

Дальнодействующее влияние облучения светом на микротвердость фольг молибдена, подвергнутых термическому отжигу

© Д.И. Тетельбаум, Е.В. Курильчик, Ю.А. Менделева

Научно-исследовательский физико-технический институт
Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского,
603600 Нижний Новгород, Россия
e-mail: Tetelbaum@phys.unn.ru

(Поступило в Редакцию 14 марта 2005 г.)

Приведены результаты экспериментального исследования изменения микротвердости фольг молибдена под действием облучения светом (на необлученной стороне) как для исходных образцов, так и для образцов, предварительно отожженных в интервале 75–900°C. Показано, что относительные изменения микротвердости под действием однократного и многократных облучений существенно модифицируются при отжиге и зависят от его температуры. Рекристаллизационный отжиг приводит к возрастанию относительного изменения микротвердости и регуляризации характера изменений при повторении циклов облучение—релаксация, тогда как отжиги при более низких температурах — к нарушению регулярности. Результаты свидетельствуют о роли состояния системы дефектов металла в исходном состоянии.

В работах [1–4] был установлен новый эффект, заключающийся в изменении микротвердости H металлических фольг при облучении противоположной стороны. Качественное объяснение данного эффекта, изложенное в [1–4], заключалось в том, что фотоэлектроны, захваченные на ловушки в пленке естественного окисла (ЕО), присутствующего на поверхности фольги, порождают деформационные волны под действием кулоновских сил вследствие нарушения локальной электронейтральности в окрестности ловушек. Проникая в металл, волны трансформируют подсистему дефектов и тем самым вызывают изменения H . В [5] предложена применимая к нашему случаю (при условии дополнительного учета действия деформационных волн) феноменологическая теория превращений в системах, обладающих более чем одним локальным минимумом свободной энергии. Показано, что в таких системах под влиянием приходящего извне потока энергии возможно дальнодействующее изменение структуры и свойств, имеющее характер „волны переключения“. Эта модель позволяет предположить существование зависимости величины и характера эффекта от состояния исходной системы. Последнее можно изменять путем предварительного отжига фольг. Постановка соответствующих экспериментов важна для выяснения механизмов явления. В частности, поскольку было установлено, что действие света не проявляется в отсутствие ЕО на облучаемой поверхности, необходимо было выяснить, в какой мере за эффект ответственна структура самого металла.

Для эффекта типична релаксация H после прекращения облучения. В ряде случаев релаксация возвращает H к исходному (или близкому к нему) значению, а при повторном облучении H снова изменяется. Если дефектная структура металла играет роль, то характер изменений H при фотоциклировании (повторении циклов облучение—релаксация) тоже должен зависеть от состояния системы дефектов.

В настоящей работе на примере фольг молибдена исследовано влияние предварительного отжига на величину изменения H при облучении светом и на характер повторяемости этих изменений при фотоциклировании.

Использовались прокатанные фольги молибдена толщиной 50 μm . По данным рентгеновской дифракции фольги были текстурированы и имели средний размер зерен более 1 μm . Засветка проводилась лампой накаливания мощностью 20 W, нить которой была расположена на расстоянии 5 см от фольги. Отжиги проводились на воздухе (при температурах отжига $T_{\text{ann}} \leq 150^\circ\text{C}$) и в потоке осушенного азота (при $T_{\text{ann}} \geq 200^\circ\text{C}$) в течение 30 min. Несмотря на применение защитной атмосферы, полностью избежать дополнительного окисления не удалось. После каждого отжига окисел удалялся в HCl, а облучение проводилось спустя некоторое время (не менее 2 h), необходимое для наращивания нового ЕО. Это позволяло одновременно исключить влияние тех изменений, которые происходят с окислом при отжиге.

Микротвердость измерялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 g (нагрузка была выбрана после снятия нагрузочной кривой H из соображений компромисса между повышением точности измерения H с ростом глубины отпечатка и уменьшением степени выраженности эффекта с возрастанием нагрузки, т.е. с увеличением толщины зондируемого слоя). Результаты усреднялись по 5 отпечаткам при двукратном измерении каждой диагонали отпечатка. На основании анализа систематических и случайных погрешностей изменения H считались значимыми в тех случаях, когда они превышали 4% от исходного значения.

