

СВОБОДНЫЙ ОБЪЕМ И МЕХАНИЗМЫ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ

© А.М.Глезер, В.И.Бетехтин*

Институт металловедения и физики металлов, ЦНИИЧерМет,
107005 Москва, Россия

*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия
(Поступила в Редакцию 25 декабря 1995 г.)

Методами малоугловой рентгеновской дифракции и электронной микроскопии (включая высоковольтную *in situ*) определены характеристики «врожденно-го» свободного объема (микрополостей) аморфных сплавов на основе Fe-B и изучена связь между этими характеристиками и микроразрушением сплавов. Параметры микрополостей варьировались за счет введения поверхностно-активных элементов. Установлено, что закономерности микроразрушения при деформации сплавов существенно зависят от характеристик свободного объема.

В соответствии с идеями Я.И. Френкеля аморфному состоянию, как и жидкости, свойственны местные разрывы — «дырки», обусловленные значительным (на несколько процентов) увеличением объема при плавлении твердого тела [1]. Рассматривая аморфное состояние как переохлажденную жидкость и предполагая, что дополнительный объем в основном соответствует объему этих полостей, мы приходим к заключению о существовании в структуре аморфных твердых тел избыточного свободного объема, способного образовать дефекты в виде «дырок» или микрополостей. При этом, как отмечалось в [1], эти микрополости не идентичны вакансиям в кристаллической решетке, а существуют в виде своеобразных зародышевых микротрещин.

Появившаяся в последние годы возможность детального экспериментального изучения структуры и механического поведения аморфных сплавов создает предпосылки для проверки этой основополагающей идеи и для выяснения роли свободного объема в специфике разрушения аморфных сплавов. Целью данного исследования явилось установление связи между характеристиками избыточного свободного объема и процессом микроразрушения аморфных сплавов на основе Fe-B. Поскольку хорошо известно влияние поверхностно-активных элементов на структуру и параметры разрушения аморфных сплавов [2], в данной работе было изучено влияние легирования элементами, существенно уменьшающими (Sb, Ce) или увеличивающими (Nb) поверхностную энергию *d*-Fe.

1. Материал и методика проведения экспериментов

В работе были исследованы аморфные сплавы $(\text{Fe}_{100-x}\text{Me}_x)_{82}\text{B}_{18}$ ($\text{Me} = \text{Nb}, \text{Sb}, \text{Ce}, x = 0, 0.1, 0.01$), полученные закалкой из расплава на быстровращающемся диске в виде ленты шириной 1–5 мм и толщиной 20–40 мкм. Все исследованные сплавы предварительно проходили химический контроль на соответствие заданному составу, а также рентгеновский и электронно-микроскопический контроль на отсутствие признаков существования кристаллических фаз.

Электронно-микроскопические эксперименты на просвет и в режиме сканирования проводились на электронном микроскопе при ускоряющих напряжениях 200 и 25 кВ, соответственно, а также на просвет *in situ* в колонне электронного микроскопа JEM-1000 при ускоряющем напряжении 1000 кВ. Детальное описание методики проведения экспериментов в колонне высоковольтного электронного микроскопа и некоторые полученные при этом результаты содержатся в работах [3,4]. Информация о характере распределения и других параметрах свободного объема была получена методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. Дифрактометрические малоугловые съемки проводились на высоковакуумном малоугловом дифрактометре с повышенным разрешением в излучении $\text{CoK}\alpha$.

Анализировались угловое распределение и уровень интенсивности малоуглового рассеяния, а также интегральные параметры индикатрис.

2. Экспериментальные результаты

1) Определение удельной поверхностной энергии. Основной объем экспериментов по изучению влияния микролегирования был проведен на сплавах с содержанием легирующего элемента (Me) 0.01 at.%. На первом этапе работы были проведены прямые измерения поверхностного натяжения с целью оценки влияния микролегирующих добавок на величину удельной поверхностной энергии изученных аморфных сплавов. Величину поверхностного натяжения расплава при температуре плавления оценивали при расплавлении металлических стержней соответствующего состава по стандартной методике взвешивания капели [5]. Измерения показали (см. таблицу), что введение в состав расплава 0.01 at.% Sb или Nb значительно сказывается на величине поверхностного натяжения расплава и, следовательно, на величине удельной поверхностной энергии.

