

Микрорельеф и нанотвердость поверхности кристаллов вольфрама

Грачева К.В., Гончаров С.С.[†], Сундуков В.К., Седыкин Е.И., Троицкий И.В.

[†]gss160154@yandex.ru

Тульский государственный университет, Россия, 300600, г. Тула, пр. Ленина, д. 92

Tungsten Crystalline Surface Microrelief and Nano Hardness

K.V. Gracheva, S.S. Goncharov, V.K. Sundukov, Ye.I. Sedykin, I.V. Troitsky

Tula State University, 300012 Tula Lenin pr. 92

Для оценки характеристик поверхности использовали сканирующий силовой микроскоп типа «Нано Скан» и зондовый микроскоп типа «Solver PRO». Установлено влияние электрохимической обработки на микрорельеф и нано-твердость поверхности монокристаллического вольфрама.

Ключевые слова: кристалл, нанотвердость, микрорельеф поверхности, зондовый микроскоп, электрополировка.

The Nano Scan scanning force microscope and the Solver PRO probe microscope have been used to evaluate the surface properties. The electrochemical treatment influence upon the monocrystalline tungsten surface microrelief and nano hardness has been identified.

Keywords: crystal, nano hardness, surface microrelief, probe microscope, electropolishing.

1. Введение

Тугоплавкие кристаллы вольфрама и молибдена находят применение в различных областях техники. Известно, что работа выхода электронов зависит от индексов граней кристаллов, их упаковки, типа межатомной связи, микрорельефа и нано-твердости поверхности [1-4].

Однако данных о влиянии состояния поверхности граней кристалла на нано-уровне практически нет. Это объясняется, прежде всего, отсутствием надежных методов такого контроля [5].

2. Постановка задач исследования

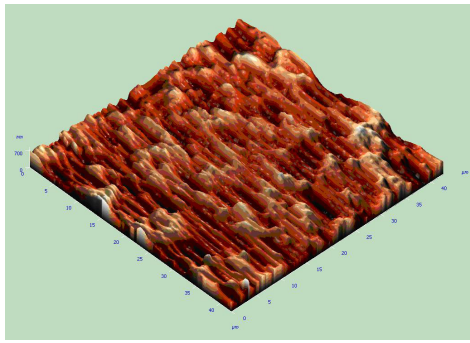
Задачами исследования являлись: 1. приготовление образцов с разной химико-термической обработкой поверхности кристаллического W; 2. исследование поверхности W до и после электрохимической обработки различных режимов методом атомно-силовой микроскопии (АСМ).

3. Результаты и обсуждение

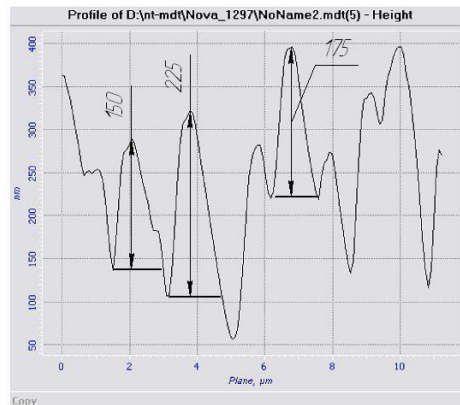
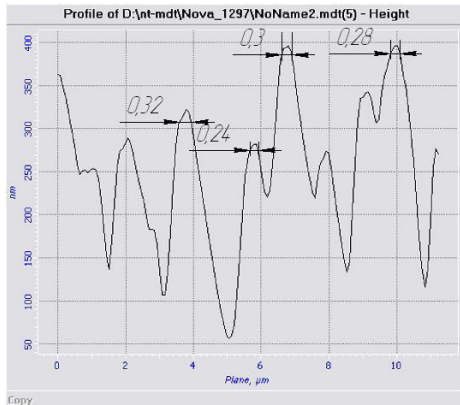
В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью специальным образом приготовленных зондов [6]. Характерное расстояние между зондом (острие) и поверхностью образца составляет 0,1–10 нм. (Значение амплитуды шероховатости P_0 задается оператором постоянно). Если расстояние «зонд – поверхность» изменяется, меняется усиленный разностный сигнал $\Delta P = P - P_0$, подаваемый на исполнительный механизм. Точность контроля этого рас-



Рис. 1. Схема идентификации поверхности образца



а)



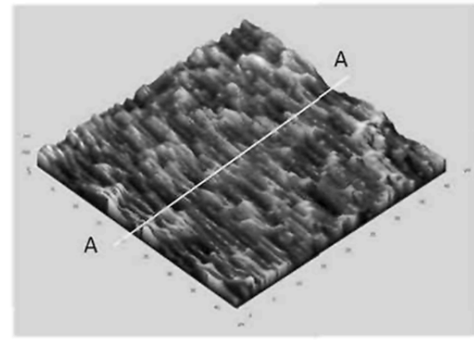
б)

