ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ СПЛАВА $FeCu_1Si_{16}B_6$ НА НАНОМЕТРОВОМ И МОРФОЛОГИЧЕСКОМ УРОВНЯХ

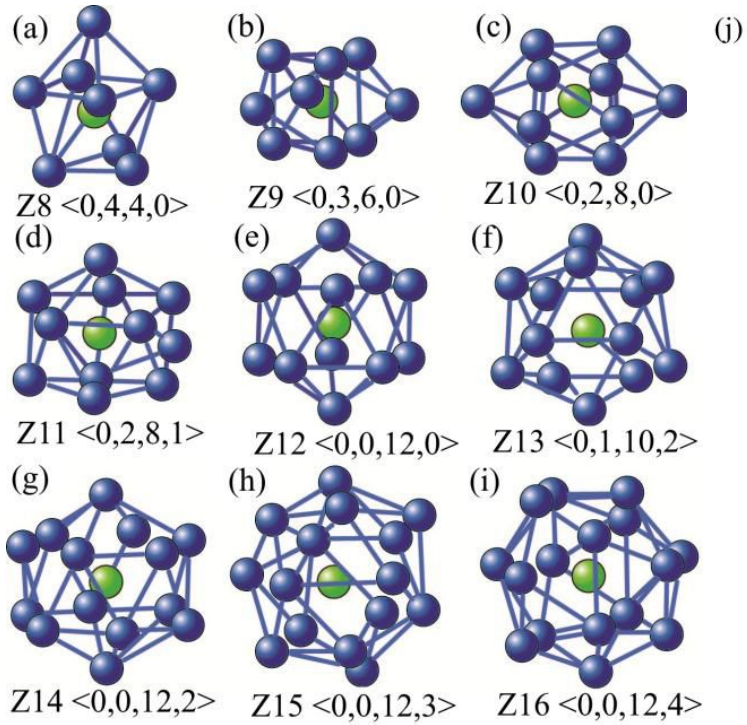
Выполнила:
студентка группы Б – 8415 Ансович А. В
Руководитель:
профессор, к. ф. – м. н. Крайнова Г. С

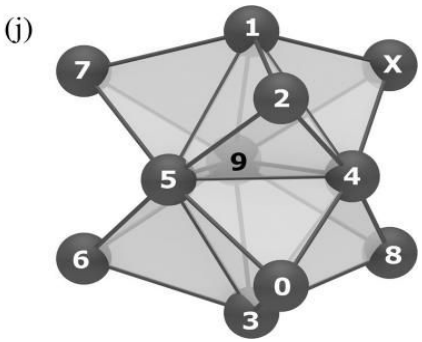
2018

Введение

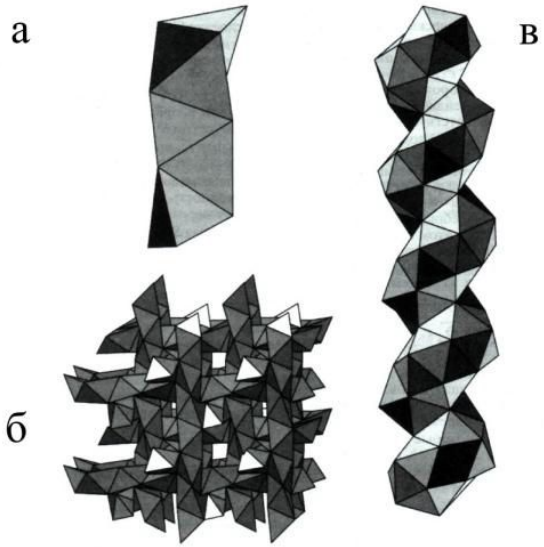
Аморфные сплавы на основе металлов группы железа (Fe, Ni, Co), полученные закалкой из расплава на вращающийся с большой скоростью холодильник, обладают превосходными магнитными свойствами, низкими потерями на перемагничивание, высокой прочностью, что обеспечивает их применение в магнитных записывающих головках, трансформаторах и электронных устройствах. Спиннингованные ленты типа Finemet являются примером аморфно-нанокристаллического состояния, необычность которого состоит в том, что кристаллическая фаза обладает упорядоченной атомной структурой, атомная структура аморфной фазы лишена трансляционной симметрии, обладая лишь ярко выраженным топологическим и композиционным ближним порядком. Уникальные физико-механические свойства таких двухфазных систем сочетают особенности как нанокристаллических, так и аморфных материалов. Поэтому важными в этой связи являются вопросы характера и организации структуры таких сложных объектов.

Актуальность исследования





Z – кластеры , как разновидности искаженных икосаэдрических координаций (a)-(j), 11-вершинный универсальный тетраблок (j), [1]



Спиральные структуры Бернала-Госсета, иллюстрирующие формирование
некристаллического ближнего порядка в расплавах, нано- и аморфных металлах:
а – спираль из тетраэдров Бернала, как частный случай;
б – объемная регулярно-тетраэдрическая структура;
в – спиральная икосаэдрическая структура, формируемая слегка искаженными икосаэдрами, [1, 2]

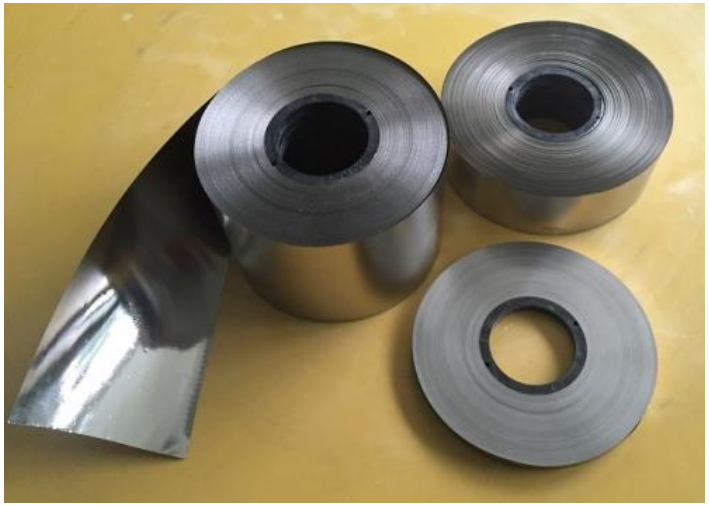
1) “Формирование среднего порядка в стеклах и дальнего в нанокристаллических сплавах с учетом характера связи и трансформации ближнего порядка” В.А Полухин, Э.Д. Курбанов, Р.М Белякова, 2016г;
2) “Образование самоподобных пространственных структур в модуляционно – неустойчивых средах” В.М Куклин, “Электромагнитные явления”, Т. 4, № 1 (13), 2004г;

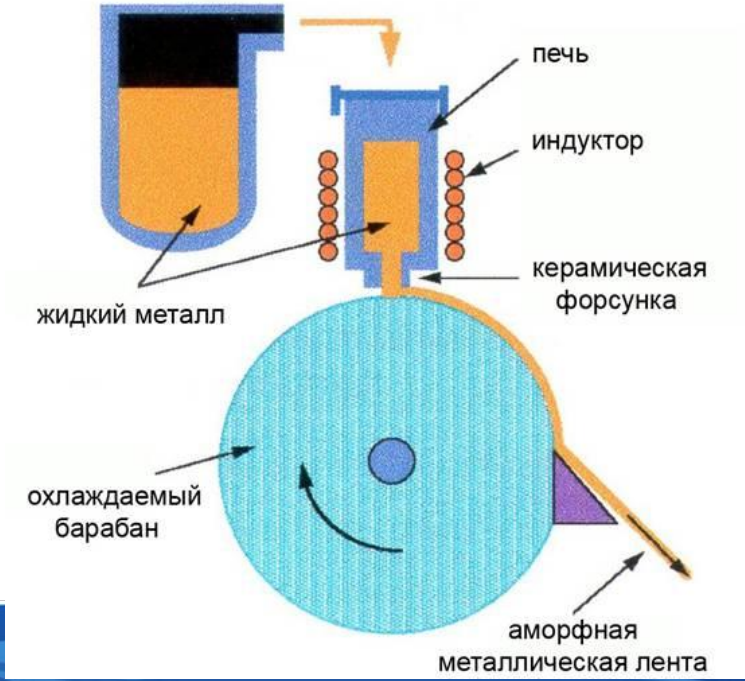
Цели и задачи :

Целью данной работы является изучение характера структуры и анизотропии сплава $FeCu_1Si_{16}B_6$, полученного методом спиннингования. В связи с этим были поставлены следующие задачи:

1) отработать методику фурье-анализа с использованием программ QAVIS, KsaImage, GatanDigitalMicrograph;
2) провести спектральный анализ структуры быстрозакаленного сплава $FeCu_1Si_{16}B_6$ в нанометровом диапазоне и на морфоуровне с использованием электронно-микроскопических изображений;
3) изучить характер неоднородностей структуры спиннингованной ленты $FeCu_1Si_{16}B_6$ и анизотропию их распределения.

