

УДК 539.2; 539.16.04

©1995

**ИЗУЧЕНИЕ ДИНАМИКИ МИКРОДЕФЕКТОВ  
НА ПОВЕРХНОСТИ НАГРУЖЕННОЙ МЕДИ  
ПРИ ПОМОЩИ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОГО МИКРОСКОПА**

*B.I. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, Е.А. Бакулин*

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

(Поступила в Редакцию 23 марта 1995 г.)

Обнаружено, что на поверхности полированных образцов меди под нагрузкой образуются микродефекты, имеющие вид трещин или пологих впадин. Кинетика их роста имеет скачкообразный характер: линейные размеры дефектов в течение длительного времени остаются неизменными, затем быстро увеличиваются на  $100 \div 200$  нм. С момента нагружения и до разрыва образца этот процесс повторяется несколько раз. «Глубина» дефектов  $H$  подчиняется следующему эмпирическому соотношению:  $H \simeq 45 \text{ nm} \times Q$ , где  $Q$  — целое число.

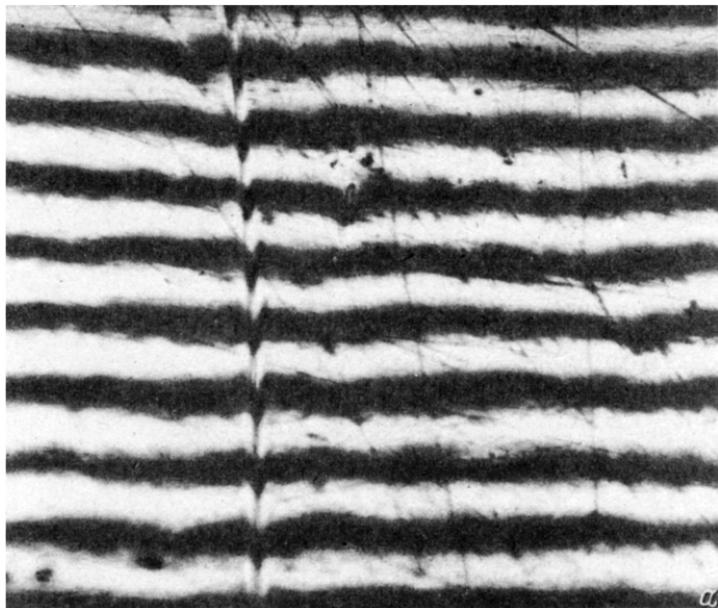
В работе [1] при помощи растрового туннельного профилометра (РТП) было обнаружено, что на полированной поликристаллической поверхности ряда металлов (Au, Mo, Pd, Cu, W) под нагрузкой образуются углубления с линейными размерами от нескольких десятков до сотен нм. В [2] было найдено, что эволюция размеров дефектов имеет скачкообразный характер: в течение длительных интервалов времени линейные размеры остаются неизменными, а затем быстро увеличиваются, вновь не меняют своих размеров, вновь увеличиваются и т.д. Оказалось, что быстрое увеличение размеров происходит при критических значениях концентрации  $N \simeq N_{cr}$ , а при  $N \leq N_{cr}$  линейные размеры дефектов остаются неизменными. Этот эффект был объяснен резким увеличением взаимодействия между дефектами при предельных значениях концентрации  $N_{cr}$ .

Необходимо отметить, что при использовании метода РТП для исследования эволюции поверхности нагруженных металлов на воздухе могут возникать артефакты, обусловленные взаимодействием иглы прибора с поверхностью металла [3] и адсорбированными на ней примесями [1,4]. Чтобы выяснить существует ли в действительности скачкообразный характер роста дефектов на поверхности металлов под нагрузкой были предприняты исследования эволюции поверхности меди под нагрузкой при помощи интерференционного микроскопа.

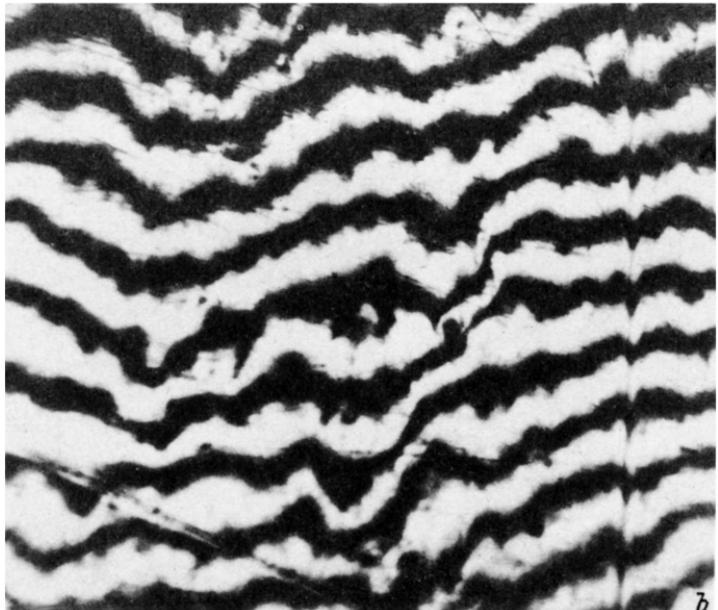
При помощи интерференционной микроскопии можно получить данные, дополняющие результаты туннельной профилометрии. Если при помощи туннельной микроскопии сравнительно легко можно исследовать эволюцию дефектов, глубиной от нескольких единиц до сотен нм, то при помощи интерференционного микроскопа удобнее изучать дефекты, глубина которых изменяется от сотен нм до нескольких мкм.

