



На правах рукописи

**Тимаков Дмитрий Игоревич**

**НАНОРАЗМЕРНОЕ СТРУКТУРИРОВАНИЕ МЕДИ, КРЕМНИЯ И  
ПОЛИКАРБОНАТА ПРИ ЛОКАЛИЗОВАННЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫХ  
ВОЗДЕЙСТВИЯХ**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

КУРСК 2012

Работа выполнена в Юго-Западном государственном университете на кафедре  
«Нанотехнологий и инженерной физики»

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор,  
**Кузьменко Александр Павлович**

Официальные оппоненты: **Гадалов Владимир Николаевич**  
доктор технических наук, профессор, Юго-Западный государственный университет, профессор кафедры материаловедения и сварочного производства

**Иванов Олег Николаевич**  
доктор физико-математических наук,  
Белгородский государственный национальный исследовательский университет, старший научный сотрудник

Ведущая организация: Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов (г. Троицк)

Защита состоится 28 декабря 2012 г. в 12:00 часов в конференц-зале на заседании диссертационного совета Д 212.105.04 при Юго-Западном государственном университете по адресу: 305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Юго-Западного государственного университета по адресу: г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Автореферат разослан 27 ноября 2012 г.

Учёный секретарь диссертационного  
совета Д 212.105.04



Рослякова Л.И.

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

### **Актуальность исследования**

Переход к исследованиям в науке и разработкам в технике элементов и устройств наноразмерного уровня, сопоставимых или меньшего длин волн электромагнитного излучения, выдвинул в категорию приоритетных задач вопросы, связанные с поведением и особенностями структурных перестроек в материалах, используемых при до- и критических локализованных воздействиях электронной, упругой и тепловой природы. В этой ситуации традиционные методы диагностирования, в основе которых лежит электромагнитное излучение, не позволяют получить достаточно полную информацию о происходящих структурных изменениях в материалах, что особенно важно применительно к анизотропным материалам.

Все это актуализирует изучение механизмов, сопровождающих внешние концентрированные воздействия. Результаты таких исследований должны обеспечить установление закономерностей, особенностей, зависимостей от интенсивности и режимов воздействия, выработать практически значимые рекомендации и предложения по совершенствованию структуры и элементного состава применяемых материалов, т.е. получить решение, полностью отвечающее за установление взаимосвязей и решение материаловедческой триады: «состав – структура – свойства».

**Целью диссертационной работы** является исследование закономерностей и механизмов наноразмерных структурных изменений при локализованных деформационных воздействиях в материалах с различной твердостью и разными типами электропроводности.

### **Задачи исследования:**

1. Создать программно-аппаратный комплекс, устанавливаемый непосредственно на сканатор атомно-силового микроскопа и обеспечивающий деформирование образцов, регистрацию, расчёт и анализ структурных изменений; экспериментальную установку для исследования размерных эффектов и наноструктур, формируемых на тонких медных пленках при узколокализованных деформационных воздействиях, вызванных низковольтными электрическими разрядами.

2. Разработать методики неразрушающего контроля трибологических характеристик материалов по данным наноразмерных структурных изменений в поверхностных слоях.

3. Проанализировать особенности и установить причины изменения элементного состава поверхностных слоев меди в области воздействия пластической деформации.

4. Разработать способ определения модуля упругости твердых тел по относительным изменениям положений предварительно нанесенных нанолитографических реперных линий при деформировании, измеряемых с разрешением атомно-силового микроскопа.

5. Исследовать наноразмерные явления и структурные изменения, вызываемые локализованными ударными воздействиями при электрических разрядах на тонких медных пленках. Описать механизмы формообразования на поверх-

ности меди в разрядной области концентрических окружностей, фрактальных образований и упорядоченных скоплений наночастиц.

**Объектом исследования** являются поверхностные слои меди, кремния и поликарбоната.

**Предметом исследования** являются поверхностные процессы наноструктурирования при локализованных деформационных воздействиях.

**Научные результаты, выносимые на защиту:**

1. Закономерности знакопеременных сдвигов основного пика комбинационного рассеяния ( $518\text{ см}^{-1}$ ) в монокристаллическом кремнии, а также топологии распределений упругих напряжений при локализованных деформациях до 4 ГПа по данным наноразмерных микроспектральных исследований.

2. Термоупругий механизм наноразмерных структурных изменений концентрационного содержания меди, углерода и кислорода на поверхности меди в области локализованной пластической деформации.

3. Методика и результаты определения модуля упругости, основанные на наноразмерных измерениях деформации тел на атомно-силовом микроскопе с модифицированным сканатором, по относительным изменениям положений реперных линий на поверхности образцов.

4. Термоупругий механизм формирования на поверхности меди микроструктурных концентрических окружностей, наночастиц и их упорядоченных скоплений при локализованных электрических воздействиях.

**Научная новизна результатов исследования:**

1. Экспериментально доказана возможность построения трехмерных карт распределения внутренних напряжений при разных уровнях деформирования вплоть до необратимых изменений и хрупкого разрушения исследуемых образцов.

2. Установлена взаимосвязь упругих узколокализованных воздействий с теплофизическими процессами в поверхностных слоях меди (в следе микроиндентора), при которых инициируются окислительно-восстановительные процессы.

3. Обоснована возможность применения атомно-силовой микроскопии для определения упруго-прочностных параметров покрытий или образцах, имеющих малые размеры.

4. Обнаружено формирование на медных пленках в разрядной области упорядоченных скоплений наночастиц и предложен механизм их формообразования.

**Практическая и теоретическая значимость работы.** Методика, основанная на результатах, полученных в ходе выполнения работы, в том числе при разных упругих воздействиях и температурах, позволит оценивать такие физические характеристики, как модуль упругости, фотоупругости для разных материалов с наномасштабным разрешением. Результаты, показанные в работе, открывают дополнительные возможности для исследования процессов при концентрированных деформационных воздействиях и позволяют разрабатывать новые методы неразрушающей диагностики механических свойств различных материалов. Предложенный способ получения наночастиц и их агломератов за-

данной конфигурации методом низковольтного электрического разряда может найти применение при получении медных нанодисперсных порошков и формировании искростойких покрытий. Полученные результаты обладают патентоспособностью, получено авторское свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2012617288 от 14 июня 2012 г, подана заявка на патент № 2011127604 от 05 июля 2011.

