

04;11

## Поверхностное структурирование меди под действием электрического разряда

© С.А. Пячин, В.Г. Заводинский, А.П. Кузьменко,  
М.А. Пугачевский, А.А. Бурков, Д.И. Тимаков

Институт материаловедения ХНЦ ДВО РАН, Хабаровск  
Курский государственный технический университет, Курск  
E-mail: pyachin@mail.ru

Поступило в Редакцию 11 января 2010 г.

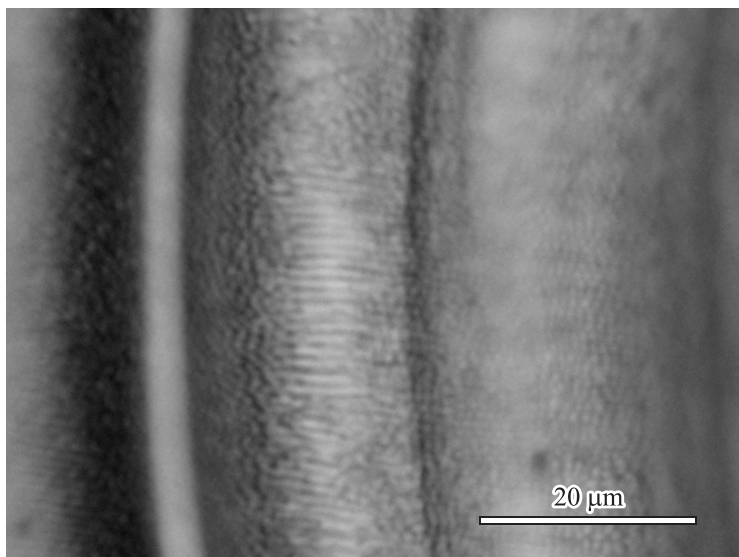
Проведены исследования поверхности медной фольги (катода) толщиной до  $50 \mu\text{m}$ , подвергнутой воздействию разрядного импульса амплитудой до  $60 \text{ A}$  и длительностью  $50\text{--}1300 \mu\text{s}$  в воздушной среде атмосферного давления. Обнаружено, что под действием разряда поверхность фольги покрывается наночастицами меди диаметром более  $30 \text{ nm}$ , из которых формируется ячеистая структура из упорядоченных скоплений наночастиц с размерами до нескольких сотен нанометров. Представлено качественное описание механизма такого структурирования.

Исследования по формированию периодических структур на поверхности различных материалов при воздействии концентрированных потоков энергии приобретают все большую актуальность, особенно для образования структурных элементов с нанометровыми размерами. Наибольшую известность в этой области приобрели работы по получению ячеистого и волнового рельефа при распылении поверхности полупроводников потоками ионов азота, кислорода и инертных газов [1–4]. Кроме того, имеются исследования, в которых показана возможность создания на кремнии, металлических сплавах регулярно расположенных пор и выступов под действием импульсного лазерного излучения [5,6]. Периодические валлообразные и ячеистые структуры субмикронного размера наблюдались на поверхности разных материалов в области воздействия компрессионного плазменного потока [7]. В настоящей работе показано, что подобные поверхностные структуры могут образовываться на медной тонкой фольге при воздействии низковольтного электрического разряда, протекающего между этой фольгой

(катодом) и медным заостренным стержнем (анодом) в воздушной среде атмосферного давления.

В экспериментах использовался генератор прямоугольных импульсов тока длительностью  $\tau$  от 50 до 1300  $\mu\text{s}$  и амплитудой в пределах 10–40 А. Значения тока и межэлектродного напряжения с помощью аналого-цифрового преобразователя выводились на компьютер. Величина разрядной мощности  $P$  устанавливалась от 0.5 до 1 kW. Анодом служили медные стержни диаметром 1.5 mm, один из концов которых затачивали и электролитически полировали в форме острия с углом конусности около 10–15° и радиусом 2–3  $\mu\text{m}$ . Отожженные медные фольги имели толщину до 50  $\mu\text{m}$ , средний размер кристаллических зерен составлял 150–200  $\mu\text{m}$ . Анод ориентировался строго перпендикулярно к катоду и в исходном состоянии замыкался с ним. При импульсе тока 60 А происходило взрывное разрушение контактной области, и инициировался разряд через образовавшийся межэлектродный промежуток. За время разряда из-за испарения острия анода расстояние между электродами несколько возрастало пропорционально  $\sim \tau^{1/3}$ , достигая 0.2–0.6 mm. Поверхность катода после искрового воздействия исследовалась с помощью металлографического микроскопа (МИМ-10), рентгеновского дифрактометра ДРОН-7, растрового электронного (LEO EVO 40 HV) и атомно-силовых (НТД NTEGRA Prima и АСТ SmartSPM) микроскопов. АСМ-исследования проводились полуконтактным методом кантилеверами с зондами 10–20 nm, что соответствовало погрешности измерений ( $\pm 5 \div 10$  nm).

