

УДК 539.2; 539.16.04

©1995

## ИЗУЧЕНИЕ ДИНАМИКИ СУБМИКРОДЕФЕКТОВ НА ПОВЕРХНОСТИ НАГРУЖЕННОЙ МЕДИ ПРИ ПОМОЩИ ТУННЕЛЬНОГО ПРОФИЛОМЕТРА

*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 26 декабря 1994 г.  
В окончательной редакции 31 марта 1995 г.)

Обнаружено, что на поверхности меди под нагрузкой образуются дефекты, имеющие вид пирамидальных ямок. Линейные размеры дефектов составляют несколько десятков нм и остаются неизменными, пока их концентрация не достигает предельного значения  $N_{cr}$ . Затем число таких дефектов начинает уменьшаться за счет образования новых более крупных дефектов. С момента нагружения и до разрыва образца этот процесс повторяется несколько раз. Предполагается, что скачкообразное увеличение размеров дефектов объясняется резким увеличением взаимодействия между ними при предельных значениях концентрации.

В предыдущей работе [1] при помощи сканирующего туннельного профилометра было обнаружено, что на поликристаллической поверхности ряда металлов (Au, Mo, Pd, Cu, W) под грузом образуются субмикродфекты, имеющие форму пирамидальных ямок и линейные размеры — от нескольких десятков до нескольких сотен нм.

В данной работе будут рассмотрены результаты изучения эволюции таких дефектов на поверхности образцов меди под нагрузкой.

### 1. Методика эксперимента

Для изучения поверхности использовали растровый туннельный профилометр РТП-1, разработанный в НИИ Физики СПбГТУ и изготовленный производственным кооперативом «Эра» [2]. 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  $\approx 0.6$  нм путем электрохимического травления в растворе NaOH [1], их качество контролировалось при помощи оптического микроскопа. Контроль разрешения и воспроизводимости профиля поверхности осуществлялся при помощи дифракционной решетки на арсениде галлия, на поверхность которого был нанесен тонкий слой золота [1].

Образцы толщиной  $60 \mu\text{m}$  вырубали при помощи фигурных ножей из заводской холодно катанной меди чистотой (99.96%) вдоль направления прокатки. Чтобы локализовать место разрушения, на краях образцов шириной  $6 \text{ mm}$  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].

В использованной конструкции профилометра измерительное острие способно перемещаться в направлении, перпендикулярном изучаемой поверхности, не более чем на  $1 \mu\text{m}$ . Чтобы удалить микронеровности поверхности, превышающие  $1 \mu\text{m}$ , перед измерением прокатанные 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.

Химическое строение поверхности образцов до и после измерения контролировалось при помощи оже-спектроскопии на спектрометре LH-10. Измерения показали, что поверхность меди была покрыта слоем окисла  $\text{CuO}$  толщиной  $\simeq 2 \text{ nm}$ .

## 2. Результаты измерений

Эволюция топографии и поверхности меди под нагрузкой. На рис. 1 показана поверхность образца меди через  $\simeq 1 \text{ hour}$  после приложения нагрузки  $400 \text{ MPa}$ . На ней виден рельеф в виде размытых канавок, которые были образованы процессе механической полировки образца. Крупный дефект (А) в центре рис. 1 — след измерительного острия, нанесенный путем мягкого укалывания поверхности. При дальнейшей записи дефект оставался в поле зрения микроскопа вплоть до окончания эксперимента. Мелкие дефекты (В) — «ямки», которые появились на поверхности меди в течение  $1 \text{ hour}$  после нагружения образца.

Строение одного из типичных дефектов видно из фрагмента записи поверхности с увеличением  $\simeq 67 \times 10^4$ , показанным на рис. 2. Одна из его стенок высотой  $15 \text{ nm}$  составляет угол  $\simeq 90^\circ$  по отношению к плоскости поверхности образца и приложенной силе. Противоположная стенка наклонена под углом  $\simeq 30^\circ$  к поверхности и имеет длину  $\simeq 50 \text{ nm}$ . Две других стенки приблизительно параллельны друг другу и перпендикулярны поверхности.