## 1. Методика эксперимента

На рис. 1, а, б показана поверхность нагруженного образца меди, видимая через окуляр интерференционного микроскопа МИИ-9. Ряд темных и светлых полос представляют собой «полосы равного наклона». В случае гладкой поверхности полосы прямолинейны. Появление выступов или впадин вызывает изгибы полос «вверх» и «вниз». Линейные размеры неровностей (в  $\mu\text{м}$ ) могут быть вычислены при помощи



а



б

Рис. 1. Вид поверхности меди в интерференционном микроскопе через 0.5 (а) и 19 h (б) после приложения нагрузки 390 MPa.

известного приближенного соотношения [5]:

$$H = 0.27\Delta N, \quad (1)$$

где  $\Delta N$  — величина изгиба полосы интерференции в долях интервала между линиями равного наклона.

Исследуемые образцы толщиной  $\simeq 60 \mu\text{m}$  вырубались при помощи фигурных ножей из заводской холодно катанной меди чистотой 99.96% вдоль направления прокатки. Чтобы удалить микронеровности поверхности, искажающие результаты измерений, образцы полировали до зеркального блеска при помощи пасты ГОИ. Для очистки от при-месей поверхность тщательно промывали в ацетоне и спирте.

Чтобы локализовать место разрушения, на краях полосок шириной 6 mm при помощи специальных ножей делали полукруглые вырезы, радиус которых составлял  $\simeq 1.5 \text{ mm}$ . Длина рабочей части образца составляла  $\simeq 12 \text{ mm}$ . Нагружение образцов производили при помощи пружинного устройства, описанного в работе [1].

## 2. Результаты измерений

На рис. 1, a, b приведены фотографии поверхности меди через 0.5 и 19 hours после приложения нагрузки 390 MPa.

На первой фотографии светлые и темные полосы равного наклона приблизительно параллельны друг другу и не имеют видимых искажений. Согласно теории интерференции [5], это означает, что на поверхности отсутствуют искажения с линейными размерами  $\simeq 0.03 \mu\text{m}$ .

Небольшие искажения полос вызваны двумя царапинами. В течение всего времени наблюдения эти царапины оставались в поле зрения микроскопа. Следовательно, изучали эволюцию одного и того же участка поверхности.

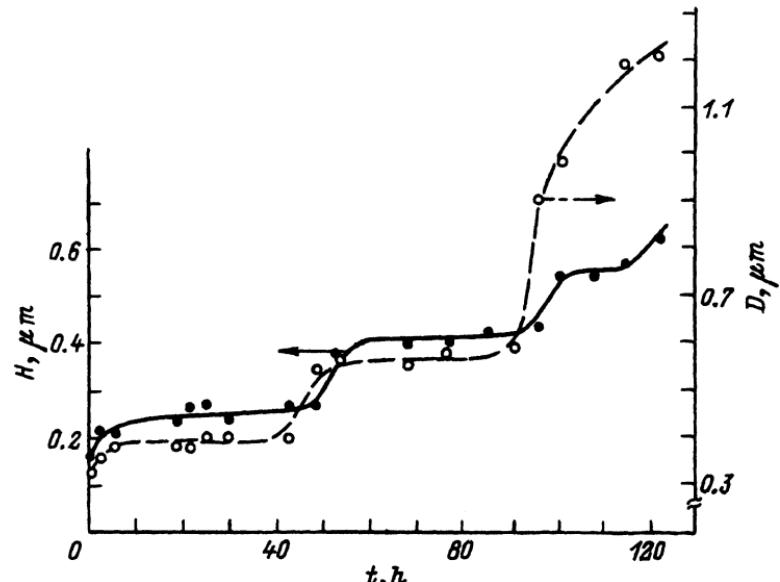


Рис. 2. Зависимости «глубины»  $H$  и «ширины»  $D$  дефектов, образующихся на поверхности меди под нагрузкой 390 MPa, от времени.

