

Влияние одноосного растяжения и гидростатического сжатия на геометрию и морфологию поверхности лент аморфного сплава $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$

© В.И. Бетехтин, П.Н. Бутенко, В.Л. Гиляров, А.Г. Кадомцев,
В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

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

(Поступила в Редакцию 27 декабря 2007 г.
В окончательной редакции 22 января 2008 г.)

Методами сканирующей туннельной и атомной силовой микроскопии исследовалось изменение рельефа поверхностей лент аморфного сплава $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ под влиянием гидростатического давления и одноосного растяжения. Также изучались поверхности разрыва образцов. Показано, что как исходные поверхности, так и поверхности, подвергнутые гидростатическому сжатию или растяжению, а также поверхности разрыва фрактальны или мультифрактальны, однако параметры их фрактальности различны. Под влиянием гидростатического давления уменьшаются поверхностная шероховатость и усредненная фрактальная размерность поверхности на обеих сторонах лент. Зависимости фрактальных характеристик поверхности от растяжения имеют более сложный вид. Перед возникновением „критического события“ на поверхности (образование полосы деформации или магистральной трещины) показатель Гельдера и полуширина спектра сингулярностей уменьшаются. Обсуждается связь фрактальных характеристик поверхности ленты с фрактальными характеристиками поверхности разрыва, а также роль избыточного свободного объема в зарождении разрушения аморфных сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН П-03.02 (проект 2.18) и гранта РФФИ № 07-03-00659.

PACS: 81.05.Kf, 81.40.-z, 68.37.Lp, 68.37.Ps, 68.37.Hy

1. Введение

Аморфные сплавы (АС) на основе железа, в частности $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$, обладают уникальными магнитными свойствами и высокими механическими характеристиками [1–4]. Особенно интересен сплав в виде лент, полученный сверхбыстрой закалкой [3]. Сплав находится в стеклообразном, неравновесном состоянии. Переход сплава в равновесное кристаллическое состояние при эксплуатации даже ниже температуры стеклования приводит к существенному изменению его физико-механических свойств [1–3,5]. В работе [2] обнаружено, что под влиянием деформации сжатия и кручения происходит частичная кристаллизация. В [4] установлено, что под влиянием гидростатического сжатия изменяются магнитные свойства этих материалов. При механическом воздействии в АС возникают дефекты различной природы [3], однако классических дислокационных дефектов в них не образуется, зато проявляется особая роль избыточного свободного объема в этих процессах [4,5].

Роль поверхности в зарождении деформации и разрушении является предметом многочисленных исследований металлов, в частности АС [3,5–11]. Известные из литературы экспериментальные данные о поведении поверхностных слоев в процессе деформации и разрушения этих металлов являются весьма противоречивыми и носят дискуссионный характер. Рассматривается особая

роль поверхностных слоев в зарождении дислокационных петель [6], приповерхностных трещин [9,10], а также роль свободного объема в приповерхностных слоях в зарождении разрушения [5,10]. В связи с этим исследование трансформации рельефа поверхности в поле механических сил является актуальной задачей. АС как материалы, в которых не образуется классических дислокаций, позволяют сузить поле исследования данной проблемы.

2. Образцы и методика эксперимента

В работе изучался АС $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ (промышленная марка 2НСР), полученный путем сверхбыстрой закалки из жидкой фазы методом одновалкового спиннингования [3]. Сплав представлял собой ленту толщиной $20\ \mu\text{m}$, из которой вырезались образцы длиной $20\ \text{mm}$, шириной $3\text{--}5\ \text{mm}$. Основными методами исследования были сканирующая туннельная микроскопия (СТМ) и атомная силовая микроскопия (АСМ). Для исследований методами АСМ и СТМ поверхность образцов промывалась ацетоном и изопропиловым спиртом и высушивалась в потоке сухого азота. Исследования рельефа поверхности этими методами производились в атмосфере сухого азота. СТМ-измерения проводились на модифицированной установке РТП 1. При статистической обработке

