

ИЗУЧЕНИЕ ДИНАМИКИ СУБМИКРОДЕФЕКТОВ НА ПОВЕРХНОСТИ НАГРУЖЕННОГО МОЛИБДЕНА 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 11 апреля 1995 г.
В окончательной редакции 29 сентября 1995 г.)

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

В работе [1] при помощи сканирующего туннельного профилметра было обнаружено, что на полированной поверхности ряда металлов (Au, Mo, Pd, Cu, W) под нагрузкой образуются микродефекты, имеющие форму пирамидальных ямок и линейные размеры от нескольких десятков нм до μm . Исследование их эволюции на поверхности нагруженных образцов меди было проведено в [2]. Обнаружено, что процесс увеличения линейных размеров таких дефектов во времени имеет скачкообразный характер: их линейные размеры увеличиваются в несколько раз при критических значениях концентрации $N \simeq N_{cr}$, а при $N \leq N_{cr}$ остаются неизменными. Чтобы выяснить, насколько общим является такой характер эволюции дефектов, были проведены исследования эволюции поверхности нагруженного молибдена.

1. Методика эксперимента

Для изучения поверхности использовали растровый туннельный профилметр РТП-1, разработанный в НИИ физики СПб ГУ и изготовленный производственным кооперативом «Эра» [3].

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

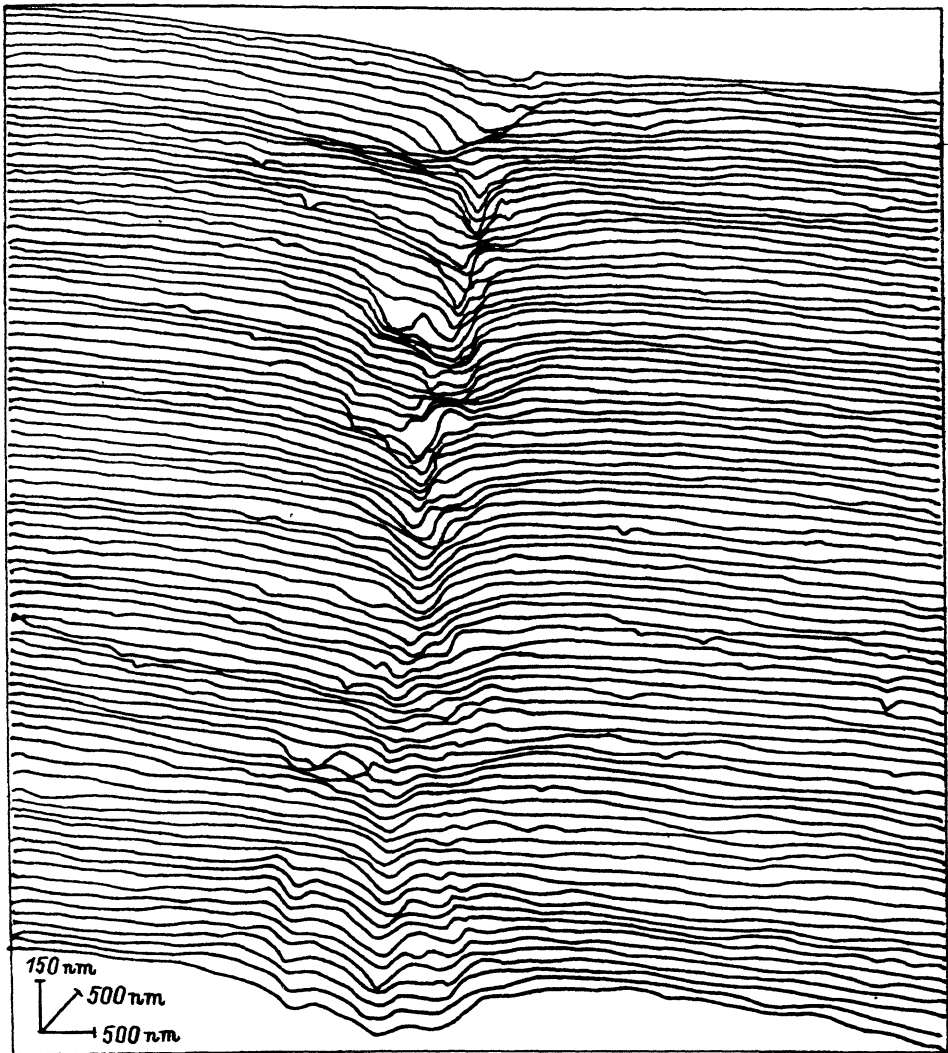


Рис. 1. Топограмма поверхности молибдена через 1 h после приложения нагрузки 800 МПа.

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 и воспроизводимости профиля поверхности осуществлялся при помощи дифракционной решетки на арсениде галлия, на поверхность которой нанесен тонкий слой золота [1].