На рис. 1 приведена зависимость относительного изменения H на обратной стороне фольги от дозы (на лицевой стороне изменений H в пределах погрешности не наблюдалось). При определении дозы принималось, что мощность излучения составляет 50% от полной мощности. Обращают на себя внимание две особенно-

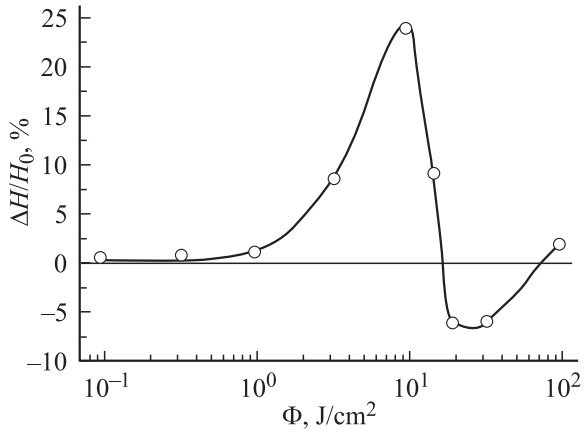


Рис. 1. Зависимость относительного изменения микротвердости от дозы.

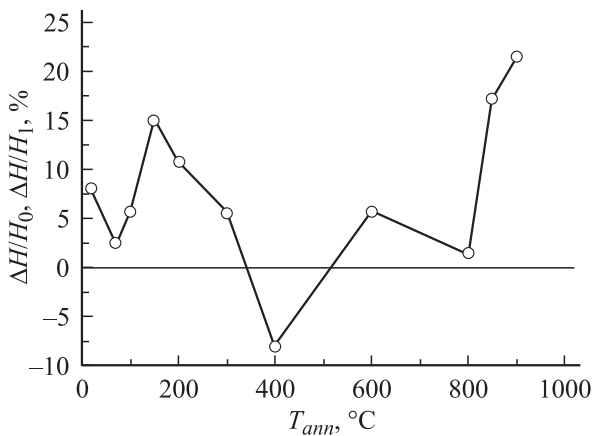


Рис. 2. Относительные изменения микротвердости в исходных ($\Delta H/H_0$) и отожженных при различных температурах ($\Delta H/H_1$) фольгах. Первый \circ — $\Delta H/H_0$, остальные — $\Delta H/H_1$, где H_0 — микротвердость неотожженной фольги, H_1 — микротвердость фольги после отжигов.

сти: немонотонность дозовой зависимости и асимптотическое приближение изменения H к нулю при больших дозах. Обе особенности наблюдались и обсуждались ранее для пермаллоя-79 [1–4]. Поведение H для Мо демонстрирует их закономерный характер, обсуждение причин которого выходит за рамки целей этой статьи. Данные рис. 1 позволили выбрать дозу для последующих опытов.

В результате отжига исходных фольг их микротвердость изменялась. Имеются три характерных участка по температуре отжига (T_{ann}): на первом (до $T_{ann} = 150^\circ\text{C}$) величина H возрастает, на втором она возвращается практически к исходному значению, на третьем (выше 850°C) падает ниже исходного уровня. Поведение H сигнализирует об изменении реальной структуры металла. При этом область снижения H (выше 850°C) соответствует области температур $\sim 0.4T_m$, где T_m — абсолютная температура плавления. Это указывает на связь уменьшения H с рекристаллизацией, которая

должна происходить как раз в данной области температур [6]. Поведение H при более низких T_{ann} , по-видимому, обусловлено процессами, происходящими в подсистеме точечных дефектов, преимущественно в атмосферах Коттрелла.

На рис. 2 показана зависимость изменений микротвердости при дозе 3 J/cm^2 (время облучения 100 s) от T_{ann} . Приведено также значение изменения H для неотожженной фольги. Видно, что величина и даже знак изменений H зависят от наличия и температуры предварительного отжига. Интересно, что после рекристаллизационного отжига степень влияния засветки на H вдвое увеличилась по сравнению с неотожженными образцами. При некоторых других T_{ann} эта степень, наоборот, снижается вплоть до практически полного отсутствия эффекта. После прекращения облучения изменения релаксируют, приближаясь к нулю за время порядка несколько часов.

При повторных облучениях, проводимых после выдержки (релаксации), результаты тоже оказались зависящими от того, подвергалась ли фольга отжигу и при какой температуре. Для неотожженного образца релаксация приближала микротвердость к исходному значению, а при повторных облучениях (фотоциклировании) H каждый раз возрастала до величины, близкой к величине, достигнутой при первом облучении (рис. 3). Для образцов, отожженных в интервале $T_{ann} = 75\text{--}800^\circ\text{C}$, изменения H при фотоциклировании оказались нерегулярными (плохо воспроизводимыми от цикла к циклу). Для примера на рис. 3 приведен результат для $T_{ann} = 300^\circ\text{C}$. Такое поведение имело место и для других температур отжига в указанном интервале. Иное наблюдается для $T_{ann} = 900^\circ\text{C}$, т.е. после отжига исходной фольги несколько выше температуры рекристаллизации: картина изменений H при циклировании опять приобретает регулярный пилообразный характер.

