

05:06

## **Изменение атомной структуры и рельефа поверхности рекристаллизованных фольг Мо при их растяжении в сверхвысоком вакууме**

© В.Е. Корсуков, С.А. Князев, А.В. Анкудинов,  
М.М. Корсукова, Б.А. Обидов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
E-mail: vjacheslav.korsukov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 16 октября 2013 г.

Исследовалось изменение морфологии поверхности рекристаллизованной фольги Мо под воздействием одноосного растяжения в сверхвысоком вакууме методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) и атомной силовой микроскопии (АСМ). Установлено, что под влиянием одноосного растяжения поверхности фольги, которая состоит из отдельных блоков доминирующей грани (100) со структурой  $1 \times 1$ , происходит локальная деструкция этой грани и разворот блоков. Методом АСМ получены топограммы различных областей поверхности разорванного образца. Данные, полученные методом ДМЭ, сопоставлялись с эволюцией рельефа поверхности, измеренного методом АСМ, и получено хорошее совпадение.

Трансформации атомной структуры и рельефа поверхности металлов при термическом и механическом воздействиях представляют интерес с точки зрения выяснения механизмов деформации и разрушения [1–4], гетерокатализа [5,6], создания новых наноматериалов [7–9,10] и других направлений фундаментальной и прикладной физики.

В работах [4,8–10] изучались изменения атомной структуры и поверхностных рельефов тонкой платиновой фольги в процессах рекристаллизации и одноосного растяжения в сверхвысоком вакууме (СВВ). Полученные результаты использовались для детализации механизмов пластической деформации и зарождения разрушения металлов с ГЦК-решеткой, а также направленной модификации поверхностной морфологии для решения конкретных задач наноэлектроники и оптической спектроскопии.

Металлы с ОЦК-решеткой, например молибден, имеют другой тип дислокационных структур и соответственно другие механизмы деформации и разрушения [2]. Мо в виде тонкопленочных структур широко используется в нанoeлектронике при создании гетерoэпитаксиальных планарных структур, солнечных батарей и т.д. Поэтому несомненный интерес представляет изучение трансформации атомной структуры и поверхностных рельефов фольги из Мо при температурных и механических воздействиях.

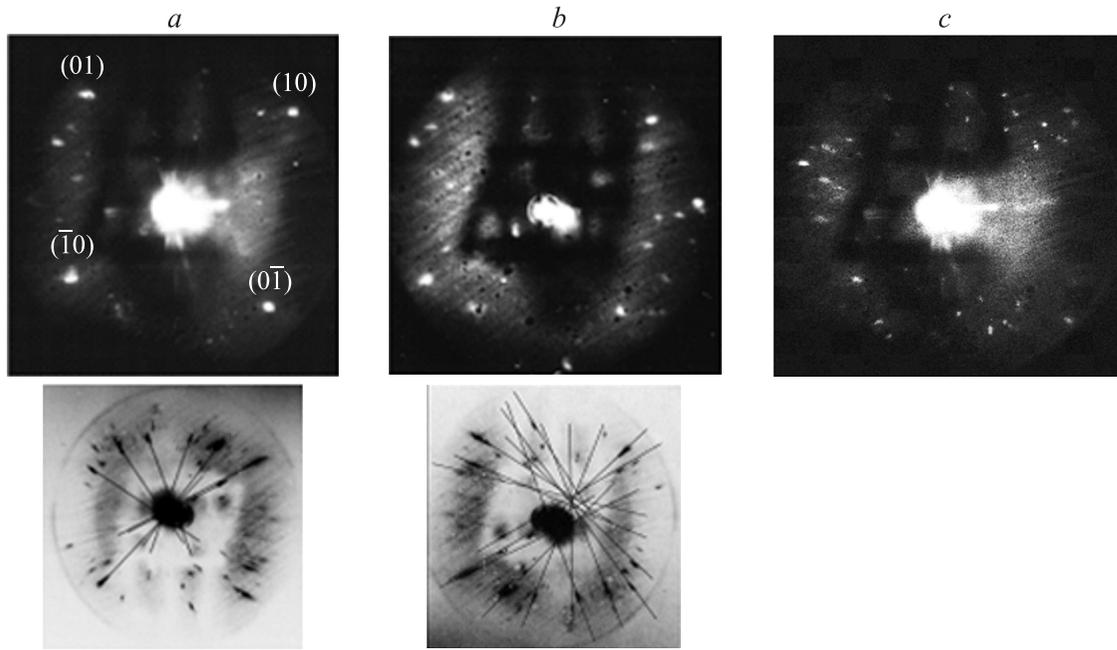
Образцами служили Мо с размерами  $20 \times 5 \times 0.02$  mm, которые подвергались рекристаллизации и растяжению в СВВ.