Аморфно – нанокристаллический сплав типа “Finemet” $FeCu_1Si_{16}B_6$





Скорость охлаждения: V =10^6 К/с

Зазор между соплом тигля и барабаном: 0,15 мм

Давление газа в камере: 400 мбар

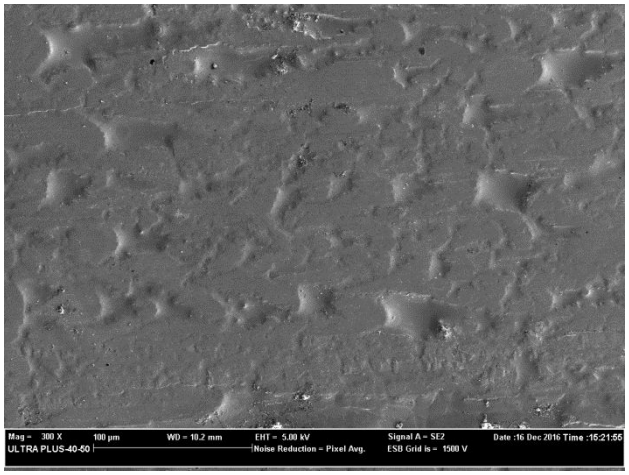
Давление в тигле: 600 мбар

Толщина ленты:20– 35 мкм

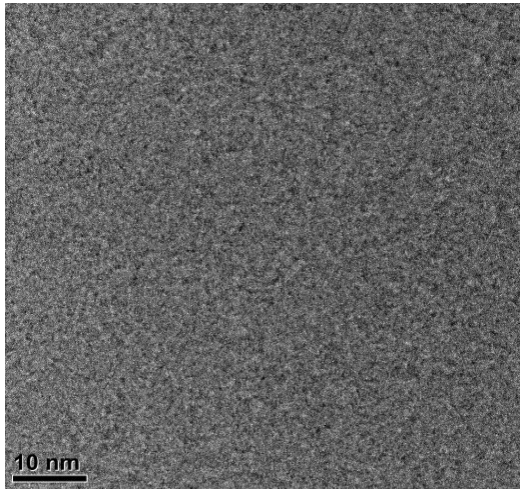
Просвечивающий электронный микроскоп:
FEI TITAN 300

Сканирующий элетронный микроскоп:
Carl Zeiss Crossbeam 1540XB

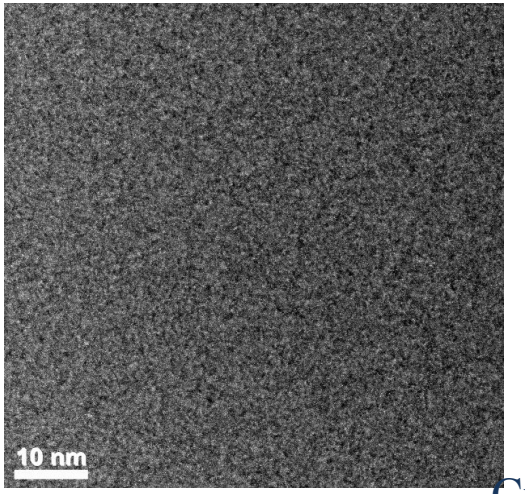
Контактная поверхность



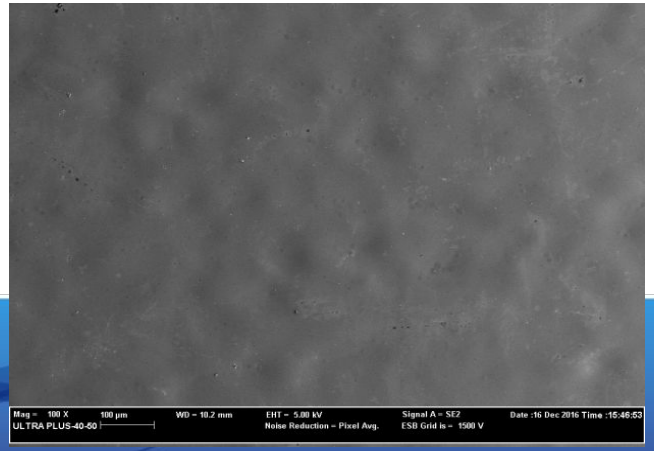
Область около контактной поверхности



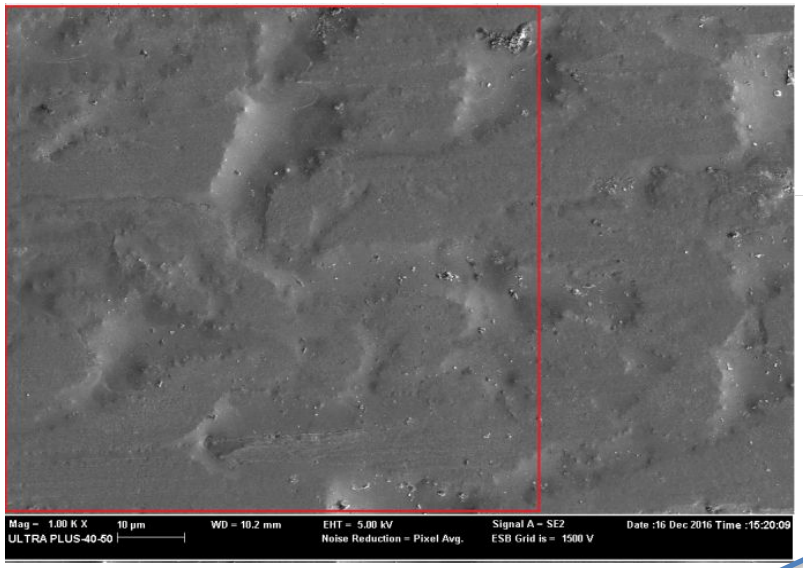
Область около свободной поверхности

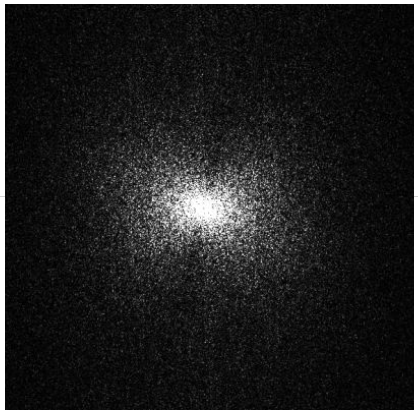


Свободная поверхность



Метод исследования: Спектральный фурье – анализ.





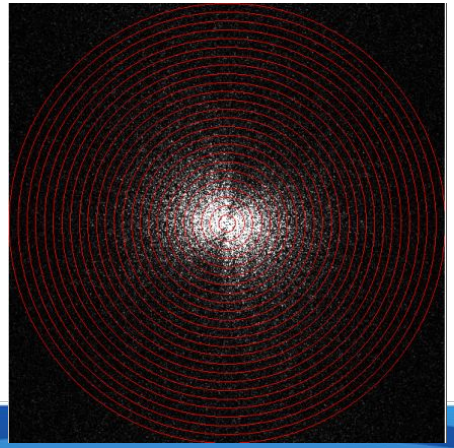
Дифракционная картина Франтгофера (спектр Фурье)

ИПХ

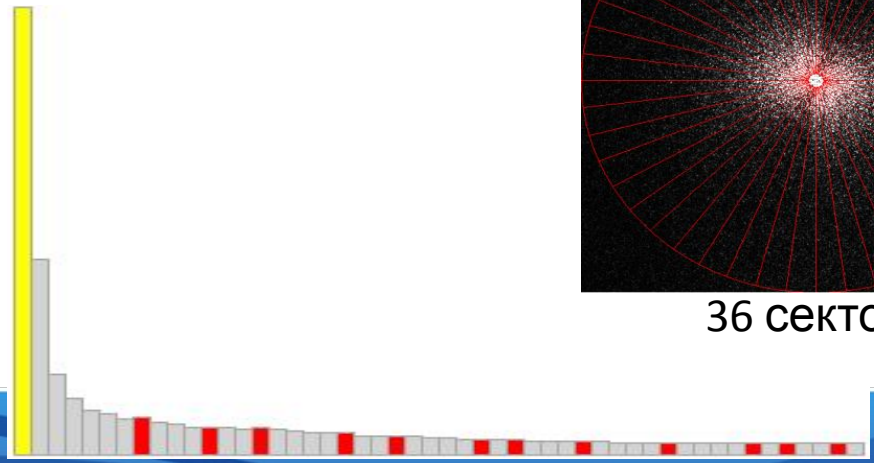
(распределение спектральной энергии в системе угловых секторов)

