

13

Получение гофрированных поверхностей для дифракционных решеток в результате пластической деформации платиновых фольг и металлических стекол

© В.Е. Корсуков¹, Г.А. Малыгин¹, М.М. Корсукова¹, И.А. Няпшаев^{1,2}, Б.А. Обидов¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Научно-технический центр тонкопленочных технологий в энергетике при Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vjacheslav.korsukov@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 4 июня 2015 г.)

С помощью специальной термопластической обработки получены образцы тонких фольг платины и лент металлических стекол, поверхность которых имеет фрактальную структуру, состоящую из разномасштабных гофров, ориентированных в одном направлении. Измерены общая фрактальная размерность гофрированной поверхности и размерности вдоль и поперек гофров. Определены оптические спектры лампы ПРК-4 с использованием гофрированных фольг Pt (111) в качестве отражательных дифракционных решеток. Предложена модель, описывающая механизм образования поверхностных однонаправленных фрактальных структур при деформации.

1. Введение

Дифракционные решетки, работающие в инфракрасной, видимой и ультрафиолетовой областях спектра, изготавливаются либо путем механической нарезки штрихов, либо литографическим способом [1–2]. На практике при записи спектров электромагнитного излучения часто возникает потребность записывать спектр в широком диапазоне длин волн. Для этого необходимо использовать несколько дифракционных решеток с разными постоянными. Очевидно, что запись спектра удобнее делать, когда решетки с разными постоянными находятся на одном носителе.

Ранее нами была исследована морфология поверхностей тонких фольг платины [3–6] и лент металлических стекол (МС) [7–12], гофрированный поверхностный рельеф которых является фрактальным и получен под воздействием пластической деформации. Таким образом была продемонстрирована возможность получения однонаправленных разномасштабных гофров на одном носителе, который может служить отражательной дифракционной решеткой для широкого диапазона длин волн.

Цель настоящей работы состоит в описании основных технологических моментов получения однонаправленных разномасштабных гофрированных структур на поверхности платины и лент МС, а также в обсуждении возможных моделей их формирования.

2. Образцы и методы исследования

Исходными образцами служили холоднокатаные тонкие платиновые фольги и ленты МС на основе железа

$Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$, $Fe_{58}Ni_{20}B_{13}Si_9$ и $Fe_{70}Cr_{15}B_{15}$, полученные методом спиннингования.

При изучении атомной структуры и рельефа поверхности Pt осуществлялся мониторинг поверхности предварительно очищенных фольг методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) и электронной Оже-спектроскопии (ЭОС) в сверхвысоком вакууме (СВВ). Для этого на многокоординатный манипулятор помещались нагреватель образцов и устройство для их одноосного растяжения. Прецизионное исследование рельефа поверхности Pt и МС проводилось методами сканирующей туннельной (СТМ) и атомной силовой микроскопии (АСМ) после выноса образцов из СВВ установки.

Обработка изображений поверхностей платины и МС проводилась методами фрактального анализа „покрытий“ (box counting) и вейвлет (wavelet)-преобразований. При расчете фрактальных размерностей методом покрытий использовались свободно распространяемые программы Fraclab и Gwiddion.

2.1. Приготовление гофрированной поверхности фольг Pt. После холодной прокатки платинового прутка получали фольги толщиной от 50 до 10 μm . При этом варьировалась степень обжатия от 10 до 50, что соответствует пластической деформации $\epsilon \approx 2-4$. После полировки и предварительной очистки поверхности полоски платины размером $30 \times 4 \times (0.02-0.06)$ mm помещались в СВВ-установку для анализа химического состава, атомной структуры и качественной оценки рельефа поверхности. В этой же установке проводились рекристаллизация и очистка поверхности фольг, а также параллельно осуществлялся мониторинг поверхности фольг методами ДМЭ и ЭОС. Более детально методика получения фольг платины