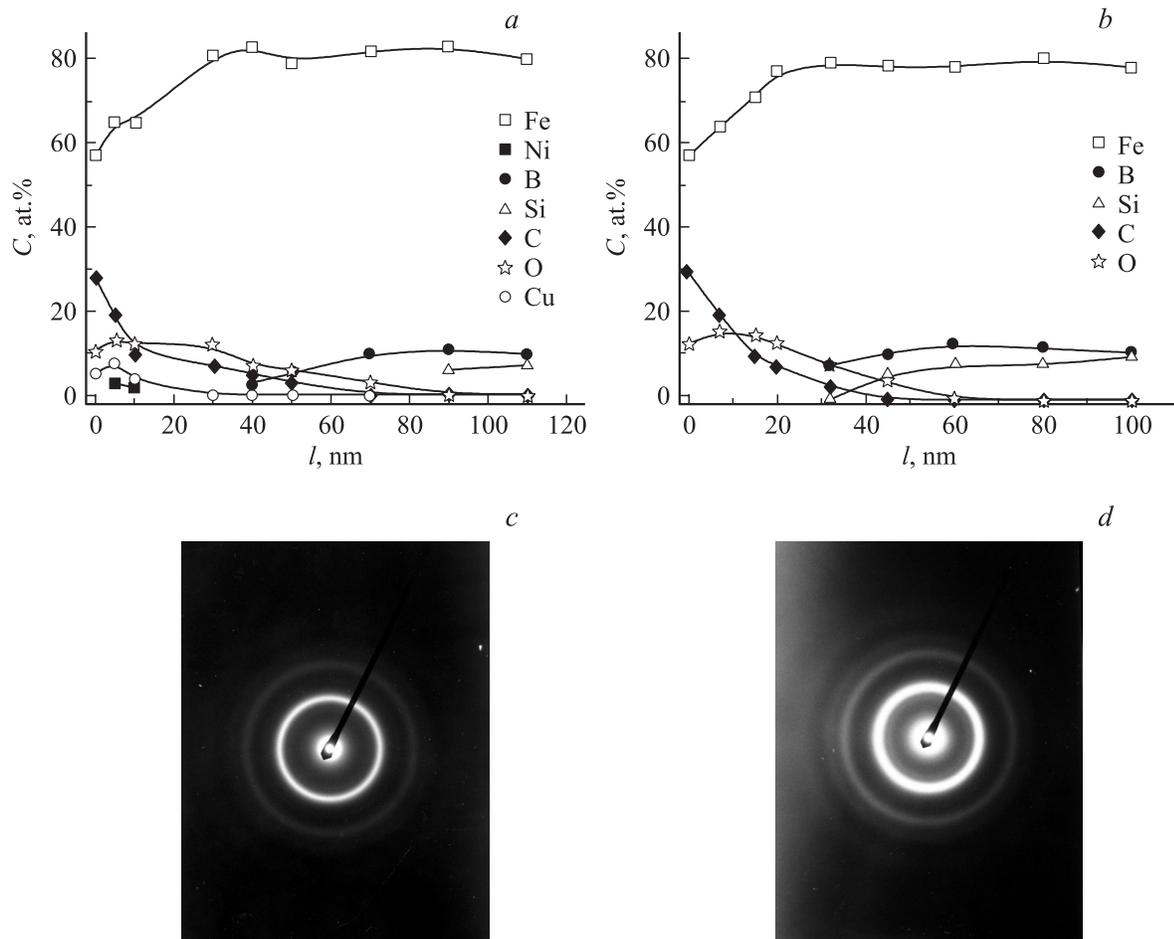


Рис. 1. Изменение концентрации C химических элементов в зависимости от расстояния l от поверхности образца (a, b) и электронограммы приповерхностных слоев ленты АС (c, d). a, c — контактная, b, d — неконтактная сторона ленты.

рельефа поверхности использовались методы покрытия и вейвлет-преобразований [7,12].

АСМ-исследования проводили на установке Auto Probe 5 (@Park Scientific Instruments), управляемой программой Pro Scan (@Park Scientific Instruments) в контактном режиме. Для статистической обработки данных использовалось программное обеспечение Image Processing v.1.5 (@Park Scientific Instruments) и другие пакеты.

Методами СТМ и АСМ исследовали изменение рельефа поверхности лент аморфного сплава $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{13}$ под влиянием гидростатического давления 1 ГПа и одноосного растяжения 0–3 ГПа. Механическое напряжение при растяжении было приложено вдоль направления спиннингования.

Изучение рельефа поверхности при растяжении лент производилось *in situ* методом СТМ, а при сжатии — методами СТМ и АСМ после воздействия давления на образец. После воздействия давления исследовались обе поверхности ленты: контактная и неконтактная (относительно валька, на котором происходила закалка сплава при получении ленты). При растяжении основные

результаты были получены для неконтактной стороны поверхности.

