

https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-112-117 УДК 669.017:620.1; 669.017:620.1.05 Поступила 19.12.2022 Received 19.12.2022

АРТЕФАКТЫ В МЕТАЛЛОГРАФИИ: ЯМКИ ТРАВЛЕНИЯ

А.Г. АНИСОВИЧ, Институт прикладной физики НАН Беларуси,

г. Минск, Беларусь, ул. Академическая, 16. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru

В статье в качестве артефакта рассмотрены ямки травления, возникающие в металлах и сплавах при металлографическом травлении. Продемонстрированы возможности средств оптического контрастирования, таких, как темное поле, поляризованный свет, дифференциально-интерференционный контраст в выявлении ямок травления.

Ключевые слова. Ямки травления, поляризованный свет, травление, фигуры растворения, дислокации. Для цитирования. Анисович, А. Г. Артефакты в металлографии: ямки травления / А. Г. Анисович // Литье и металлургия. 2023. № 1. С. 112–117. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-112-117.

ARTIFACTS IN METALLOGRAPHY: ETCHING PITS

A. G. ANISOVICH, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus, 16, Academicheskaya str. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru

The article considers etch pits that appear in metals and alloys during metallographic etching as an artifact. The optical contrasting tools capabilities, such as dark field, polarized light, and differential interference contrast in detecting etch pits, are demonstrated.

Keywords. Etch pits, polarized light, etching, dissolution figures, dislocations. *For citation.* Anisovich A. G. Artifacts in metallography: etching pits. Foundry production and metallurgy, 2023, no. 1, pp. 112–117. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-112-117.

Ямки (или фигуры) травления относятся к тем оптическим эффектам оптической микроскопии, которые изучены хорошо. Они представляют собой правильно ограненные углубления, образующиеся на поверхности кристаллов в процессе химического травления.

Фигуры травления закономерно ориентированы относительно кристаллографических направлений; они отображают симметрию граней. Форма ямки травления несет информацию о том, на какой плоскости она расположена. Применительно к кубической кристаллической решетке квадратная ямка травления принадлежит семейству плоскостей {100}, треугольная – {111}, в форме параллелограмма – например, {011} и т.д. (рис. 1).



Рис. 1. Схемы плоскостей в кубической элементарной ячейке

Ямка травления формируется в месте выхода дислокации на поверхность кристалла. Форма, величина и симметрия ямок травления определяются, помимо симметрии кристалла, составом и природой травителя. Формирование ямок травления является достаточно сложным электрохимическим процессом и определяется соотношением скоростей растворения – вертикальной (в глубь), тангенциальной (поверхность), а также растворением на гранях кристалла. Если зародыш растворения растет преимущественно в глубину, то формируется ямка травления, видимая в микроскоп как многогранник (рис. 2, *a*). Если травитель растворяет грань кристалла неравномерно, то ямки травления имеют вид углублений произвольной формы (рис. 2, δ). В некоторых случаях их бывает довольно сложно распознать (рис. 2, *б*, *в*, 3).

Растворение начинается прежде всего на мономолекулярной ступени поверхности кристалла [1]. Процесс отрыва частичек будет продолжаться до тех пор, пока кристаллографическая поверхносить в атомарном или молекулярном отношении не будет гладкой. Для дальнейшего растворения идеально построенной





Рис. 2. Ямки травления в меди: а – квадратные; б, в – растравленные



Рис. 3. Растравленные ямки травления в латуни: *a* – светлопольное освещение; *б* – дифференциально-интерференционный контраст

гладкой поверхности необходима определенная энергия образования зародыша ямки травления. Исходным пунктом для возникновения зародыша являются отдельные пары вакансий *A*, статистически возникающие и исчезающие на поверхности (рис. 4). Из этих отдельных вакансий возникают скопления *B*, которые сначала являются нестабильными и начинают распространяться только после достижения критической величины *C*. Возникающий зародыш, имеющий молекулярную высоту, при своем перемещении и обусловливает растворение поверхностной плоскости решетки. Если же, наоборот, происходит рост такого зародыша в глубину, то возникает ямка травления, наблюдаемая в микроскоп (рис. 5).

Ямки травления используются для анализа дислокационной структуры полупроводниковых материалов [2–5]. Поэтому закономерно развиваются и методы их анализа [6–9]. Методики исследования с помощью ямок травления, выявленных специально подобранными реактивами, представлены также в [1].



Рис. 4. Схема возникновения зародыша ямки травления на поверхности (100) кристалла поваренной соли [1]



Рис. 5. Ямки травления и их скопления: а - светлопольное освещение; б - поляризованный свет

Ямки травления могут появиться при обычном металлографическом травлении в качестве сопутствующего эффекта воздействия травящего реактива на поверхность шлифа.

