

УДК 546.56:539.216.2+620.17

ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ И СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КОНДЕНСАТОВ МЕДИ

Т.Г.Белайчева, К.К.Зилинг, В.Ю.Пчелкин

Использование тонких пленок в несущих конструкциях требует знания стабильности механических свойств и соответствующих структурных характеристик, определяющих эти свойства.

Согласно литературным данным [1] "естественное старение" конденсированных пленок может сопровождаться укрупнением блоков, уменьшением микронапряжений и падением прочности. Сообщалось [2] также об изменении параметра решетки конденсатов во времени. Приведенные сведения относятся к пленкам, конденсированным на подложки с температурой ниже $(90-130)^{\circ}\text{C}$. Данные о стабильности структуры и свойств конденсатов, полученных при более высоких температурах, отсутствуют.

В настоящей работе исследуется стабильность прочностных свойств и характеристик субструктуры конденсированных пленок меди, полученных при температуре подложки 200°C .

П о с т а н о в к а э к с п е р и м е н т а . Эксперимент проведен на пленках толщиной 2 мк, полученных испарением материала чистотой 99,997% из молибденового тигля трубчатого испарителя [3] в вакууме $6 \cdot 10^{-6}$ тор. Осаждение проводилось со ско-

ростью 0,3 – 0,4 мк/мин на полированные подложки, покрытые буферным слоем NaCl . Пленки отделяли от подложки, растворяя подслои NaCl . Механические свойства образцов с размерами рабочей части $1 \times 4 \text{ мм}^2$ измерялись на микроразрывной установке [4], имеющей точность измерения перемещений 1 мк.

Субструктура пленок исследовалась на рентгеновском дифрактометре УРС-50И в излучении медного анода. Интенсивность линий измерялась по точкам путем счета импульсов. Регистрировались два порядка отражения от плоскостей (111) и (200), по которым определялись средний размер областей когерентного рассеяния (о.к.р.) $\bar{a}$ и микродеформации ϵ с использованием методик Уоррена-Авербаха [5] и Куколя [6], давших практически совпадающие результаты.

По относительному смещению положения линий (111) и (200) оценивалась вероятность появления деформационных дефектов упаковки α , а по методу [5] – сумма вероятностей появления дефектов упаковки деформационного и двойникового типов ($1,5\alpha + \beta$). Параметр решетки определялся по положению линий (420) с погрешностью $\pm 1,7 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$. Эталон служила медная пленка, полученная при температуре подложки 45°C и отожженная в вакууме при 700°C в течение 30 мин.

Предварительная обработка данных (поправка на мертвое время счетчика, вычет фона, нормировка) и гармонический анализ кривых интенсивности проведен на ЭВМ.

Результаты и обсуждение. Рентгенографические измерения показали, что заметные изменения субструктуры пленок наблюдаются в первые две недели после ее получения. Дальнейшее вылеживание в течение трех месяцев не приводит к существенным изменениям субструктуры.

Характерные зависимости величин $\bar{a}_{200}$, ϵ и $(1,5\alpha + \beta)$ от времени вылеживания t приведены на рис. 1, а–в, соответственно. Видно, что кривая $\bar{a}-t$ может быть разделена на 2 участка, первый из которых характеризуется ростом $\bar{a}$, а второй – немонотонным изменением размеров о.к.р. с минимумом, приходящимся на 4–6 сутки вылеживания.