Результаты исследований будут востребованы в области нанотехнологий, физики конденсированных сред, материаловедения, физической химии, электротехники, найдут свое практическое применение в строительной, машиностроительной, химической и других отраслях промышленности, в деятельности хозяйствующих субъектов, будут отражены в программах обучения, методических указаниях к лабораторным работам, учебных пособиях, использованы в курсовом проектировании по направлению подготовки 210600.62 – «Нанотехнология».

**Достоверность** экспериментальных исследований подтверждается использованием поверенной измерительной техники, оценкой погрешности измерений; совпадением данных нескольких независимых экспериментов. Результаты исследований, приведенные в диссертационной работе, хорошо согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам.

**Личный вклад автора.** В постановке и проведении исследований, анализе и подготовке работы личный вклад автора является определяющим. Все результаты, содержащиеся в данной работе, были получены либо самим автором, либо при его непосредственном участии. В опубликованных в соавторстве работах его участие было определяющим в той части полученных результатов, которые нашли отражение в диссертации.

**Соответствие диссертации паспорту научной специальности.** В соответствии с областью исследования специальности 01.04.07 «Физика конденсированного состояния» диссертация включает в себя теоретическое и экспериментальное исследование свойств меди, поликарбонатов и кремния при различных концентрированных воздействиях. Полученные научные результаты соответствуют пунктам 1 и 3 паспорта специальности в части, касающейся теоретического и экспериментального изучения физической природы свойств металлов, неорганических соединений и диэлектриков, как в твердом, так и в аморфном состоянии в зависимости от их температуры и давления, а также изучения экспериментального состояния конденсированных веществ при сильном сжатии и ударных воздействиях, а также фазовых переходов в них.

**Апробация результатов исследования.** Основные результаты работы были представлены на научных и научно-технических конференциях: Всероссийская конференция с элементами научной школы для молодежи «Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов» (Белгород, 2009), международный инновационный форум «Инновационная Россия. Опыт регионального развития» (Курск, 2009), II Международная молодежная научная конференция «Молодежь и XXI век» (Курск, 2010), региональный семинар «Инновационные научно-технические разработки и направления их реа-

лизации» (Курск, 2010), XVII Российская научно-техническая конференция с международным участием (Курск, 2010), IX региональная научная конференция «Физика: фундаментальные и прикладные исследования, образование» (Хабаровск, 2010), VIII Международная научно-техническая конференция «Современные инструментальные системы, информационные технологии и инновации» (Курск, 2011), Всероссийский инновационный конвент (Москва, 2011), VII Международная конференция «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов» (Алма-Аты, 2011), XII Всероссийская выставка научно-технического творчества молодежи «НТТМ» (Москва, 2011), IX Международная конференция и VIII Школа молодых ученых «Кремний-2012» (Санкт-Петербург, 2012), Международная научно-техническая конференция «Нанотехнологии - 2012» (Таганрог, 2012), Международная конференция по актуальным проблемам физики поверхности и наноструктур «ICMPSN 2012» (Ярославль, 2012).

Работа по тематике исследований поддерживалась Федеральными целевыми программами «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (гранты П288 «Механизмы термоупругих воздействий в наномасштабных поверхностных слоях», П547 «Механизмы самоорганизации в наномасштабных системах по структурным и химическим данным», П913 «Наноструктурирование на границе раздела сред», П391 «Рамановское рассеяние на наномасштабных объектах в гетерофазных материалах и средах с магнитным и сегнетоэлектрическим упорядочением», П947 «Комбинационное рассеяние и фотоактивационные процессы в тонких пластинах монокристаллов со структурой силленита», «Механизмы самоорганизации в наномасштабных системах по структурным и химическим данным»).

**Публикации.** Основные результаты, представленные в диссертации, опубликованы в 25 научных работах, из них 5 - в рецензируемых научных журналах и изданиях и 1 авторское свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

**Структура диссертации.** Работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка использованных источников из 120 наименований, 1 приложения; изложена на 128 страницах машинописного текста, содержит 52 рисунка, 4 таблицы.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы, выбраны цели работы и задачи для ее достижения, определены объект и предмет исследования, сформулированы научная новизна, практическая значимость и основные положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** посвящена анализу литературных данных по теме диссертационного исследования. Приведено описание различных по своей природе видов концентрированных воздействий: упругие, пластичные деформации, электромагнитное и элионное. Обоснован выбор материалов для наноразмерных исследований из активно применяемых в электронике и электротехнике – меди, кремния и поликарбоната, отличающихся существенно разными типами элек-

трической проводимости (проводник, полупроводник, диэлектрик), величиной твердости (0.35, 2.4 и 1.1 ГПа) и кристаллическим упорядочением (поликристалл, монокристалл, аморфное). Проанализированы работы, посвященные изучению процессов фракталообразования в области воздействия локализованных электрических разрядов. С учетом результатов проведенного обзора и его анализа подготовлен перспективный план теоретических и экспериментальных исследований, обоснованы цель и задачи исследования.

**Вторая глава** посвящена теоретическому обоснованию методов и методик исследований поверхностных наноразмерных структурных образований.

Представлено описание аппаратно-программного комплекса с возможностью установки на сканатор атомно-силового микроскопа (АСМ), позволяющего деформировать объемные образцы с компьютерным контролем величины сжимающей силы и получения изображений топологии с наномасштабным разрешением (рис. 1). Контроль и расчет величины приложенной деформации проводился в созданном программном обеспечении с возможностью регистрации, фильтрации, расчёта изменения деформации по данным с пьезодатчика с помощью АЦП модуля *L-card*. Запись получаемых данных и расчеты проводились на ПК. Калибровка измеряемых параметров производилась оптическим методом по изменению поляризованного излучения на основе эффекта фотоупругости с помощью конфокального микроскопа, что позволяло рассчитывать величину прикладываемого напряжения из соотношения  $\sigma = N\lambda/dK$ , где  $\sigma$  – нормальное напряжение,  $N$  – порядок интерференционной полосы,  $\lambda$  – длина волны источника света,  $d$  – толщина образца,  $K$  – коэффициент фотоупругости.

Обоснован выбор сканирующей зондовой микроскопии (АСМ SmartSPM, Aist-NT и Solver, NT-MDT) в качестве основного аппаратного средства для изучения наноразмерных структур: ангстремное разрешение по Z оси; работа аппаратно-программного комплекса с точностью измерений по X и Y осям 50 пм при н. у.; возможность нанесения нанолитографических реперных структур.