В течение времени  $\Delta t_1 \simeq 21 \text{ hours}$  после нагружения концентрация  $N$  таких дефектов нарастает до предельной величины  $N_{cr}^1 \simeq 2.2 \mu\text{m}^{-2}$  (см. рис. 3). Рассматривая рис. 4, можно видеть, что в этот момент времени дефекты плотно усеивают поверхность образца, образуя структуры, имеющие вид трещин, длина которых  $\simeq 400 \text{ nm}$ , а ширина  $\simeq 50 \text{ nm}$ . Среднее расстояние между ними составляет  $\simeq 500 \text{ nm}$ .

На рис. 5 приведена плотность функции распределения дефектов по глубине, полученная при обработке топограмм. Наиболее интенсивный максимум соответствует  $\simeq 15 \text{ nm}$ . Несмотря на то что разброс высоты пиков при обработке 5 топограмм составил  $\simeq 10\%$ , видна слабая асимметрия функции плотности, которая позволяет выявить еще один максимум при  $\simeq 50 \text{ nm}$ .

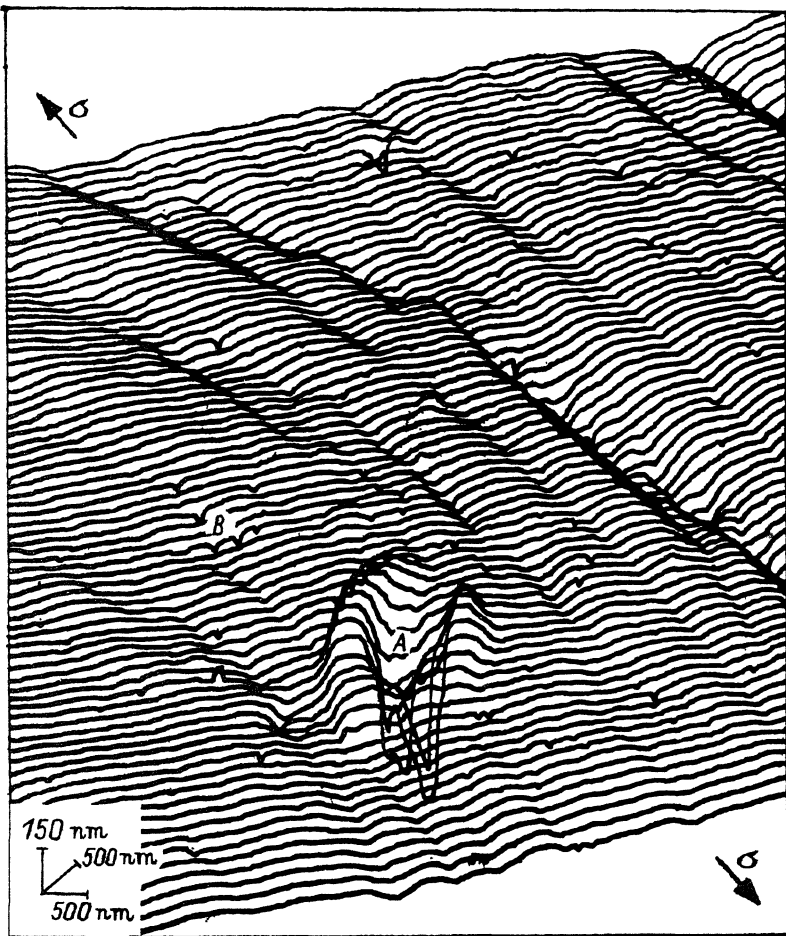


Рис. 1. Топограмма поверхности меди через 1 h после приложения нагрузки 400 МПа.

*A* — дефект, нанесенный на поверхность иглой профилометра, *B* — дефекты, образовавшиеся под нагрузкой.