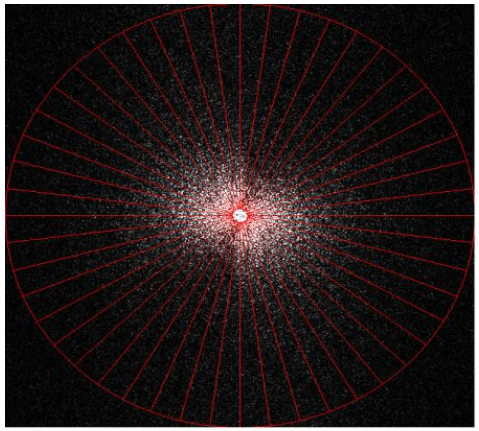
ИЧХ

(распределение спектральной энергии в системе кольцевых зон)

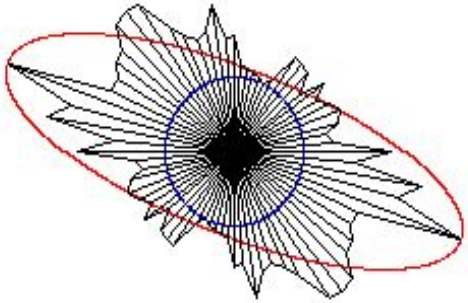


50 колец

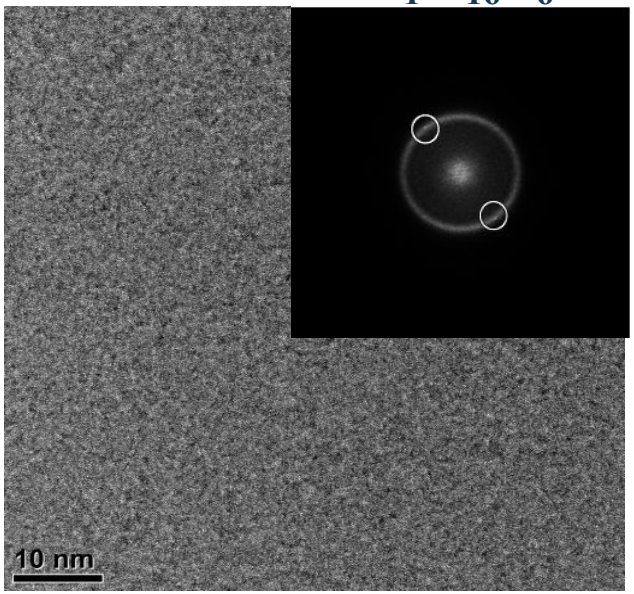


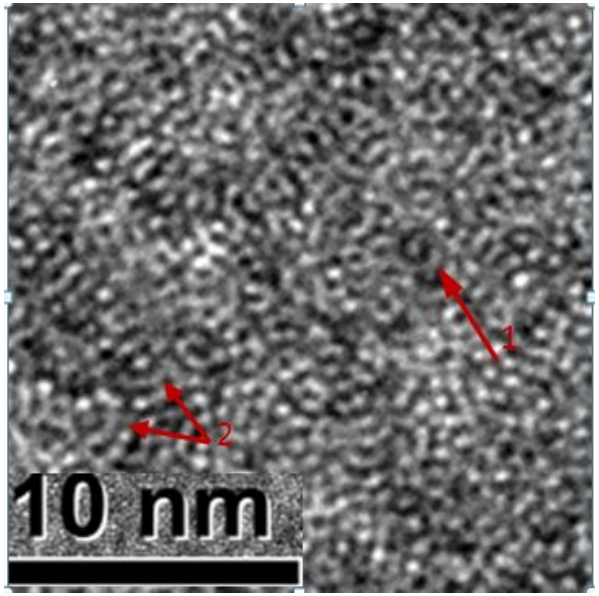


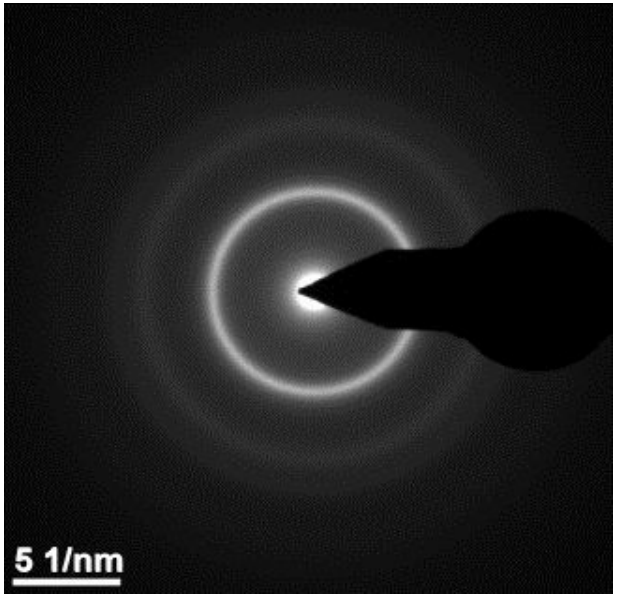
36 секторов



Электронно-микроскопическое изображение структуры аморфного сплава состава $FeCu_1Si_{16}B_6$ с области, близкой к контактной поверхности