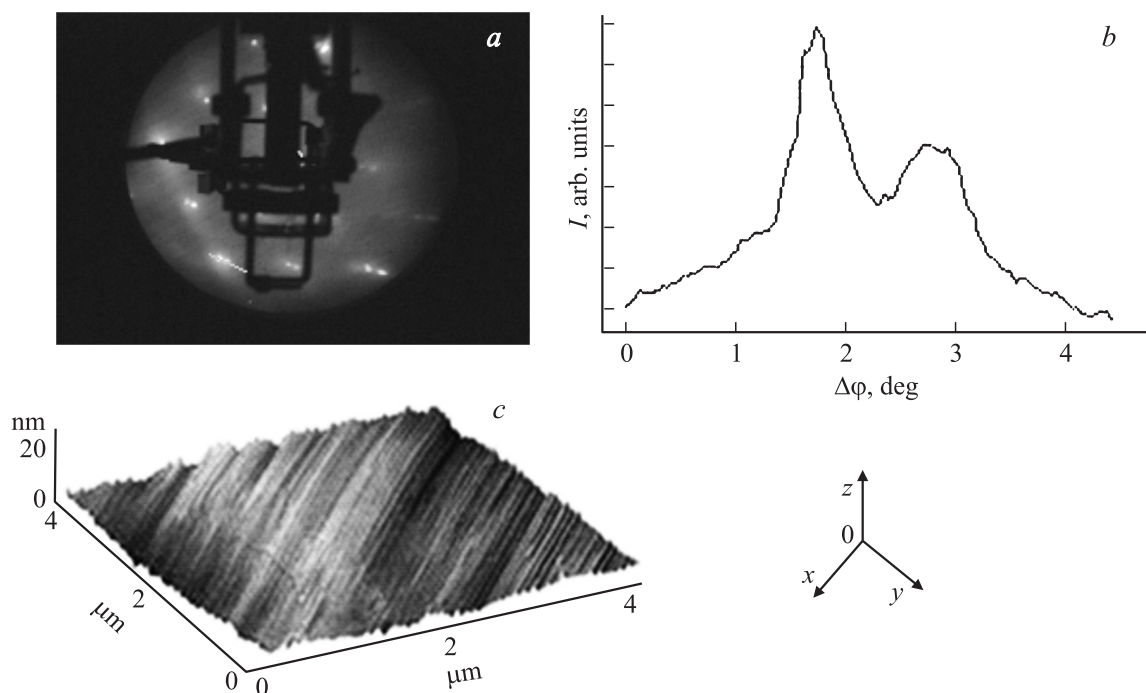


Рис. 1. ДМЭ-картина и рельеф поверхности образца холоднокатаной платины, подвергнутого динамическому отжигу в СВВ. *a* — расщепление рефлексов в картине ДМЭ, *b* — величина расщепления рефлекса $(\bar{2}0)$ в направлении $[1\bar{2}1]$, *c* — разномасштабная однонаправленная гофрированная поверхность.

с атомно-гладкими и разнонаправленными гофрированными поверхностными рельефами описана в работе [3].

Для получения фрактальной поверхности платины с однонаправленными гофрами различных масштабов применялась динамическая рекристаллизация путем отжига фольг в СВВ при механической нагрузке [4,5]. Для этого образцы одноосно растягивались при постоянном механическом напряжении $\sigma \sim 10$ МПа и температуре 1700–1950 К. Динамическая рекристаллизация производилась циклами; в каждом последующем цикле увеличивалась температура и сокращалось время нагрева образца.

Поскольку рекристаллизационный отжиг в СВВ производился при высоких температурах, важно было не только оценить химический состав поверхности и ее атомную структуру, но и качественно определить формирующийся рельеф поверхности на раннем этапе, не вынося образцы из СВВ. Качественная оценка рельефа поверхности в СВВ осуществлялась разработанным нами методом по форме дифракционных рефлексов ДМЭ [4]. Точечная форма рефлексов соответствует преимущественно атомно-гладкой поверхности, рефлексы, расщепленные в одном направлении, соответствуют поверхности рельефу, состоящему из разномасштабных однонаправленных гофров, а треугольные рефлексы — рельефу, образованному разномасштабными и разнонаправленными гофрами.