Показана применимость метода микроспектрального комбинационного рассеяния света (МСКРС) (микроспектрометр, интегрированный с конфокальным микроскопом OmegaScope, Aist-NT) для визуализации распределения и расчета механических напряжений, с пространственным и спектральным разрешением не более 425 нм и  $0.8 \text{ см}^{-1}$ , соответственно. Из анализа существующих основных методик изучения фрактальных образований: подсчёта кубов, триангуляции, спектра мощности и вариационного метода, сделан вывод о применимости для анализа структурных упорядочений, возникающих при ло-

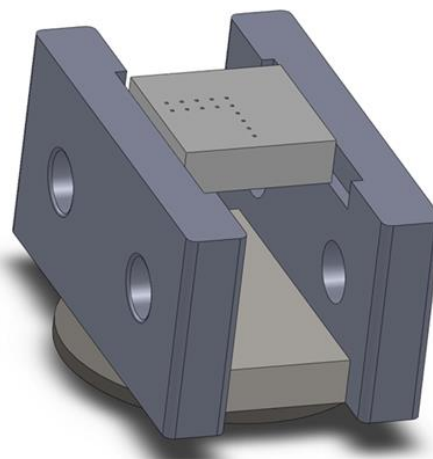


Рис. 1. Схематичное изображение устройства для сжатия объемных образцов

кализованных воздействиях, методики подсчёта кубов.

В **третьей главе** приведены результаты экспериментальных исследований по наноразмерному анализу локализованных деформационных воздействий.

Материалом для изучения распределений напряжений при упругой деформации являлся монокристаллический Si. В качестве модельного объекта выступала консольная балка кантилевера fpN11, обладающего сертифицированной жесткостью 5.3 Н/м. Высокий уровень локализации упругих деформаций обеспечивался малым поперечным сечением кантилевера – 2 мкм. Система перемещения пьезопроводов позиционера системы ввода-вывода излучения с шагом 0.6 мкм позволяла получать 900 спектров МСКРС в поле – 30×30 мкм. По данным МСКРС строились изменения гиперспектральных распределений основной линии МСКРС упругих напряжений под действием изгибных деформаций балки кантилевера вдоль ее боковых сторон.

Максимальная величина рамановского сдвига основного пика, характерного для кремния ( $518\text{ см}^{-1}$ ), составившая  $9\text{ см}^{-1}$ , была обнаружена в непосредственной близости от консольной части кантилевера. Проведен сравнительный анализ модельных расчетов распределений изгибных напряжений балки кантилевера с опытными данными. Расчеты выполнялись с учетом реальных физических параметров в среде САПР SolidWorks пакете SimulationXpress с указанием критических областей и уровней прочности для различных участков материалов. Наблюдается хорошее соответствие модельного представления (по методу фон Мизеса) о распределении изгибных напряжений с изменениями гиперспектральных распределений основной линии МСКРС упругих напряжений кантилевера (Рис. 2).

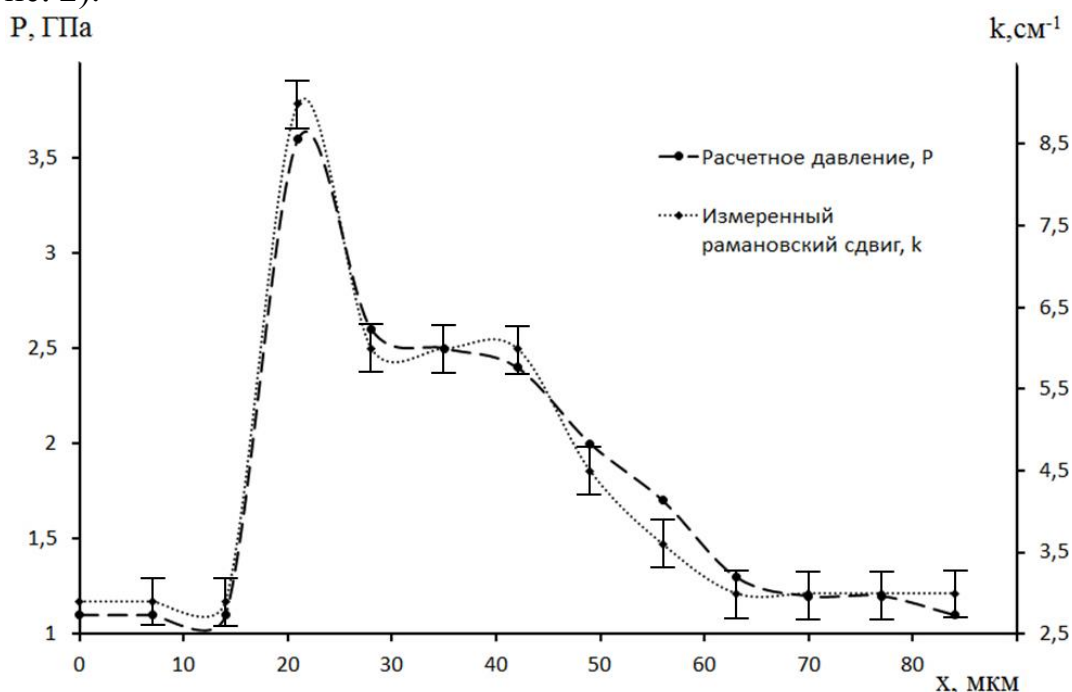


Рис. 2. Распределение МСКРС сдвигов и давлений по оси вдоль продольной плоскости балки кантилевера

При исследовании распределений напряжений в поперечном сечении балки кантилевера впервые был установлен знакопеременный характер деформаций при изгибе балки, что наглядно демонстрирует объемное и плоскостное



изображения гиперспектральных распределений упругих напряжений по данным МСКРС (Рис. 3).

