

Министерство образования и науки
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

МЕЖВУЗОВСКИЙ СБОРНИК НАУЧНЫХ ТРУДОВ

выпуск 4

ТВЕРЬ 2012

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензенты:

Доктор технических наук, профессор, заслуженный деятель науки Российской Федерации,
проректор по научной работе Тверского государственного технического университета

В.А. Тихомиров

Кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики пьезо-
и сегнетоэлектриков Тверского государственного университета

Н.Н. Большакова

Редакционная коллегия:

Самсонов Владимир Михайлович – заведующий кафедрой теоретической физики
ТвГУ, профессор, д.ф.-м.н. (ответственный редактор);

Созаев Виктор Адыгеевич – заведующий кафедрой физики факультета электронной
техники Северо-Кавказского горно-металлургического института, профессор, д.ф.-м.н.;

Гафнер Юрий Яковлевич – заведующий кафедрой общей и экспериментальной физики
Хакасского государственного университета, профессор, д.ф.-м.н.;

Сдобняков Николай Юрьевич – доцент, к.ф.-м.н. (зам. ответственного редактора,
ответственный секретарь);

Базулев Анатолий Николаевич – доцент, к.ф.-м.н.;

Комаров Павел Вячеславович – доцент, к.ф.-м.н.;

Скопич Виктор Леонидович – доцент, к.ф.-м.н.;

Соколов Денис Николаевич – технический редактор.

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и
наноматериалов [Текст]: межвуз. сб. науч. тр. / под общей редакцией
В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2012. – Вып. 4. –
364 с.

ISBN 978-5-7609-0560-4

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных
технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ
ПИ № ФС 7747789 от 13.12.2011

Сборник составлен из оригинальных статей теоретического и
экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области
изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и
наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Сборник
предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей
вузов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре теоретической
физики Тверского государственного университета.

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

ISBN 978-5-7609-0560-4

ISSN 2226-4442

© Коллектив авторов, 2012

© Тверской государственный
университет, 2012

УДК 541.532.264

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ МЕТАЛЛОВ В ТВЕРДОЙ ФАЗЕ

В.К. Кумыков

*Кабардино-Балкарский государственный университет
360004, Нальчик, ул. Чернышевского, 173
koumykov@hotmail.com*

Аннотация: В работе анализируются недостатки компенсационного метода нулевой ползучести для измерения поверхностного натяжения металлов σ в твердой фазе, а также трудности проведения высокотемпературных измерений в вакууме. Предлагается устройство для измерения σ , в котором устранены недостатки традиционных методов.

Ключевые слова: *поверхностное натяжение, нулевая ползучесть.*

В последние годы все большее внимание привлекают к себе вопросы изучения структуры и физико-химических свойств поверхностей раздела материалов, связанное с развитием тонкопленочных технологий. При этом создание высокотехнологичных и надежных металлических покрытий на полупроводниковых и диэлектрических структурах остается одной из важнейших проблем в производстве изделий микроэлектроники.

Для правильного подбора систем металлизации необходимы надежные данные по их поверхностному натяжению σ , однако подобные данные для тугоплавких и благородных металлов у разных авторов существенно различаются, что объясняется трудностью экспериментального определения σ металлов в твердом состоянии.

Наиболее распространенным методом измерения σ металлов в твердой фазе является компенсационный метод нулевой ползучести [1,2]. Прибор представляет собой стеклянную вакуумную камеру с градиентной печью, в которой подвешивается нитевидный металлический образец, механическим рычагом с подвижным грузиком для компенсации стягивающего усилия при ползучести образца и кольцевым электромагнитом для перемещения компенсационного груза. Печь представляет собой кварцевую трубку с намотанной на нее вольфрамовой проволокой, которая нагревается с электрическим током. Градиент температуры с максимумом посередине образца необходим для сужения области ползучести с тем, чтобы уменьшить неконтролируемое влияние энергии границ зерен на измеряемую величину.

К недостаткам известного устройства можно отнести сложность создания высокого градиента температуры в образце вследствие его большой теплопроводности, а также теплопроводности самого нагревательного элемента. При этом в результате расширения области ползучести в нее попадает значительное количество зерен, энергия границ которых влияет на полученные результаты, снижая точность измерения.