Рис. 2. Рельеф поверхности монокристаллического W измеренный методом атомно-силовой микроскопии (электрополирование): а - 3D изображение, б - типовые амплитудные значения микрорельефа поверхности в координатах: X - мкм, Y - нм

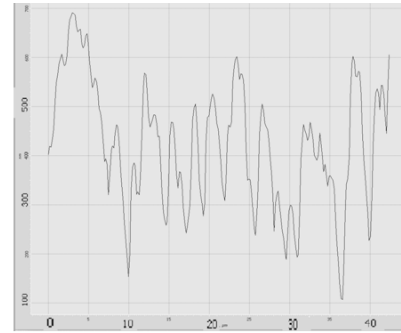
стояния достигает величины $0,01 \text{ \AA}$. Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Система обратной связи обрабатывает все изменения при перемещении зонда таким образом, что сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности.

Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и др.

Микроскоп типа «Нано Скан» работает на открытом воздухе в контактом режиме. Его отличительной особенностью является применение пьезорезонансно-



а)



б)

Рис. 3. АСМ-изображения поверхности кристаллического вольфрама после электрохимической обработки (электрополирование): а - 3D изображение, б - профилограмма вдоль направления А-А (линии сканирования)

го зонда с высокой изгибной жесткостью консоли. Использование режима резонансных колебаний позволяет осуществлять контроль контакта острия зонда с поверхностью по двум параметрам: изменение амплитуды A и частоты F колебаний зонда. Это позволяет разделить соответственно вязкую (загрязнение поверхности) и упругую компоненту взаимодействия острия с поверхностью, а также измерить механические свойства поверхности.

Конструкция зонда позволяет использовать разнообразные иглы (как стандартные, так и алмазные инденторы разных типов) и проводить контроль нано-твердости.

На Рис.1 показана схема нагружения индентора в точке поверхности и последующим его перемещением под нагрузкой (царапание). Перед измерениями поверхность опытных образцов предварительно очищали в ультразвуковой ванне (типа УМ-1) и обезжировали этиловым спиртом.

Контроль нанотвердости проводили методом склерометрии по следующей методике: 1. сканирование участка поверхности размером $25 \times 25 \text{ мкм}$, 2. нанесение царапин индентором (3-х гранная пирамидка Берковича) с нагрузкой от 25 мН до 35 мН , 3. повторное сканирование поверхности для определения геометрии царапины. 4. расчет нанотвердости по профилю царапины в 5-ти сечениях по специальной стандартной программе. Для нанесения царапин выбирали наиболее ровные места.

На Рис. 2 представлены типичные результаты АСМ – изображения рельефа поверхности исследованных образцов.

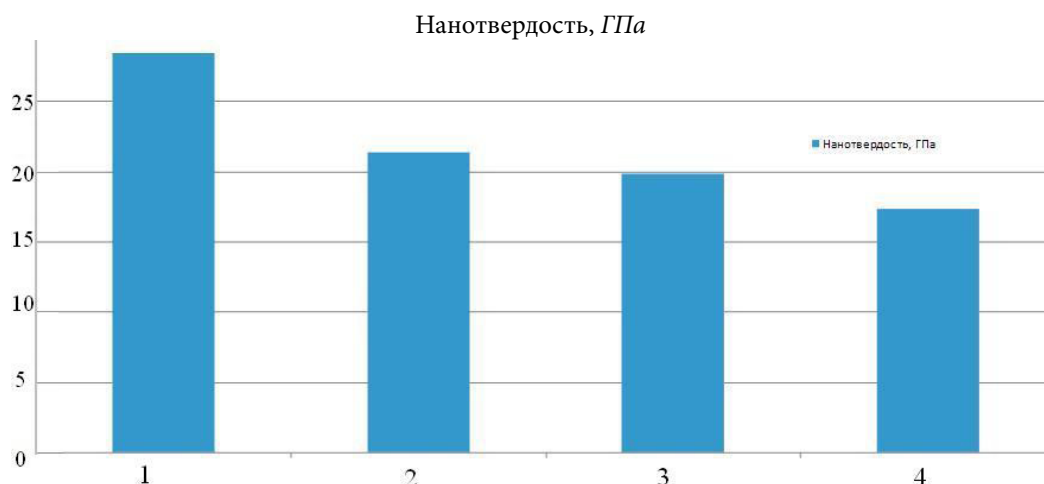


Рис. 4. Диаграмма усредненных значений нанотвердости поверхности кристаллического вольфрама, прошедшего различную обработку: 1 - поверхность после резки абразивным кругом, 2 - поверхность после резки абразивным кругом с последующим электрополированием, 3 - поверхность после резки абразивным кругом и удаления поверхностного слоя толщиной 50-100 мкм электрополированием, 4 - поверхность после резки абразивным кругом, электрополирования и отжига (900 °С 2 ч, вакуум)