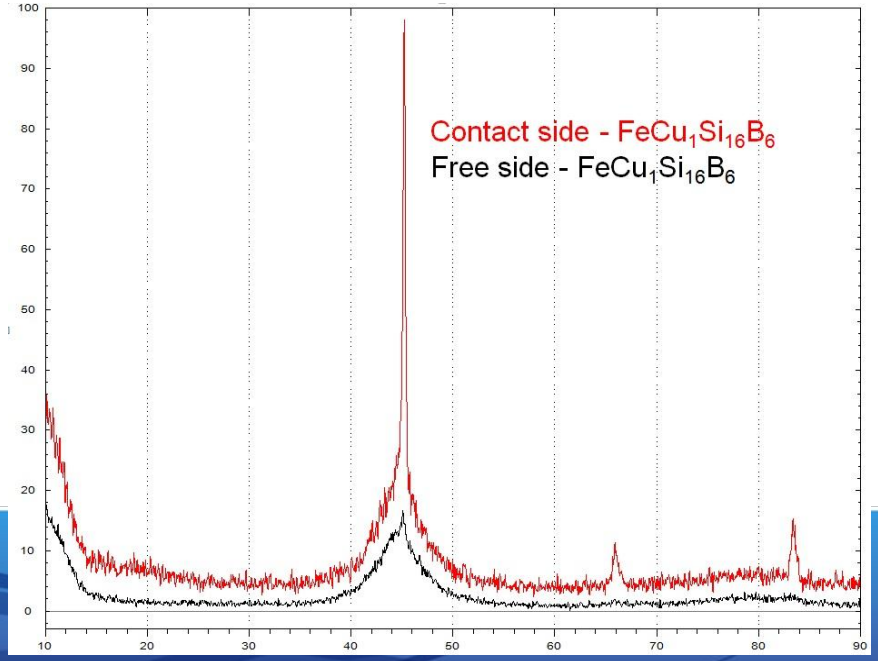




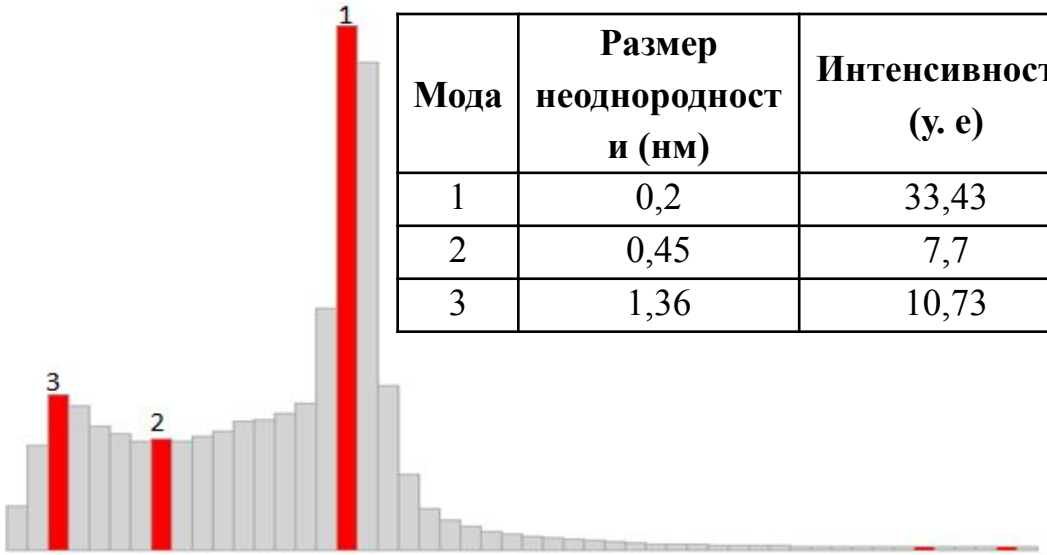


картина электронной дифракции

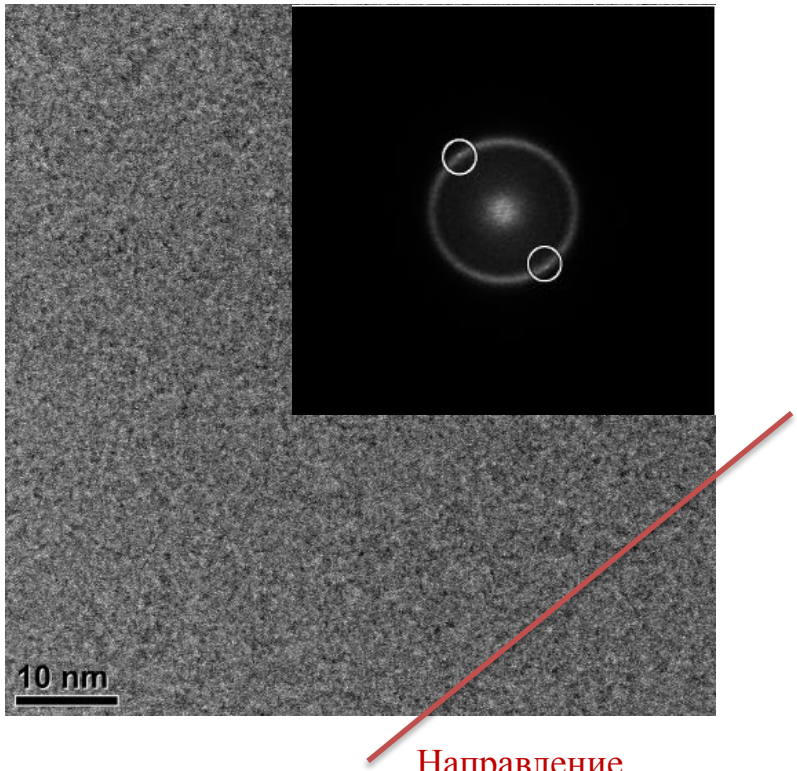
Рентгенограмма спиннингованной ленты $FeCu_1Si_{16}B_6$



Интегрально частотная характеристика

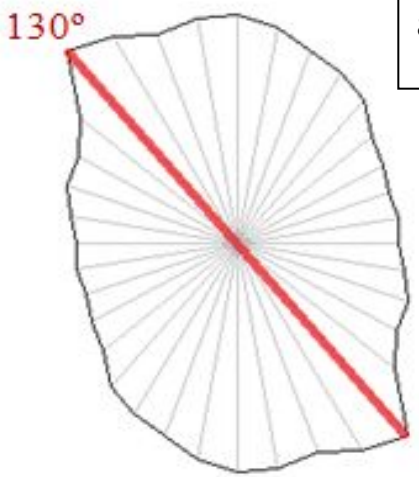


Мода	Размер неоднородности (нм)	Интенсивность (у. е)
1	0,2	33,43
2	0,45	7,7
3	1,36	10,73



Направление анизотропии

Интегрально пространственная характеристика



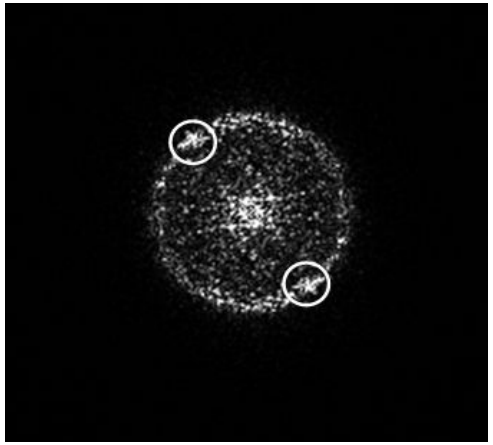
$\varepsilon_{130°} = 1,8$

Детальный анализ электронно-микроскопическое изображение структуры аморфного сплава с области, близкой к контактной поверхности

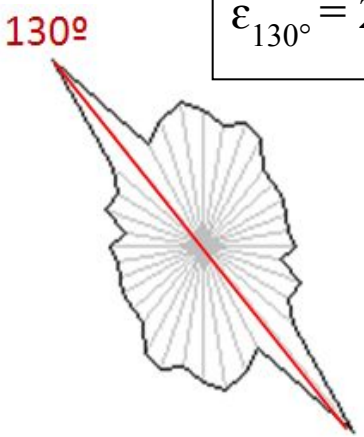
Коротковолновый диапазон ($\lambda_1 \rightarrow$ 0,2нм)

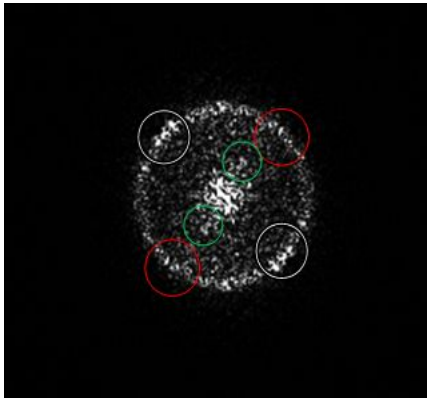
Средневолновый ($\lambda_2 \rightarrow$ (0,4 нм – 0,7 нм))

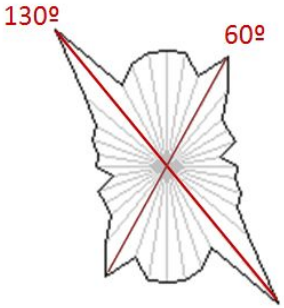
Длинноволновый ($\lambda_3 \rightarrow$ (1,36 нм – 2,27 нм)).