Методами дифракции медленных электронов (ДМЭ), включая интегральные картины (ИК) ДМЭ [11], а также электронной оже-спектроскопии (ЭОС) производился мониторинг поверхности в процессе рекристаллизации и одноосного растяжения. Методом атомной силовой микроскопии исследовались изменения рельефа поверхности до и после одноосного растяжения образцов. Суть метода ИК ДМЭ заключается в том, что измеряются дифракционные картины при различных энергиях первичных электронов  $E_p$ . При этом картины ДМЭ регистрируются при различных длинах волн. Мы накладывали картины ДМЭ, снятые при изменении  $E_p$  с „шагом“  $\sim 1$  eV друг на друга. В результате получалась суммарная картина ДМЭ в виде вытянутых рефлексов, которые сходятся к положению зеркально отраженного пучка. Процедура получения ИК ДМЭ описана в [11].

Непосредственно после размещения в вакуумной камере дифрактометра образцы не давали картин ДМЭ, а оже-электронные спектры содержали интенсивные пики углерода и кислорода. В процессе повторяющихся циклов рекристаллизационного отжига в СВВ при температурах  $1100\text{--}1800^\circ\text{C}$  и в кислородной атмосфере при  $\sim 900^\circ\text{C}$  и парциальном давлении  $\sim 10^{-4}$  Pa была получена чистая, с точностью до метода ЭОС, поверхность Мо.

Согласно измерениям картин ДМЭ, в различных областях 70% поверхности фольги Мо занимает доминирующая грань (100), а основной тип фасеток образован гранью (110). Поверхность состоит из отдельных блоков, имеющих размеры порядка сечения анализирующего электронного пучка ( $\sim 1$  mm).

В дальнейшем образцы с такой поверхностью подвергались одноосному растяжению в СВВ. Величина нагрузки, при которой происходило механическое разрушение полоски молибдена, составляла  $\sim 400$  МПа.