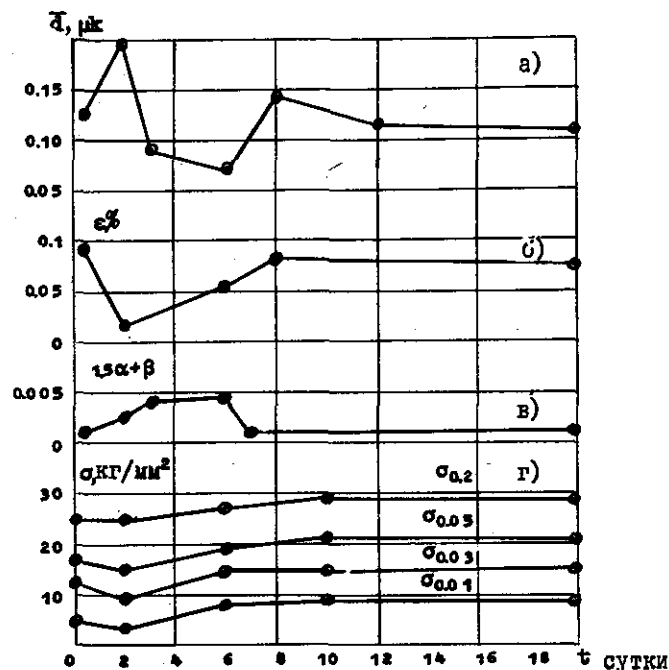


Рис. 1

Чувствительность метода позволяет надежно определять величину $\bar{a}$ только при $\bar{a} < 10^3 \text{ \AA}$, следовательно, изменения на первом участке кривой в данном случае могут быть зафиксированы только качественно. Тем не менее сам факт увеличения размеров о.к.р. наблюдался на всех исследованных образцах, в том числе и при $\bar{a} < 10^3 \text{ \AA}$, как это видно из таблицы.

Время вылеживания (сутки)	1,5	3,7	5,7	16,7
Величина о.к.р., $\text{\AA}$	770	940	870	10^3

Сопоставление рис. 1, а и 1, в показывает, что изменение размеров о.к.р. на втором участке коррелирует с изменением концентрации дефектов упаковки, причем минимуму на кривой $\bar{a}-t$ соответствует максимальное значение величины $1,5\alpha + \beta$. Учет

вклада дефектов упаковки в уширение линий приводит к тому, что истинный размер о.к.р. на всем обсуждаемом участке кривой $\bar{\alpha}-t$ оказывается больше $10^3 \text{ \AA}$ и, следовательно, минимум на этой кривой является фиктивным. Причины немонотонности изменения со временем микродеформаций подробно не исследовались. Возможно [7], данный эффект связан с изменением угла разориентации блоков. Заметим, что аналогичные изменения субструктуры со временем неоднократно наблюдались на массивных металлах после пластической деформации [7-11].

Поскольку в исследованных пленках относительного смещения линий (111) - (200) не наблюдалось, большая часть образовавшихся при вылеживании дефектов упаковки являлась двойниковой. В настоящей работе в отличие от данных, приведенных в [2], не обнаружено какого-либо отклонения параметра решетки от табличного значения, которое можно было бы рассматривать как результат наличия большого количества избыточных вакансий.

На рис. 1, г показана зависимость от времени механических свойств конденсатов. Видно, что изменение прочностных характеристик происходит также в 2 этапа. Непосредственно после получения наблюдается падение напряжения течения, отчетливо видимое при деформациях, соответствующих пределу упругости. Уменьшению $\sigma_{0.01}$ соответствует рост о.к.р.

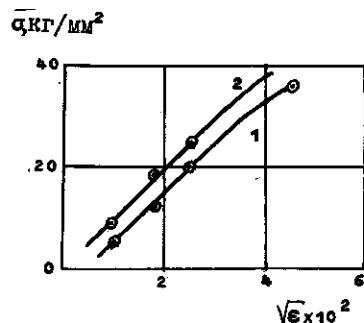


Рис. 2

На втором этапе, который начинается через 2-3 суток после получения, зафиксировано существенное увеличение напряжений течения и подъем всей диаграммы растяжения (см. рис. 2). Кривая 1 получена непосредственно после изготовления пленки, кривая 2 — после полного старения. Максимальное упрочнение достигается через 6-8 суток. При дальнейшем вылеживании механические свойства не меняются. Видно, что связь параметров субструктуры, определенных рентгенографически, с изменениями механических свойств отсутствует. Если изменение концентрации двойников отжига и оказывает влияние на прочностные характеристики, это влияние незначительно и маскируется действием

других структурных факторов, которые не фиксируются примененными в работе рентгеноструктурными методами.

Аналогичные изменения механических свойств наблюдались в [12] на массивной меди после закалки и рассматривались как следствие образования сидящих дислокационных петель за счет адсорбции вакансий. В более поздних работах (см., [13]) показано, что упрочнение может быть вызвано и рядом других дефектов структуры, характер которых определяется предисторией образцов и наличием примесей. В частности, возможность упрочнения за счет появления так называемых "темных пятен", являющихся, по-видимому, скоплениями вакансий, продемонстрировано в работе [14].

