# 05;12 Исследование изменения субмикрорельефа поверхности медных образцов при пропускании по ним импульсов электрического тока большой плотности

© И.П. Щербаков, Д.В. Чураев, В.Н. Светлов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021 Санкт-Петербург, Россия e-mail: sherbakov.mhd@mail.ioffe.ru

#### (Поступило в Редакцию 30 сентября 2003 г.)

Проведено экспериментальное исследование изменения субмикрорельефа поверхности медных образцов при прохождении через них импульса электрического тока плотностью больше  $J_{thr}$ . Установлено, что прохождение через образец тока большой плотности приводит к изменению субмикрорельефа полированной поверхности медных образцов и образованию регулярных периодических структур. Показано, что эти структуры образуются вследствие выхода подвижных дислокаций на поверхность образца.

## Введение

Для придания металлам нужной формы используется пластическая деформация. В некоторых случаях пластическая деформация оказывается невозможной. Тогда применяют дополнительные воздействия на материал. Одним из таких методов, находящим уже сейчас широкое практическое применение, является дополнительное воздействие на металлический материал электрическим током плотностью до 100 kA/cm<sup>2</sup>. Пропускание электрического тока через металлические проводники сопровождается многочисленными вторичными явлениями. К ним обычно относят джоулев нагрев, возникновение электромагнитных полей, рассеяние электронов проводимости на фононах и дефектах решетки и т.д. Ясно, что если бы ток был такой большой плотности постоянным, то металл почти немедленно испарился бы за счет выделения джоулева тепла. Для избежания этого ток возбуждают очень короткими импульсами ( $\sim 100 \, \mu s$ ) с низкой частотой (~1 Hz). Такой метод обработки был назван электропластической деформацией [1,2]. Несмотря на широкое применение, механизм этого явления на сегодняшний день до конца неясен.

Дрейфовое движение электронов проводимости в металле под действием приложенного электрического поля создает электрический ток. В идеальном кристалле такое движение происходит без рассеяния (сопротивления). Отклонение от идеального кристаллического строения (дефекты, в том числе дислокации, тепловые колебания атомов и пр.) приводит к тому, что возникает взаимодействие электронов проводимости с неоднородностями. При этом на дислокации будет действовать сила электронного увлечения  $F_N$ , пропорциональная дрейфовой скорости электронов V [3],

$$F_N = B_N V, \quad V = -j/(en), \tag{1}$$

где *j* — плотность электрического тока, *e* — элементарный заряд, *n* — концентрация электронов проводимости, *B<sub>N</sub>* — коэффициент электронного увлечения дислокаций.

Таким образом, действие силы (1) эквивалентно приложению к образцу механического напряжения

$$S_N = F_N/b$$
,

где *b* — вектор Бюргерса.

В работах [4–6] показано, что приложение механического напряжения к образцам из благородных металлов (Cu, Ag и Au) приводит к тому, что на их поверхности образуются субмикродефекты в виде призм с углом при вершине, равным ~ 70°. Известно [7], что Cu , Ag и Au имеют гранецентрированную кубическую (ГЦК) решетку, угол между плоскостями легкого скольжения (111) и (111), в которой  $\approx$  70.5°. Поэтому естественно считать, что эти дефекты образуются вследствие выхода на поверхность металла подвижных дислокаций [5,6].

Можно предположить, что воздействие электрического тока на металлические проводники будет также сопровождаться характерным изменением их поверхности. Данная работа поставлена с целью проверки этого предположения.

#### Экспериментальная методика

Исследовали профили поверхностей медных пластин чистотой 99.96%, толщиной  $30 \cdot 10^{-6}$  m, площадью  $3.3 \cdot 10^{-2} \times 1.6 \cdot 10^{-2}$  m. Изменения рельефа поверхности регистрировали при помощи сканирующего туннельного профилометра РТП-1, разработанного в НИИ физики ЛГУ и изготовленного производственным кооперативом "Эра".