Влияние легирования поверхностно-активными элементами на поверхностное натяжение расплава, среднее расстояние между дефектами с наибольшим статистическим весом L_{FV} и характеристику зигзагообразности магистральной трещины Δ_{cr} аморфного расплава $\text{Fe}_{82}\text{B}_{18}$

Сплав	Поверхностное натяжение, N/m	L_{FV} , nm	Δ_{cr} , nm
Fe-B	1.034	180	150–170
Fe-B-Sb	0.833	280	210–270
Fe-B-Nb	1.204	65	50–65

2) Определение характеристик свободного объема. Сравнительный анализ экспериментальных данных, полученных методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, показал, что введение поверхностно-активных элементов существенно сказывается на общем количестве закаливаемых дефектов и их распределении по размерам. Методические особенности съемки позволяют получать наиболее полную информацию о неоднородностях размером менее 200 нм. Такие неоднородности оказались неравноосными, они имеют удлиненную форму и несколько сплюснуты по нормали к поверхности ленты [6]. Кроме того, эксперименты показали, что рассеивающие неоднородности во всех исследованных сплавах существенно полидисперсны. Наибольшим весом в статистическом распределении по размерам обладают субмикронеоднородности размером $2R_D < 10$ нм. При обработке индикатрис способом Гинье вся совокупность выявленных неоднородностей в первом приближении разделена на три условные фракции, соответствующие наиболее мелким ($2R_D < 10$ нм), наиболее крупным ($2R_D > 100$ нм) и промежуточным по размерам ($10 < 2R_D < 100$ нм) неоднородностям. Фактически, в исследованных сплавах выявляется бимодальность распределения по размерам рассеивающих неоднородностей, о чем свидетельствует наличие двух максимумов на кривых инвариантов индикатрис (рис. 1), соответствующих двум наиболее вероятным размерам (< 25 нм и около 150 нм). Во всех случаях распределение неоднородностей с наиболее вероятным размером (< 25 нм) значительно шире по сравнению с распределением более крупных неоднородностей (более узкий пик на кривой инварианта). Соотношение интегральных интенсивностей указанных максимумов зависит от микролегирования. На базовом сплаве $Fe_{82}B_{18}$ бимодальность распределения неоднородностей выражена менее явно, а распределение субмикронеоднородностей меньшего размера имеет максимальную ширину при их подавляющем объемном и количественном вкладе в суммарную концентрацию выявляемых неоднородностей. Наиболее резко выражена бимодальность распределения в сплаве, легированном Sb (рис. 1). Для сплавов, легированных Nb, характерно не бимодальное, а полимодальное распределение рассеивающих неоднородностей, чему соответствует появление нескольких максимумов на кривых инварианта индикатрис (рис. 1). Кроме усиления полимодальности, введение Sb и Nb приводит к существенному сдвигу распределения по размерам в сторону больших значений.

Если считать субмикропоры основным видом неоднородностей электронной плотности в исследованных аморфных сплавах, то можно оценить среднее расстояние между ними по результатам обработки

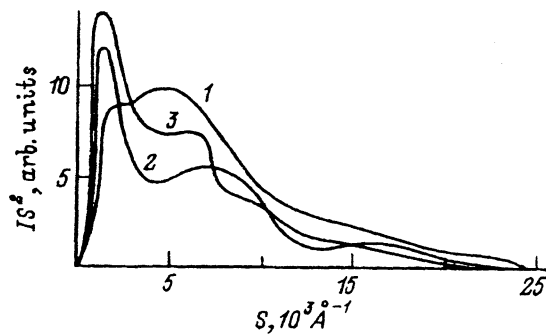


Рис. 1. Инварианты индикатрис закаленных из расплава аморфных сплавов Fe-B(1), Fe-B-Sb(2), Fe-B-Nb(3).