Таким образом, однозначное определение вида дефектов, ответственных за изменение прочностных свойств, может быть выполнено только методами просвечивающей электронной микроскопии.

З а к л ю ч е н и е . Приведенные данные позволяют сделать вывод о том, что при вылеживании исследованных конденсатов идут два процесса изменения субструктуры: укрупнение о.к.р. и изменение концентрации дефектов упаковки двойникового типа.

Увеличение размеров о.к.р. наиболее интенсивно протекает в первые двое суток с момента получения и является ответственным за падение напряжения течения вблизи предела упругости.

Второй процесс — изменение концентрации двойников — вызывает появление фиктивного минимума на кривой $\bar{\alpha}-t$.

При дальнейшем вылеживании в течение 3 месяцев существенных изменений не обнаружено.

Наблюдаемое через 6-8 суток после получения необратимое повышение механических свойств не коррелирует с изменениями субструктуры, найденными рентгеновскими методами. Судя по литературным данным, характер дефектов кристаллической решетки, ответственных за изменения прочности, может быть определен только электроно-микроскопическими методами.

Л и т е р а т у р а

1. ПАЛАТНИК Л.С., ФУКС М.Я., АЛБЕРДОВА О.Г., ИЛЬМИНСКИЙ А.И., ГЕВЛЕВИЧ П.Г. Субструктура вакуумных конденсатов меди после выжигания и отжига. - ФММ, 1967, т. 23, стр. 892.
2. ПАЛАТНИК Л.С., ИЛЬМИНСКИЙ А.И. Об эффекте закалки вакансий в вакуумных конденсатах меди и серебра. - ФТТ, 1962, т. 4, стр. 3564.
3. ПЧЕЛКИН В.Ю., СОЛДАТЕНКОВ И.С., ХОРОМЕНКО А.А. Трубочатый испаритель. - "Приборы и техника эксперимента", 1971, № 4, стр. 174-175.
4. КОСТЮК В.Г., ЗИЛИНГ К.К., СЕРЕБРЯКОВ А.В. Прочностные свойства металлических нитевидных кристаллов с примесями. - ФТТ, 1963, т. 5, стр. 3060.
5. УОРРЕН Б.И. Рентгенографическое изучение деформированных металлов. - "Успехи физики металлов", т. 5, М., "Металлург - издат", 1963, стр. 172.
6. КУКОЛЬ В.В. Раздельное определение среднего размера блоков и микроискажений кристаллической решетки упрощенным аналитическим методом. - "Заводская лаборатория", 1968, т. 34, стр. 1088.
7. ШИВРИН О.Н. О механизме полигонизации при низкотемпературном отжиге деформированной меди. - ФММ, 1969, т. 28, стр. 903.
8. ИВЕРОНОВА В.И., ОСИПЕНКО Н.Н. Рекристаллизация порошков чистых металлов. - ФММ, 1960, т. 10, стр. 736.
9. ОСИПЕНКО Н.Н. Рекристаллизация порошков никеля. - ФММ, 1965, т. 20, стр. 143.
10. ИВЕРОНОВА В.И., ОСИПЕНКО Н.Н. Низкотемпературный отжиг пластически деформированных металлов. - ФММ, 1965, т. 20, стр. 417.
11. СИРЕНКО Г.А., ХОТКЕВИЧ В.М. Рентгенографическое исследование субструктуры меди и никеля, пластически деформированных при низких температурах. - Сб. "Изучение дефектов кристаллического строения металлов и сплавов", Киев, Изд-во "Научная мысль", 1966, стр. 14.
12. KIMURA H., MADDIN R., KUHLMAN-WILSDORF D. Quenched - in Vacancies in Noble Metals - II Mechanism of Quench Hardening. - "Acta met.", 1959, vol. 7, p. 154.
13. КИМУРА Г., МАДЛИН Р. Влияние закаленных вакансий на механические свойства металлов и сплавов. - "Дефекты в закаленных металлах", М., "Атомиздат", 1969, стр. 188.
14. GALLIGAN J., WASHBURN J. Effect of Vacancy Clusters on Yielding and Strain Hardening of Copper. - "Phil. Mag.", 1963, vol. 8, p. 1455.

Поступила в ред.-изд. отд .

14 июня 1972 года