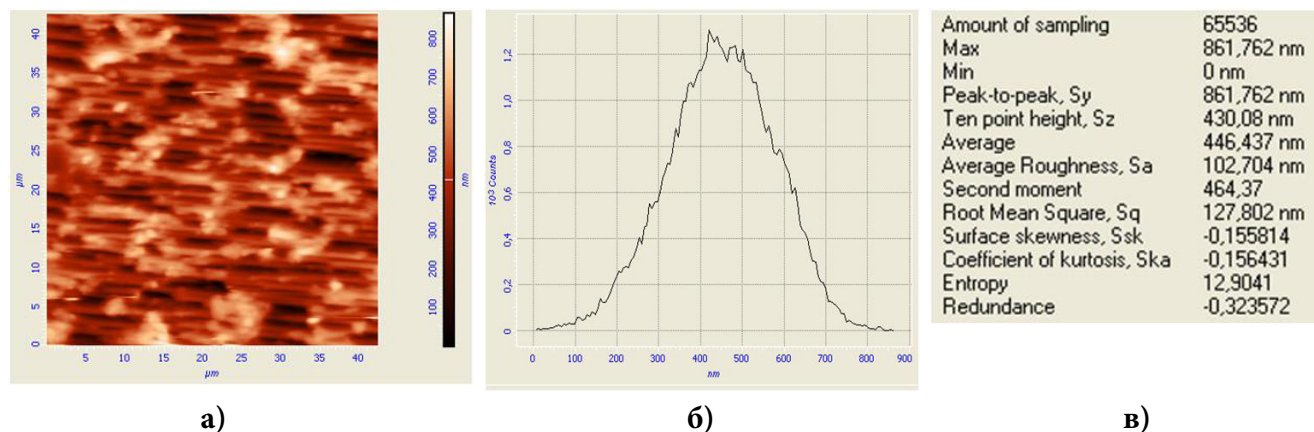


Рис. 5. а – исходное 3D - изображение, б – гистограмма плотности распределения значений функции, характеризующей микрорельеф поверхности, в - таблица статистических параметров

Из диаграмм на Рис.2-4 видно, что осцилляция микрорельефа поверхности лежит в пределах 400-500 нм после электрополирования. Высокотемпературный отжиг при 900 °С в вакууме, 2 ч несколько снижает амплитуду рельефа поверхности и величину нанотвердости. Влияние ориентировки решетки кристаллов на измеренные параметры поверхности не отмечено.

На Рис.5 представлена типичная гистограмма плотности распределения значений функции, характеризующей микрорельеф поверхности. Она достаточно симметрична относительно прямой Z (440-450) нм. Это свидетельствует о том, что на исследованных площадках 50×50 мкм обнаружено примерно равное число элементов структуры с высотой рельефа меньшей и большей 440 нм. Большинство элементов сосредоточено в окрестностях точек Z = 440 нм.

4. Выводы

После электрохимической обработки основное распределение высот рельефа поверхности монокристаллического W лежит в диапазоне (440-450) нм. Значение на-

но-твердости составляет 20-22 ГПа и снижается после отжига до 17 ГПа. Отжиг, как хорошо известно, стабилизирует структуру и снимает внутренние напряжения.

В дальнейшем предполагается исследовать размер кристаллитов W (при разных режимах отжига), геометрических характеристик и нанотвердости поверхности при различных видах обработки. В перспективе это даст возможность найти корреляцию между тонкой структурой поверхности и работой выхода электронов.

Литература

1. K. Agte, I. Vacek. Tungsten and Molybdenum. Moscow, Energia Publishers (1964) 456p. (in Russian)
2. R.A. Andrievsky Advanced Materials **6**, 5 (2001) (in Russian)
3. Ye.M. Savitsky, G.S. Burkhanov Physical Metallurgy of Refractory and Rare-Earth Metals. Moscow, Nauka Publishers (1980) 354 p. (in Russian)

4. S.Yu. Davydov Journal of Theoretical and Experimental Physics. **72** (1), 96 (2002) (in Russian)
5. S.M. Alfimov, V.A. Bykov, Ye.P. Grebennikov et al. Nano and Micro System Technologies. **8**, 2 (2004) (in Russian)
6. V.L. Mironov Fundamentals of Scanning Probe Microscopy. Moscow, Technosphere Publishers (2004) 144 p. (in Russian)