2.2. Приготовление гофрированной поверхности тонких лент МС. Исходными образ-

цами служили ленты сплава МС на основе железа толщиной 20–30 μm , полученные сверхбыстрой закалкой методом спиннингования. Они обладают высокой прочностью, и это позволяет изучать трансформацию рельефа поверхности в широком диапазоне нагрузок [7–12].

После очистки поверхности лент в ацетоне и изопропиловом спирте они одноосно растягивались в атмосфере сухого азота при комнатной температуре. Методом СТМ *in situ* контролировались трансформация рельефа боковых поверхностей образца под нагрузкой и рельеф поверхности его разрыва.

3. Результаты эксперимента

3.1. Поверхность платины. На рис. 1, *a* представлена картина ДМЭ поверхности фольги Pt(111), на которой расположены однонаправленные гофры различных масштабов. На рис. 1, *b* показано расщепление рефлексов в картине ДМЭ. Видно, что рефлексы, например рефлекс $(\bar{2}0)$, расщеплены на несколько градусов. Расщепление рефлексов происходит из-за дифракции на однонаправленных гофрированных структурах [3,4]. Направление $[1\bar{1}]$ перпендикулярно гофрам. На рис. 1, *c* показана топограмма поверхности (метод АСМ), которой соответствуют рис. 1, *a* и *b*. Видно, что несколько систем гофров разного масштаба накладывается друг на друга. Такие рельефы поверхности характерны для фрактальных структур [4].

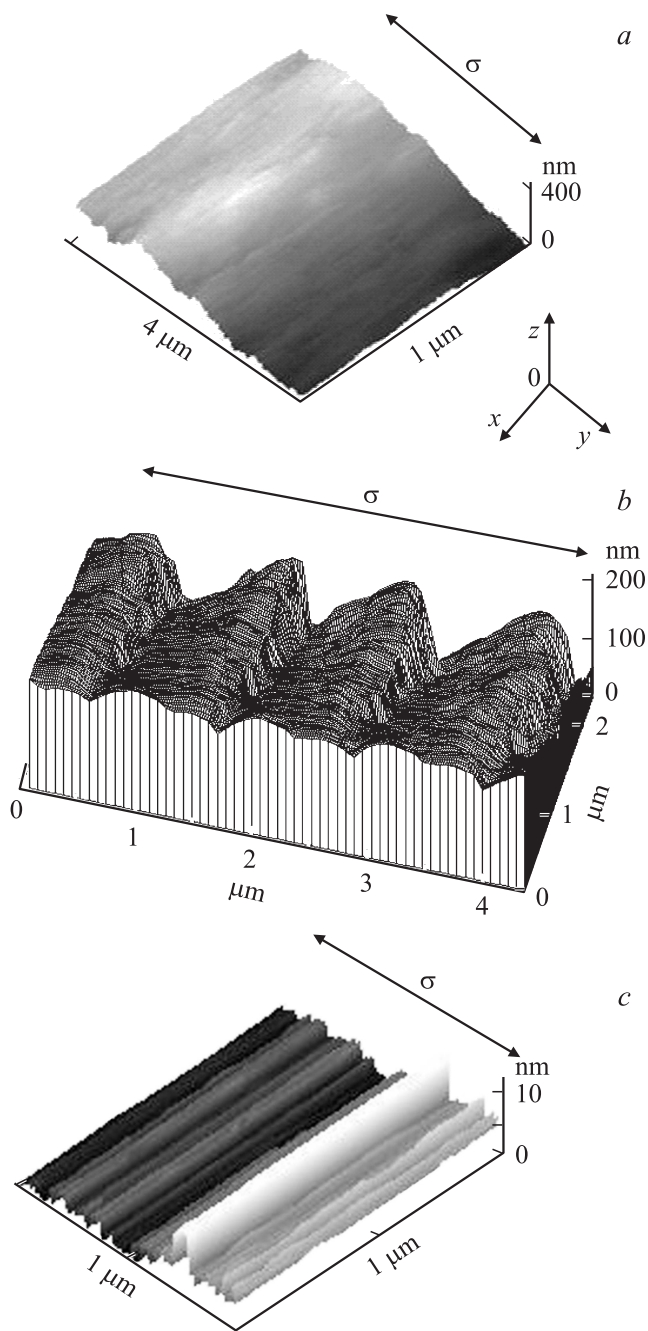


Рис. 2. Поверхности образцов МС $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$. *a* — широкая боковая поверхность во время деформирования, *b* — узкая боковая поверхность, *c* — поверхность разрыва.

