который продували сухой азот.

Для регистрации люминесценции изучаемую поверхность пластинки располагали на расстоянии  $r_1 = 3$  см от входного окна радиусом  $r_2 = 0.3$  см фотоэлектронного умножителя ФЭУ-136, чувствительного к излучению в области длин волн 300–800 nm и работающего в аналоговом режиме в комплексе с цифровым запоминающим осциллографом. Учет геометрии эксперимента показал, что, поток света, попадающий на фотокатод ФЭУ, в 200 раз меньше интенсивности люминесценции поверхности образца.

На обратную сторону пластинки воздействовали импульсами лазера, обладающего следующими параметрами: длительность 1.5 ms, энергия в режиме свободной

генерации 24J, поперечные размеры пучка света от 2 до 8mm. Мощность света, падающего на поверхность пластинки, варьировали при помощи нейтральных светофильтров.

Топограммы поверхности отожженного и деформированного образцов меди после полировки поверхности алмазной пастой показаны на рис. 1. На топограммах видны канавки, расположенные под углом  $\approx 30^\circ$  к оси прокатки X, глубиной  $\approx 20$ nm, шириной 200–300nm и длиной до 8 $\mu$ m. Как правило, одна из стенок дефектов перпендикулярна поверхности, а противоположная составляет с ней угол  $\approx 30^\circ$ . Такая ориентация стенок позволяет предполагать, что они образовались при механической полировке образцов. Действительно, из литературы известно [7–9], что при пластической деформации плоскости легкого скольжения (111) ориентируются под углами  $\approx 30$  и  $90^\circ$  к плоскости поверхности образца. Из рисунка видно, что концентрация дефектов на поверхности деформированного образца больше, чем отожженного. Вероятно, этот эффект обусловлен тем, что в приповерхностном слое деформированных образцов содержится большее число дислокаций, чем в отожженном образце. Выходя на поверхность при полировке, они и образуют большее число дефектов.

После воздействия одиночным импульсом лазерного излучения  $P_l \approx 0.2P_{thr}$  на обратную сторону пластинок канавки исчезли (рис. 2). На поверхности отожженного образца вместо "канавок" осталось небольшое число дефектов, имеющих вид впадин и выступов.

Сопоставляя рис. 1 и 2, можно видеть, что ориентация и форма дефектов на исследуемых поверхностях

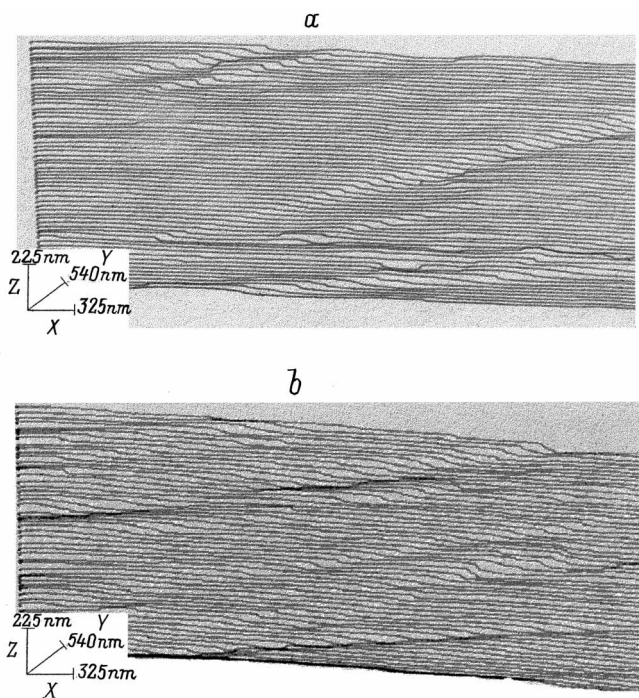


Рис. 1. Топограммы полированных поверхностей меди: *a* — отожженный образец, *b* — деформированный образец.