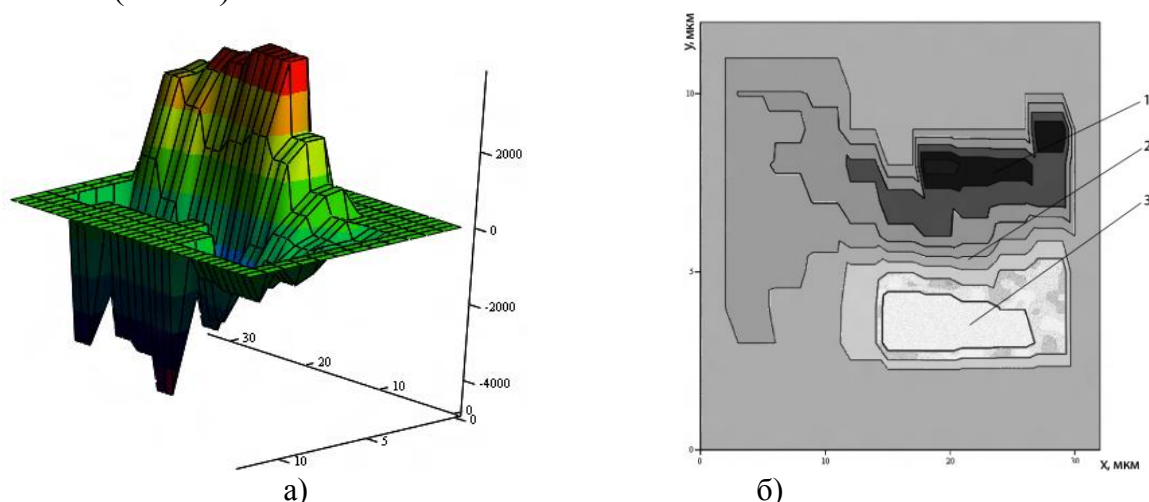


Рис. 3. Распределение изгибных напряжений в поперечной плоскости балки кантилевера по данным МСКРС: а – объемное, б – планарное (сжатие – 1, растяжение – 2 и недеформированная область – 3)

Величина сдвига основной линии кремния ( $518 \text{ см}^{-1}$ ) в спектре МСКРС, определяется в соответствии с [1]:

$$\Delta\omega = [pS_{12} + q(S_{11} + S_{12})]\sigma/2\omega_0. \quad (1)$$

На этой основе с учетом известных для кремния значений упругих констант может быть оценена величина приложенного изгибного напряжения  $\sigma = \Delta\omega/2 \times 10^9 \text{ Па} = 4 \text{ ГПа}$ . Это соответствует относительной деформации поверхностных слоев при изгибе балки кантилевера на 2%. Анализ деформационных изменений кристаллической решетки кремния с характерным периодом  $5.4307 \text{ \AA}$ , выполненный с помощью программного комплекса Material Studio, с использованием BFGS алгоритма, позволил определить изменение периода решетки на 2.2%, что фактически совпало с относительным удлинением и обнаруженным сдвигом указанной линии в спектре МСКРС.

В качестве объектов для локализованного пластического деформирования использовались образцы меди  $5 \times 5 \times 1.2 \text{ мм}$ , индентирование которых проводилось на автоматическом микротвердомере DM-8, с нагрузкой 3 г. Отпечатки следа индентора имели размеры 3 – 4 мкм. Их наноразмерный анализ проводился на АСМ контактным кантилевером fpC01S, с радиусом закругления иглы менее 10 нм. Профили сканируемой поверхности образца анализировались с помощью программного пакета Gwyddion 2.19.

Методом энергодисперсионного анализа (EDX) на сканирующем электронном микроскопе Quanta 600 с комплексной системой микроанализа, обладающим пространственным разрешением 500 нм, разрешением по концентрации 0.25%, изучено распределение Cu, O и C вдоль главной диагонали инденторного следа при разных пластических деформациях медных пластинчатых образцов. Типичное распределение химических элементов при разных деформациях представлено на рис. 4. Характерной особенностью элементного распределения стало четкое соответствие концентрационных профилей геометрии инденторного следа. Снижение содержания меди в центральной части следа индентора может быть объяснено ее вытеснением атомами углерода и кислорода, концентрация которых по данным EDX возрастает: для углерода – более чем на 6%, для кислорода – на 0.6%, что находится в доверительном интервале по чувствительности прибора. Данные такого же распределения подтверждаются результатами АСМ методом электросиловой микроскопии, в котором регистрируется изменение второй гармоники емкостной силы.

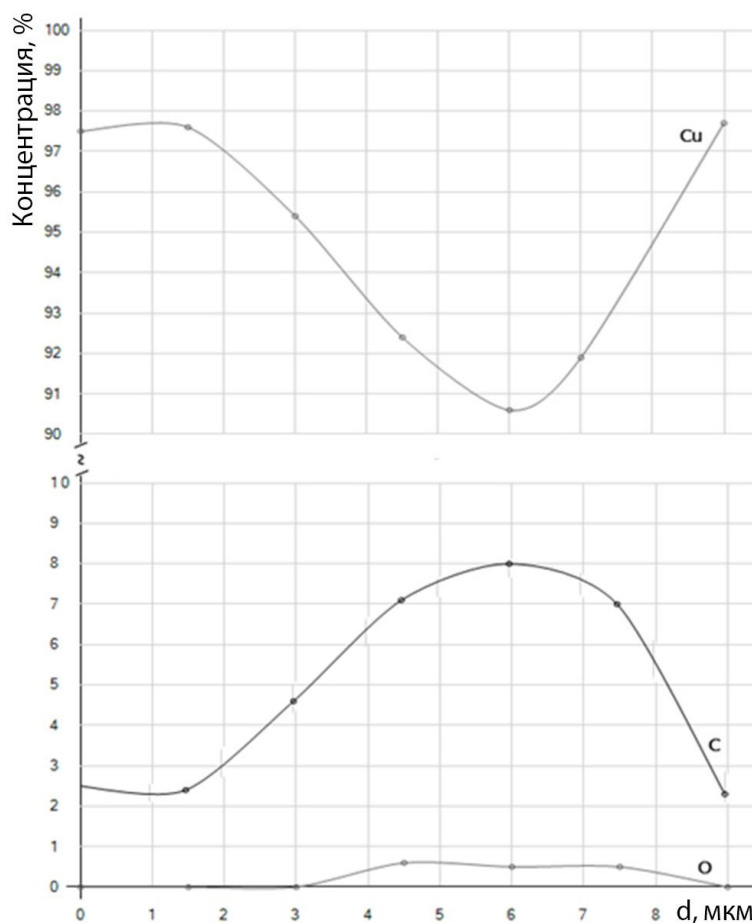


Рис. 4. Изменение процентного содержания элементов в области следа индентора по данным EDX

Малость объема деформированной меди в следе алмазной пирамидки обеспечивает высокую локализацию деформации, что, как показывает оценка на основании введенного соотношения (2), приводит к существенному росту температуры  $T$  (вплоть до  $850^{\circ}\text{C}$ ), обусловленному термоупругим механизмом:

$$T = \frac{Fh}{C\rho V}, \quad (2)$$

где  $F$ ,  $h$ ,  $V$  – сила, глубина и объем погруженной части индентора,  $C$ ,  $\rho$  – теплоемкость и плотность меди, соответственно.