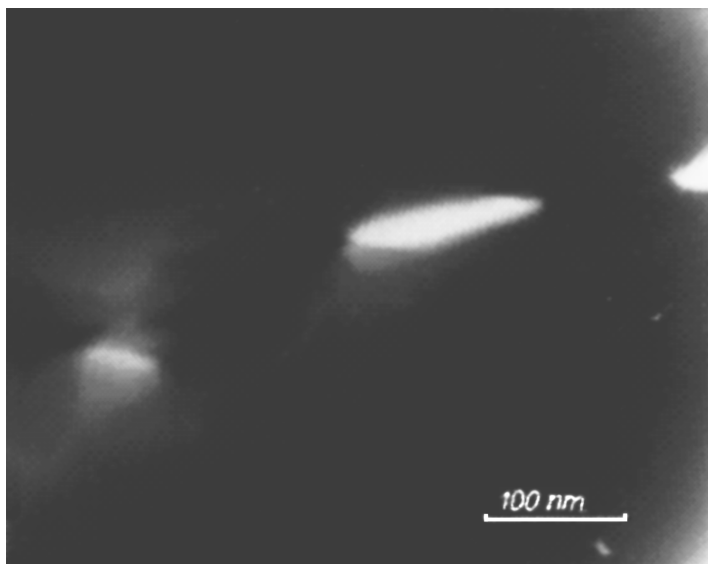


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение трещин-«эмиссаров» у кончика магистральной трещины; сплав Fe-V.

индикатрис способом Гинье. Так, в частности, в сплаве Fe-V среднее расстояние между дефектами, обуславливающими примерно 80% интенсивности малоуглового рассеяния, составляет около 180 nm, а в сплаве Fe-V-Nb среднее расстояние уменьшилось почти в 3 раза и составило около 65 nm. Для самых крупных из выявляемых микропор (около 200 nm) это расстояние не превышает 0.5–1.0 μm .

3) О п р е д е л е н и е о с о б е н н о с т е й м и к р о р а з р у ш е н и я. Эксперименты по прямому наблюдению деформации и разрушения в колонне высоковольтного электронного микроскопа проводились как в режиме формирования светопольных, так и в режиме формирования темнопольных изображений. Поскольку во втором случае можно легко различить трещину и ее зону пластической деформации, процесс распространения трещин фиксировался преимущественно в темнопольном режиме.

Эксперименты показали, что возникновению трещины в сплаве $\text{Fe}_{82}\text{V}_{18}$ всегда предшествует появление локализованной полосы деформации. Зародившаяся микротрещина точно воспроизводит конфигурацию предшествовавшей ей полосы сдвига. Зона пластической деформации представляет собой мощный факел со сложной структурой, в которой выделяются характерные периодические «перевивы» в центральной части факела (рис. 2). При постоянной нагрузке образовавшаяся перед этим трещина, как правило, не растет. При увеличении нагрузки наблюдается медленный рост трещины, в ходе которого отмечены следующие этапы: 1) увеличение раскрытия трещины при постоянной ее длине (примерно в 1.2–1.5 раза); 2) образование маленькой (около 20 nm) овальной (отношение продольной и поперечной относительно направления распространения трещины осей примерно 3:1) трещины-«эмиссара» вблизи основной трещины в зоне пластической деформации (рис. 2); 3) рост трещины-«эмиссара» в длину до

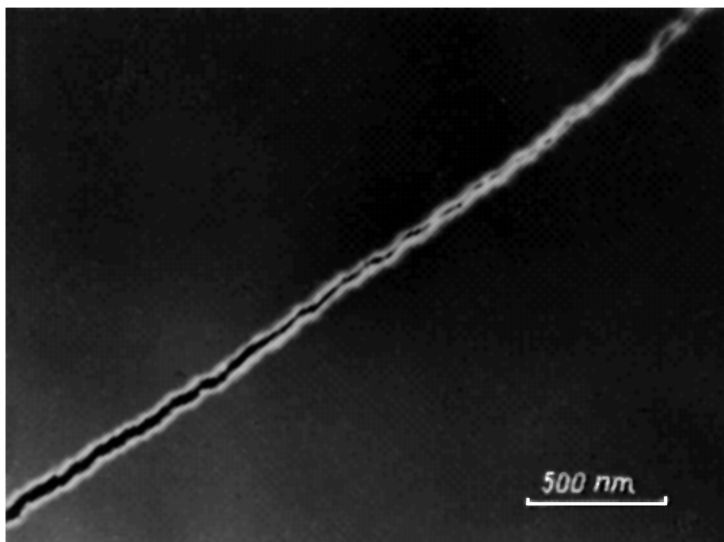


Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение зигзагообразной трещины в сплаве Fe-B-Nb.