Для контроля разрешения и стабильности работы прибора и его градуировки использовали дифракционную решетку на арсениде галлия (высотой  $h \approx 0.25 \,\mu$ m и шагом решетки  $L \approx 1 \,\mu$ m), на поверхность которого



**Рис. 1.** Топограмма поверхности дифракционной решетки на арсениде галлия (высотой  $h \approx 0.25 \,\mu\text{m}$  и с шагом решетки  $L \approx 1 \,\mu\text{m}$ ), на поверхность которой напылен слой золота.

был напылен слой золота. На рис. 1, а представлена трехмерная топограмма поверхности дифракционной решетки, на которой отчетливо видны ее высота и период. На рис. 1, в представлено сечение топограммы в плоскости XZ, из которого хорошо видно, что высота решетки  $h \approx 250$  nm, а ее шаг  $L \approx 1000$  nm, что соответствует параметрам решетки и говорит о правильной работе туннельного микроскопа. Для контроля работы туннельного микроскопа и правильного отображения поверхности исследуемых образцов топограмма дифракционной решетки снималась до измерения исследуемой поверхности образцов и после. Измерительные острия изготовляли из вольфрамовой проволоки электрохимическим травлением. Их форму оценивали по изображениям наиболее мелких дефектов на топограммах. В профилометре измерительное острие способно перемещаться перпендикулярно поверхности не более чем на 1µm. Чтобы удалить микронеровности, превышающие 1µm, образцы полировали алмазными пастами, затем промывали ацетоном и спиртом. Для пропускания через образцы электрического тока использовалась конденсаторная батарея емколстью  $400\,\mu\text{F}$ , напряжением заряда до 5 kV, которая разряжалась при достижении заданного (нужного) напряжения через исследуемые медные образцы.

Параметры процесса разряда регистрировались с помощью пояса Роговского (ток разряда I) и омического делителя напряжения (напряжение разряда U), подключенных к аналого-цифровому преобразователю (АЦП), и заносились в ЭВМ. С помощью специальной программы предназначенной для обработки осциллограмм были получены зависимости величин тока и напряжения от времени.

# Результаты измерений

На рис. 2 показаны примеры фрагментов трехмерных топограмм поверхности медного образца до (a) и после (b, c) пропускания электрического тока разной плотности, но больше пороговой величины плотности —  $J_{\text{thr}} \approx 50 \,\text{kA/cm}^2$  (при длительности  $300 \,\mu\text{s}$ ), до которой никаких изменений субмикрорельефа не наблюдалось. При сравнении топограмм видно, что прохождение электрического тока через образец изменяет субмикрорельеф его поверхности и что рельеф поверхности, которая подвергалась только полировке (рис. 2, а, 1), отличается от рельефа поверхностей, образцы которых подвергались после полировки воздействию тока (рис. 2, b, 1, c, 1). На рис. 2, a, 2 представлен профиль топограммы поверхности медного образца в сечении плоскостью XZ после его полировки. Видно, что размеры неровностей микрорельефа варьируют по высоте (глубине) от 15 до 30 nm, а поперечные размеры — от 50 до 200 nm с плотностью дефектов  $\approx 2.5 \cdot 10^{-3}$  1/nm.

Пропускание тока через образец существенно изменило субмикрорельеф его поверхности (рис. 2, *b*, *I*) и изменило размеры и плотность дефектов. Так, после пропускания электрического тока плотностью  $J = 200 \text{ kA/cm}^2$ из первоначальных дефектов начали формироваться более крупные структуры. Высота (глубина) таких дефектов увеличилась и стала от 30 до 100 nm, поперечные размеры также увеличились и стали от 1000 до 2000 nm, а плотность дефектов уменьшилась и стала  $\approx 10^{-3}$  1/nm (рис. 2, *b*, 2).