В нашем случае фрактальность рельефа анизотропна. Для поверхности платины (рис. 1, *c*) вдоль направления гофров фрактальная размерность $D \approx 1$, т.е. поверхность в этом направлении евклидова, а поперек — $D \approx 1.3$. Для поверхности платины можно выделить три типа гофров. Первый — с расстоянием между максимумами $d \approx 70 \text{ nm}$, что соответствует постоянной решетки $1/14\,000 \text{ mm}$. Второй — с расстоянием между максимумами $d \approx 1 \mu\text{m}$, что отвечает постоянной

решетки $1/1000 \text{ mm}$. Третий — с расстоянием между максимумами $d \approx 10 \mu\text{m}$, что соответствует постоянной решетки $1/100 \text{ mm}$.

3.2. Поверхность МС. Картины рельефов поверхностей образцов МС (метод СТМ) представлены на рис. 2. На рис. 2, *a* показан рельеф широкой боковой поверхности при растяжении образца, а на рис. 2, *b* — рельеф узкой боковой поверхности. Видно, что обе поверхности состоят из однонаправленных разномасштабных гофров. Для поверхности МС на рис. 2, *b* размерность вдоль гофров $D \approx 1$, а поперек — $D \approx 1.3$.

Для поверхности МС можно выделить два типа гофров. Первый — с расстоянием между максимумами $d \approx 1 \mu\text{m}$, что соответствует постоянной решетки $1/1000 \text{ mm}$. Второй — с расстоянием между максимумами $d \approx 0.1 \mu\text{m}$, что отвечает постоянной решетки $1/100 \text{ nm}$. На рис. 2, *c* показан рельеф поверхности разрыва МС. Видно, что и в этом случае поверхность фрактальна, она состоит из однонаправленных разномасштабных гофров.

3.3. Оптические спектры. Возможность использования гофрированных поверхностей платиновых фольг в качестве дифракционных решеток демонстрирует рис. 3. На нем приведены спектр лампы ПРК-4, полученный с помощью нашей платиновой фольги, и спектр той же лампы, записанный на серийном спектрометре. Спектры получены для видимой области и области ближнего ультрафиолета. Из рисунка видно, что основные характеристики спектров практически не различаются, но уширение пиков в спектре ПРК-4 в нашем случае больше. Это может быть вызвано несколькими причинами. В частности, тем, что наши спектры измерены при использовании площади решетки менее 1 mm^2 (см. схему эксперимента на рис. 2 и 3 в [6]), а гофры-штрихи еще не достаточно совершенны.

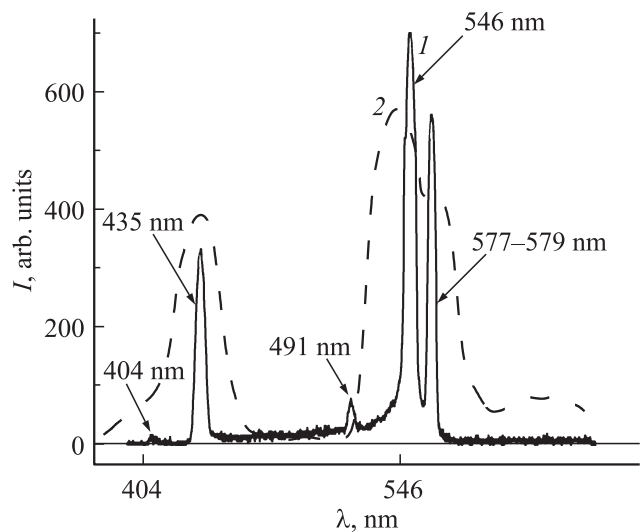


Рис. 3. Спектры лампы ПРК-4. *1* — запись с помощью стандартного спектрометра, *2* — запись с помощью нашей платиновой решетки.