300 nm и в ширину до 60 nm (отношение осей становится примерно 5:1); 4) слияние основной трещины с «эмиссаром» за счет образования узкой (10–20 nm) перемычки длиной около 100 nm.

Следует отметить, что второй, третий и четвертый этапы развития сразу нескольких трещин–«эмиссаров» часто совпадают во времени, так что обычно наблюдается одновременная эволюция сразу трех-шести трещин, расположенных друг за другом в полосе деформации. В результате трещина имеет характерную зигзагообразную форму с периодичностью «зигзага» 150–170 nm (рис. 3). В сплаве микролегированном ниобием, микротрещины и связанные с ними факелы зоны пластической деформации существенно более узкие по сравнению с аналогичными характеристиками базового сплава. Результирующая форма трещины, как и в бинарном сплаве, зигзагообразная, однако периодичность «зигзагов» составляет примерно одну треть. В сплаве с Sb трещины также имеют зигзагообразную форму, однако периодичность «зигзагов» существенно менее строгая. Кроме того, на результирующей трещине отмечено наличие протяженных гладких участков (без «зигзагов»), связанных с катастрофическими этапами развития трещины при увеличении нагрузки. Расстояние между «зигзагами» составляет примерно 210–270 nm.

3. Обсуждение результатов

Полученная нами на аморфных сплавах картина зарождения и развития микротрещин во многом напоминает известный механизм зарождения и распространения трещин в кристаллических сплавах, для которых эффективная поверхностная энергия распространения трещины γ_s достаточно велика и разрушение происходит в результате зарождения новых трещин–«эмиссаров» в голове дислокационных скоплений [2]. В работе [3] была предложена общая теория распространения трещины путем зарождения и роста пор перед ее вершиной; теория не

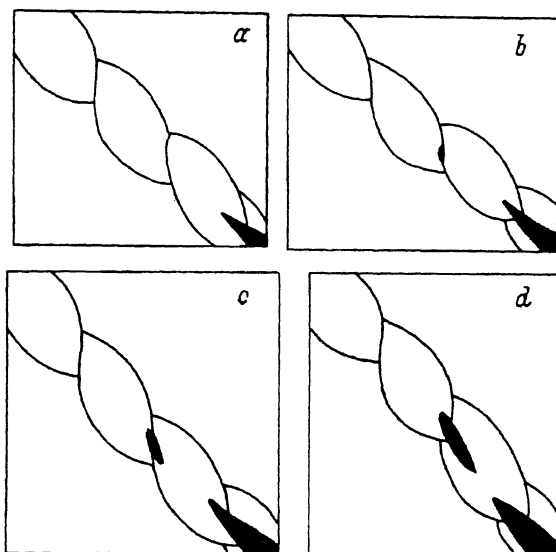


Рис. 4. Схема, поясняющая основные этапы преобразования областей свободного объема в трещины-«эмиссары».

конкретизировала механизм зарождения и роста пор и предполагала, что поле напряжений впереди трещины может быть определено независимо от процесса порообразования. Экспериментальные и теоретические данные по кинетике микроразрушения при деформации твердых тел рассмотрены в [7-9]. В [8] показано, что зарождение поры приводит к релаксации напряжений и к снижению энергии деформированной области вблизи вершины. Наиболее интересным применительно к нашим результатам является одно из следствий этой модели: подверженные сдвиговым напряжениям поры, не лежащие в плоскости трещины, могут объединяться с ней, что приводит к зигзагообразной форме результирующей трещины.