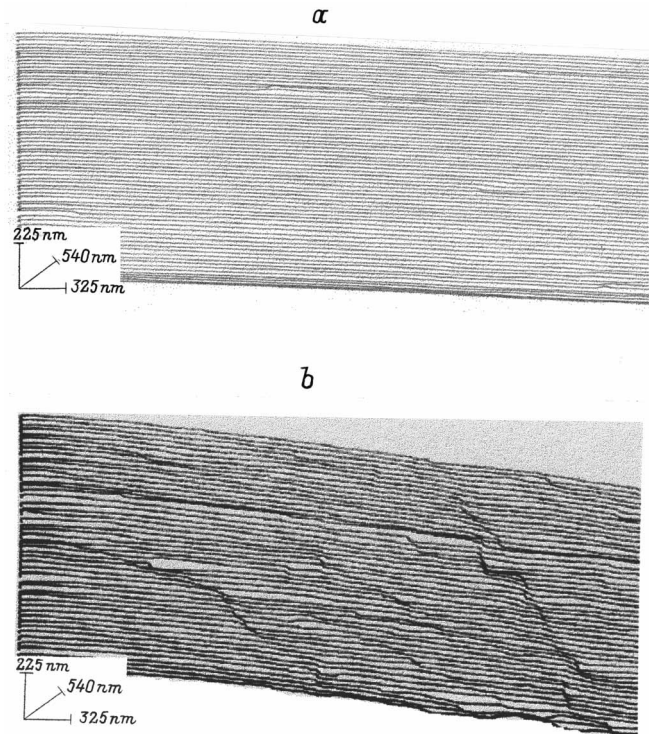


Рис. 2. Топограммы поверхностей меди после облучения тыльной стороны лазерным импульсом: *a* — отожженный образец, *b* — деформированный образец.

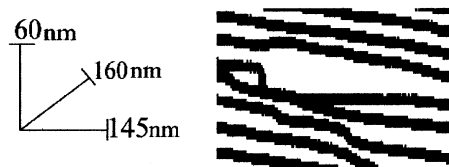
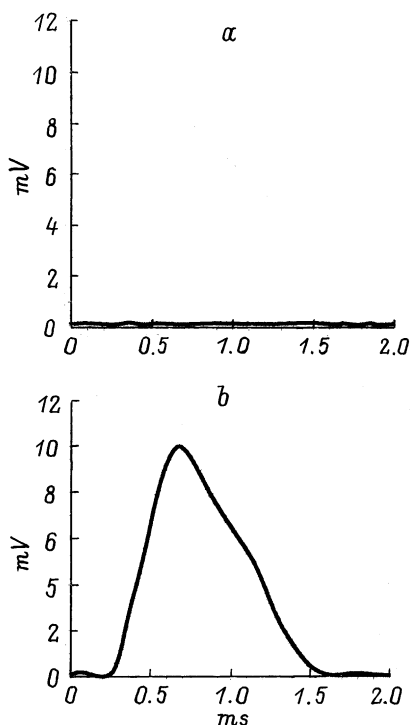


Рис. 3. Один из дефектов топограмм поверхностей меди в укрупненном виде.

меди до и после воздействия импульса лазера различны. Следовательно, дефекты, наблюдаемые на поверхностях меди после воздействия импульса света, образовались под влиянием этого импульса. В то же время дефекты, которые существовали до воздействия импульса лазера, релаксировали.

На поверхности отожженного образца глубина (высота) дефектов варьирует от 15 до 30nm, а поперечные размеры — от 50 до 100nm. На поверхности деформированного образца глубина дефектов варьирует от 15 до 90nm, поперечные размеры — от 50 до 200nm и концентрация дефектов значительно выше. Один из дефектов в укрупненном виде показан на рис. 3. Видно, что левая и задняя стенки дефекта приблизительно перпендикулярны поверхности. Такую же ориентацию по крайней мере одной из стенок имели и другие дефекты. Поэтому можно предположить, что они образовались при выходе дислокаций по плоскостям легкого скольжения (111) на поверхность меди. В таком случае из приведенных дан-



**Рис. 4.** Осциллограммы механолуминесценции, зарегистрированные фотоумножителем во время облучения тыльной стороны лазером: *a* — отожженный образец, *b* — деформированный образец.

ных следует, что концентрация дислокаций, вышедших на поверхность меди под воздействием лазерного импульса, в деформированном образце выше, чем в отожженном.

В работе [2] показано, что при облучении образца импульсом лазера на противоположной стороне возникают сжимающие напряжения и люминесценция начинается, когда напряжения на поверхности близки к пределу текучести. По-видимому, эти напряжения и заставили часть дислокаций выйти на поверхность металла.

На рис. 4 показаны осциллограммы сигналов умножителя при облучении тыльной стороны медных пластинок импульсом лазера. Видно, что при облучении деформированного образца зарегистрирована его люминесценция, а при облучении отожженного — нет. Этот результат находится в хорошем согласии с выше сделанным выводом о том, что концентрация дислокаций, вышедших на поверхность в деформированном образце выше, чем в отожженном.