При времени  $t > \Delta t_1$  концентрация дефектов, глубина которых составляет 15 нм, начинает уменьшаться (рис. 3), но одновременно увеличивается концентрация «более крупных», глубиной  $\approx 50$  нм. Этот процесс продолжается, пока концентрация «крупных» дефектов в течение  $\Delta t_2 \approx 22$  hours нарастает до нового предельного значения  $N_{cr}^2 \approx 1.7 \mu\text{m}^{-2}$  (рис. 3). В этот момент времени дефекты также образуют структуры типа трещин (рис. 6), расположенных под углом  $\approx 90^\circ$  к направлению внешней силы. Расстояние между трещинами составляет  $\approx 720$  нм, их длина  $\approx 1 \mu\text{m}$ , ширина  $\approx 150$  нм.

С течением времени этот процесс повторяется несколько раз. А именно: концентрация дефектов одного размера со временем достигает максимума, а затем уменьшается за счет рождения новых «более крупных» дефектов (см. рис. 3).

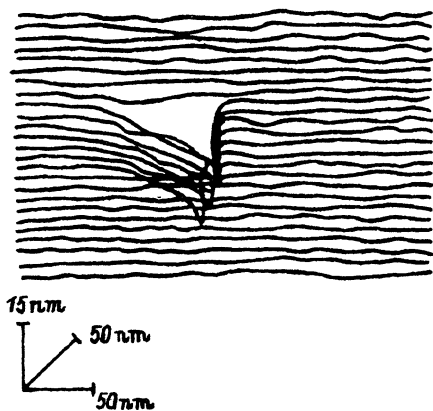


Рис. 2. Фрагмент записи топограммы поверхности с типичным дефектом из образовавшихся на поверхности меди через 1 h под нагрузкой 400 МПа.

Масштаб по различным осям указан внизу рисунка, интервал между двумя ближайшими линиями  $\approx 5$  нм.

На рис. 7 показана плотность функции распределения дефектов по «глубине», полученная путем обработки 5 топограмм приблизительно за 20 hours до момента разрушения образца. (Разброс высоты пиков составил  $\approx 10\%$ ). Видно, что дефекты «глубиной» 15 нм практически исчезли. Одновременно увеличилась концентрация «крупных» дефектов — «глубиной» 140, 270, 400 и 540 нм.

Обработка других топограмм позволила выявить еще ряд максимумов в функции распределения дефектов по глубине  $N(H)$ , значения которых приведены в таблице.

Форма, которую приобретают дефекты за  $\approx 10 \div 15$  hours перед разрушением, видна из фрагмента топограммы поверхности с увеличением  $\approx 67 \times 10^3$ , показанного на рис. 8. Видно, что независимо от размера одна из стенок дефектов остается перпендикулярной поверхности и направлению внешней силы, а противоположная — составляет острый угол с поверхностью. Размер дефектов вдоль поверхности пер-

Наиболее вероятные размеры дефектов «по глубине»  $H$ , образующиеся на поверхности меди под нагрузкой

$H$ , nm	$Q$	$H$ , nm	$Q$
15	1	180	12
45	3	230	15
90	6	270	18
140	9	320	21

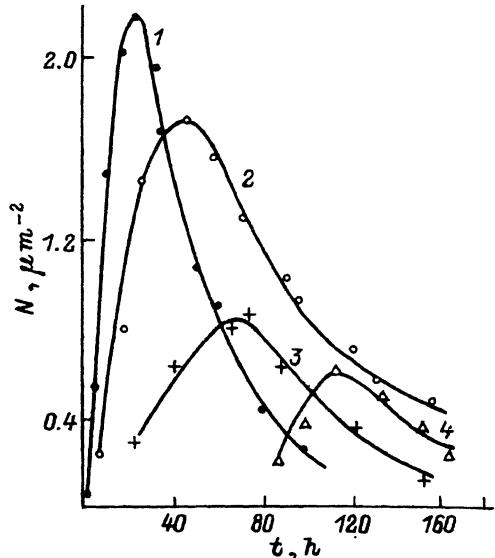


Рис. 3. Зависимости концентрации дефектов на поверхности меди глубины 15 (1), 45 (2), 140 (3), 230 нм (4) от времени под нагрузкой 400 МПа.