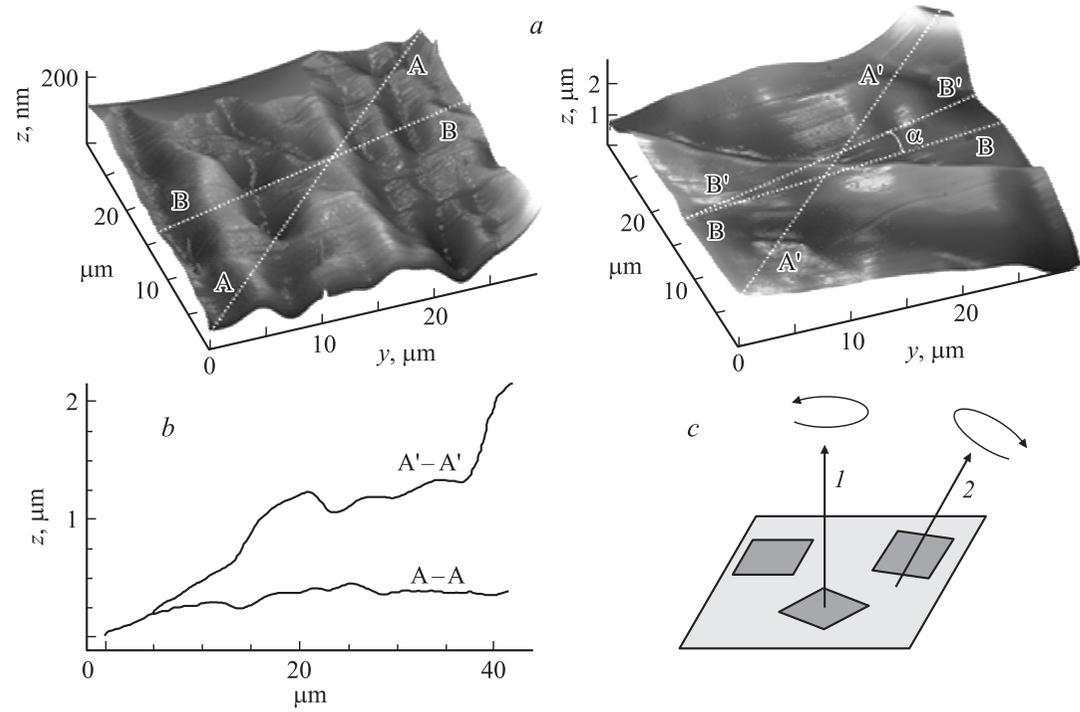


**Рис. 1.** Картины ДМЭ и ИК ДМЭ от областей поверхности растягиваемого образца фольги Mo, находящихся на разных расстояниях  $l$  от места предстоящего разрыва образца:  $a$  —  $l = 4$  mm;  $b$  —  $l = 1$  mm;  $c$  — в области предстоящего разрыва. На картинах ДМЭ центральная часть дифракционной картины перекрыта тенью от кристаллодержателя, поэтому картины ИК ДМЭ представлены в негативной форме. Линии, указанные на этих негативах, являются продолжением вытянутых рефлексов и сходятся к положению зеркально отраженного пучка.

На рис. 1, *a, b, c* представлены картины ДМЭ и ИК ДМЭ от разных областей поверхности растягиваемого образца в предразрывном состоянии, при этом мы не знали, где „слабое“ место образца, в котором он разорвется.

На рис. 1, *a* помещены картины ДМЭ и ИК ДМЭ для поверхности, отстоящей на 4 мм от места предстоящего разрыва образца. Четыре интенсивных рефлекса: (10), (0-1), (-10), (01) — относятся к  $Mo(100)$ . Необходимо отметить, что картины ДМЭ и ИК ДМЭ практически не отличаются от таковых для исходной, ненагруженной поверхности. Из рисунка видно, что пересечение продолжения вытянутых рефлексов происходит в основном в центре зеркально отраженного пучка. В дальнейшем картины ДМЭ и ИК ДМЭ для этого образца мы примем за исходные, и относительно них мы будем анализировать картины дифракции от нагруженных участков поверхностей, расположенных ближе к месту предстоящего разрыва. На рис. 1, *b* показаны картины ДМЭ и ИК ДМЭ нагруженной поверхности на расстоянии  $\sim 1$  мм от места предстоящего разрыва. Картина ДМЭ по сравнению с картиной рис. 1, *a* стала менее контрастной, и появились дополнительные рефлексы, свидетельствующие о частичной деструкции грани  $Mo(100)$ . ИК ДМЭ показывают, что пересечение продолжения вытянутых рефлексов отстоит от центра зеркально отраженного пучка примерно на  $10^\circ$ , а разворот сходящихся рефлексов относительно рефлексов, изображенных на рис. 1, *a*, составляет величину от 5 до  $15^\circ$ . Это означает, что помимо деструкции грани на мелкие блоки происходит и их разворот относительно друг друга как в плоскости, перпендикулярной поверхности фольги, так и в латеральном направлении. На рис. 1, *c* показана картина ДМЭ в области предстоящего разрыва, из которой видно, что поверхность стала практически дифракционно-неупорядоченной. Подобное явление на поверхности перед разрушением тонких образцов Ge и Pt описано в [4] и связывается с аморфизацией поверхности и разбиением ее на нанокристаллы.

Непосредственное определение эволюции рельефа поверхности молибденовых полосок осуществлялось при помощи метода АСМ. На рис. 2, *a* показаны рельефы поверхностей образца после разрыва в областях, от которых получены картины ДМЭ и ИК ДМЭ (рис. 1, *a, b*). На рис. 2, *b* помещены и профили поверхности вдали от места разрыва (линия А–А) и поверхности вблизи от места разрыва (линия А'–А'). Видно, что во втором случае рельеф огрубляется. Из профилей



**Рис. 2.** АСМ-картины поверхности образца фольги Мо после разрыва: *a* — рельефы поверхностей образца после разрыва в областях, от которых получены картины ДМЭ и ИК ДМЭ; *b* — профили поверхности вдали от места разрыва (линия А–А) и вблизи от места разрыва (линия А'–А'); *c* — схема разворота блоков в латеральной плоскости поверхности и в направлении, перпендикулярном к ней.

поверхностей, измеренных по линиям А–А и А'–А', можно оценить углы изменения рельефов по указанным на рисунках направлениям. Видно, что во втором случае углы в среднем увеличиваются. Из величин наклона рельефа можно оценить разворот блоков перпендикулярно плоскости поверхности. Величина дополнительного разворота лежит в диапазоне 4–15°, что близко к величине разворота, оцененного из интегральных картин ДМЭ.