В этих условиях поверхностные слои алмазного индентора могут перейти в графитообразное состояние, т.е. возможно изменение уровня гибридизации  $sp^3 \rightarrow sp^2$ . Такое концентрационное распределение углерода в следе индентора не может возникнуть из-за наличия паров масла в вакуумной камере микроско-

па, которое давало бы его равномерное распределение по поверхности. Таким образом, данные результаты свидетельствуют о тесной взаимосвязи упругих локализованных воздействий с теплофизическими процессами.

Контроль структурных изменений при воздействии локализованной деформации осуществлялся по наноразмерному характеристическому рисунку (3×3 мкм) на поверхности поликарбоната, нанесенного в АСМ методом силовой нанолитографии. Толщина линии определялась геометрическими размерами зонда и составляла 7-10 нм, глубина линий определялась количеством уколов зонда и силой вдавливания и находилась в пределах 12-15 нм.

Результаты изменений размеров с наномасштабным разрешением между реперными точками представлены на рис. 5. Отмечаются характерные участки упругой, пластической деформации и разрушения образца. Определенный из соотношения  $E = F \cdot l / S \cdot \Delta l$  ( $F$ ,  $S$  – приложенная нагрузка и площадь ее распределения,  $l$ ,  $\Delta l$  – размер рисунка и изменение расстояния между реперными линиями) модуль упругости составил 2,4 ГПа при погрешности измерений 1,6 %. Получаемый по стандартным методикам модуль упругости поликарбоната – 2,2 ГПа. Его величина для образцов с размерами – 4×4×0,5 мм, не соответствующими требованиям типовых методик измерений, полученная при испытаниях на машине Instron 5882, составила 4 ГПа (при сопоставимой точности измерений). Этот результат указывает на необходимость разработки специальных способов и методик определения упругих параметров в покрытиях на материалах или в образцах, имеющих малые размеры, хотя бы вдоль одной из координат (вплоть до микроскопических). Таким образом, разработанный программно-аппаратный комплекс и методика определения модуля упругости твердых тел по относительным изменениям положений при деформировании предварительно нанесенных нанолитографических реперных линий, измеряемых с разрешением атомно-силового микроскопа, являются научно и практически значимыми.

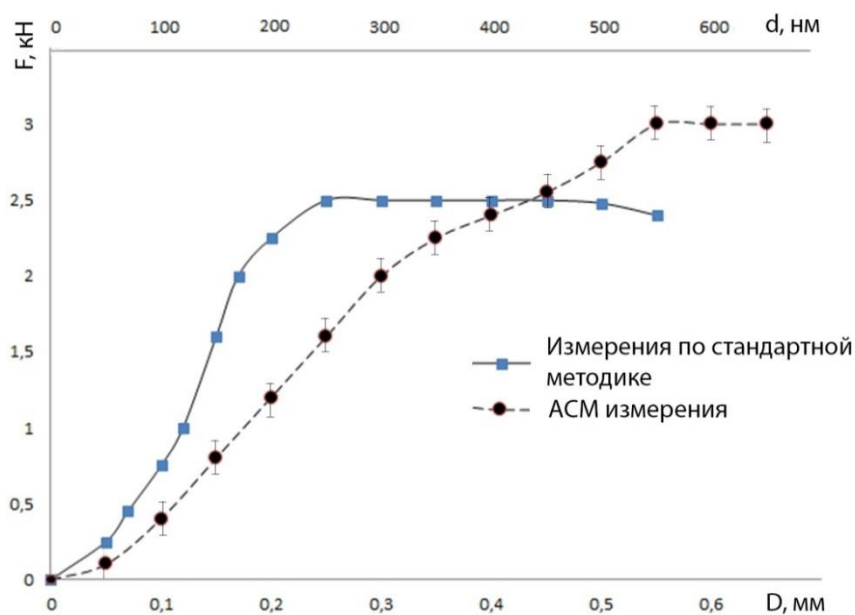


Рис. 5. Распределение рамановских сдвигов по оси вдоль продольной плоскости балки кантилевера

**Четвертая глава** посвящена изучению наноструктурирования меди под действием электрического разряда между стержнем (анодом) и фольгой (катодом) в зависимости от режимов протекания низковольтного (до 150 В) электрического разряда. Ток разряда варьировался от 0.5 до 40 А при длительности прямоугольных импульсов от 50 до 1300 мкс. Анод представлял собой заостренный медный стержень с конусностью  $\sim 10^\circ$  и радиусом закругления при основании 2 -

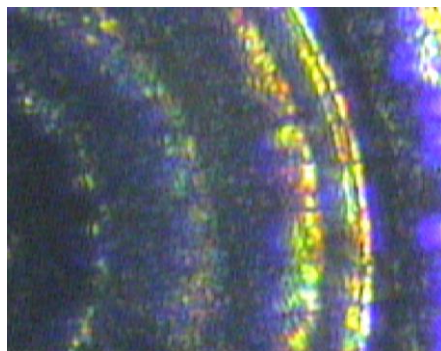


Рис. 6. Фрагмент концентрических окружностей вблизи края области плавления

3 мкм, изготовленный путем электролитической полировки. Катодом служили отожженные поликристаллические медные фольги с толщинами не более 50 мкм с крупнозернистой структурой. Разряд сопровождался взрывным разрушением контактной области с образованием радиально-симметричной структуры (Рис. 6). В формообразовании наблюдаемой микроструктуры условно можно выделить несколько этапов. Первый этап характеризовался максимальным током, интенсивным разогревом (выше температуры плавления) материала катода и анода и формированием ударной волны. На втором этапе материал анода испарялся, что приводило к увеличению расстояния между электродами до 200 – 600 мкм, а также к смене знака на электродах и гашению разрядного тока. По осциллографическим данным фронты распространения ударной волны и продуктов разряда совпадали. При всех изменениях длительности токовых импульсов наблюдались вторичные и последующие пробои.