Точность измерения снижается также тем, что пары нагревательного элемента, установленного внутри рабочей камеры, адсорбируясь на поверхность образца, могут оказывать влияние на измеряемую величину.

Другим недостатком известного устройства является то, что при перемещении кольцеобразного электромагнита компенсационный груз, следуя за ним, перемещается рывками, создавая угрозу обрыва образца, находящегося в состоянии ползучести, вследствие возможного превышения необходимого компенсирующего усилия. Во избежание этого перед каждым перемещением компенсационного груза приходится снижать температуру образца, чтобы вывести его из состояния ползучести. Затем, при новом положении компенсационного груза температура образца вновь повышается до температуры ползучести. Указанная процедура проводится многократно, что существенно увеличивает продолжительность эксперимента.

Следует также отметить, что указанное устройство не позволяет проводить измерения поверхностного натяжения тугоплавких металлов вследствие ограниченности температурных возможностей нагревательного элемента. Значительные затруднения при проведении измерений вследствие вибраций, передававшихся в вакуумную камеру от работающих ротационных откачных устройств.

Позже был разработан высокотемпературный вариант компенсационного метода, особенностью которого являлся электротокковый нагрев проволочного образца, выполненного в виде перевернутой буквы П [3-5]. Градиент температуры в образце создавался теплоотводом сверху массивными зажимами и снизу легким радиатором из исследуемого металла в виде изогнутой пластинки, навешиваемой на горизонтально расположенную часть образца. В остальном методика измерений с присущими ей недостатками осталась прежней. На высокотемпературном приборе были проведены измерения поверхностного натяжения ряда тугоплавких металлов [6-18].

Целью настоящей работы является разработка устройства, позволяющего повысить точность измерений поверхностного натяжения твердых металлов, сократить продолжительность эксперимента, а также проводить измерения в области высоких температур.

На рис. 1 представлена схема устройства для измерения поверхностного натяжения в твердой фазе.

Металлический корпус прибора 1 имеет съемную крышку 2, отвод 3 для подключения рабочей камеры 4 к вакуумным магистралям и патрубком 5 для впуска в камеру инертного газа. Корпус 1 содержит смотровое окошко 6, а также стеклянный стакан 7, который соединяется с корпусом фланцем 8. Через крышку 2 с помощью вакуумных уплотнений 9

в камеру вводятся два металлических держателя 10 и 11, соединяющиеся с источником электрического тока. Внутри камеры подвешен нитевидный образец 12, концы которого закрепляются в цанговых зажимах 13 и 14.