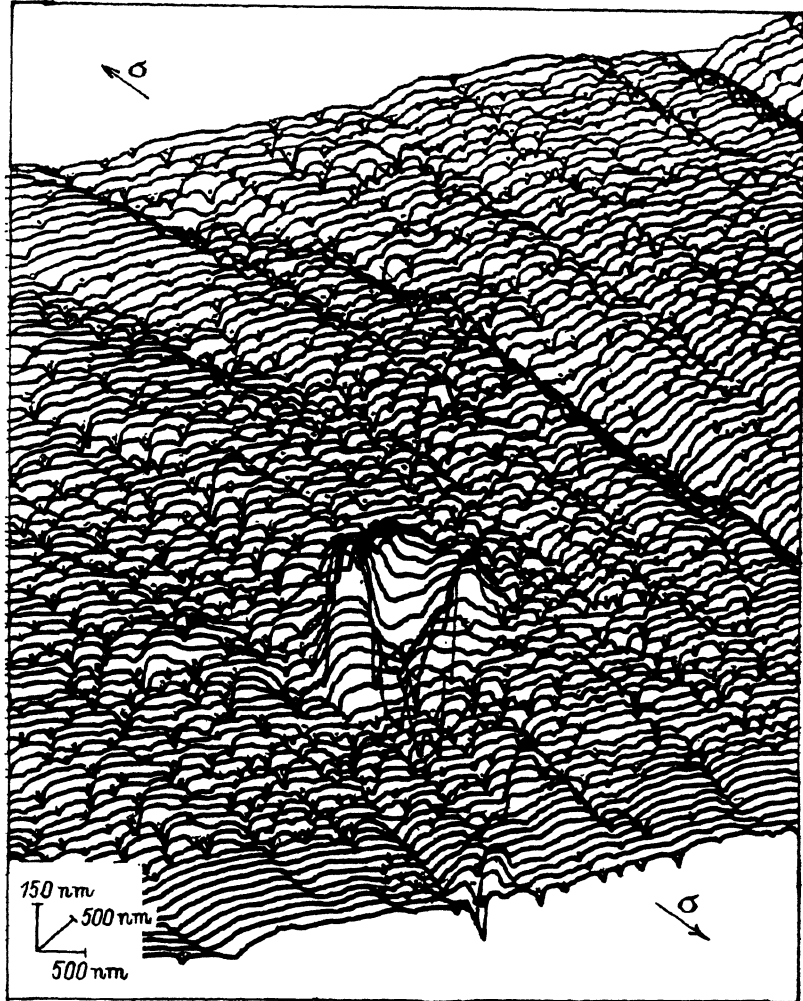


Рис. 4. Топограмма поверхности меди через 21 h после приложения нагрузки 400 МПа.

пендикулярно приложенной силе с течением времени увеличивается, в результате чего они образуют структуры, похожие на микротрещины (рис. 8) или сплошные ряды, имеющие вид линий скольжения (рис. 9).

Чтобы исследовать кинетику изменения линейных размеров по «глубине» и «ширине», последовательно, через каждые 40 с записывали топограмму поверхности нагруженных образцов в одном из выбранных сечений поверхности.

Зависимости «глубины» и «ширины» дефектов от времени показаны на рис. 10. Они имеют вид «скачкообразных» кривых: в течение длительного времени линейные размеры дефекта изменяются слабо, а затем за короткий промежуток времени увеличиваются на несколько десятков–сотен нм. Сопоставляя рис. 3 и 10 можно видеть, что дефекты начинают укрупняться в моменты времени  $\Delta t_1$ , когда их концентрация достигает максимальных значений  $N_{cr}^1$ .