В качестве артефакта пробоподготовки ямки травления относятся к дефектам травления.

Для визуализации ямок травления современная металлография располагает различными возможностями контрастирования изображения объекта [10, 11], среди которых:

- освещение полым конусом света («темнопольная микроскопия»);
- освещение поляризованным светом (визуализируется изменение поляризации света при взаимодействии с объектом);
- интерференционное контрастирование объекта.

Взаимодействие этих методов в одном исследовании позволяет установить характер наблюдаемых оптических эффектов на поверхности образцов и сделать определенное заключение о причинах их возникновения.

В идеальном случае ямка травления представляет собой правильную геометрическую фигуру – треугольник, квадрат, параллелограмм, вид которой определяется ориентацией конкретного зерна (рис. 6).

Характерным признаком того, что это действительно ямка травления, является световая фигура, получаемая в поляризованном свете [1]. В этом случае явление аналогично явлению прохождения поляризованного света через одноосный кристалл при параллельных николях [12]. При этом наблюдается так



Рис. 6. Ямки травления в алюминиевом сплаве на плоскостях, различно ориентированных относительно плоскости шлифа

называемый белый крест, когда световые колебания, вышедшие из поляризатора, проходят целиком через кристалл без расщепления на два луча. Те же колебания проходят через анализатор и прошедший пучок света останется белым [13]. На рис. 7 представлены ямки травления, сформировавшиеся при травлении алюминия и имеющие форму шестигранников. Форма ямок хорошо видна в светлом поле (рис. 7, a). В поляризованном свете (николи скрещены) формируется световая фигура (рис. 7, δ , 8). При использовании дифференциально-интерференционного контраста ямка травления имеет иной цвет (в данном случае желтый), поскольку лежит ниже плоскости шлифа (рис. 7, s).

Сравнение световых фигур, полученных в поляризованном свете и темнопольном освещении, приведено на рис. 9. В темном поле край ямки травления имеет характерный муаровый узор.

Ямки травления видны, как правило, при большом увеличении. В данной статье представлены в основном фотографии с увеличением от 1000 до 1500 крат. При меньшем увеличении распознать ямки травления сложно. На рис. 10 показаны ямки травления в сплаве Al-4% Cu. Увеличение 1000 крат позволяет видеть расположение и форму ямок травления (рис. 10, *a*, *б*). При небольшом увеличении ямки травления могут быть приняты за скопления фаз (рис. 10, *в*, *г*).





в
Рис. 7. Ямки травления в алюминии:
а – светлопольное освещение; б – поляризованный свет; в – дифференциально-интерференционный контраст



Рис. 8. Ямки травления на протравленной поверхности гальванического покрытия: *а* – светлопольное освещение; *б* – поляризованный свет



Рис. 9. Ямки травления: а – поляризованный свет; б – темнопольное освещение



Рис. 10. Вид ямок травления в сплаве Al-4% Cu при различных увеличениях: *a* – x100; *б* – x500; *в*, *c* – x1500; *a*, *в* – ямки травления по телу зерна; *б*, *c* – ямки травления в границах зерен

ЛИТЕРАТУРА

1. Пшеничнов, Ю.П. Выявление тонкой структуры кристаллов / Ю.П. Пшеничнов. М.: Металлургия, 1974. 528 с.

2. Железнов, В.Ю. Модификация поверхности германия при воздействии излучения наносекундного ультрафиолетового лазера / В.Ю. Железнов, Т.В. Малинский, С.И Миколуцкий и др. // Изв. вузов. Материалы электронной техники. 2020. Т. 23. № 3. С. 203–212.

3. Yongzhao Yao. Etch pit formation on β -Ga₂O₃ by molten KOH+NaOH and hot H₃PO₄ and their correlation with dislocations / Yongzhao Yao, Yoshihiro Sugawara, Koji Sato et. al. // Journal of Alloys and Compounds. 2022. V. 910.

4. Liyang, Li. Characterization and formation mechanism of pits on diamond {100} face etched by molten potassium nitrite / Li Liyang, Xi Chen, Wei Zhang, Kun Peng // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2018. Vol. 71. P. 129–134.

5. Persichetti, L. Formation of extended thermal etch pits on annealed Ge wafers / L. Persichetti, M. Fanfoni et. al. //Applied Surface Science. 2018. Vol. 462. P. 86–94.