Увеличение плотности тока до  $J = 700 \, \text{kA/cm}^2$  привело к тому, что на поверхности образца образовались регулярные периодические структуры (рис. 2, с, 1). При этом увеличились их размеры: высота (глубина) от 100 до 200 nm, поперечные размеры — от 1800 до 2500 nm, в то же время плотность таких дефектов уменьшилась и стала  $\approx 0.5 \cdot 10^{-3}$  1/nm (рис. 2, *c*, 2). При этом, как видно, на всех топограммах основными элементами, образующими рельеф поверхности, являются примерно одинаковые по форме и размерам дефекты, которые при суперпозиции и создают контуры наблюдаемых сечений исследуемых поверхностей. В увеличенном виде один из дефектов представлен на рис. 3. Глубина (высота) этих дефектов варьирует от 15 до 30 nm, а поперечные размеры — от 50 до 200 nm. В объеме дефекты выглядят как отпечатки призмы, три стенки которой



**Рис. 2.** Фрагменты трехмерных топограмм поверхности медного образца: a — поверхность образца после полировки, b — после пропускания тока плотностью  $J = 200 \text{ kA/cm}^2$ , c — после пропускания тока плотностью  $J = 700 \text{ kA/cm}^2$ .

приблизительно перпендикулярны поверхности образца, в четвертая составляет с ней угол  $\approx 30^{\circ}$ . Угол при вершине дефекта  $\approx 70^{\circ}$  (рис. 3). Ориентация стенок дефектов на (рис. 2, *b*, *c*) позволяет объяснить их образование выходом на поверхность дислокаций в результате возникновения напряжений, как и в случае, описанном в работах [4,5]. Дефекты на поверхности образца, еще не подвергавшейся воздействию тока, также появились при выходе дислокаций: известно, что при механической полировке поверхности на нее выходят дислокации по плоскостям легкого скольжения, создавая специфический рельеф, который и проявился на рис. 2, *a* [7].



Рис. 3. Форма одного из образующихся дефектов.

## Выводы

Результаты выполненных опытов показывают, что прохождение импульса электрического тока плотностью больше порогового значения J<sub>thr</sub> через медные образцы вызывает изменение субмикрорельефа его поверхности. Эти изменения сопровождаются возникновением новых и перегруппировкой первоначальных дефектов, образованных при полировке, в более крупные регулярные образования, размеры которых связаны с величиной плотности тока.

Форма и ориентация стенок нанодефектов на поверхности согласуются с предположением, что они образовались вследствие выхода на поверхность образца подвижных дислокаций.

Выполненные исследования подтверждают предположение о дислокационном механизме изменения субмикрорельефа поверхности металлических образцов при пропускании по ним импульсов электрического тока. При этом открывается возможность управлять этими изменениями и создавать на поверхности металлов субмикрорельеф заданной формы.

# Список литературы

- [1] Спицын В.И., Троицкий О.А. Электропластическая деформация металлов. М.: Наука, 1985.
- [2] Громов В.Е., Зуев Л.Б., Козлов Э.В., Целлермайер В.Я. Электростимулированная пластичность металлов и сплавов. М.: Недра, 1996. 290 с.
- [3] Каганов М.И., Кравченко В.Я., Нацик В.Д. // Успехи физ. наук. 1993. Т. 11. С. 655–682.
- [4] Веттегрень В.И., Гиляров В.Л., Рахимов С.Н., Светлов В.Н. // ФТТ. 1997. Т. 40. Вып. 4. С. 668–671.
- [5] Веттегрень В.И., Рахимов С.Н., Светлов В.Н. // ФТТ. 1997. Т. 40. Вып. 12. С. 2180–2183.
- [6] Абрамова К.Б., Веттегрень В.И., Щербаков И.П., Рахимов С.Ш., Светлов В.Н. // ЖТФ. 1999. Т. 69. Вып. 12. С. 102–104. Technol. 1996. N 31. Vol. 4. Р. 495–500.
- [7] Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов. М.: Металлургия, 1975. 200 с.