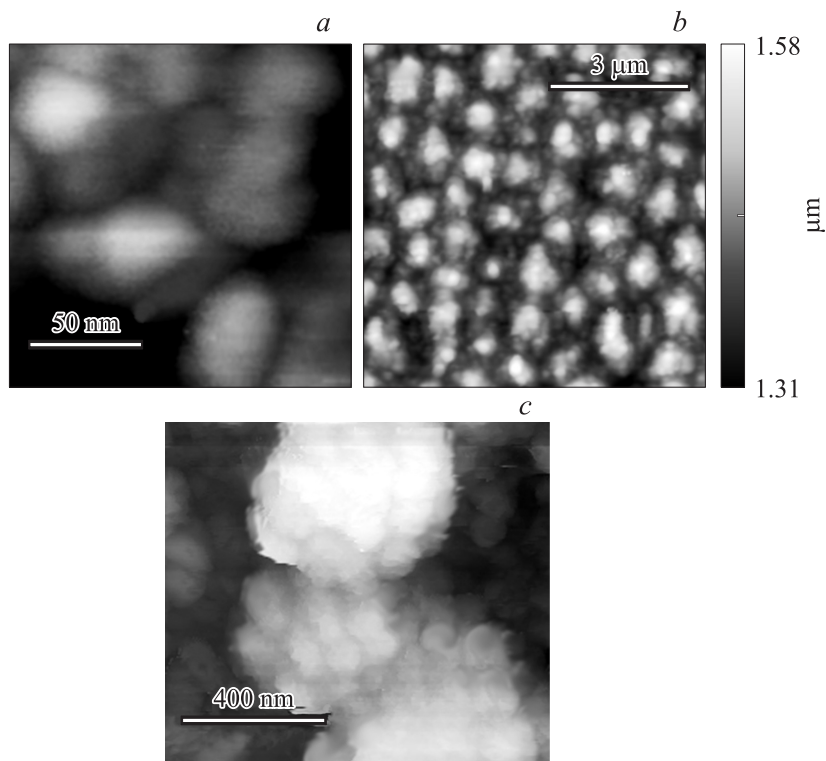
Электроразрядный импульс длительностью менее 100  $\mu\text{s}$  вызывал неглубокое плавление поверхности медной фольги (катада), сопровождаемое выбросом расплавленного металла из области воздействия разряда и образованием кратера. При параметрах импульса  $\tau > 100 \mu\text{s}$  и  $P > 550$  W выделяемой энергии было достаточно для сквозного проплавления тонкой фольги. Область плавления обладала радиальной симметрией, и ее радиус увеличивался с ростом длительности и мощности разряда. Кроме того, под действием электрического разряда поверхность катода, особенно в области сквозного проплавления, подвергалась разномасштабному структурированию. В миллиметровом диапазоне наблюдались регулярные структуры в виде концентрических окружностей, характерной особенностью которых являлась симметричность возникновения как на нижней, так и на верхней поверхностях фольги (рис. 1). Количество окружностей достигало 7–10 с возрастающим от



**Рис. 1.** Фрагмент концентрических окружностей и структуры вблизи края области плавления на поверхности медной фольги.

центра интервалом чередования, начиная с  $20\ \mu\text{m}$ . В микрометровом и нанометровом диапазонах были обнаружены валообразная и ячеистая структуры в виде упорядоченных скоплений наночастиц (УСН) (рис. 2).