6. Самойлов, А. Н. Разработка методов выделения бинаризованных фрагментов ямок травления пластины полупроводника / А. Н. Самойлов, В. В. Шевченко // Информационные технологии. 2016. Т. 29. № 3/1. С. 60–68.

7. Пат. RU 2714304 C1 / О.И. Марков; опубл. 14.02.2020.

8. Пат. RU 2559815 С1 / А.В. Степанов, Л. А. Суханова, С. В. Рыбини др.; опубл. 10.08.2015.

9. Пат. RU 2645041 C2 / О.И. Марков, Ю.В. Хрипунов; опубл. 15.02.2018.

10. Анисович, А.Г. Искусство металлографии: использование методов оптического контрастирования /А.Г. Анисович// Весці НАН Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. 2016. № 1. С. 36–42.

11. Anisovich, A.G. Applications of the Differential-Interference Contrast Technique in Materials Science / A.G. Anisovich // Materials Evaluation. 2020. No. 8. P. 925–933.

12. Шаскольская, М.П. Кристаллография / М.П. Шаскольская. М.: Высш. шк., 1976. 301 с.

13. Четвериков, С.Д. Методика кристаллооптических исследований шлифов / С.Д. Четвериков. М.: Гос. изд-во геолог. лит., 1949. 157 с.

REFERENCES

1. **Pshenichnov Ju. P.** *Vyjavlenie tonkoj struktury kristallov* [Revealing the fine structure of crystals]. Moscow, Metallurgija Publ., 1974, 528 p.

2. Zheleznov V. Ju., Malinskij T. V., Mikoluckij S. I., Rogalin V. E., Filin S. A., Homich Ju. V., Jamshhikov V. A., Kaplunov I. A., Ivanova A. I. Modifikacija poverhnosti germanija pri vozdejstvii izluchenija nanosekundnogo ul'trafioletovogo lazera [Surface modification of germanium under the action of nanosecond ultraviolet laser radiation]. *Izvestija vysshih uchebnyh zavedenij. Materialy jelektronnoj tehniki = News of higher educational institutions. Materials of electronic engineering*, 2020, vol. 23, no. 3, pp. 203–212.

3. Yongzhao Yao, Yoshihiro Sugawara, Koji Sato, Daisaku Yokoe, Kohei Sasaki, Akito Kuramata, Yukari Ishikawa. Etch pit formation on β -Ga₂O₃ by molten KOH+NaOH and hot H₃PO₄ and their correlation with dislocations. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. vol. 910.

4. Liyang Li, Xi Chen, Wei Zhang, Kun Peng. Characterization and formation mechanism of pits on diamond {100} face etched by molten potassium nitrite. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2018, vol. 71, pp.129–134.

5. Persichetti L., Fanfoni M., De Seta M., Di Gaspare L., Ottaviano L., Goletti C., Sgarlata A. Formation of extended thermal etch pits on annealed Ge wafers. *Applied Surface Science*, 2018, vol. 462, pp. 86–94.

6. Samojlov A.N., Shevchenko B.V. Razrabotka metodov vydelenija binarizovannyh fragmentov jamok travlenija plastiny poluprovodnika [Development of methods for isolating binarized fragments of etch pits in a semiconductor wafer]. *Informacionnye tehnologii = Information Technology*, 2016, no. 3/1, vol. 29, pp. 60–68.

7. Markov O.I. Patent RU, no. 2714304 C1, 14.02.2020.

8. Stepanov A.V., Suhanova L.A., Rybin S.V., Fofanov S.A., Krysova E.L., Kozlov S.A. Patent RU, no. 2559815 C1, 10.08.2015.

9. Markov O.I., Hripunov Ju.V. Patent RU, no. 2645041 C2, 15.02.2018.

10. Anisovich A. G. Iskusstvo metallografii: ispol'zovanie metodov opticheskogo kontrastirovanija [The Art of Metallography: Using Optical Contrasting Techniques]. Vesci NAN Belarusi. Ser. fiz.-tehn. navuk = Proceedings of the National Academy of sciences of Belarus. Physical-technic series, 2016, no. 1, pp. 36–42.

11. Anisovich A. G. Applications of the Differential-Interference Contrast Technique in Materials Science. *Materials Evaluation*, 2020, no. 8, pp. 925–933.

12. Shaskol'skaja M. P. Kristallografija [Crystallography]. Moscow, Vysshaja shkola Publ., 1976, 301 p.

13. Chetverikov S.D. Metodika kristalloopticheskih issledovanij shlifov [Technique of crystal-optical studies of thin sections]. Moscow, Gos. izd-vo geolog. lit. Publ., 1949, 157 p.