Для аттестации химического состава и структуры поверхности образцов применялись электронная Оже-спектроскопия (ЭОС), трансмиссионная электронная микроскопия (ТЭМ) и электронная дифракция (ЭД). При исследованиях методом ЭОС использовалась модифицированная установка LH 11. При этом проводилось распыление поверхности образцов ионами Ar^+ , что позволяло определять химический состав приповерхностных слоев по глубине. Для уменьшения влияния неровностей рельефа поверхности на равномерное удаление адсорбированных атомов одновременно использовались три ионные пушки для распыления поверхности с разных направлений. Энергия первичных ионов Ar^+ составляла 3 keV, площадь распыления равнялась 1×1 см, скорость распыления ~ 1 nm/min.

Для исследования методами ТЭМ и ЭД применялась методика ионного утонения с использованием Ar^+ для обеих сторон образцов. Эксперимент проводили на установке JEOL JEM 2010. Размер электронного пучка варьировался от 40 до 200 nm. Выбор неконтактной

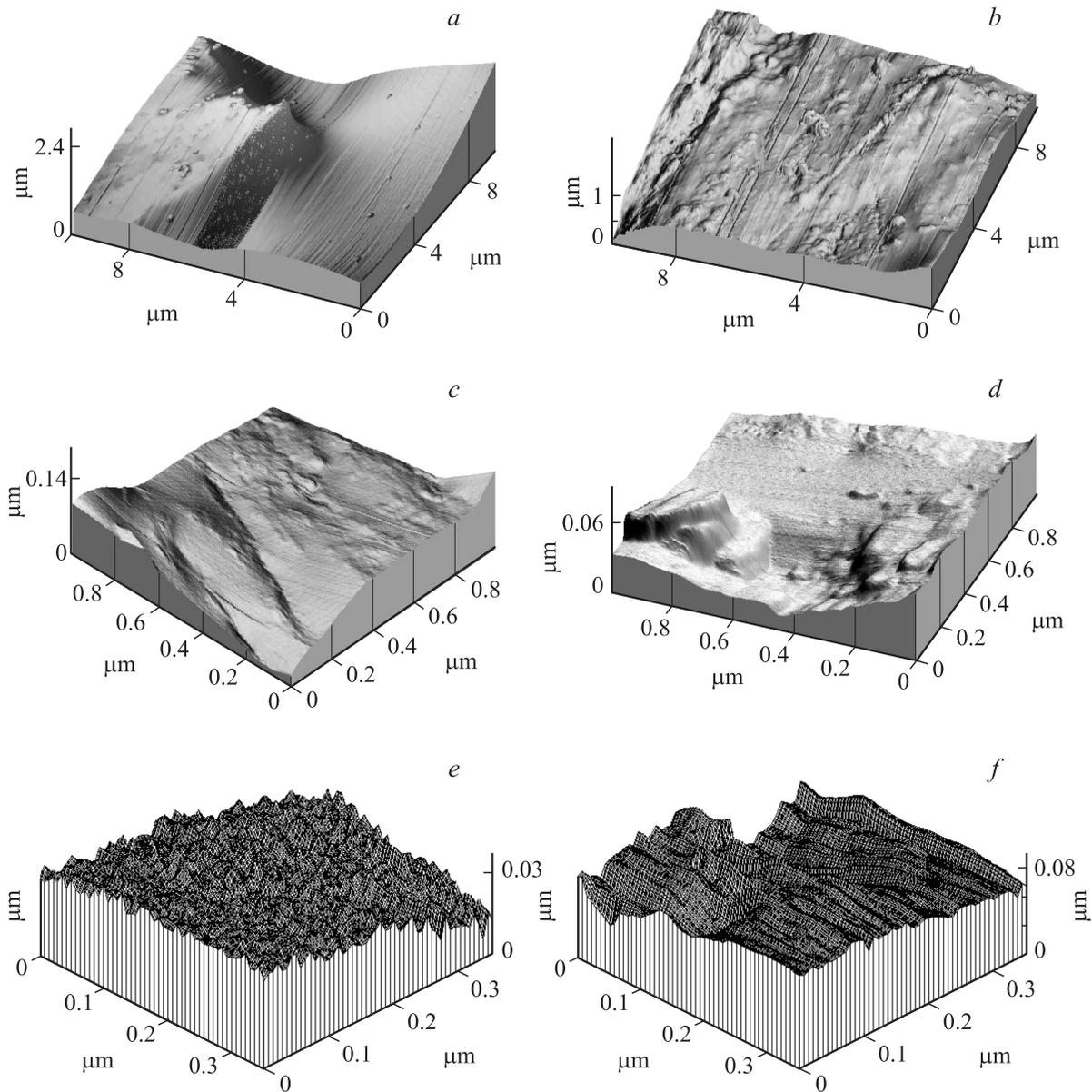


Рис. 2. Влияние гидростатического сжатия на рельеф поверхности контактной стороны ленты АС. Исходный образец (*a, c, e*) и образец, подвергнутый сжатию под давлением 1 GPa (*b, d, f*). АСМ-изображения (*a-d*) и СТМ-изображения (*e, f*).