Таким образом, предварительный отжиги оказывают существенное влияние на фоточувствительность фольг. Это демонстрирует существенную роль состояния системы дефектов металла и не противоречит феноменологической модели [5], в соответствии с которой ожидалось наличие зависимости эффекта от исходного набора „параметров порядка“. В то же время результаты в целом согласуются с предложенной нами [1–4] качественной моделью, согласно которой изменение H связано с модифицированием системы дефектов (под действием возникающих при облучении деформационных волн), но эта связь имеет сложный характер. Хотя это не исключает того, что при температурах отжига, существенно превышающих $0.4T_m$ (когда система более полно приблизится к состоянию равновесия), эффект ослабнет и даже исчезнет. Это действительно наблюдалось для фольг Cu–Ni в работе [7] и свидетельствует о том, что для существования эффекта необходима некоторая степень отклонения системы от равновесия в исходном состоянии. Разумеется, детальное объяснение полученных зависимостей требует более полного знания особенностей состояния системы дефектов и ее изменений в результате отжигов.

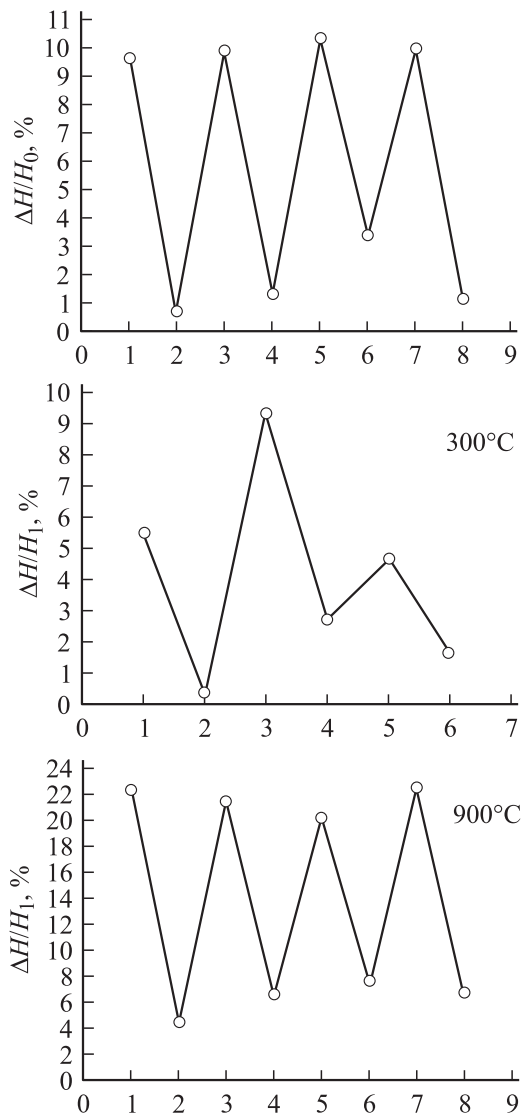


Рис. 3. Изменения микротвердости при фотоциклировании для неотожженных образцов (вверху слева) и для образцов, отожженных при различных температурах. Нечетные номера на осях абсцисс соответствуют состояниям после облучения, четные — после релаксации.

С прикладной точки зрения найденные закономерности интересны тем, что демонстрируют существование режимов обработки, при которых, учитывая релаксацию, механические свойства металла, его можно возвращать в измененное под действием света состояние путем повторных облучений. Другой важный вывод состоит в том, что для одного и того же материала могут реализоваться случаи, когда эффект существенно выражен, и случаи, когда он не проявляется. Все это необходимо учитывать при практическом использовании эффекта, а также при проведении исследований.

Работа поддержана программой „Университеты России“ и РФФИ (грант № 02-02-16670).

Список литературы

- [1] Тетельбаум Д.И., Трофимов А.А., Азов А.Ю. и др. // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. Вып. 23. С. 9–13.
- [2] Тетельбаум Д.И., Азов А.Ю., Голяков П.И. // Письма в ЖТФ. 2003. Т. 29. Вып. 2. С. 35–41.
- [3] Тетельбаум Д.И., Менделева Ю.А., Азов А.Ю. // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. Вып. 11. С. 65–71.
- [4] Tetelbaum D.I., Azov A.Yu., Kuril'chik E.V. et al// Vacuum. 2003. Vol. 70. N 2–3. P. 169–173.
- [5] Кривелевич С.А. // Вестник ННГУ. Сер. Физика твердого тела. 1998. Вып. 2. С. 71–78.
- [6] Горелик С.С., Дашевский М.Я. // Материаловедение полупроводников и металловедение. М.: Металлургия, 1973. 496 с.
- [7] Колотов А.А., Гильмутдинов Ф.З., Баянкин В.Я. // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. Вып. 16. С. 7–12.