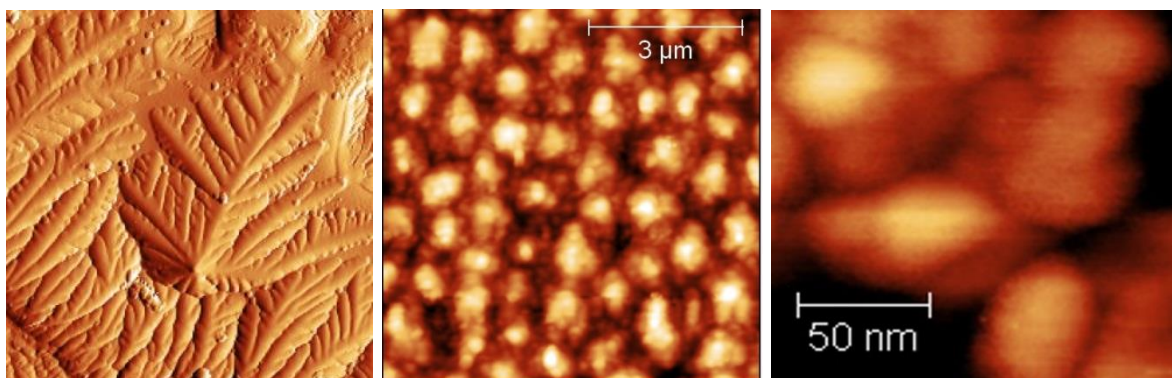


Рис. 7. Фрактальные образования на медной фольге вблизи разряда –а, ячеистая структура на расстоянии 100 мкм от центра разряда –б и структура ячеек –в

По данным АСМ при разряде в центральной зоне возникали фрактальные структуры (Рис. 7, а). В средней части зоны плавления возникала ярко выраженная структура из упорядоченных скоплений наночастиц (УСН) (Рис. 7, б), состоящая из наночастиц с минимальным размером 30 нм (Рис. 7, в). Анализ размеров частиц на разных расстояниях от центра разрядной области показал, что на расстояниях  $250 \div 300$  мкм их размер возрастал, а затем достаточно быстро уменьшался (Рис. 8).



Данные гранулометрического анализа распределения частиц по размерам представлены в табл. 1, из которой видно, что на нижней поверхности катода УСН имели размеры до 540 нм и состояли из частиц размером 180 нм, тогда как на верхней поверхности – 660 нм и были образованы частицами с минимальными размерами. Возрастание размеров наночастиц на нижней поверхности фольги может быть обусловлено их агломерацией при пролете сквозь возникающий в фольге разрядный канал.

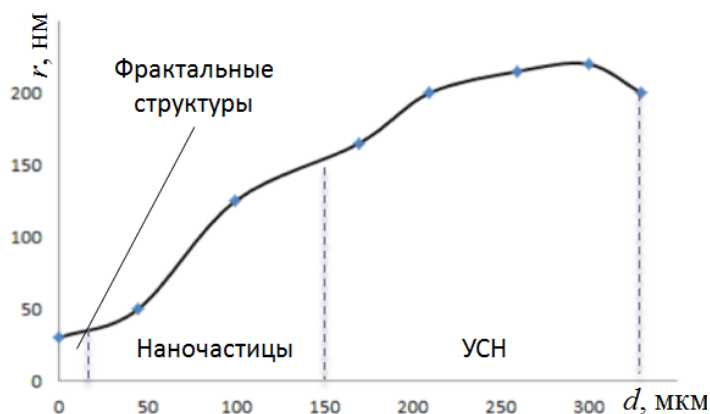


Рис. 8. Характерное распределение средних размеров наночастиц в зависимости от расстояния до центра разряда

Таблица 1.

Параметры микроструктурных образований при электроискровом разряде на медной фольге

Параметр	Верхняя поверхность катода		Нижняя поверхность катода	
	УСН	Наночастицы	УСН	Наночастицы
Средний размер, нм	660	30	540	180
Средняя площадь, мкм <sup>2</sup>	$4.7 \times 10^{-1}$	$8 \times 10^{-4}$	$3.3 \times 10^{-1}$	$4.6 \times 10^{-4}$
Общий объём, мкм <sup>3</sup>	$3.4 \times 10^{-1}$	$11 \times 10^{-6}$	$2.8 \times 10^{-1}$	$7.7 \times 10^{-3}$

При установлении механизма формообразования УСН принимали во внимание возбуждение ударных волн в процессе разряда, малую толщину катода (медная пленка) и изменения температуры как самого разряда, так и температур плавления аблированных частиц.

В области разряда отмечается формообразование «застывших» термоупругих волн (Рис. 6), основанное на совместном действии ударных волн и механизма теплопередачи, что приводит к милли- и микроразмерному волнообразному структурированию пленки. Результаты фотометрического анализа конфокальных изображений дают характерный размер застывших волн ( $\lambda \sim 20$  мкм). Для установления физической природы их формирования определена величина числа Бонда:  $\rho g \beta h^4 / \sigma$ , где  $\rho$  – плотность,  $g$  – ускорение свободного падения,  $\beta$  – температуропроводность,  $h$  – толщина пленки и  $\sigma$  – поверхностное натяжение меди, величина которого много меньше единицы. Это указывает на доминирование термокапиллярного механизма наблюдаемого микроструктурирова-

ния [3]. Скорость распространения термокапиллярных волн, оцененная на основании соотношения [3]:  $V^2 = (2\pi\sigma/\lambda\rho)\text{th}(2\pi/\lambda)$  с учетом опытно наблюдаемой длины «застывших» волн, совпадает с величиной скорости поперечных звуковых волн для меди  $V \sim 3.8 \times 10^3$  м/с. В этих условиях возбуждение в таких пленках ударными волнами при разряде симметричных пластинчатых волн Лэмба, по крайней мере нулевого порядка, совпадающих с объемной поперечной звуковой волной.

Ударные волны вызывают модуляцию термокапиллярных волн, как это видно из рис. 6. Уменьшение в 2 раза длины структуры термокапиллярных волн и изменение относительной симметрии может быть объяснено тем, что после первого контактного пробоя возникает, по крайней мере, еще один пробой. Он вызывается нарастанием до амплитудного значения импульса напряжения. Местом 2-ого пробоя становится точка на уже неоднородной поверхности пленочного катода, соответствующая кратчайшему расстоянию анод-катод, что согласуется с результатами реально-временных исследований взрывного испарения тонких металлических проволок [4].