С увеличением расстояния от центра разряда характер структурных микро- и нанообразований на поверхности меди менялся. По данным АСМ центральная часть расплавленной зоны состояла из неравномерно распределенных наночастиц с размерами до  $30\ \text{nm}$ . Наночастицы в этой зоне были объединены в блоки произвольной формы с перепадами по высоте до  $50\ \text{nm}$  (рис. 2, *a*). На расстоянии, равном примерно середине радиуса области плавления, наблюдалась ярко выраженная ячеистая структура (рис. 2, *b*). На нижней поверхности фольги ячейки имели средний размер  $540 \pm 30\ \text{nm}$  и представляли собой конгломерат частиц диаметром  $180 \pm 25\ \text{nm}$ . На верхней поверхности фольги размеры наночастиц оказались фактически на порядок меньше (менее  $30\ \text{nm}$ ), тогда как размеры образуемых из них ячеек (УСН) возрастали до  $660\ \text{nm}$



**Рис. 2.** Наночастицы на медной фольге в центре разряда (*a*), ячеистая структура на расстоянии  $100\ \mu\text{m}$  от центра разряда (*b*) и структура ячеек (*c*)

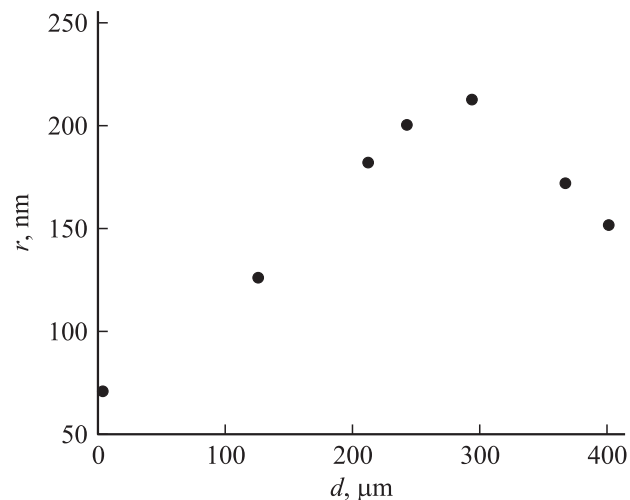
(см. таблицу). Фурье-анализ АСМ-изображения ячеистой структуры указал на гексагональное упорядочение УСН. Зависимость диаметров наночастиц от расстояния от центра разряда имела знакопеременный характер: до  $250\text{--}300\ \mu\text{m}$  наблюдался рост размеров этих частиц, а затем быстрое уменьшение (рис. 3). Также было установлено, что ячеистая структура формировалась при любом положении фольги, вне зависимости от направления действия силы тяжести. Кроме того, энергетические и временные параметры электрических разрядов не оказывали существенного влияния на средние размеры наночастиц и

Параметры микроструктурных образований при электроискровом разряде на медной фольге

Параметр	Верхняя поверхность катода		Нижняя поверхность катода	
	УСН	Наночастицы	УСН	Наночастицы
Средний размер, nm	660	30	540	180
Средняя площадь, $\mu\text{m}^2$	$4.7 \cdot 10^{-1}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$3.3 \cdot 10^{-1}$	$4.6 \cdot 10^{-4}$
Общий объем, $\mu\text{m}^3$	$3.4 \cdot 10^{-1}$	$11 \cdot 10^{-6}$	$2.8 \cdot 10^{-1}$	$7.7 \cdot 10^{-3}$

УСН. Возникающие структуры сохранялись после химического травления, проводимого с целью удаления оксидов меди с подвергнутой искровому воздействию поверхности фольги. По мере приближения к границе области плавления наблюдался переход ячеистой структуры в радиально-ориентированные валы.