Исследуемые полоски молибдена многократно прокатывались между валками 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 микроне-

ровности поверхности, превышающие $1 \mu\text{m}$, перед измерением полоски полировались при помощи пасты ГОИ до зеркального блеска.

Для удаления остатков пасты после полировки и очистки образца от примесей поверхность 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 $\approx 1.5 \text{ mm}$. Длина рабочей части образца составляла $\approx 12 \text{ mm}$.

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

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

2. Результаты измерений

На рис. 1 показана поверхность образца молибдена через $\approx 1 \text{ h}$ после приложения нагрузки $\approx 800 \text{ МПа}$. В центре рисунка виден дефект — небольшое углубление, проходящее через все изображение поверхности. При дальнейшей записи дефект оставался в центре изображения поверхности вплоть до разрыва образца на части. Следовательно, в течение эксперимента изучались изменения рельефа одного и того же участка поверхности.

На рис. 2 показана топограмма поверхности нагруженного образца через 60 h после нагружения. Видно, что на ней образовались дефекты, имеющие вид ямок, глубина и поперечные размеры которых составляют несколько десятков nm . Из рис. 2 видно, что наибольшая часть дефектов (более 80% от общего числа) объединяется в кластеры (А), содержащие несколько десятков дефектов. Чрезвычайно редко встречаются отдельные дефекты (В).

Типичная форма одиночного дефекта показана на фрагменте топограммы, изображенном на рис. 3. Он представляет собой пирамиду, вершина которой направлена в глубь образца. Глубина дефекта составляет $\approx 15\text{--}20 \text{ nm}$, а его поперечный и продольный размеры $\approx 50\text{--}60 \text{ nm}$.

На рис. 4 приведена плотность функции распределения дефектов по глубине, полученная при обработке топограмм через 60 h после нагружения. Наиболее интенсивный максимум соответствует $\approx 15\text{--}20 \text{ nm}$, а наименее интенсивный — $130\text{--}140 \text{ nm}$. Более крупные дефекты на поверхности образца отсутствуют.

На топограмме, полученной перед разрывом образца (через $\approx 160 \text{ h}$), дефекты плотно покрывают всю поверхность образца (рис. 5). Обработка топограммы показывает, что в этот момент времени наряду с «мелкими» образуются «крупные» дефекты, глубина которых достигает 450 nm .

Рассмотрение топограмм поверхности, полученных последовательно друг за другом с интервалом $\approx 1 \text{ h}$, показывает, что процесс образования дефектов носит циклический характер: концентрация дефектов определенного размера растет, достигает максимального значения N_{cr}^i , а затем уменьшается за счет рождения новых, более крупных, дефектов (рис. 6).