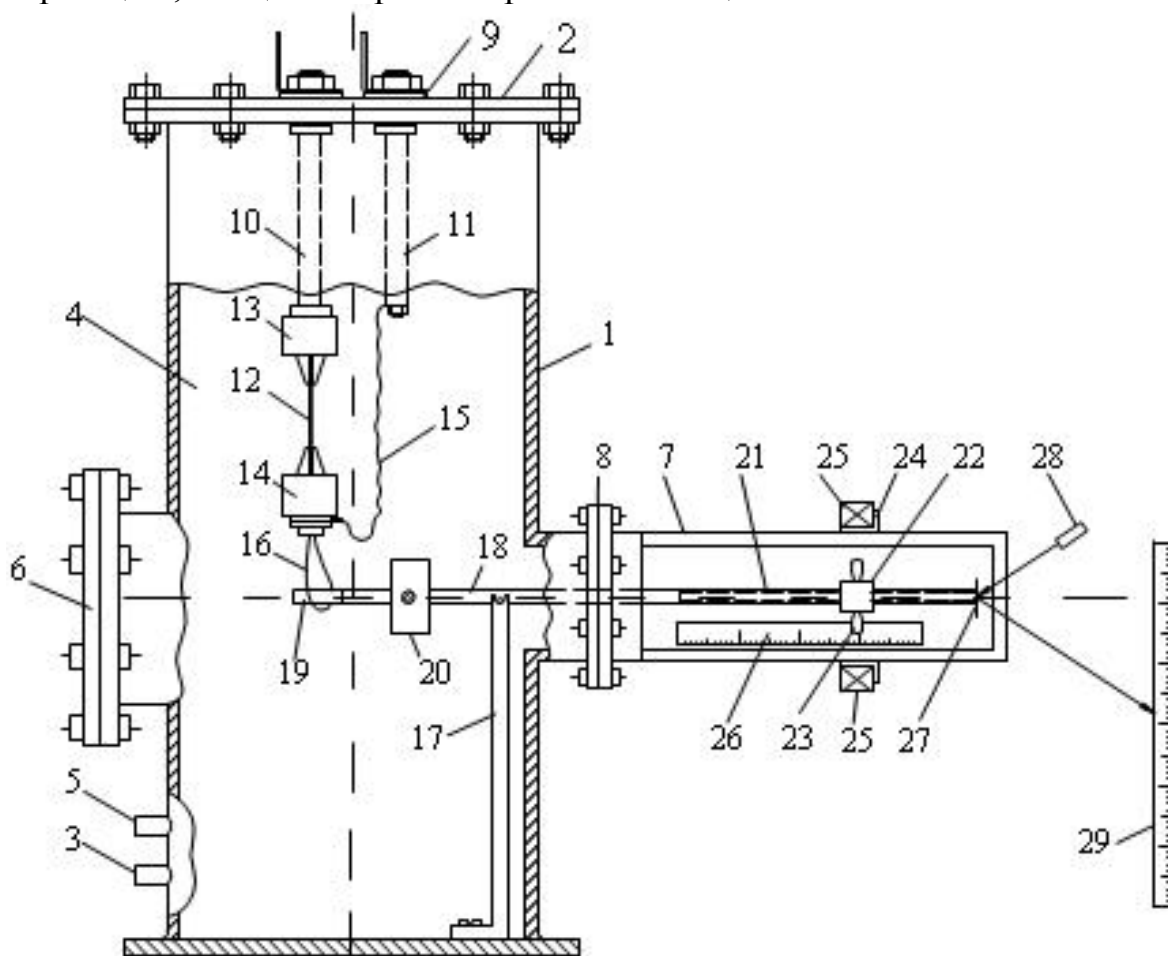


Рис. 1. Устройство для измерения поверхностного натяжения металлов в твердой фазе

Верхний зажим 13 прикреплен к металлическому держателю 10 жестко, а нижний зажим 14 находится в подвешенном состоянии. При этом нижний зажим соединен с помощью токопровода 15 со вторым металлическим держателем 11 и образует свисающую вниз гибкую петлю 16. В камере на опоре 17 установлен механический рычаг 18, левый свободный конец которого с неподвижным грузом 20 содержит токонепроводящую втулку 19, заключенную в гибкую петлю 16. На правом плече, размещенном внутри стакана, нарезана резьба 21, на которую навинчен компенсационный груз 22, выполненный в виде гайки с двумя одинаковыми, диаметрально расположенными выступами 23. Вращение гайки и перемещение ее вдоль оси рычага производится с помощью надетого на стакан кольца 24 с двумя диаметрально расположенными на нем постоянными магнитами 25. При вращении кольца вокруг оси стакана гайка под действием постоянных магнитов начинает вращаться вокруг оси рычага и передвигаться по нему. Кольцо 24

и механический рычаг 18 изготовлены из неферромагнитного материала - молибдена, а гайка с выступами – из ферромагнитного материала - никеля. На стакан наклеена шкала 26 для определения положения компенсационного груза. К торцу механического рычага прикреплено зеркальце 27, которое вместе с расположенными вне камеры осветителем 28 и шкалой 29 составляют оптический рычаг. Последний позволяет обнаружить любое сжатие или растяжение образца по длине.