$\varepsilon_{130°} = 2,04$

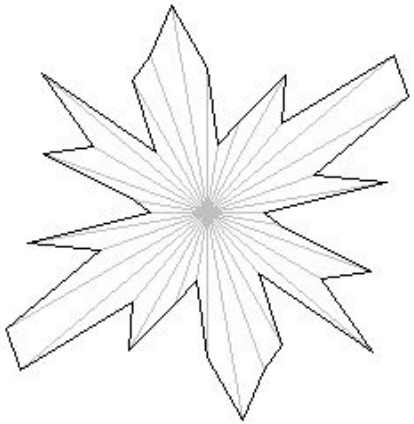


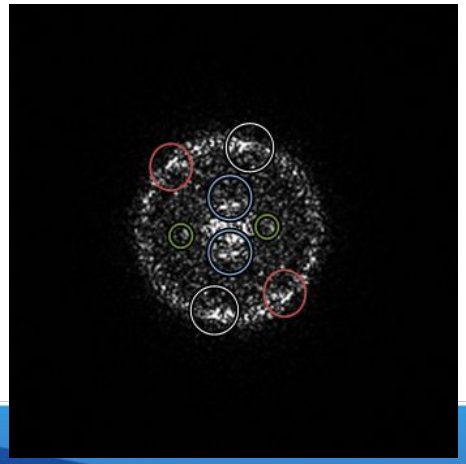


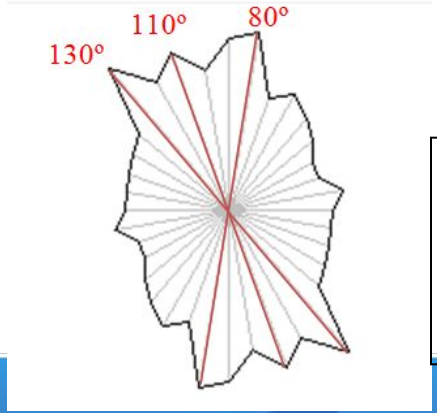


$\varepsilon_{130°} = 1,9$

$\varepsilon_{60°} = 1,34$





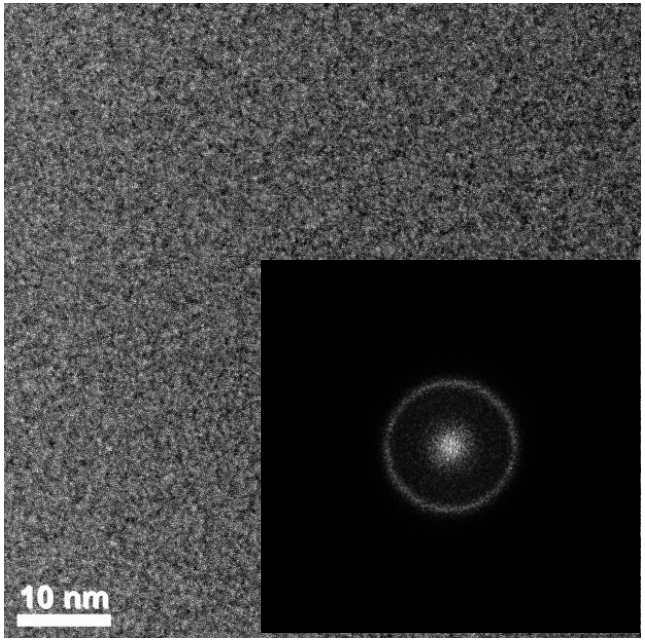


$\varepsilon_{130°} = 1,3$

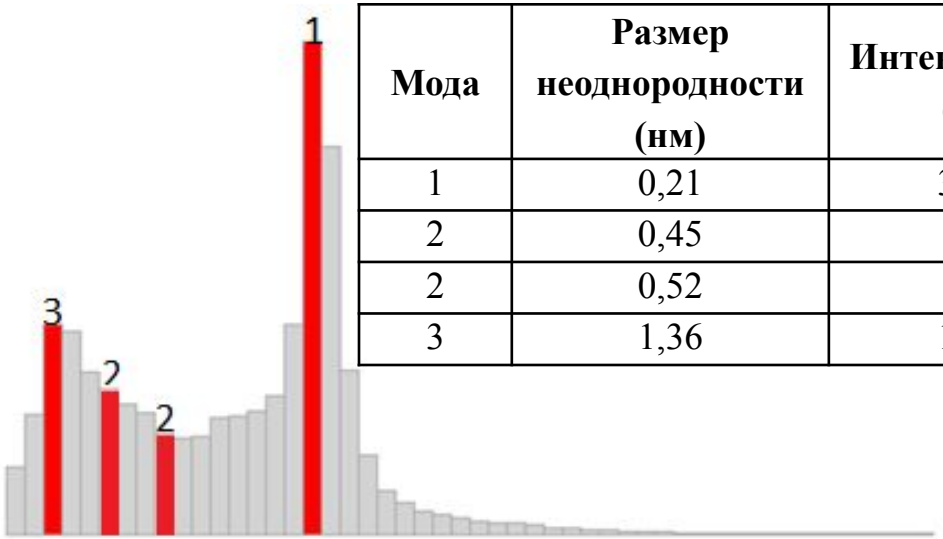
$\varepsilon_{110°} = 1,1$

$\varepsilon_{80°} = 1,3$

Электронно-микроскопическое изображение структуры аморфного сплава состава $FeCu_1Si_{16}B_6$ с области, близкой к свободной поверхности

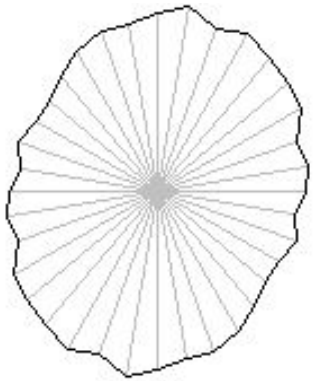


Интегрально частотная характеристика



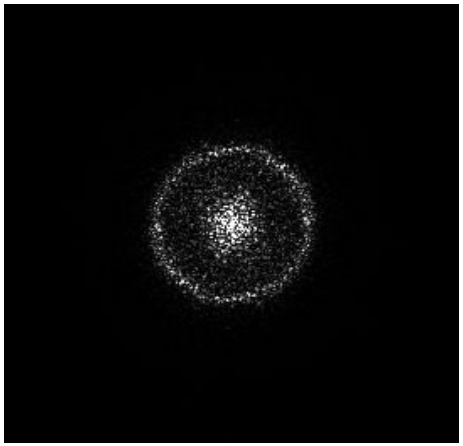
Мода	Размер неоднородности (нм)	Интенсивность (у. е)
1	0,21	32,94
2	0,45	8
2	0,52	9,5
3	1,36	14,14

Интегрально пространственная характеристика

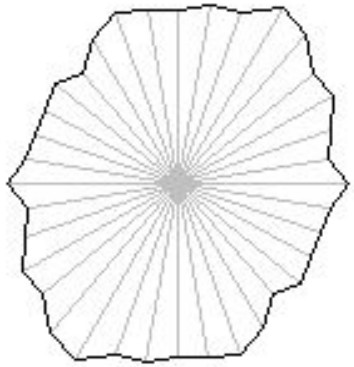


Детальный анализ электронно-микроскопическое изображение структуры аморфного сплава с области, близкой к свободной поверхности

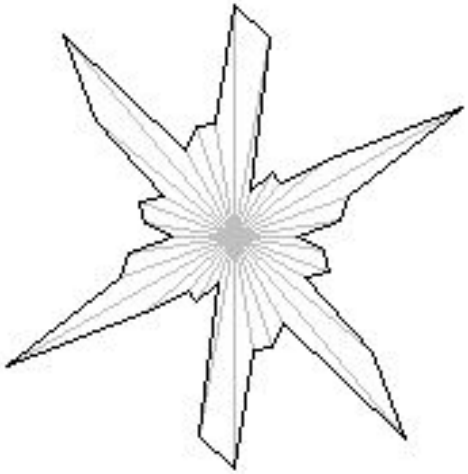
Коротковолновый диапазон ($\lambda_1 \rightarrow$ 0,2нм)



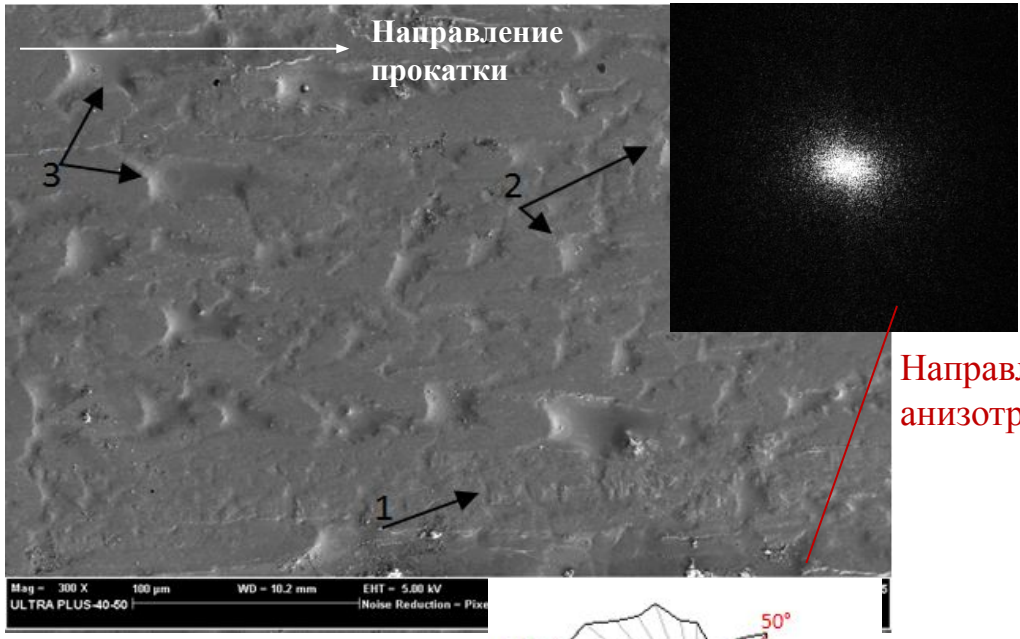
Средневолновый ($\lambda_2 \rightarrow$ (0,4 нм – 0,7 нм))

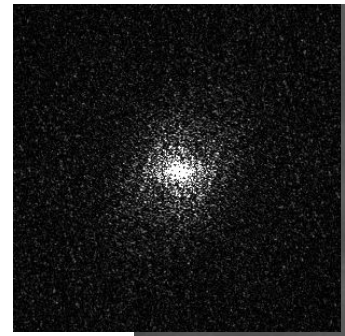


Длинноволновый ($\lambda_3 \rightarrow$ (0,97 нм – 2,27 нм)).