Рост трещины в аморфном сплаве можно представить себе следующим образом (рис. 4). В полосе деформации существует цепочка статистически распределенных микропор и областей повышенной плотности. При росте трещины поле напряжений перед ее вершиной инициирует рост ближайшей к вершине микропоры, растягивая ее. При этом изменяются ее размер и форма: существенно больше увеличивается размер в направлении роста трещины. Микропора при этом преобразуется в трещину-«эмиссар». Однако в отличие от кристаллического аналога между основной трещиной и трещиной-«эмиссаром» закономерно оказывается область повышенной плотности (иначе основная трещина росла бы, не инициируя рост трещины-«эмиссара»). Судя по изменению характера электронно-микроскопического контраста на участке перемычки между основной и малой трещинами, происходит уплотнение этой области. На последнем этапе роста происходит относительно быстрое слияние основной трещины с порой за счет образования узкого (на порядок меньше поперечного сечения микропоры) соединительного участка [8]. На этом этапе наиболее вероятной представляется модель вязкого течения, исходящая из предположения адиабатического нагрева в зоне пластической деформации [10].

Сочетанием описанных выше этапов развития трещины можно объяснить характерную зигзагообразную форму результирующих трещин. Представляется интересным в связи с этим провести сопоставление конкретных характеристик геометрии трещин с характеристиками распределения по размерам областей свободного объема. Результаты такого сопоставления представлены в таблице. Видно, что введение 0.01 at% Nb в сплав Fe-B повышает поверхностную энергию расплава, в результате чего распределение по размерам областей свободного объема заметно смещается в область меньших значений. При этом среднее расстояние между областями свободного объема минимальной из оцениваемых фракций (менее 6 nm) уменьшается от 180 nm для сплава Fe-B до 65 nm для сплава Fe-B-Nb. Одновременно период зигзагообразности (расстояние между характерными точками «зигзага») Δ_{cr} изменяется соответственно от 150–170 до 50–65 nm. Обращает на себя внимание и практически полное совпадение в обоих сплавах величин среднего расстояния между областями свободного объема наиболее характерного размера L_{FV} и Δ_{cr} при закономерном превышении величиной L_{FV} величины Δ_{cr} того же сплава.

Если исходить из предложенного выше механизма образования и роста трещины, становится понятной корреляция величин L_{FV} и Δ_{cr} , а также их относительные значения. Во-первых, каждый «зигзаг» образуется трещиной-«эмиссаром», выросшей из области свободного объема, и перемычкой вязкого течения, причем их совместная длина является расстоянием между соседними областями свободного объема. Во-вторых, в полосе деформации несколько увеличена относительно аморфной матрицы плотность областей свободного объема, откуда закономерно следует относительно большая величина L_{FV} по сравнению с величиной Δ_{cr} для каждого исследованного сплава.

Таким образом, на основании проведенного исследования можно сделать заключение о существенном влиянии областей избыточного свободного объема на протекание процесса микроразрушения аморфных сплавов. Воздействуя определенным образом на характеристики свободного объема (в частности, введением поверхностно-активных элементов), мы имеем возможность существенно влиять на склонность к образованию и дальнейшему развитию трещин в аморфных сплавах.

Данное исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 95-02-06201)

Список литературы

- [1] Френкель Я.И. Введение в теорию металлов. Л. (1972). 424 с.
- [2] Финкель В.И. Физика разрушения. М. (1970). 376 с.
- [3] Утевская О.Л., Глезер А.М. Завод. лаб. **49**, 9, 57 (1983).
- [4] Утевская О.Л., Глезер А.М. ДАН СССР **272**, 5, 1114 (1983).
- [5] Миссол В. Поверхностная энергия раздела фаз в металлах. М. (1978). 176 с.
- [6] Утевская О.Л., Макаров В.П., Глезер А.М. Физика аморфных сплавов. Ижевск (1984). 32 с.
- [7] Wilkinson D.S., Vitek V. Acta Met. **30**, 9, 1723 (1982).
- [8] Jagannadham K. Mater. Sci Eng. **60**, 2, 95 (1983).
- [9] Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М. (1990). 373 с.
- [10] Madsen J.U., Cootterill R.M.J., Gragh R., Scand J. J. Met. **6**, 1, 15 (1977).