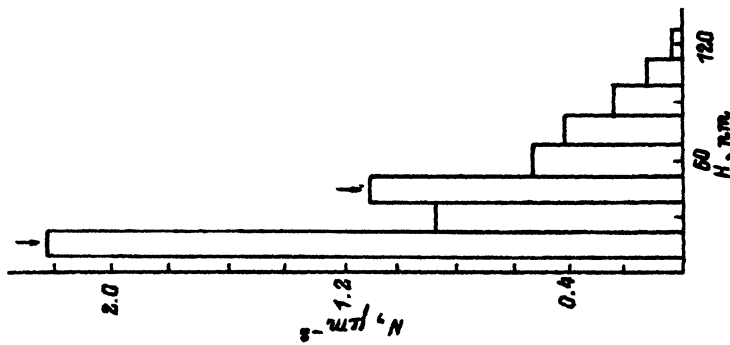


Рис. 5. Плотность функции распределения дефектов  $N$  по глубине  $H$  через 21 h после приложения нагрузки 400 МПа (время до разрушения 170 h). Стрелками указаны максимумы функции распределения  $N(H)$ .

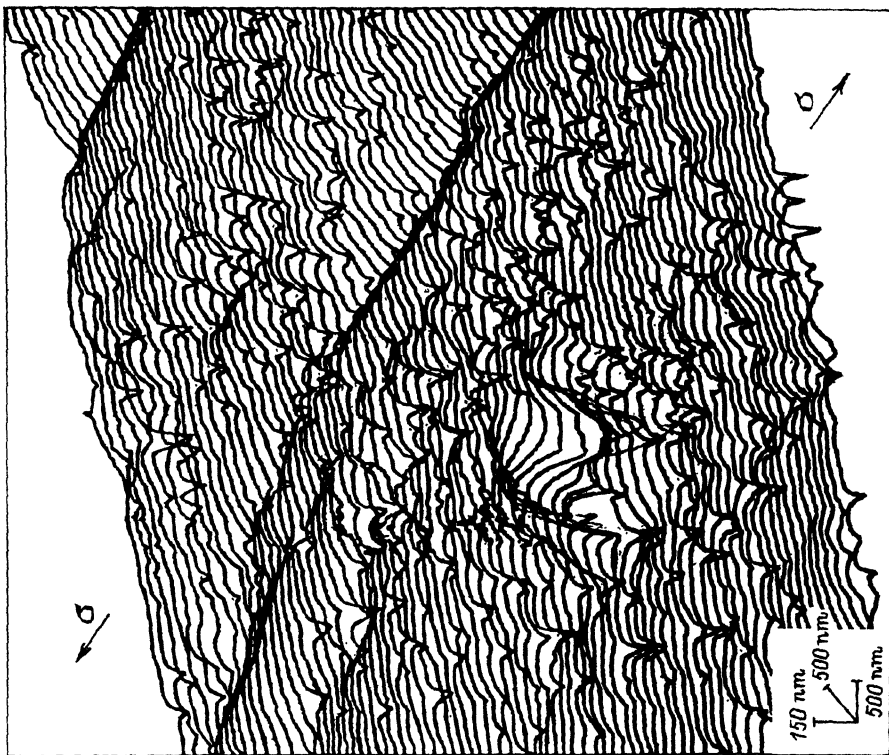


Рис. 6. Топограмма поверхности меди через 43 h после приложения нагрузки 400 МПа.

### 3. Обсуждение результатов

Существование ряда максимумов в плотности функции распределения дефектов по размерам (см. рис. 5 и 7) и скачкообразный характер их роста (рис. 10) показывают, что множество дефектов, образующихся на поверхности нагруженной меди, может рассматриваться как иерархическая система, количество уровней или рангов которой растет с течением времени. Так, например, в течение времени  $\Delta t_1$  после нагружения поверхность находится в пределах первого уровня: на ней образуются дефекты глубиной  $\approx 15$  нм с линейными размерами вдоль поверхности  $\approx 50 \times 50$  нм. Когда их концентрация достигнет предельного значения  $N_{cr}^1$ , дефекты начинают укрупняться. В течение следующего интервала  $\Delta t_2$  поверхность эволюционирует в рамках второго уровня: на ней зарождаются преимущественно дефекты глубиной  $\approx 50$  нм с размерами вдоль поверхности  $\approx 150$  нм. Когда их концентрация достигнет нового предельного значения  $N_{cr}^2$ , система дефектов переходит на третий уровень и т. д.