Описанное устройство работает следующим образом. После подготовки камеры к работе очищенный образец 12 устанавливается в цанговые зажимы. Затем левый конец механического рычага 18 вводится в свисающую гибкую петлю 16, слегка касаясь ее втулкой 19. Равновесие механического рычага достигается перемещением компенсационного груза вдоль его правого плеча. После промывки аргоном камера откачивается до давления 10^{-5} мм рт. ст. Затем образец отжигается при температуре $\sim T_m$, где T_m – температура плавления нитеобразного образца. Далее температура образца плавно повышается до $\sim T_m + 100$ и сохраняется до наступления ползучести. Температура образца контролируется пирометром, либо термопарой, расположенной вблизи образца (на рисунке не показаны). При наступлении ползучести в образце возникает стягивающее усилие, нарушающее равновесие рычага и регистрируемое перемещением «зайчика» по шкале 29. Чтобы остановить ползучесть, гайку 22 перемещают вдоль рычага влево до тех пор, пока стягивающее усилие не будет скомпенсировано возникающим при этом моментом силы на рычаге. В момент компенсации стягивающего усилия движение «зайчика» прекращается. После этого измеряется перемещение Δl гайки 22 влево, и определяется вес P нижней части образца с цанговым зажимом 14 и частью токопровода 15. Нижняя часть образца отделяется в месте образования шейки при отрыве вследствие увеличения нагрузки при перемещении компенсационного груза 22 влево. После завершения измерений поверхностное натяжение определяется по формуле

$$\sigma = \frac{1}{\pi r} \left(P + \frac{\Delta l}{L} p \right), \quad (1)$$

где r – радиус образца при рабочей температуре, L – плечо рычага от точки опоры до образца, p – вес компенсационного груза, P – вес нижней части образца с цанговым захватом 14 и частью токопровода 15.

Испытания устройства показали, что в сравнении с известными оно позволяет измерять поверхностное натяжение металлов в области высоких температур с относительной погрешностью менее 1%. При этом вследствие отсутствия в камере паров нагревательного элемента повышается достоверность получаемых результатов.

Перемещение компенсационного груза происходит плавно, без рывков, а, следовательно, и обрыва образца. Это позволяет проводить перемещение компенсационного груза в состоянии ползучести образца без многократного изменения его температуры, что существенно снижает продолжительность эксперимента. Вибрации в камере устраняются по методике, описанной в [19-21].

Библиографический список:

1. **Шебзухова, И.Г.** Поверхностное натяжение некоторых легкоплавких металлов в твердом состоянии / И.Г. Шебзухова, Х.Б. Хоконов, С.Н. Задумкин // Физика металлов и металловедение. – 1972. – Т. 33. – № 5. – С. 1112-1113.
2. **Хоконов, Х.Б.** Измерение поверхностного натяжения олова, индия и свинца в твердом состоянии / Х.Б. Хоконов, И.Г. Шебзухова, Х.Н. Коков // Смачиваемость и поверхностные свойства расплавов и твердых тел. – Киев: Наукова думка. – 1972. – С. 156-159.
3. **Пат. 2314515 Российская Федерация, МПК⁷ G01N 13/02.** Способ измерения поверхностного натяжения металлов в твердой фазе / Гедгагова М.В., Кумыков В.К., Созаев В.А., Гукетлов Х.М., Байсиев А. Х-М.; заявитель и патентообладатель Кумыков В.К. – № 2005120883/28; опубл. 10.01.08, Бюл. 2008, № 1. – 6 с.
4. **Пат. 2291413 Российская Федерация, МПК⁷ G01N 13/02.** Устройство для измерения поверхностного натяжения металлов в твердой фазе / Гукетлов Х.М., Гедгагова М.В., Кумыков В.К., Созаев В.А., Байсиев А.Х-М.; заявитель и патентообладатель Кумыков В.К. – № 2005120884/28; опубл. 10.01.07, Бюл. 2007, № 1. – 5 с.
5. **Кумыков, В.К.** Установка для высокотемпературного нагрева в вакууме тугоплавких металлов и сплавов / В.К. Кумыков, Х.М. Гукетлов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2004. – № 6. – С. 35-36.
6. **Дигилов, Р.М.** Измерение поверхностного натяжения тугоплавких металлов в твердом состоянии / Р.М. Дигилов, С.Н. Задумкин, В.К. Кумыков, Х.Б. Хоконов // Физика металлов и металловедение. – 1976. – Т. 41. – № 5. – С. 920-982.
7. **Digilov, R.M.** The measurement of the surface tension of refractory in the solid state / R.M. Digilov, V.K. Kumykov, Kh.B. Khokonov // Physics of Metals and Metallography. – 1976. – V. 41. – № 5. – P. 68-71.
8. **Kumikov, V.K.** On the measurement of surface free energy and surface tension of solid metals / V.K. Kumikov, Kh.B. Khokonov // Journal of Applied Physics. – 1983. – V. 54. – № 3. – P. 1346-1350.
9. **Kumikov, V.K.** The measurement of the surface tension of some pure metals in the solid state / V.K. Kumikov // Materials Science and Engineering. – 1983. – V. 60. – P. 23-24.
10. **Кумыков, В.К.** Поверхностное натяжение некоторых редкоземельных металлов в твердом состоянии / В.К. Кумыков, Х.М. Гукетлов // Физика металлов и металловедение. – 1983. – Т. 56. – № 2. – С. 408-409.
11. **Кумыков, В.К.** Исследование поверхностного натяжения, работы выхода электрона стали X18H10T и адгезии к ней ртути и амальгамы таллия / В.К. Кумыков, Х.М. Гукетлов // Известия вузов. Черная металлургия. – 2004. – № 3. – С. 43-44.
12. **Кумыков, В.К.** Измерение поверхностного натяжения материалов электронной техники / В.К. Кумыков, Х.М. Гукетлов, М.В. Гедгагова // Известия РАН. Серия