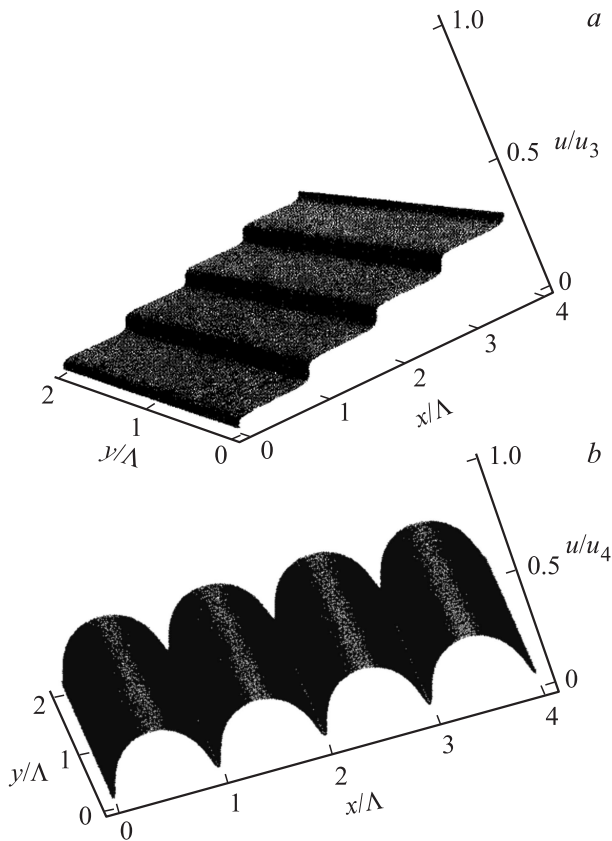


Рис. 4. Ступенчатый (а) и зубчатый (b) рельефы поверхности кристалла при умеренных и больших степенях пластической деформации соответственно [15], u_3 и u_4 — характерная высота ступенек и зубцов соответственно.

4. Обсуждение результатов

4.1. Механизм образования однонаправленных гофрированных рельефов на поверхности платины. Деформационный рельеф, образующийся на поверхности Pt в результате холодной прокатки и одноосного растяжения (рис. 1, c), является результатом неоднородной локализации пластической деформации на микро- и наноуровнях. Указанная неоднородность в свою очередь является результатом процесса самоорганизации дислокаций [13], развивающегося в пластически деформируемом материале (в данном случае в металлической фольге). Пространственно неоднородное распределение дислокаций по плоскостям скольжения приводит при выходе дислокаций на поверхность кристалла к формированию на ней деформационных рельефов двух типов [14,15]: ступенчатого при небольших степенях пластической деформации (рис. 4, a) и зубчатого при больших степенях (рис. 4, b), как, например, при холодной прокатке.

Электронно-микроскопические исследования показывают [16–18], что в процессе пластической деформации дислокационная структура кристалла в плане ее пространственного и деформационного развития (отражением чего является поверхностный рельеф кристалла в ви-

де ступенек и линий скольжения) испытывает сложную эволюцию. С ростом деформации среднее расстояние Λ_{av} между стенками дислокационных ячеек, являющихся микрополосами локализованного скольжения (МПЛС), закономерно уменьшается от $10\mu\text{m}$ до 10nm (см. работы [13,14] и ссылки в них). Расстояние между дислокационными стенками подчиняется принципу подобия, т.е. независимости произведения $\Lambda_{av}\rho^{1/2}$ от деформации (где ρ — плотность дислокаций), и принципу скейлинга, т.е. независимости распределения расстояний Λ между МПЛС от величины пластической деформации [16–18]:

$$P(\Lambda) = \frac{\pi}{2} (\Lambda/\Lambda_{av})^\alpha \exp[-(\Lambda/\Lambda_{av})^\alpha], \quad (1)$$