Рассчитаем интенсивность механолуминесценции, используя выражение (1). Как известно, для меди  $\eta \approx 10^{-6}$ ,  $P_h \approx 10^{-3}$ ,  $S_t \approx 2.5 \cdot 10^{-2}$  см,  $a \approx 4.4 \text{ \AA}$  [3,5]; в описываемых опытах  $t \approx 1.5 \cdot 10^{-3}$  с. Подставив эти значения в (1), получим

$$I_m \approx 10^{-20} \cdot N_d \text{ W/cm}^2. \quad (2)$$

Оценим, насколько изменилась концентрация дислокаций на исследуемой поверхности деформированного

образца при облучении тыльной поверхности импульсом лазера.

Общая длина  $L_1$  стенок дефектов на исследуемой площади  $S = 9.4 \cdot 10^{-8}$  см<sup>2</sup> до облучения составляет  $\approx 2.5 \cdot 10^5$  нм (рис. 1, *b*). После облучения общая длина стенок дефектов  $L_2 \approx 0.6 \cdot 10^5$  нм (рис. 2, *b*). Так как величина вектора Бюргерса для меди  $|b| \approx 0.3$  нм, то изменение концентрации дислокаций на поверхности

$$N_d = \frac{L_1 + L_2}{bS} \approx 1 \cdot 10^{13} \frac{1}{\text{см}^2}.$$

Подставляя это значение  $N_d$  в (2), находим, что интенсивность люминесценции  $I_{md} \approx 1 \cdot 10^{-7}$  W/cm<sup>2</sup>.

После учета геометрии эксперимента и чувствительности ФЭУ нашли, что измеренная интенсивность механолуминесценции поверхности образца  $I_{mdf} \approx 2 \cdot 10^{-7}$  W/cm<sup>2</sup>. Эта величина, как видно, хорошо совпадает по порядку величины с интенсивностью механолуминесценции, определенной из количества субмикродфектов, возникающих на поверхности деформированного образца.

Для отожженного образца изменение концентрации дислокаций на поверхности после облучения лазерным импульсом составила  $N_d \approx 10^{10}$  см<sup>-2</sup>. Подставляя это значение  $N_d$  в формулу (2), учитывая геометрию эксперимента и площадь излучающей поверхности  $\sim 0.1$  см<sup>2</sup>, получаем, что интенсивность излучения на фотокатоде ФЭУ  $I_{mof} \approx 5 \cdot 10^{-13}$  W. Эта величина ниже уровня шумов фотоумножителя ФЭУ-136. Поэтому при облучении отожженного образца лазерным импульсом умножитель ничего не зарегистрировал.

Таким образом, в процессе исследования установлено, что 1) изменение субмикрорельефа поверхности и механолуминесценция, возникающие под воздействием импульса света лазера, объясняются выходом подвижных дислокаций на поверхность металла; 2) интенсивность механолуминесценции определяется исходной микроструктурой образца и концентрацией дефектов.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант № 97-02-18097).

## Список литературы

- [1] Абрамова К.Б., Щербаков И.П., Пухонто И.Я., Кондырев А.М. // ЖТФ. 1996. Т. 66. Вып. 5. С. 190–196.
- [2] Абрамова К.Б., Щербаков И.П., Семенов А.А., Русаков А.И. // ФТТ. 1998. Т. 40. Вып. 6. С. 957–965.
- [3] Молоцкий М.И. // ФТТ. 1978. Т. 20. Вып. 6. С. 1651–1656.
- [4] Молоцкий М.И., Перегуд Б.П. // ЖТФ. 1981. Т. 51. Вып. 3. С. 618–627.
- [5] Chandra B.R., Ryan M.S., Seema R.Simon, Ansari M.H. // Cryst. Res. Technol. 1996. N 31. Vol. 4. P. 495–500.
- [6] Веттегрень В.И., Рахимов С.Н., Светлов В.Н. // ФТТ. 1995. Т. 37. Вып. 12. С. 3635–3644.
- [7] Авербах Б.Л. // Разрушение. М.: Мир, 1973. С. 471–504.
- [8] Веттегрень В.И., Рахимов С.Н., Бакулин Е.А. // ФТТ. 1995. Т. 37. Вып. 12. С. 3630–3634.
- [9] Веттегрень В.И., Гиляров В.Л., Рахимов С.Н., Светлов В.Н. // ФТТ. 1998. Т. 40. Вып. 4. С. 668–671.