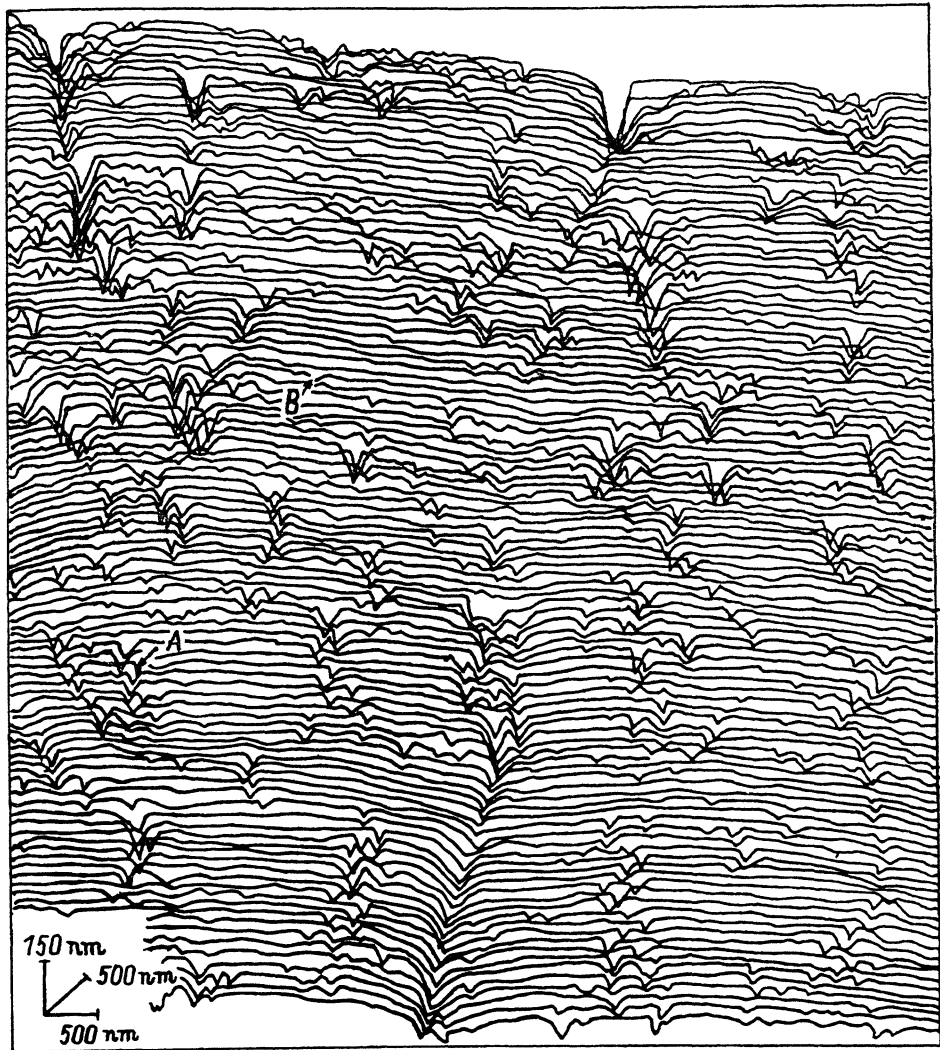


Рис. 2. Топограмма поверхности молибдена через 60 ч после приложения нагрузки 800 МПа.

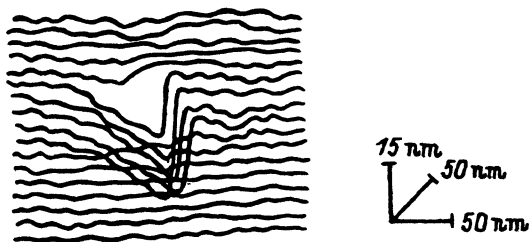


Рис. 3. Фрагмент топограммы с одиночным дефектом, образовавшимся на поверхности молибдена под нагрузкой.

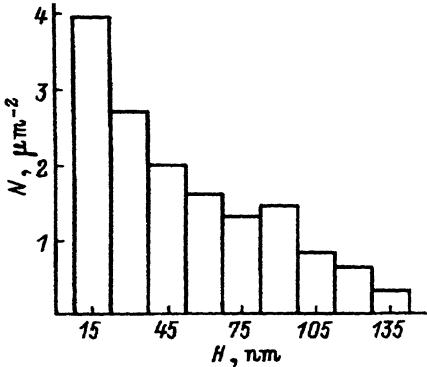


Рис. 4. Плотность функции распределения дефектов по глубине H через 60 h после приложения нагрузки 800 МПа.

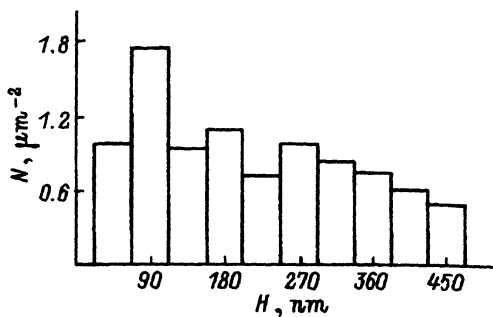


Рис. 5. Плотность функции распределения дефектов по глубине H через 160 h после приложения нагрузки 800 МПа. Время до разрушения ≈ 180 h.

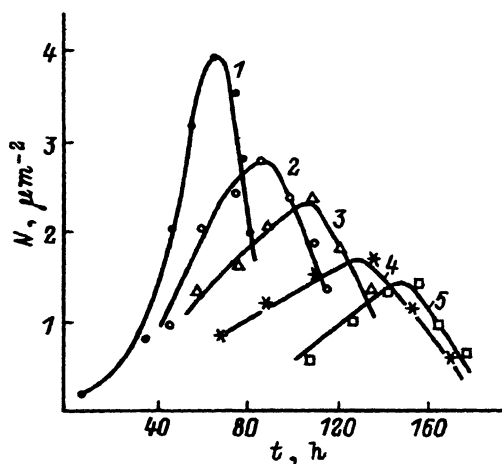


Рис. 6. Зависимости концентрации дефектов на поверхности молибдена глубиной 15 (1), 50 (2), 110 (3), 180 (4) и 270 нм (5) от времени под нагрузкой 800 МПа.

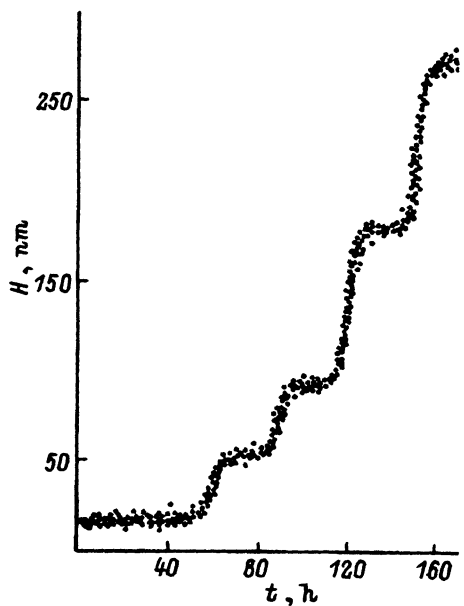


Рис. 7. Зависимость «глубины» дефекта на поверхности молибдена под нагрузкой 800 МПа от времени.