где $\alpha = 2$. На рис. 5 в качестве иллюстрации приведены данные по распределению расстояний между стенками дислокационных ячеек Λ в Ni [17] в координатах $N/N_{max} - \Lambda/\Lambda_{av}$, где N — число дислокационных ячеек с данным размером Λ , N_{max} — число ячеек, соответствующее максимуму их распределения, Λ_{av} — средний размер ячеек. Как уже отмечалось выше, при выходе на поверхность кристалла стенки ячеек проявляются в виде МПЛС и формируют деформационный рельеф поверхности кристалла. Кривая на рис. 5 демонстрирует распределение (1) в координатах $P/P_{max} - Z/Z_{av}$, где $Z = \Lambda/\Lambda_{av}$, $Z_{av} = 1$, $P_{max} = (\pi/2)^{1/2} \exp(-1/2) = 0.76$.

Периодический характер распределения средних расстояний между МПЛС является результатом пространственно неустойчивого распределения плотности дислокаций $\rho(x)$ вследствие возникновения режима так называемой самоорганизующейся критичности и детер-

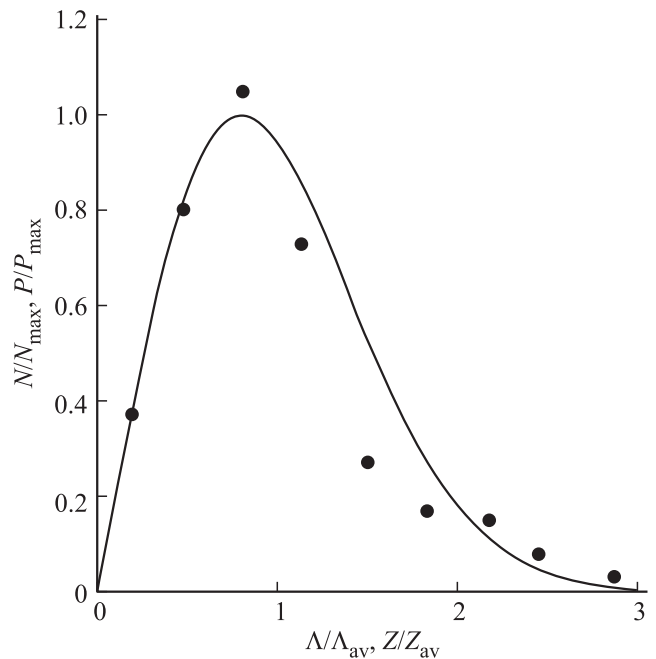


Рис. 5. Распределение $N(\Lambda)$ расстояний Λ между стенками дислокационных ячеек в кристаллах Ni в приведенных координатах [17]. Кривая соответствует распределению (1) (см. текст).

минированного хаоса в ансамбле дислокаций [13]:

$$\rho(x) = \frac{\rho_{\max}}{[1 - (f - 1) \sin^2(\pi x / \Lambda_{av})]}, \quad (2)$$

где x — координата в направлении, перпендикулярном плоскостям скольжения дислокаций, ρ_{\max} — максимальная плотность дислокаций в полосе локализованного скольжения, $\rho_{\min} = \rho_{\max} / f^2$ — минимальная плотность дислокаций между полосами локализованного скольжения ($f \gg 1$). Приведенные на рис. 4, *a* результаты моделирования поверхностного деформационного рельефа базируются на пространственно неоднородном распределении плотности дислокаций (2), когда полосы скольжения состоят из дислокаций разного знака в примерно равном количестве. Показанный на рис. 4, *b* зубчатый рельеф поверхности возникает при больших деформациях, когда полосы скольжения состоят из чередующихся дислокационных стенок разного знака [15]. Необходимо отметить, что сами полосы также состоят из более тонких линий скольжения и тем самым образуют на поверхности свой мелкомасштабный фрактальный или близкий к нему рельеф. Сравнение результатов экспериментов (рис. 1) с теоретическими результатами на рис. 4 показывает удовлетворительное их согласие.