На снимке поверхности образца, полученном через 19 hours после приложения нагрузки 390 MPa, некоторые из полос изгибаются «вниз». Это показывает, что в локальных частях исследуемого участка поверхности образовались дефекты, имеющие вид впадин.

Зависимости «глубины»  $H$  и «ширины»  $D$  одного из дефектов от времени показаны на рис. 2. Они имеют вид «скачкообразных» кривых: в течение длительного интервала времени  $\Delta t$ ; линейные размеры дефекта изменяются слабо, а затем за короткий промежуток времени  $\approx 0.1\Delta t$ ; увеличиваются на  $100 \div 200$  nm. Такие же «скачкообразные» кривые были получены при исследованиях зависимости «ширины» и «глубины» других дефектов от времени.

### 3. Обсуждение результатов

Скачкообразный характер роста трещиноподобных дефектов от времени был обнаружен ранее [2] при исследованиях эволюции поверхности нагруженной меди при помощи туннельного профилометра. Качественное совпадение характера изменения размеров от времени, найденное различными методами, показывает, что обнаруженное ранее явление не является артефактом, а отражает глубинные закономерности роста микродефектов в нагруженной меди.

В предыдущей работе [2] было обнаружено, что «глубина» дефектов  $H$  подчиняется следующему эмпирическому соотношению:  $H \approx 15 \text{ nm} \times Q$ , где  $Q$  — целое число. Наибольшая глубина дефекта, найденная при помощи туннельного профилометра, достигала  $\approx 450$  nm.

В таблице приведены значения «глубины» дефектов  $H$ , найденные при помощи интерференционного микроскопа. Видно, что она также кратна 15 nm вплоть до  $\approx 1200$  nm. Следовательно, вышеуказанное соотношение между глубинами выполняется вплоть до дефектов микронного размера.

В [2] при помощи туннельного профилометра исследовали эволюцию дефектов на поверхности размерами  $\approx 10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , концентрация дефектов на которой достигала нескольких сотен. Это позволило проследить за изменением концентрации микродефектов. Было обнаружено, что линейные размеры дефектов остаются неизменными, пока их концентрация  $N < N_{cr}$ . Когда достигается критическая концентрация

«Глубины» дефектов  $H$ , образующихся на поверхности меди под нагрузкой

$H$ , nm	$Q$	$H$ , nm	$Q$
140	3	500	11
180	4	540	12
230	5	680	15
270	6	900	20
360	8	940	21
400	9	1180	26
450	10		

дефектов  $N_{cr}$ , их размеры быстро увеличиваются и вновь стабилизируются. Концентрация новых, более крупных дефектов начинает расти до нового критического значения, при котором их размер вновь быстро увеличивается и т.д. Эти результаты позволили объяснить скачкообразный вид зависимостей линейных размеров от времени резким увеличением взаимодействия между микродефектами при критических значениях концентрации.

Поле, наблюдаемое в интерференционный микроскоп, содержит не более двух десятков дефектов, что не позволяет провести статистическую обработку изменений их концентрации. Однако выполнимость соотношения между «глубинами» дефектов позволяет полагать, что и для «крупных» дефектов, измеренных при помощи микроскопа, скачкообразный характер роста может быть объяснен резким увеличением взаимодействия между ними при критических значениях концентрации.

Таким образом, время  $\tau$  до разрушения тела под нагрузкой может быть условно разбито на ряд временных интервалов  $\Delta\tau_i$  ( $\tau \simeq \sum \Delta\tau_i$ ), в течение каждого из которых на поверхности нагруженного тела образуются дефекты с одинаковыми линейными размерами. Когда их концентрация достигает предельного значения  $N_{cr}^i$ , при котором средние расстояния между ними близки к их линейным размерам, дефекты укрупняются и размеры вновь стабилизируются. В течение следующего интервала времени  $\Delta\tau_{i+1}$  на поверхности образуются крупные дефекты приблизительно одного и того же размера до тех пор, пока их концентрация достигнет новой критической величины  $N_{cr}^{i+1}$ . Затем дефекты вновь укрупняются и процесс повторяется вновь.

### Список литературы

- [1] Веттерген В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 4, 913 (1995).
- [2] Веттерген В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 12, (1995).
- [3] Landman U. Luedtke in Scanning Tunneling Microscopy III / Ed. R.Wiesendanger, H.J.Gintherodt. Springer Series in Surface Science. Springer Verlag (1993). V. 29. P. 207.
- [4] Бухараев А.А., Самарский Е.А., Яндуганов В.М., Бердунов Н.В., Антонов П.Г. Поверхность, **12**, 69 (1994).
- [5] Born M., Wolf E. Principles of Optics. N.Y. Pergamon Press (1965). 869 p.