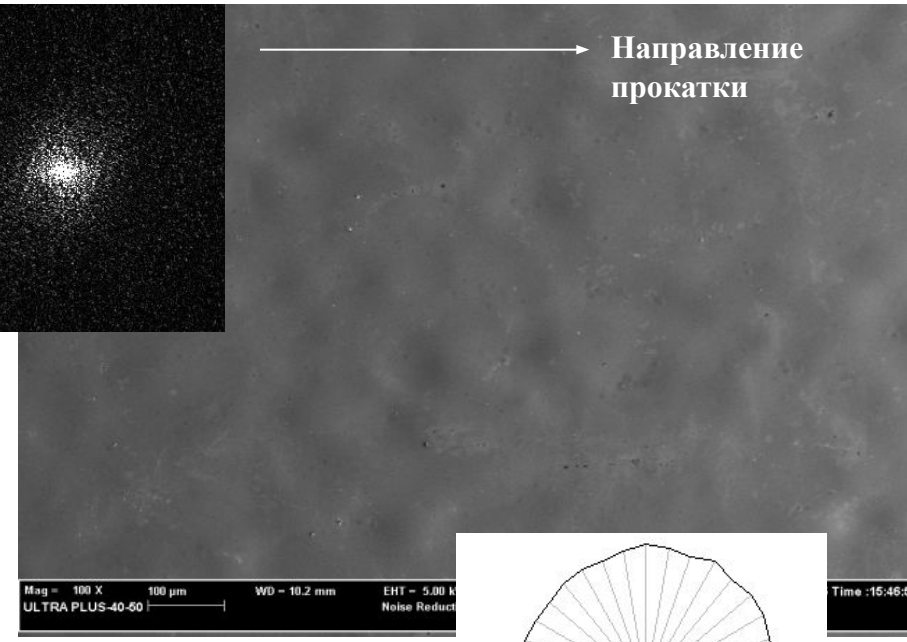


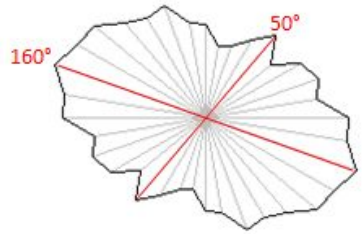
Спектральный анализ морфоструктуры поверхностей раздела спиннингованной ленты $FeCu_1Si_{16}B_6$





Направление анизотропии

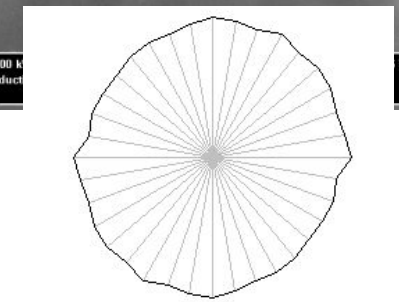




$$\varepsilon_{160^\circ} = 1{,}75$$

$$\varepsilon_{50^\circ} = 1$$

№ кольца	Размер неоднородности (мкм)	Интенсивность (у. е)
2	25,3	3,93
3	15,2	2,86
4	10,86	1,8
9	4,47	0,54
10	4	0,44
26	1,55	0,24



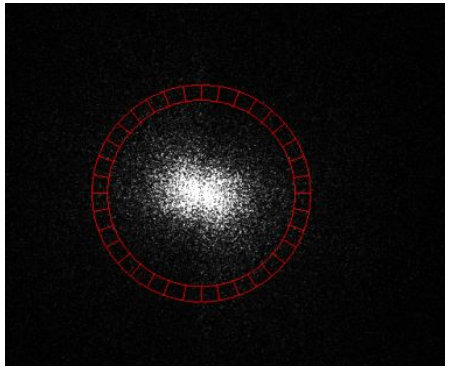
№ кольца	Размер неоднородности (мкм)	Интенсивность (у. е)
2	25,33	1,21
4	10,86	0,06
5	8,44	0,05
7	6,91	0,06
8	5,85	0,06
29	1,33	0,06

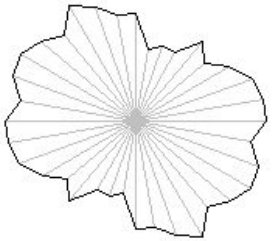
Детальный анализ электронно-микроскопическое изображение контактной поверхности аморфного сплава

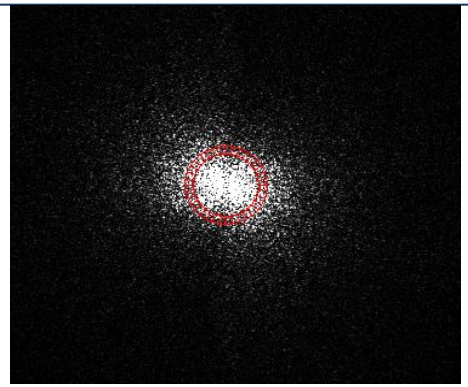
Коротковолновый диапазон ($\Lambda_1 \rightarrow$4мкм - 1,55 мкм)

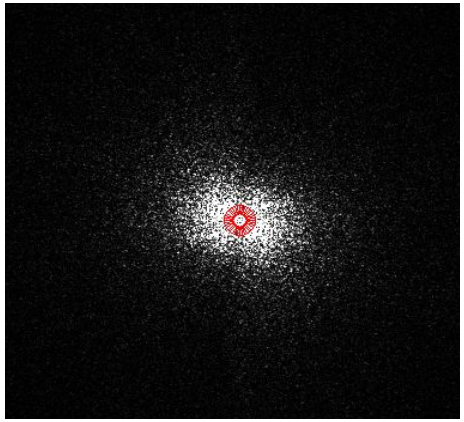
Средневолновый ($\Lambda_2 \rightarrow$ (10мкм – 4,7 мкм))

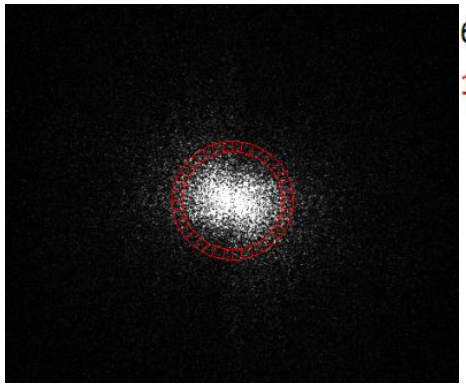
Длинноволновый ($\Lambda_3 \rightarrow$(25,3 мкм – 15,2 мкм)).

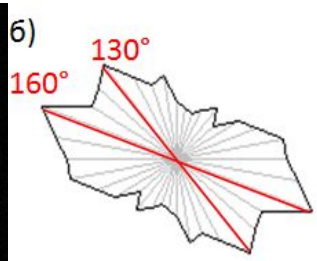






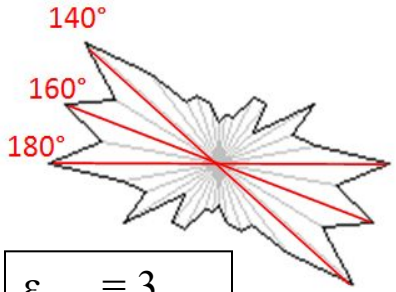






$\varepsilon_{160°} = 3,4$

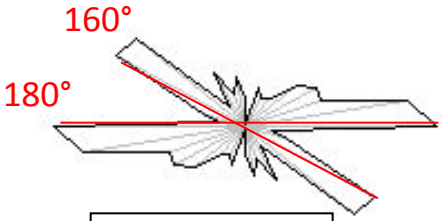
$\varepsilon_{130°} = 2,6$



$\varepsilon_{180°} = 3$

$\varepsilon_{160°} = 3$

$\varepsilon_{140°} = 3$

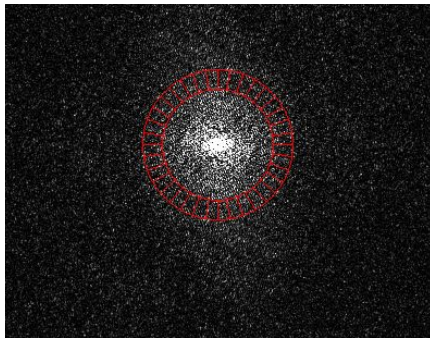


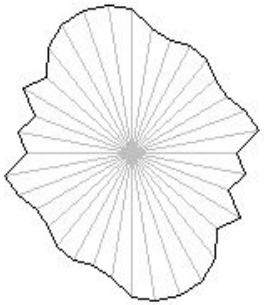
$\varepsilon_{180°} = 3,6$

$\varepsilon_{160°} = 3,6$

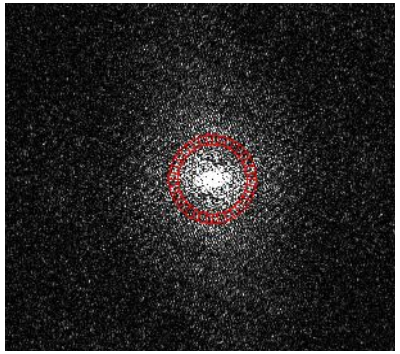
Детальный анализ электронно-микроскопическое изображение свободной поверхности аморфного сплава