стороны ленты как объекта исследования объясняется тем, что эта сторона является менее прочной и на ней ожидалось зарождение разрушения ленты АС [5].

3. Экспериментальные результаты

Данные по аттестации химического состава и структуры приповерхностных слоев АС показаны на рис. 1, *a-d*. Из рисунка видно, что исходные поверхности аморфны, хотя наблюдается некоторое различие как в ближнем порядке ЭД (рис. 1, *c, d*), так и в химическом составе приповерхностных слоев контактной и неконтактной сторон лент (рис. 1, *a, b*).

Из рис. 1, *a, b* видно, что на глубине более 100 nm от поверхности химический состав обеих сторон исходного образца практически соответствует химической формуле сплава. В приповерхностных слоях глубиной до 20 nm обнаружено значительное количество адсорбированного кислорода и углерода. На контактной стороне в этом слое содержится также несколько атомных процентов Си. Вероятнее всего, это влияние соприкосновения расплава с медным валком при спиннинговании. Разница в электрограммах контактной и неконтактной сторон ленты АС, по нашему мнению, обусловлена различием химического состава приповерхностных слоев, а также неодинаковой концентрацией нанопор в этих слоях [5,13].

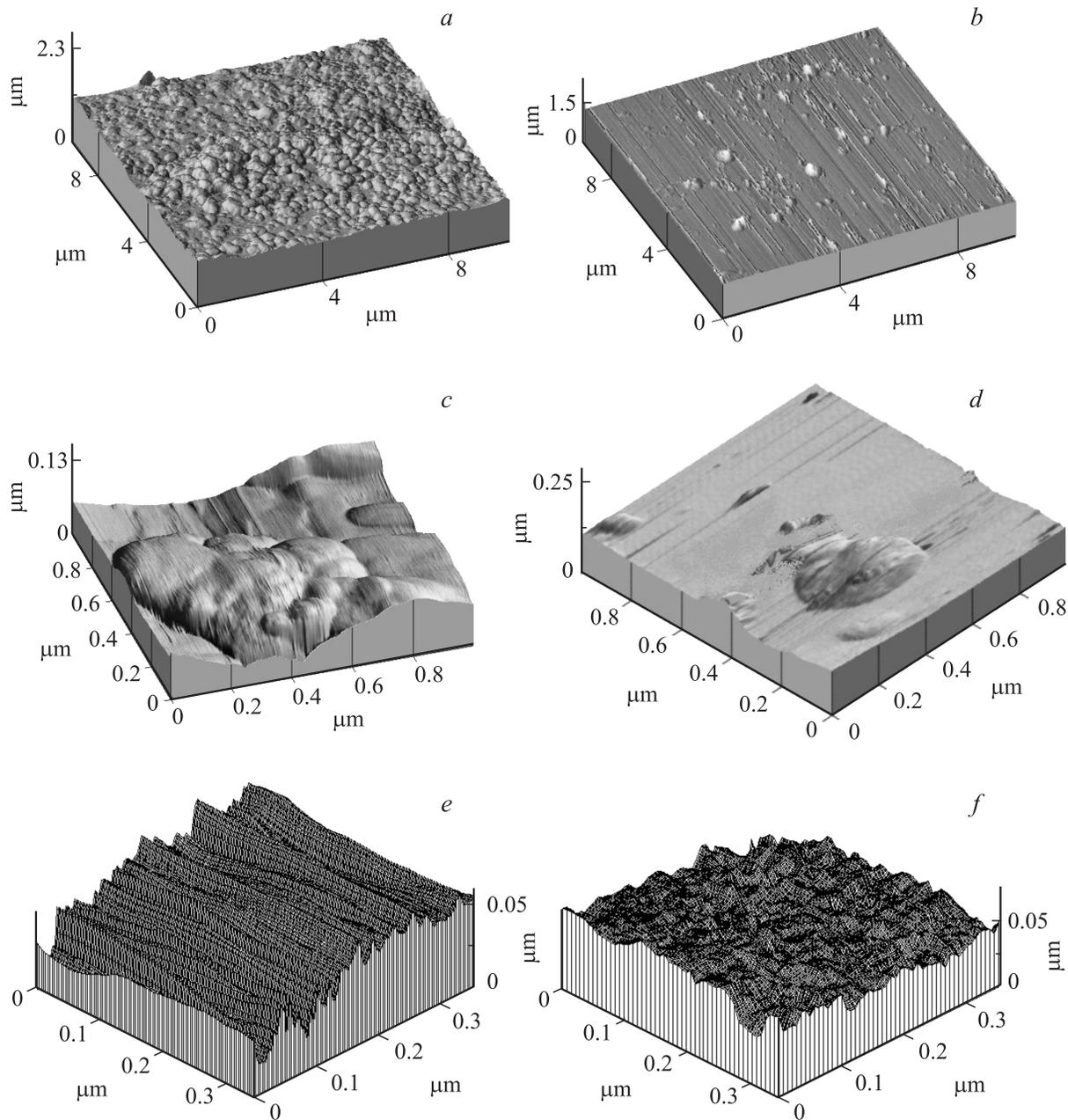


Рис. 3. Влияние гидростатического сжатия на рельеф поверхности неконтактной стороны ленты АС. Исходный образец (*a, c, e*) и образец, подвергнутый сжатию под давлением 1 GPa (*b, d, f*). АСМ-изображения (*a-d*) и СТМ-изображения (*e, f*).