Формообразование регулярного рельефа на меди при разряде является результатом одновременно протекающих различных физических процессов. В начальный момент разрядного импульса из-за малого диаметра закругления острия анода ( $2-3 \mu\text{m}$ ) плотность тока в меди достигает  $3 \cdot 10^8 \text{ A/cm}^2$ . В этих условиях удельное энерговыделение в контактной области электродов составляет  $w = 5 \cdot 10^3 \text{ J/g}$  за  $1 \mu\text{s}$ , что вызывает электрический взрыв острия анода с последующим возникновением в образовавшемся межэлектродном промежутке плазменного канала проводимости, сопровождаемого высокоскоростным (до  $10^6 \text{ K/s}$ ) нагревом электродов и фазовыми превращениями (плавлением, испарением) в металле. В условиях большого градиента температур  $(2-3) \cdot 10^6 \text{ K/m}$  между центром и границей области плавления разность сил поверхностного натяжения, вызванная их температурной зависимостью, способствует образованию конвективного потока в ванне расплава, что подтверждается превышением почти в два раза критического значения (80) числа Марангони  $Ma$ , характеризующего возможность возникновения термокапиллярного движения в жидкости. Неустойчивость данного потока приводит к появлению на поверхности расплавленной меди концентрических волнообразных окружностей, расстояние между которыми совпадает по порядку с длинами волн, наблюдаемых при лазерном воздействии на металлическую пластину [8]. Механизм



**Рис. 3.** Характерное распределение средних размеров наночастиц в зависимости от расстояния до центра разряда.

образования таких волн при неравномерном нагреве жидкости подробно описан в работе [9]. Причиной возбуждения гексагонально упорядоченных структур с размером менее  $1 \mu\text{m}$  на поверхности расплавленного металла может являться развитие неустойчивости свободной поверхности проводящей жидкости под действием электрического поля [10] и паро-плазменного потока, образующего за счет испарения металла и перепада давлений между плазмой искрового разряда и окружающего воздуха. Кавитационный механизм выбрасывания пара вместе с жидкими каплями при кипении быстро нагреваемой жидкости, а также разбрызгивание вершин волн при обдуве высокоскоростным газовым потоком объясняет нахождение наночастиц меди на поверхности закристаллизовавшейся области плавления. Аналогичное явление наблюдалось при воздействии на вольфрам мощных импульсных потоков плазмы [11]. Переход конвективной ячеистой структуры в валобразную в тонком слое испаряющейся жидкости, обдуваемой потоком воздуха, подробно рассмотрен в работе [12]. В целом понимание механизмов формирования регулярного рельефа на поверхности металлов под

действием электрического разряда представляет собой сложную задачу и по-прежнему требует проведения дополнительных исследований.

## Список литературы

- [1] *Smirnov V.K., Kibalov D.S., Krivelevich S.A.* et al. // Nuclear Instrumens and Methods in Physics Research. В. 1999. V. 147. P. 310–315.
- [2] *Rusponi S., Costantini G., Buatier de Mongeot F.* et al. // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 75. N 21. P. 3318–3320.
- [3] *Facsco S., Dekorsy T., Koerdt C.* et al. // Science. 1999. V. 285. P. 1551–1553.
- [4] *Сошников И.П., Лунев А.В., Гаевский М.Э.* и др. // ЖТФ. 2001. Т. 71. В. 7. С. 106–110.
- [5] *Setzu S., Ferrand P., Lerondel G., Romestain R.* // Appl. Surface Science. 2002. V. 186. P. 588–593.
- [6] *Lingling R., Shiliang Q.* // Appl. Surface Science. 2010. V. 256. P. 2315–2318.
- [7] *Uglov V.V., Anishchik V.M., Astashynski V.V.* et al. // Surface and Coatings Technology. 2004. V. 180–181. P. 633–636.
- [8] *Ursu I., Mihailescu I.N., Popa Al.* et al. // J. Appl. Phys. 1985. V. 58. Iss. 10. P. 3909-3913.
- [9] *Левченко Е.В., Черенков А.Л.* // ЖЭТФ. 1981. Т. 81. В. 1. С. 202–209.
- [10] *Зубарев Н.М., Зубарева О.В.* // ЖТФ. 2001. Т. 71. В. 7. С. 21–29.
- [11] *Гусева М.И., Гурьев В.М., Домантовский А.Г.* и др. // ЖТФ. 2002. Т. 72. В. 7. С. 48–51.
- [12] *Реутов В.П., Езерский А.Б., Рыбушкина Г.В.* и др. // Прикл. мех. и техн. физ. 2007. Т. 48. № 4. С. 3–14.