Зависимость «глубины» одного из выбранных дефектов от времени показана на рис. 7. Она имеет вид «скачкообразной» кривой: в течение длительного времени линейные размеры дефекта изменяются слабо, а затем быстро увеличиваются на несколько десятков–сотен нм.

Сопоставляя рис. 6 и 7, можно видеть, что дефекты укрупняются в моменты времени Δt_i , когда их концентрация достигает максимальных значений N_{cr}^i .

3. Обсуждение результатов

Описанные выше зависимости концентрации дефектов от времени и скачкообразный характер их роста показывают, что множество дефектов, образующихся на поверхности нагруженного молибдена, может рассматриваться как иерархическая система, количество уровней (или рангов) которой растет с течением времени.

Так, например, в течение времени Δt_1 после нагружения поверхность находится в пределах первого уровня: на ней образуются дефекты глубиной $\simeq 18$ nm с линейными размерами вдоль поверхности $\simeq 50 \times 50$ nm. Когда их концентрация достигнет предельного значения N_{cr}^1 , дефекты начинают укрупняться.

В течение следующего интервала Δt_2 поверхность эволюционирует в рамках второго уровня: на ней зарождаются преимущественно дефекты глубиной $\simeq 40$ nm с размерами по осям X и $Y \simeq 100$ nm. 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 глубина H наиболее вероятных дефектов (кроме самого мелкого, глубина которого $\simeq 18$ nm) относятся между собой как $18Q$ nm, где Q — целое число (см. таблицу). Следовательно, «крупные» дефекты образуются путем суммирования дефектов глубиной $\simeq 18$ nm.

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

Размер, nm	Q	Размер, nm	Q
18	1	110	6
40	2	180	10
55	3	270	15
90	5	380	21

Эти результаты показывают, что закономерности образования и роста дефектов на поверхности меди воспроизводятся для нагруженного молибдена. По-видимому, они имеют общий характер.

Поэтому, как и ранее для меди [2], они могут быть объяснены на основе представлений, развитых в работах [4-9]. В этих исследованиях было показано, что множество трещин в нагруженных твердых телах представляет 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 $R/r \simeq e$, 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 $C \simeq C_{cr}$.

Нами были сопоставлены средние расстояния между дефектами L с их средним размером l_s вдоль поверхности. Оказалось, что в моменты времени, когда достигается предельная концентрация дефектов N_{cr} , расстояние L становится приблизительно равным их размеру l_s : $L \simeq l_s$.

Этот результат может быть объяснен быстрым ростом коллективных взаимодействий между дефектами при приближении к предельной концентрации N_{cr} , которые и обуславливают их укрупнение.

Таким образом, в данной работе установлено, что на поверхности полированного молибдена под нагрузкой образуются дефекты, имеющие вид перевернутых пирамид с линейными размерами в несколько десятков нм. С течением времени концентрация таких дефектов растет, а их размеры увеличиваются на порядок, достигая $\approx 0.5 \mu\text{m}$. Этот процесс имеет выраженный иерархический характер: размеры дефектов остаются неизменными, пока их концентрация не достигает критических значений, затем размеры быстро увеличиваются и процесс накопления начинается вновь.

Отмеченные черты процесса накопления и изменения размеров дефектов, как уже отмечалось выше, ранее были обнаружены при исследовании поверхности полированных нагруженных образцов меди. По всей вероятности, 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, 3635 (1995).
- [3] Адамчук В.К. ПТЭ **5**, 182 (1989).
- [4] Тамуж В.П., Куксенко В.С. Микромеханика разрушения полимерных материалов. Рига (1978). 376 с.
- [5] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М. (1990). 376 с.
- [6] Томилин В.Г. Тез. докл. 1 Междунар. конф. «Актуальные проблемы прочности» / Под ред. В.А. Лихачева. Новгород (1994). Ч. 2. С. 127.
- [7] Куксенко В.С., Томилин Н.Г., Дамаскинская Е.Е. Изв. РАН. Физика земли, **11**, 40 (1994).
- [8] Куксенко В.С., Томилин В.Г., Дамаскинская Е.Е. Изв. РАН. Физика земли, **10**, 47 (1994).
- [9] Новиков И.И., Портной В.К., Ильенко В.М., Левченко В.С. ФММ **60**, 1, 180 (1985).