На рис. 2 и 3 представлены картины рельефа поверхностей контактной и неконтактной сторон ленты до и после воздействия гидростатического давления, полученные методами АСМ и СТМ. Различия в рельефе контактной и неконтактной сторон исходных образцов видно из сравнения рис. 2, *a, c, e* и 3, *a, c, e*. В исходном состоянии образца на поверхности контактной стороны (рис. 2) при размерах площадки $10 \times 10 \mu\text{m}$ видны крупные остроугольные образования с латеральными размерами $4\text{--}7 \mu\text{m}$ и высотой до $1 \mu\text{m}$. На площадках с размерами 1×1 и $0.3 \times 0.3 \mu\text{m}$ видны меньшие образования в виде холмов, впадин, хребтов и долин. Таким

образом, видно, что на крупных дефектах располагаются средние дефекты, а на них, в свою очередь, мелкие дефекты. Подобная картина наблюдается и на поверхностях неконтактной стороны (рис. 3). При размерах площадки $10 \times 10 \mu\text{m}$ видны квазиоднородные, округлые рельефы с размерами $0.1\text{--}0.5 \mu\text{m}$ и высотой до $0.1 \mu\text{m}$. При рассмотрении рельефа в других масштабах видно, что крупные образования состоят из более мелких (рис. 3, *a, c, e*). Наблюдаемые рельефы характерны для фрактальных и мультифрактальных поверхностей [7].

После воздействия гидростатического давления рельеф поверхности обеих сторон изменяется. Это видно