Известно, что температура плавления при уменьшении размеров образований, вплоть до наноразмеров, существенно снижается. Сферическая форма для наночастиц с размерами 30 нм (Рис. 7, в) подтверждает факт того, что при разряде имеет место плавление. Оценка температуры плавления наночастиц для опытно определенного размера (30 нм) может быть получена в соответствии с уравнением [2]:  $T_{\text{melt}}(r) = T_{\text{melt}}(1 - 2/(\rho_s L r)[\sigma_s - \sigma_l(\rho_s/\rho_l)^{2/3}]) = 900$  К, где  $T_{\text{melt}}$  – температура плавления,  $L$  – теплота плавления,  $\sigma_s, \sigma_l$  – поверхностные натяжения твердой и жидкой фаз,  $\rho_s, \rho_l$  – плотности твердой и жидкой фаз для объемной меди, соответственно. В процессе движения аблированных частиц имеют место явления смачивания при их столкновениях под действием ударных волн, что и приводит к агломерированию. Упорядочение агломератов (УСН) на обеих сторонах тонкой фольги обуславливается пластинчатыми волнами, возбуждаемыми при серии разрядов, неоднократно возникающих в течение всей длительности импульса. Образование фрактальных структур в разрядной области при локализованных электрических воздействиях, как факт самоорганизации, прямо указывает на протекающие при этом процессы наноструктурирования. Таким образом, формирование регулярных наноструктур в виде УСН в процессе одиночного импульсного разряда между анодом и катодом может быть объяснено действием термоупругого механизма. Подана заявка на патент по наноструктурированию металлических электродов для электроконвекции.

### **Основные результаты и выводы**

1. По результатам наноразмерных микроспектральных исследований комбинационного (рамановского) рассеяния с максимальной амплитудой сдвига до  $9 \text{ см}^{-1}$  на основной линии монокристаллического кремния ( $518 \text{ см}^{-1}$ ) визуализированы локализованные упругие деформации (до 4 ГПа), имеющие знакопеременный характер.

2. Из установленного соответствия форм концентрационных профилей энергодисперсионного распределения сечению инденторного следа ( $3 \times 3$  мкм) в области воздействия локализованной пластической деформации (30 мН, рас-

четное увеличение температуры  $\sim 850^\circ\text{C}$ ) предложен термоупругий механизм возникновения химических структурных изменений (для Си на  $-6.6\%$ , а для О и С на  $+6\%$  и  $+0.6\%$ , соответственно).

3. Разработано программное обеспечение и создано дополнительное устройство к атомно-силовому микроскопу, позволившее изучать наноразмерные структурные изменения при локализованном деформировании (до 1 ГПа) исследуемых образцов.

4. Разработана методика определения (с погрешностью не более  $1.6\%$ ) в наноразмерном диапазоне модуля упругости твердых тел по относительным изменениям положений реперных линий, измеряемых с разрешением атомно-силового микроскопа, при локализованном деформировании.

5. По результатам микроскопических исследований наноразмерных структур, формируемых при электрическом разряде, с учетом измеренных средних размеров наночастиц –  $\sim 30$  нм и их сферической формы, доказано, что наночастицы меди диспергируют в жидкой фазе, начиная с температуры 900 К.

6. Экспериментально доказано по данным микроскопических исследований на атомно-силовом микроскопе, что доминирующим механизмом для самоорганизации наноразмерных структур, формируемых в центральной области разряда со скоростью изменения температуры до  $10^{12}$  К/с, является термоупругий процесс наноструктурирования.

7. Показано, что распределение по размерам наночастиц, формируемых в области разряда на обеих поверхностях катода, обусловлено агломерацией, на величину которой сильное влияние оказывают термоупругий и термокапиллярный механизмы, чем объясняется значительное различие в средних размерах наночастиц и их упорядоченных скоплений: для верхней плоскости катода –  $\sim 30$  и  $660$  нм, для нижней –  $\sim 180$  и  $540$  нм.

8. Предложена модель, объясняющая возникновение микроскопических регулярных концентрических окружностей (с периодом  $\sim 20$  мкм), основанная на механизме возбуждения ударными волнами при сильно локализованном разряде (с плотностью тока  $j \sim 3 \cdot 10^8$  А/см<sup>2</sup> и напряженностью поля –  $E \sim 4 \cdot 10^8$  В/см) в тонких пленках (не более 50 мкм) термокапиллярных волн.

### Список цитируемой литературы

1. Gundel Paul Micro-spectroscopy on silicon wafers and solar cells / Paul Gundel, Martin C Schubert, Friedemann D Heinz, Robert Woehl, Jan Benick, Johannes A Giesecke, Dominik Suwito, Wilhelm Warta // Nanoscale Research Letters. – 2011. – V. 6.

2. Магомедов, М. Н. Теплота плавления для наночастицы / М. Н. Магомедов // Журнал технической физики. – 2011. – Т. 81. – Вып. 9. – С. 57-62.

3. Зуев, А.Л. Особенности концентрационно-капиллярной конвекции / А.Л. Зуев, Костарев К.Г. // УФН. – 2008. – Т.178. – №10. – С. 1065-1085.

4. Пикуз, С.А. Интерпретация экспериментальных данных по электрическому взрыву тонких проволок в воздухе / С.А. Пикуз [и др.]// Письма в ЖТФ. – 2007. Т. 33. – Вып. 15. – С. 47-55.

## **ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ В РЕЦЕНЗИРУЕМЫХ НАУЧНЫХ ЖУРНАЛАХ И ИЗДАНИЯХ:**

1. Пячин, С.А. Поверхностное структурирование меди под действием электрического разряда / Д.И. Тимаков, С.А. Пячин, В.Г. Заводинский [и др.] // Письма ЖТФ. – 2010. – Т.36. – Вып. 14. – С.34-40.
2. Абакумов, П.В. Структурирование на межфазных границах в процессе электроконвекции / Д.И. Тимаков, П.В. Абакумов, А.И. Жакин [и др.] // Известия Юго-Западного государственного университета. – Курск, 2011. – №1 (34). – С. 38-44.
3. Кузьменко, А.П. Процессы формирования фракталов в диффузионно-ограниченных условиях на примере торфов / Д.И. Тимаков, А.П. Кузьменко, В.П. Добрица [и др.] // Известия Юго-Западного государственного университета. – Курск, 2011. – №6(39). – Ч. 2. – С. 17-24.
4. Кузьменко, А.П. Нанодеформирование материала CD-диска / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия Математика. Физика. – Белгород, 2011. – №11(106). – Вып. 23. – С. 108-112.
5. Кузьменко, А. П. Топология напряжений в кремниевой монокристаллической балке кантилевера / А. П. Кузьменко, Д. И. Тимаков, П. В. Абакумов [и др.] // Известия Юго-Западного государственного университета. – Курск, 2012. – №1(40). – Ч. 2. – С. 71-77.