В этой связи интересно отметить, что размеры наиболее вероятных дефектов по глубине  $H$  относятся между собой как  $15 \times 3Q$  нм, где  $Q$  — целое число (см. таблицу). Напомним также, что форма дефектов в сечении, параллельном приложенной силе, сохраняется независимо от их линейных размеров. Эти результаты показывают, что дефект глубиной 15 нм является основным элементом, из которого путем сложения образуются остальные устойчивые дефекты.

В ряде экспериментальных [3-5] и теоретических [6,7] работ было показано, что множество трещин в нагруженных твердых телах представляют собой иерархическую систему с большим числом уровней. Оказалось, что когда в объеме нагруженного тела концентрация трещин какого-либо ранга достигала критического значения  $C_{cr}$ , такого, что  $R/r \approx e$ , где  $R$  — среднее расстояние между трещинами,  $r$  — их средний размер, а  $e$  — основание натуральных логарифмов, они начинают укрупняться и система трещин переходит на следующий уровень эволюции. Этот эффект был объяснен быстрым ростом вероятности слияния трещин при концентрации  $C \approx C_{cr}$ .

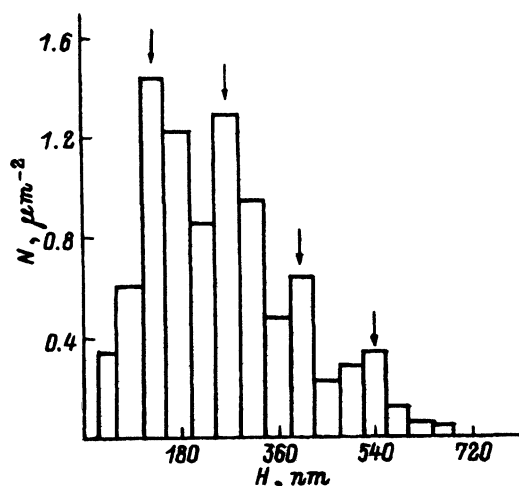


Рис. 7. Плотность функции распределения дефектов по «глубине» через 150 ч после нагружения (время до разрушения 170 ч). Стрелками указаны максимумы функции распределения  $N(H)$ .

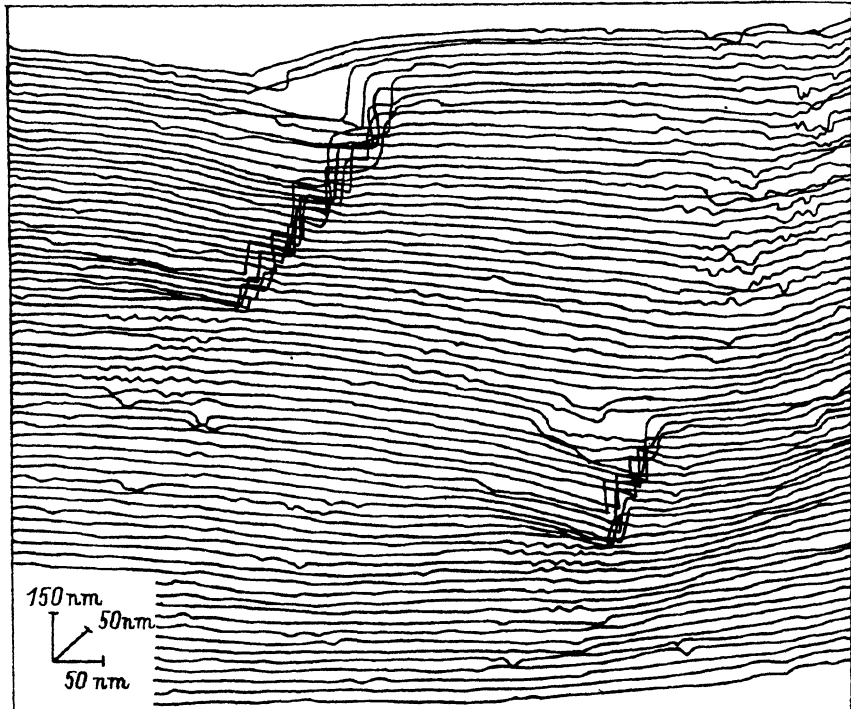


Рис. 8. Структуры на поверхности нагруженной меди, образовавшиеся через 160 h ( $\approx$  за 10 h перед разрушением) после приложения нагрузки 400 МПа.