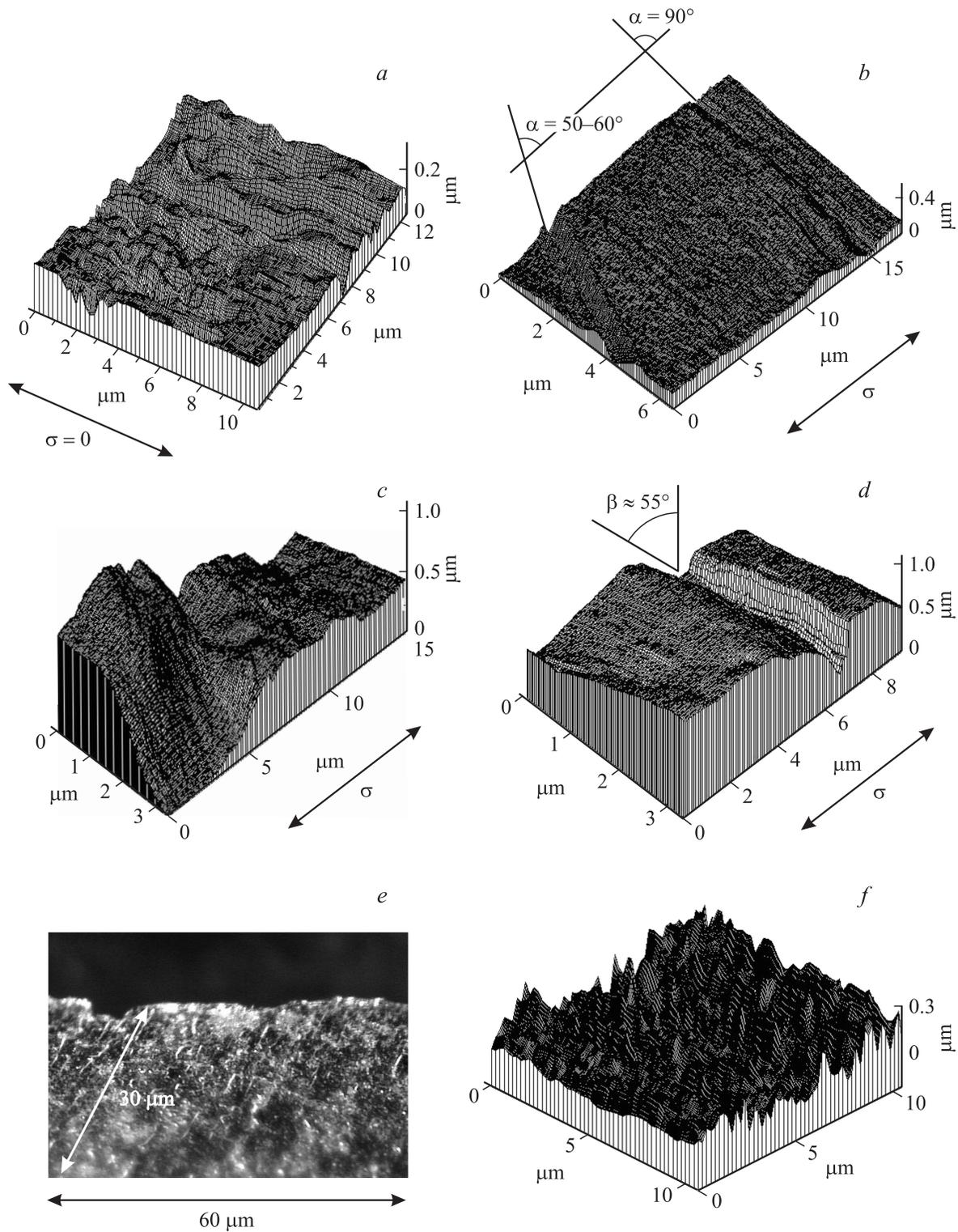


Рис. 4. Влияние одноосного растяжения на рельеф неконтактной стороны ленты АС. *a-d* — поверхность ленты, *e,f* — поверхность разрыва. СТМ-изображения (*a-d,f*) и оптическое изображение (*e*). Механические напряжения σ , GPa: *a* — 0, *b* — 1.2, *c* — 1.7, *d* — 2.3.

из сравнения рис. 2, *a,c,e* с 2, *b,d,f* и рис. 3, *a,c,e* с 3, *b,d,f*. На опрессованных поверхностях контактной стороны наряду с гладкими отчетливо видны протяженные, хребтообразные рельефы размерами 0.2–0.5 μm

(поперечно), 10 μm (продольно) и высотой до 0.3 μm . Опрессованные поверхности неконтактной стороны при размерах площадки 10 × 10 и 1 × 1 μm представляют собой достаточно гладкие рельефы с округлыми возвышен-

ностями. Размеры возвышенностей порядка $0.1\text{--}1\ \mu\text{m}$, высота до $0.05\text{--}0.2\ \mu\text{m}$. Таким образом, установлено, что под влиянием гидростатического давления рельеф поверхности в среднем сглаживается и становится менее шероховатым. Это видно на различных масштабах.

Результаты экспериментов по влиянию одноосного растяжения на рельеф неконтактируемой стороны ленты АС приведены на рис. 4, *a–d*. Видно, что влияние одноосного растяжения на рельеф поверхности носит более сложный характер. Вначале происходит некоторое сглаживание рельефа, а потом неоднородность рельефа снова увеличивается. Эта неоднородность возрастает в основном за счет образования вытянутых неоднородностей в виде „долин“ двух типов, расположенных в плоскости поверхности под углами α , близкими к 90° и $50\text{--}60^\circ$ относительно направления растяжения. Угол β между плоскостью поверхности и пологой стороной „долины“ в обоих случаях составляет величину $\approx 55^\circ$. Интересно отметить, что образованию глубоких „долин“ предшествует сильное увеличение шероховатости поверхности (рис. 4, *c*), а после образования „долины“ поверхность около нее разглаживается (рис. 4, *b, d*). При увеличении напряжения глубина образующихся „долин“ возрастает. По нашему мнению, наблюдаемые дефекты являются полосами деформирования, а различие ориентации долин относительно оси растяжения можно объяснить некоторым отклонением от одноосного напряженного состояния либо фазовыми переходами первого рода в области максимальных напряжений [2,3]. На рис. 4, *e, f* показан рельеф поверхности разрыва (оптическое и СТМ-изображения). Видно, что приведенный участок поверхности разрыва очень шероховатый и качественно отличается от поверхностей, на которых образовались полосы деформации (рис. 4, *b, d*).

4. Обсуждение результатов

Изображения поверхностей, полученные в цифровом виде, были обработаны с помощью методов покрытий и вейвлет-преобразований.