4.2. Механизм образования гофрированных рельефов на поверхности МС. Различные типы фрактальных рельефов, формирующиеся на боковых поверхностях и поверхностях разрыва при растяжении лентообразных МС, рассмотрены в наших работах [7–10]. Рис. 2, *a, b* демонстрируют рельефы широкой и узкой боковых поверхностей образца $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ при напряжениях σ в диапазоне 1.5–2.5 ГПа. На рис. 2, *c* показан рельеф поверхности разрыва этого образца. Видно, что на всех рассматриваемых поверхностях образовалась фрактальная гофрированная структура. Фрактальная размерность поверхности вдоль оси растяжения $D_{OY} \approx 1.3$, а поперек — $D_{OX} \approx 1$ (программа Fractalab 2.0). Оценка общей фрактальной размерности дала величину $D_{GW} = 2.3$ (box counting, Gwiddion). Таким образом, поверхностный рельеф и его фрактальные характеристики для широкой и узкой боковых сторон образца качественно совпадают. Кроме того, фрактальные характеристики поверхности разрыва аналогичны фрактальным характеристикам боковых поверхностей нагруженного образца.

Для объяснения образования различных рельефов поверхностей разрыва была привлечена модель клеточного автомата, которая хорошо описывает разрушение механически нагруженных гетерогенных материалов [7,9,19,20]. В настоящей работе мы этого вопроса касаться не будем.

Механизм образования однонаправленных гофрированных структур на поверхности пластически деформированных МС в настоящее время в отличие от случая кристаллов экспериментально исследован мало и теоретически не разработан. Далее мы ограничимся некоторыми соображениями, которые могут служить основой для разработки соответствующей модели.

Мы не можем точно сказать, на широкой или на узкой поверхности зародилась магистральная трещина. Это связано с малым временем разрыва образца при больших напряжениях. Однако перед формированием поверхностной трещины [7,8,10,11] поверхностный рельеф из мультифрактального становится монофрактальным и образуется скейлинг поверхностных дефектов [8]. В указанных работах было установлено, что поверхность разрыва МС „наследует“ основные фрактальные характеристики (такие как фрактальная размерность и анизотропия рельефа) боковой поверхности деформируемого образца. При возникновении поверхностной трещины боковая поверхность разглаживается, а предшествующая этому событию монофрактализация переходит на стенки трещины.

В работе [11] было высказано предположение, а в [12] показано, что в поверхностном слое МС толщиной порядка 100 нм при интенсивном одноосном растяжении и напряжениях порядка 1.5–2.5 ГПа наблюдается кристаллизация приповерхностного слоя, подобно тому как это происходит при низкотемпературном отжиге МС. При этом внутренние объемы стекла остаются аморфными [21]. Но в [22] с помощью трансмиссионного электронного микроскопа было найдено, что нанокристаллизация при деформации МС, начинаясь в приповерхностном слое, охватывает весь объем микрополосы течения, оставляя материал между полосами в аморфном состоянии. Это означает, что в указанных полосах не только существует ближний, но и формируется дальний порядок между атомами, что предполагает дальнедействующее коррелированное взаимодействие с „дефектами“ аморфного состояния, каковыми являются нанокристаллы с размерами от 1 до 10 нм. Вероятно, к этим кристаллизованным слоям может быть в дальнейшем применена дислокационная модель, которая использовалась выше при объяснении формирования гофрированной поверхности пластически деформированных образцов платины.

5. Заключение

Описанные в работе термопластические технологии создания гофрированных поверхностей образцов платины и лент металлических стекол позволяют на одном носителе получать две или более дифракционные решетки с разными постоянными. Это позволяет записывать электромагнитные спектры в диапазоне длин волн от мягкого рентгеновского до инфракрасного излучения. Необходимо отметить, что полученные таким образом решетки устойчивы к высоким температурам. Так, нагрев в сверхвысоком вакууме до 1500 К с последующим остыванием не нарушает поверхностные гофрированные структуры. Предполагается, что эти решетки должны быть устойчивы и к интенсивным радиационным излучениям.