## **Статьи в других научных изданиях, в трудах международных, Всероссийских и региональных конференций:**

6. Кузьменко, А.П. Наноструктурирование меди под действием электрического разряда / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков, М.А. Пугачевский // Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов: материалы Всероссийской конференции с элементами научной школы для молодежи. – Белгород, 2009. – С. 86-89.
7. Кузьменко, А.П. Устройство для комплексных атомно-силовых исследований / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков, С.А. Саунин // Инновационная Россия: опыт регионального развития. Сб. н. тр. (Ред. Кол. С.Г. Емельянов, Л.Н. Борисоглебская, отв. ред. Курск. гос. тех.унив. – Курск, 2009. – С. 277-281.
8. Кузьменко, А.П. Пластические и упругие деформации с атомно-силовым разрешением / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков // Иннов. Н.-Т. разработки и пути их реализации. Инновации – Курск, 2010. – С. 129-132.
9. Pyachin, S.A. Surface structurization of copper in response to an electric discharge / S.A. Pyachin, A.A. Burkov, A.P. Kuzmenko, D.I. Timakov, M.B. Dobromyslov // Symposium Proceedings. Presented at 2010 Joint China-Russia Symposium on Advanced Materials and Processing Technologies. – Harbin, 2010. – P. 312-316.
10. Кузьменко, А.П. Влияние упругих напряжений на структуру зерен материалов по данным атомно-силовых исследований / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков // Физика: фундаментальные и прикладные исследования, об-



разование: материалы IX региональной научной конференции. –Хабаровск, 2010 г. – С. 158 – 160.

11. Кузьменко, А. П. Поверхностное наноструктурирование для контактных пар / А. П. Кузьменко, Д. И. Тимаков, С. А. Пячин // VII Международная научно-практической конференция "Нанотехнологии – производству – 2010":Тезисы докладов.– 2010. – С. 74-75.

12. Кузьменко, А. П. Наноструктурированные электролегированные покрытия / А. П. Кузьменко, Д. И. Тимаков, П. В. Абакумов, С. В. Николенко // VII Международная научно-практическая конференция "Нанотехнологии – производству – 2010" :Тезисы докладов. –2010. С. 148-149.

13. Николенко, С.В. Наноструктурирование поверхности стали при электроискровой обработке / С.В. Николенко, А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков, П.В. Абакумов // Мат. и упроч. техн. – 2010: сб. мат. XVII Рос. науч.-техн. конф. с межд. участ: в 2 ч. Ч. 2/ редкол.: В.Н. Гадалов [и др.]. – Курск, 2010. – Ч. 1 С.163-169.

14. Кузьменко, А.П. Структурирование меди в электрическом разряде / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков, А.Е. Кузько, Пячин С.А., В.Г. Заводинский, А. А. Бурков // Мат. и упроч. техн. – 2010: сб. мат. XVII Рос. науч.-техн. конф. с межд. участ: в 2 ч. Ч. 1/ редкол.: В.Н. Гадалов [и др.]. – Курск, 2010. – Ч. 1 – С.13-23.

15. Абакумов, П.В. Электроконвекционное структурирование металлических поверхностей / П.В. Абакумов, А.И. Жакин, А.П. Кузьменко, А.Е. Кузько, Д.И. Тимаков // Мат. и упроч. техн. – 2010: сб. мат. XVII Рос. науч.-техн. конф. с межд. участ: в 2 ч. Ч. 1/ редкол.: В.Н. Гадалов [и др.]. – Курск, 2010. – Ч. 1 –С.7-13

16. Кузьменко, А.П. Явление самосборки в наномасштабных системах по данным атомно-силовой микроскопии / / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков, П. В. Абакумов, В. Г. Бородин // Материалы и упрочняющие технологии. – 2010. – С. 263-269.

17. Кузьменко, А. П. Особенности наноструктурных изменений при концентрированных воздействиях / А. П. Кузьменко, В. Г. Заводинский, Д. И. Тимаков // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия Физика и Химия. –Курск, 2011. – №1. – С. 12-17.

18. Николенко, С. В. Наноструктурирование поверхности стали электроискровой обработкой новыми электродными материалами на основе карбида вольфрама / С. В. Николенко, А. П. Кузьменко, Д. И. Тимаков, П. В. Абакумов // Электронная обработка материалов. - 2011. –Т. 47. – №3. – С. 28-35.

19. Кузьменко, А.П. Наноструктурные особенности материалов при механических и электрофизических воздействиях / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков // Современные инструментальные системы, информационные технологии и инновации. – Курск, 2011. – Ч.2. – С. 249-256.

20. Кузьменко, А. П. Атомно-силовые наноструктурные исследования материалов в процессах электрофизической обработки и получения / А. П. Кузьменко, А. Е. Кузько, Д. И. Тимаков, А. С. Чекаданов, В. Г. Заводинский,

С. А. Пячин, М. А. Пугачевский // Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материалов и наноматериалов. – 2011. – С. 591-600.

21. Nikolenko, S.V. Nanostructuring a Steel Surface by Electospark Treatment with New Electrode / S.V. Nikolenko, A.P. Kuzmenko, D.I. Timakov D.I., P.V. Abakumov // ISSGN 1068-3755. Surface engineering and Applied Electrochemistry. –2011. – Vol. 47. – No. 3. – P. 217-224.

22. Pyachin, S.N. Nanostructure formation on metal surface by electric discharge / S.N. Pyachin, A.A. Burkov, A.P. Kuzmenko, D.I. Timakov // Asian School-conference on Physics and Technology of Nanostructured Materials: Proceeding. – Vladivostok, 2011. –P. 252.

23. Кузьменко, А. П. Топология напряжений в консоли кантилевера / А. П. Кузьменко, Д. И. Тимаков // IX Международная конференция и VIII Школа молодых ученых и специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, наноразмерных структур и приборов на его основе "Кремний - 2012": Тезисы докладов. – 2012. –С. 385-386.

24. Kuzmenko, A. P. Stress fields within the cantilever console according to raman scattering / A. P. Kuzmenko, D. I. Timakov, P. V. Abakumov, M. B. Dobromyslov // Modern problems in physics of surfaces and nanostructures. – 2012. – P. 108-109.

25. Кузьменко, А.П. Наноструктурирование медных пленок в электрическом разряде / А.П. Кузьменко, Д.И. Тимаков // Международная научно-техническая конференция «Нанотехнологии-2012 25–29 июня 2012 г.» Тезисы докладов. – Таганрог, 2012. – С. 94 – 95.

Подписано в печать \_\_\_\_\_.2012г. Формат 60×84/16. Печать офсетная.

Печ.л. 1 . Тираж 100 экз. Заказ \_\_\_\_.

Юго-Западный государственный университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94