Была сделана попытка оценки разворота блоков в латеральной плоскости. На рис. 2, а видна наногофрированная структура рельефа поверхности, вдоль наногофров проведены линии В–В и В'–В'. Затем линия В–В была помещена на топограмму поверхности, записанную от области, расположенной на 1 mm от места разрыва. Видно, что линии В–В и В'–В' образуют угол  $\alpha \approx 10^\circ$ , который и является углом разворота блоков в латеральной плоскости. Эта величина близка к значению угла разворота блоков, оцененного из картины ИК ДМЭ. На рис. 2, с показана схема разворотов блоков в латеральной плоскости поверхности и в направлении, перпендикулярном к ней.

Совпадение величин разворотов блочных структур, оцененное с помощью метода ИК ДМЭ и метода АСМ, является экспериментальным подтверждением способа оценки разворота блочных структур методом ДМЭ. Согласованность результатов структурных изменений на поверхности Мо двумя методами открывает новые возможности для изучения структурной перестройки сложных неидеальных поверхностей при температурных и механических воздействиях в СВВ. Это особенно важно, на наш взгляд, для изучения процесса рекристаллизации поверхности, происходящей в камере СВВ при температурах свыше 1000°C, когда изучение морфологии *in situ* не возможно.

## Список литературы

- [1] *Kramer D.E., Savage M.F., Levine L.E.* // *Acta Materialia*. 2005. V. 59. N 17. P. 4655–4664.
- [2] *Алехин В.П., Алехин О.В.* Физические закономерности деформации поверхностных слоев материалов. М.: МГИУ, 2011. Ч. 1. С. 94–106.
- [3] *Малыгин Г.А.* // *ФТТ*. 2007. Т. 47. В. 8. С. 1392–1397. [*Malygin G.A.* // *Physics of the Solid State*. 2007. V. 47. N 8. P. 1460–1465.]

- [4] Князев С.А., Корсуков В.Е. // ФТТ. 2005. Т. 47. В. 5. С. 876–879. [Knyazev S.A., Korsukov V.E. // Physics of the Solid State. 2005. V. 47. N 5. P. 876–879.]
- [5] Vajda S., Pellin M.J., Greeley J.P., Marshall Ch.L., Curtiss L.A., Ballentine G.A., Elam J.M., Catillon-Mucherie S., Redfern P.C., Mehmood F., Zapol P. // Nature Materials. 2009. V. 8. P. 213–216.
- [6] Yuki Uesugi-Saitow, Masanori Yata // Phys. Rev. Lett. 2002. V. 88. P. 256 104-(1–4).
- [7] Berner U., Schierbaum K.-D. // Phys. Rev. B. 2002. V. 65. P. 235 404-(1–10).
- [8] Князев С.А., Корсуков В.Е., Корсукова М.М., Пронин И.И., Ширбаум К. // ЖТФ. 2007. Т. 77. В. 8. С. 140–142. [Knyazev S.A., Korsukov V.E., Korsukova M.M., Pronin I.I., Schierbaum K. // Technical Physics. 2007. V. 52. N 8. P. 1098–1100.]
- [9] Корсуков В.Е., Князев С.А., Буйнов А.Л., Корсукова М.М., Немов С.А., Обидов Б.А. // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. В. 8. С. 55–61. [Korsukov V.E., Knyazev S.A., Buinov A.L., Korsukova M.M., Nemov S.A., Obidov B.A. // Technical Physics Letters. 2013. V. 39. N 4. P. 384–387.]
- [10] Корсуков В.Е., Анкудинов А.В., Буйнов А.Л., Варкентин М.С., Князев С.А., Корсукова М.М., Обидов Б.А., Понин И.И. // ФТТ. 2010. Т. 52. В. 7. С. 1423–1427. [Korsukov V.E., Ankudinov A.V., Buinov A.L., Varkentin M.S., Knyazev S.A., Korsukova M.M., Obidov B.A., Pronin I.I. // Physics of the Solid State. 2010. V. 52. N 7. P. 1526–1530.]
- [11] Зырянов Г.К., Князев С.А., Махнюк В.П. // ЖТФ. 1975. Т. 45. В. 5. С. 666–668. [Zyryanov G.K., Knyazev S.A., Makhnyuk V.P. // Soviet Physics. Technical Physics. 1975. V. 45. N 5. P. 770–772.]