Предложена дислокационная модель образования однонаправленных гофрированных структур на поверхности пластически деформированной платины. Модель описывает формирование пространственно модулированных дислокационных структур в кристаллическом

материале и связанных с ними полос локализованного скольжения, выход которых на поверхность кристалла гофрирует ее.

Механизм возникновения гофрированных структур на поверхности лент металлических стекол, подвергнутых пластической деформации растяжения, требует дальнейшего исследования. Можно предполагать, что он связан с процессом нанокристаллизации полос локализованного течения стекла и превращения их в микрополосы локализованного скольжения, что сближает механизмы образования гофрированных поверхностей в металлических стеклах и кристаллах.

Авторы выражают благодарность А.В. Анкудинову, В.Л. Гилярову и И.П. Щербакову за помощь в проведении экспериментов и обсуждение результатов.

Список литературы

- [1] E.G. Loewen, E. Popov. Diffraction gratings and applications. Opt. Eng. Ser. V. 58. Marcel Dekker, Inc., N.Y. (1997). 601 p.
- [2] S. Reiche, H. Tiziani, H. Zappe. Proc. of SPIE. **6292**, 629 205 (2006).
- [3] В.Е. Корсуков, А.В. Анкудинов, А.Л. Буйнов, М.С. Варкентин, С.А. Князев, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов, И.И. Пронин. ФТТ **52**, 1423 (2010).
- [4] В.Е. Корсуков, С.А. Князев, А.Л. Буйнов, М.М. Корсукова, С.А. Немов, Б.А. Обидов. Письма в ЖТФ **39**, 8, 55 (2013).
- [5] В.Е. Корсуков, А.В. Анкудинов, П.Н. Бутенко, С.А. Князев, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов, И.П. Щербаков. Письма в ЖТФ **40**, 18, 1 (2014).
- [6] В.Л. Гиляров, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, И.П. Щербаков. ФТТ **57**, 1052 (2015).
- [7] В.Е. Корсуков, В.И. Бетехтин, М.С. Варкентин, В.Л. Гиляров, А.Г. Кадомцев, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов. ФТТ **55**, 729 (2013).
- [8] В.Л. Гиляров, М.С. Варкентин, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, В.С. Куксенко. ФТТ **52**, 1311 (2010).
- [9] В.Л. Гиляров. ФТТ **53**, 707 (2011).
- [10] В.И. Бетехтин, В.Л. Гиляров, А.Г. Кадомцев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов. Изв. РАН. Сер. физ. **73**, 1506 (2009).
- [11] В.И. Бетехтин, П.Н. Бутенко, В.Л. Гиляров, А.Г. Кадомцев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов. ФТТ **50**, 1800 (2008).
- [12] V. Korsukov, P. Butenko, A. Chmel. Eurphys. Lett. **90**, 26 007 (2010).
- [13] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 979 (1999).
- [14] Г.А. Малыгин. ФТТ **43**, 248 (2001).
- [15] Г.А. Малыгин. ФТТ **49**, 1392 (2007).
- [16] W. Pantleon, N. Hansen. Mater. Sci. Eng. A **319**, 211 (2001).
- [17] H.W. Zhang, X. Huang, N. Hansen. Acta Mater. **56**, 5451 (2008).
- [18] Z.P. Luo, H.W. Zhang, N. Hansen. Acta Mater. **60**, 1322 (2012).
- [19] В.Л. Гиляров. ФТТ **47**, 808 (2005).
- [20] F. Arneodo, J.E. Vacry. Physica A **213**, 232 (1995).
- [21] В.И. Бетехтин, П.Н. Бутенко, В.Л. Гиляров, А.Г. Кадомцев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов. О.В. Толочко. ФТТ **49**, 2118 (2007).
- [22] Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, С.В. Добаткин, И.И. Зверькова, Д.В. Матвеев, О.Г. Рыбченко, Е.В. Татьянанин. ФТТ **49**, 983 (2007).