физическая. – 2006. – № 4. – С. 593-595.

13. **Kumykov, V.K.** Measurement of surface tension of electronic materials / V.K. Kumykov, Kh.M. Guketlov, M.V. Gedgagova // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. - 2006. – V. 70. – № 4. – P. 677-680.

14. **Кумыков, В.К.** Поверхностное натяжение цветных металлов на границе раздела твердая фаза – собственный пар / В.К. Кумыков, М.В. Гедгагова, А.Р. Манукянц // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2006. – № 4. – С. 44-47.

15. **Гедгагова, М.В.** О высокотемпературных измерениях поверхностного натяжения металлов в условиях вакуума / М.В. Гедгагова, Х.М. Гукетлов, В.К. Кумыков, А.Р. Манукянц, И.Н. Сергеев, В.А. Созаев // Известия РАН. Серия физическая. – 2007. – № 5. – С. 631-633.

16. **Gedgagova, M.V.** High-temperature measurements of surface tension of metals in vacuum / M.V. Gedgagova, Kh.M. Guketlov, V.K. Kumykov, A.R. Manukyants, I.N. Sergeev, V.A. Sozaev // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2007. – V. 71. – № 5. – P. 608-610.

17. **Кашежев, А.З.** Зависимость поверхностной энергии металлов от давления / А.З. Кашежев, В.К. Кумыков, А.Р. Манукянц, И.Н. Сергеев, В.А. Созаев // Известия РАН. Серия физическая. – 2009. – Т. 73. – № 8. – С. 1212-1214.

18. **Kashezhev, A.Z.** Dependence of the surface energy of metals on pressure / A.Z. Kashezhev, V.K. Kumykov, A.R. Manukyants, I.N. Sergeev, V.A. Sozaev // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2009. – V. 73. – № 8. – P. 1150-1152.

19. **Пат. 2284607 Российская Федерация, МПК⁷ H01J 19/72, H01K 3/24.** Устройство для гашения вибраций в вакуумных установках / Кумыков В.К., Гукетлов Х.М., Жекамухов М.К.; заявитель и патентообладатель ИИПРУ КБНЦ РАН RU – №2004131306/28; опубл. 27.09.06, Бюл. 2006, № 27. – 4 с.

20. **Пат. 2236059 Российская Федерация, МПК⁷ N01J 19/70, H01J19/72.** Способ гашения вибраций в вакуумных установках / Кумыков В.К., Гукетлов Х.М.; заявители и патентообладатели Кумыков В.К., Гукетлов Х.М. – № 2002121810/28; опубл. 10.09.04, Бюл. 2004, № 9. – 3 с.

21. **Жекамухов, М.К.** Математическая модель гашения вибраций при проведении прецизионного лабораторного эксперимента в условиях вакуума / М.К. Жекамухов, В.К. Кумыков, Х.М. Гукетлов, М.В. Гедгагова // Вакуумная техника и технология. – 2005. – Т. 15. – № 4. – С. 337-342.