На рис. 5 показаны зависимости максимума показателя Гельдера h и полуширины спектра сингулярностей Γ от величины приложенного напряжения. Видно, что зависимости величин параметров h и Γ от приложенного напряжения σ немонотонны. Возрастание параметра h при неизменности параметра Γ означает уменьшение фрактальной размерности поверхности, а при увеличении Γ свидетельствует о переходе поверхности в мультифрактальное состояние. Это происходит при образовании глубоких „долин“, рядом с которыми поверхность разглаживается (рис. 4, *b, d*). Уменьшение параметра h при уменьшении параметра Γ означает переход от мульти- к монофрактальной поверхности, с увеличением ее размерности (рис. 4, *c*). Это предшествует „критическому событию“ — появлению глубокой „долины“ на

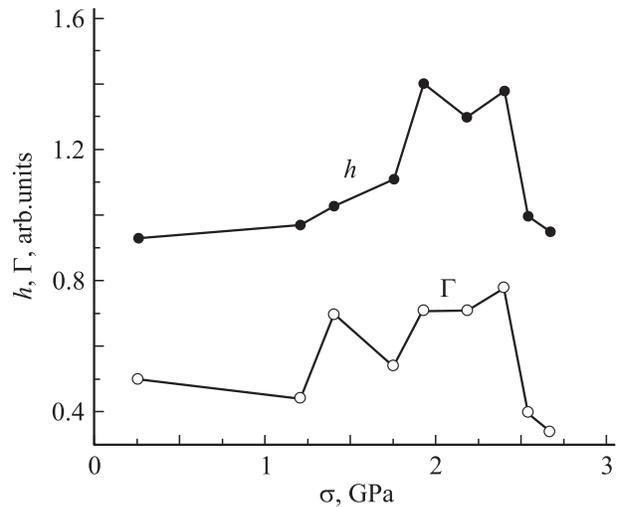


Рис. 5. Зависимость показателя Гельдера h и полуширины спектра сингулярности Γ от величины напряжения σ при растяжении образца.

поверхности или образованию магистральной трещины перед разрывом образца.

Фрактальные характеристики поверхности разрыва, представленные на рис. 4, *e, f*, близки к параметрам поверхности до „критического события“ (рис. 4, *c*). Исходя из этого мы предполагаем, что фрактальность поверхности разрыва „закладывается“ на поверхности ленты, в области, где в дальнейшем сформируется магистральная трещина.

Формирование монофрактальных структур перед „критическим событием“ сопровождается изменением в распределении дефектов по размерам — оно становится степенным. Степенными становятся также пространственные корреляторы (типа высота–высота). Это отражает общезначимую закономерность проявления степенных законов в „критических событиях“ (типа фазовых переходов и самоорганизованной критичности [14,15]). При этом происходит нарушение закона больших чисел, характерного для экспоненциальных и гауссовых распределений, и существенно возрастает роль крупномасштабных флуктуаций, приводящих к катастрофам.

Оказалось, что фрактальные характеристики поверхностей, подвергнутых гидростатическому давлению, также изменяются. Например, коэффициент Херста H , полученный из глобального распределения энергии методом вейвлет-преобразования, при воздействии на образец гидростатического давления увеличивается. Коэффициент H является усредненным показателем Гельдера h , и его увеличение означает уменьшение средней фрактальной размерности поверхности, которое сопровождается ее разглаживанием. Это разглаживание может быть неравномерным, причем площадь поверхности уменьшается. Мы предполагаем, что разглаживание поверхности под воздействием гидростатического давления частично