Коротковолновый диапазон ($\Lambda_1 \rightarrow$5мкм - 1,33 мкм)



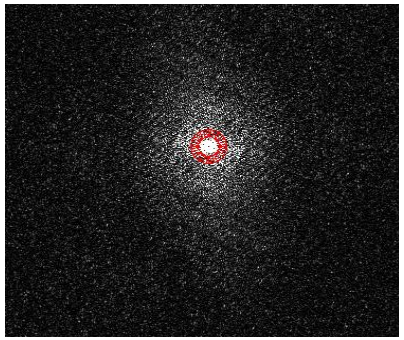


Средневолновый ($\Lambda_2 \rightarrow$(8,44 мкм – 6,91 мкм))

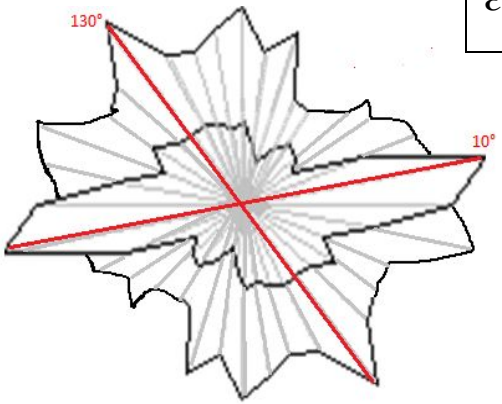


$\varepsilon_{130°} = 2$

Длинноволновый ($\Lambda_3 \rightarrow$(25,3 мкм – 10,86 мкм)).

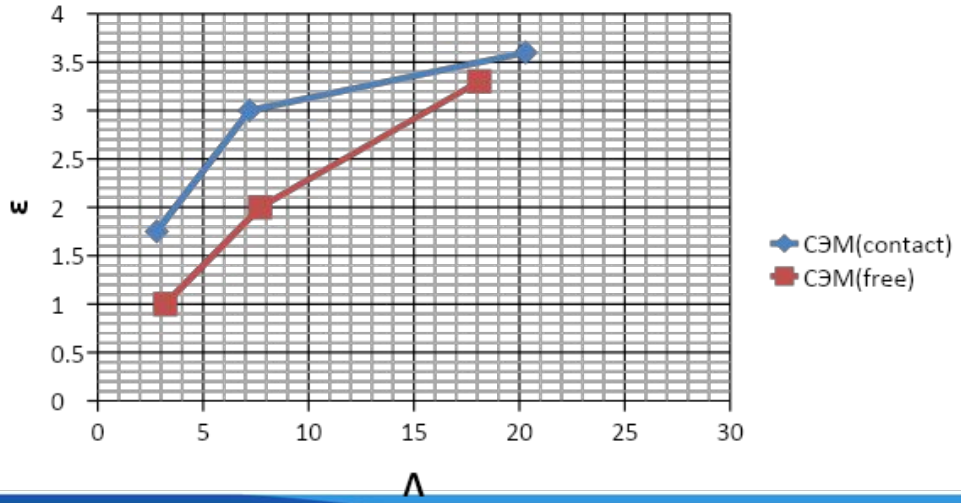


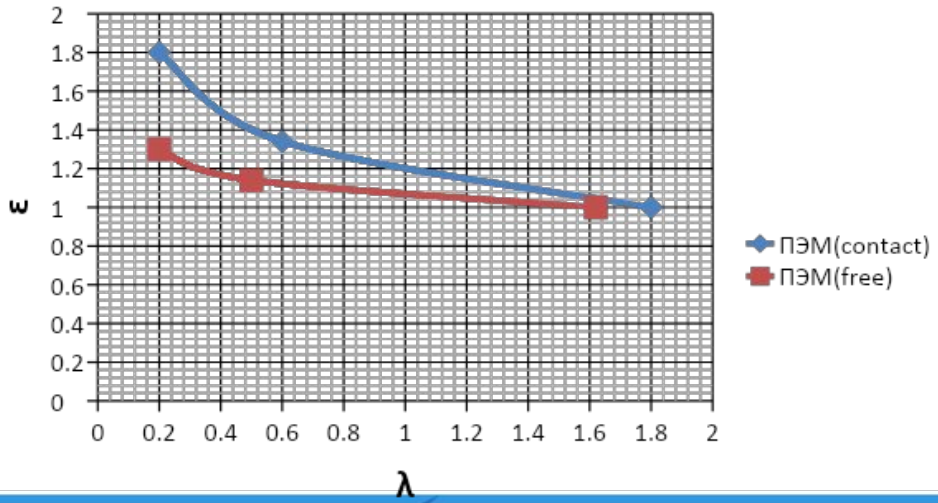
$\varepsilon_{10°} = 3,3$



Характеристики структурных и морфологических неоднородностей спиннингованной ленты $FeCu_1Si_{16}B_6$

	СЭМ				ПЭМ			
	Контактная поверхность (contact)		Свободная поверхность (free)		Область близкая к контактной поверхности (contact)		Область близкая к свободной поверхности (free)	
	ε	Λ, мкм	ε	Λ, мкм	ε	λ, нм	ε	λ, нм
1	1,75	2,8	1	3,2	1,8	0,2	1,3	0,2
2	3	7,2	2	7,7	1,34	0,6	1,14	0,5
3	3,6	20,3	3,3	18,1	1	1,8	1	1,62





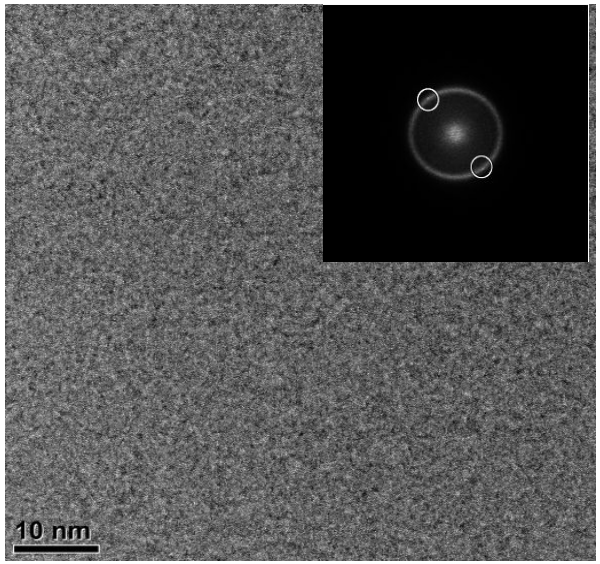
Средние значения длин волн неоднородностей нанометрового диапазона и морфоуровня

Диапазон размеров периодичностей	СЭМ(contact), Λ	СЭМ(free), Λ	ПЭМ (contact), λ	ПЭМ(free), λ
1	2,8	3,2	0,2	0,2
2	7,2	7,7	0,6	0,5
3	20,3	18,1	1,8	1,62

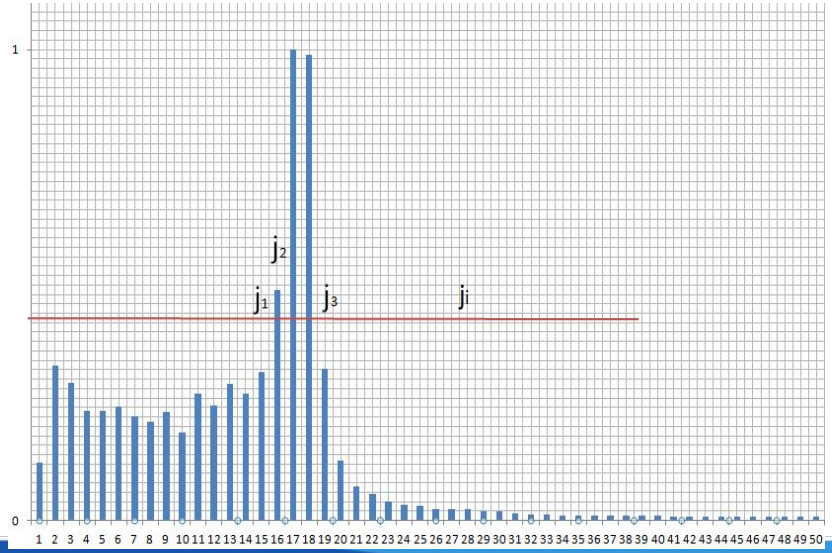
Отношения значений длин волн неоднородностей нанометрового диапазона и морфоуровня