Нами были сопоставлены средние расстояния между дефектами  $L$  с их средним размером  $l$  вдоль поверхности. Оказалось, что в моменты, когда достигается предельная концентрация дефектов  $N_{cr}$ , расстояние  $L$  становится приблизительно равным их размеру  $l/L \approx 1$ . Этот результат может быть объяснен быстрым ростом коллективных взаимодействий между дефектами при приближении к предельной концентрации  $N_{cr}$ , которое и обуславливает их укрупнение.

Интересно было выяснить: не вызвано ли укрупнение дефектов их слиянием? С этой целью были проведены исследования эволюции дефектов, которые располагаются рядом — на расстояниях, приблизительно равных их линейному размеру вдоль оси  $X$  (параллельно приложенной силе). Анализ показал, что слияние дефектов в этом направлении, как правило, не наблюдается. Отсутствует также корреляция эволюции формы дефектов в этом направлении. Слияние происходит, как правило, вдоль поверхности в направлении, перпендикулярном приложенной силе. В результате чего дефекты образуют структуры типа трещин (см. рис. 8) или структуры, напоминающие линии скольжения. Особенно четко такие субмикронные и микронные структуры фиксируются в моменты, когда концентрация дефектов какого либо размера приближается к предельному значению  $N_{cr}$ .

«Длина» структур, напоминающих линии скольжения (рис. 9), часто выходила за пределы максимального поля наблюдения ( $10 \mu\text{m}$ ). Оказалось, что расстояние между линиями зависит от величины на-



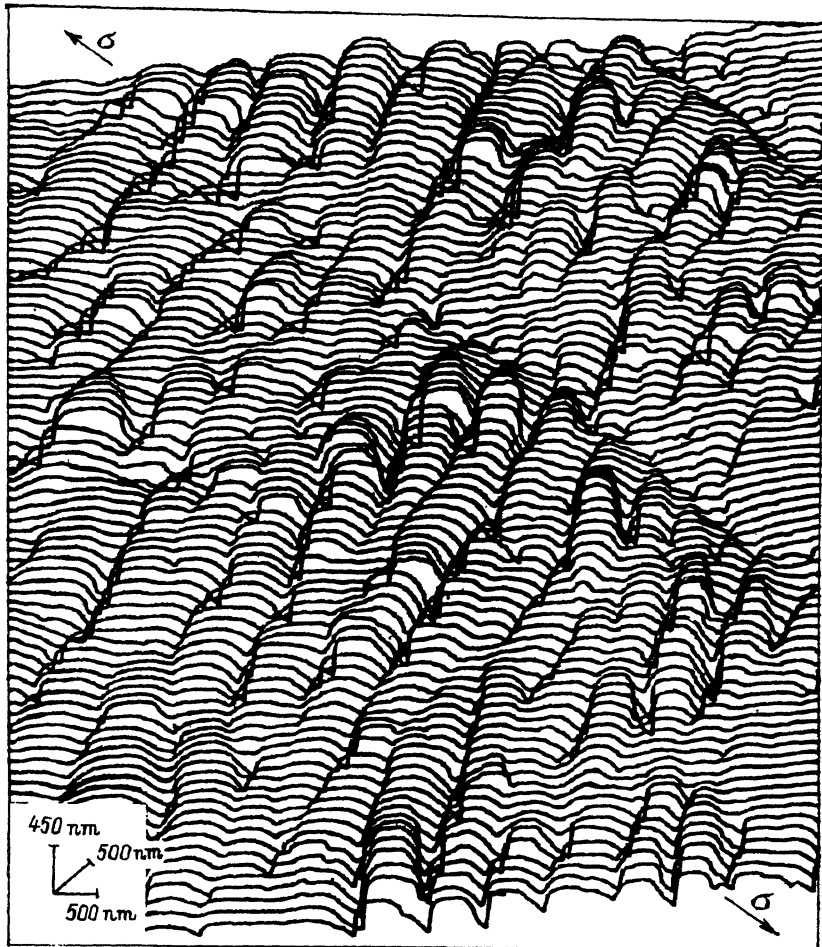
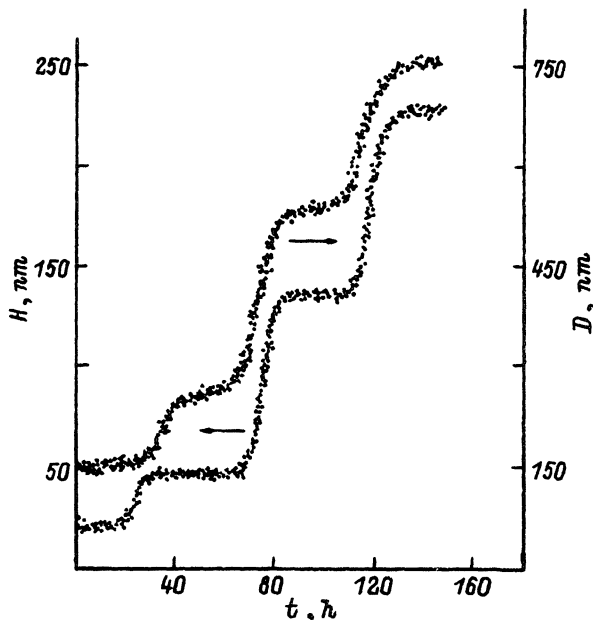