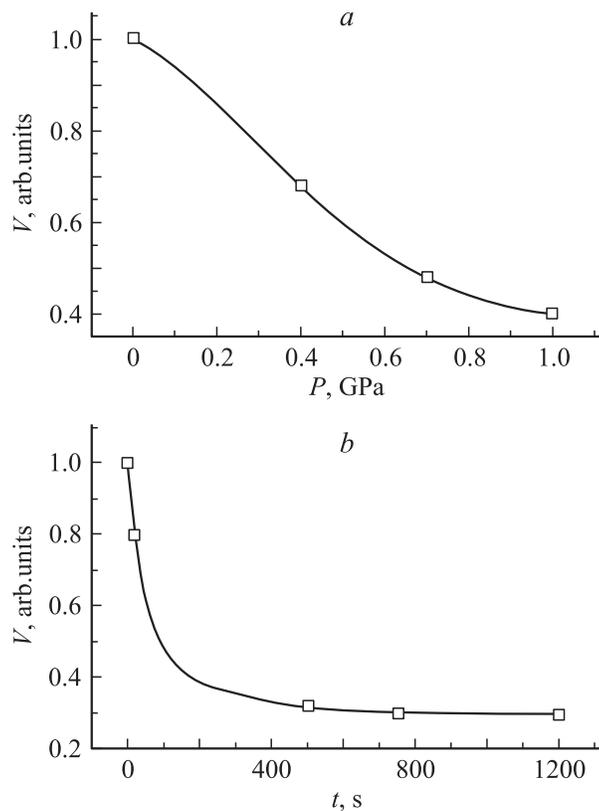


Рис. 6. Зависимость среднего объема V приповерхностных нанопор от величины приложенного гидростатического давления P (а) и времени t действия давления (б). Исходный объем нанопор принят за единицу.

связано с уменьшением пористости АС в приповерхностном слое за счет уменьшения концентрации пор, средний размер которых составляет ~ 100 nm [4,13]. Действительно, рис. 6 показывает, что с ростом гидростатического давления и временем его воздействия пористость приповерхностного слоя, измеренная по дефекту плотности, а также методом малоуглового рентгеновского рассеяния, падает.

Как показано в [13], повышенная пористость в приповерхностных слоях нашего АС ускоряет фазовый переход при низкотемпературном отжиге. Она же, по нашему мнению, играет большую роль в зарождении „критического события“ при растяжении образца и тем самым — в формировании магистральной трещины.

5. Выводы

Поверхности, подвергнутые гидростатическому сжатию, неравномерно разглаживаются; в ряде случаев поверхность становится плоской, что приводит к уменьшению ее площади.

Характеристики геометрии поверхности образцов, подвергнутых одноосному растяжению, изменяются немонотонно. Вводится понятие „критического события“

на поверхности, заключающегося в появлении полосы деформации или в возникновении магистральной трещины, приводящей к разрыву образца.

Перед возникновением „критического события“ наблюдается тенденция перехода поверхности от мультифрактального к монофрактальному состоянию. Распределение дефектов по размерам становится степенным, что отражает общезначимую закономерность проявления степенных законов в „критических событиях“ (типа фазовых переходов и самоорганизованной критичности).

После „критического события“ поверхность ленты разглаживается, а предшествующие фрактальные характеристики поверхности ленты „наследуются“ поверхностями полосы деформации или разрыва, что подтверждает доминирующую роль поверхности в зарождении и развитии разрушения АС.

Авторы выражают благодарность А.В. Анкудинову за проведение ряда АСМ-измерений и полезное обсуждение.

Список литературы

- [1] А.А. Гаврилюк, Н.П. Ковалева, А.Ю. Моховиков. ФММ **101**, 434 (2006).
- [2] Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, С.В. Добаткин, И.И. Зверькова, Д.В. Матвеев, О.Г. Рыбченко, Е.В. Татьяна. ФТТ **49**, 983 (2007).
- [3] К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото. Амorfные металлы. Металлургия, М. (1987). 328 с.
- [4] А.И. Слущер, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, О.И. Толочко. ЖТФ **78**, 57 (2006).
- [5] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, О.В. Толочко. ФТТ **43**, 1815 (2001).
- [6] В.П. Алехин. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Наука, М. (1983). 280 с.
- [7] В.Л. Гиляров, В.Е. Корсуков, П.Н. Бутенко, И.Н. Светлов. ФТТ **46**, 1806 (2004).
- [8] В.Е. Корсуков, А.С. Лукьяненко, Б.А. Обидов, В.Н. Светлов, Е.В. Степин. Письма в ЖЭТФ **57**, 343 (1994).
- [9] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, В.Е. Корсуков, О.В. Толочко, А.Ю. Кипяткова. Письма в ЖТФ **24**, 58 (1998).
- [10] В.И. Бетехтин, В.Е. Корсуков. В сб.: К 90-летию академика С.Н. Журкова / Под ред. акад. Ж.И. Алферова. ФТИ РАН, СПб (1995). С. 28.
- [11] A.Yu. Vinogradov, V.A. Khonik. Phil. Mag. **84**, 2147 (2004).
- [12] A. Arneodo, F. Bacry, J.E. Muzy. Physica A **213**, 232 (1995).
- [13] В.И. Бетехтин, П.Н. Бутенко, А.Г. Кадомцев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, Б.А. Обидов, О.В. Толочко. ФТТ **49**, 2118 (2007).
- [14] В.Л. Гиляров. ФТТ **47**, 808 (2005).
- [15] Г.Г. Малинецкий, С.П. Курдомов. Вестн. РАН **71**, 210 (2001).