Рис. 9. Структуры на поверхности меди, напоминающие линии скольжения и образующиеся перед разрушением образца под нагрузкой.

Показана топограмма одного из образцов под нагрузкой  $\approx 400$  МПа за 10 ч перед разрушением.

грузки: при ее увеличении от 300 до 400 МПа расстояние между линиями уменьшилось от  $\approx 3$  до  $1 \mu\text{m}$ . Как известно из литературы [8], расстояние между линиями скольжения увеличивается при уменьшении приложенной нагрузки. По нашему мнению, эти результаты позволяют утверждать, что линии скольжения на поверхности полированной меди образуются при эволюции (укрупнении и слиянии) обнаруженных нами дефектов.

Таким образом, в данной работе установлено, что на поверхности полированной меди под нагрузкой образуются дефекты, имеющие вид перевернутых пирамид с линейными размерами около десяти нм. С течением времени концентрация таких дефектов растет, а их размеры увеличиваются до нескольких сотен нм. Этот процесс имеет ярко выраженный иерархический характер: размеры дефектов остаются неизменными, пока их концентрация не достигает критических значений,



**Рис. 10.** Зависимость «глубины»  $H$  и «ширины»  $D$  дефекта на поверхности меди под нагрузкой 400 МПа от времени. Интервал между экспериментальными точками  $\approx 40$  с.

затем размеры быстро увеличиваются и процесс накопления начинается вновь. При слиянии дефектов образуются структуры, напоминающие микротрещины и линии скольжения.

### Список литературы

- [1] Веттегрень В.И., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. ФТТ **37**, 4 913 (1995).
- [2] Адамчук В.К. ПТЭ **5**, 182 (1989).
- [3] Тамуж В.П., Куксенко В.С. Микромеханика разрушения полимерных материалов. Рига (1978). 376 с.
- [4] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М. (1990). 376 с.
- [5] Томилин В.Г. Тез. докл. 1 Междунар. конф. «Актуальные проблемы прочности» Ред. В.А.Лихачев. Новгород (1994). Ч. 2. С. 127.
- [6] Куксенко В.С., Томилин Н.Г., Дамаскинская Е.Е. Изв. РАН. Физика земли, **10**, 1 (1994).
- [7] Куксенко В.С., Томилин Н.Г., Дамаскинская Е.Е. Изв. РАН. Физика земли, **9**, 1 (1994).
- [8] Новиков И.И., Портной В.К., Ильенко В.М., Левченко В.С. ФММ **60**, 180 (1985).