Отношения длин волн	СЭМ(contact), Λ	СЭМ(free), Λ	ПЭМ(contact), λ	ПЭМ(free), λ
$\frac{\lambda_2}{\lambda_1}$	2,6	2,4	3	2,5
$\frac{\lambda_3}{\lambda_1}$	7,25	5,7	9	8,1

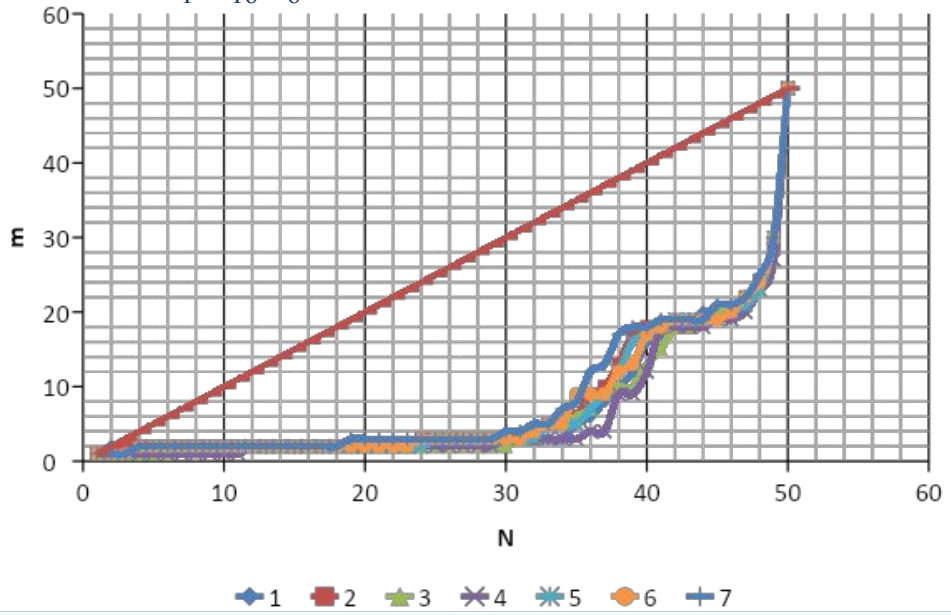
Статистический анализ упорядочения структуры сплава $FeCu_1Si_{16}B_6$ с области близкой к контактной поверхности с использованием мер Лебега



$$\mu\left(I_j(k)\right) = \sum_{(i)} \Delta I\left(k(i_j)\right)$$



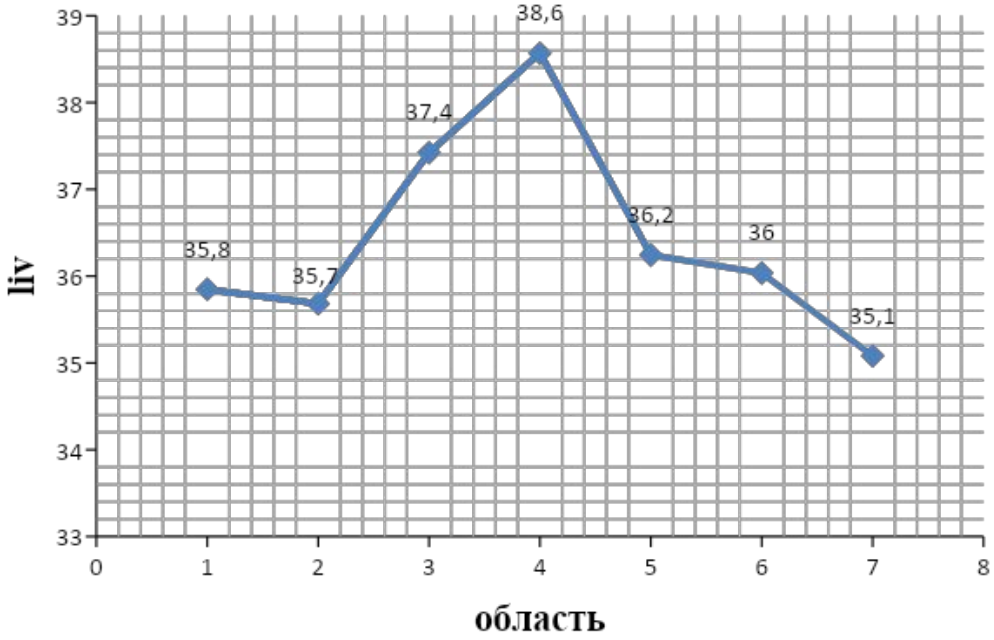
Интегральные функции лебеговских мер для различных областей электронно-микроскопического изображения сплава $FeCu_1Si_{16}B_6$ (красная линия ИФМЛ белого шума)



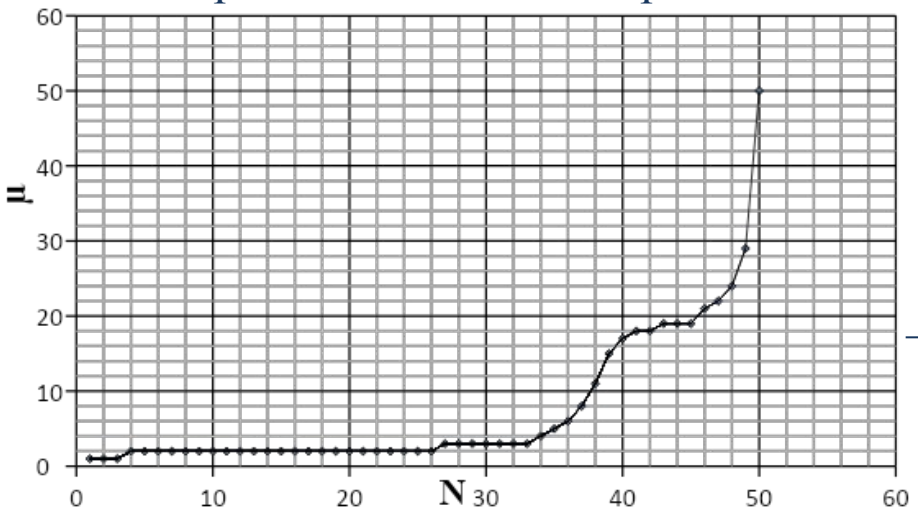
Квантование ИЧХ

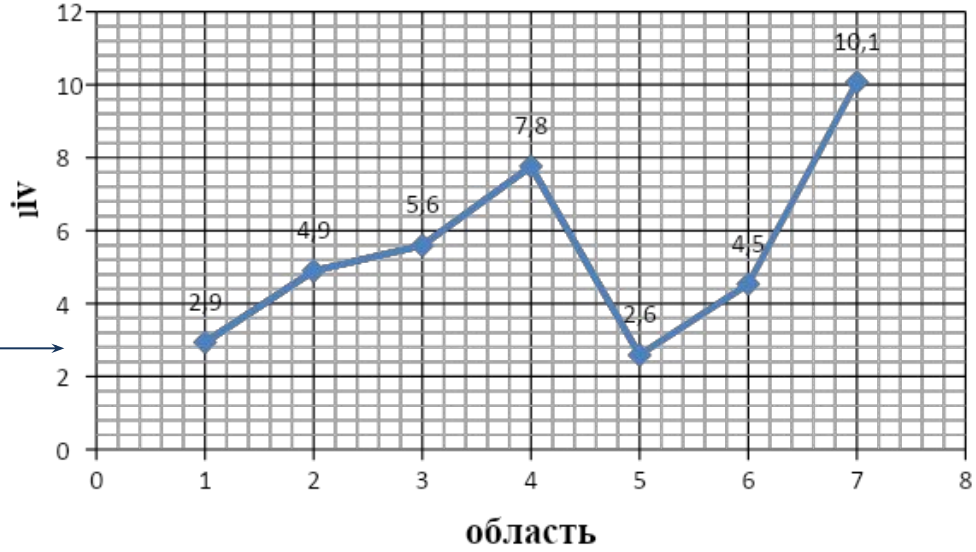
Дивергенция Кульбака, полученная от ИФМЛ (база – белый шум)

$$Liv\left[\frac{\mu(x_i)}{\widetilde{\mu(x_i)}}\right] = \sum_{\{x_i\}} \frac{|\mu(x_i) - \tilde{\mu}(x_i)|}{\tilde{\mu}(x_i)}$$



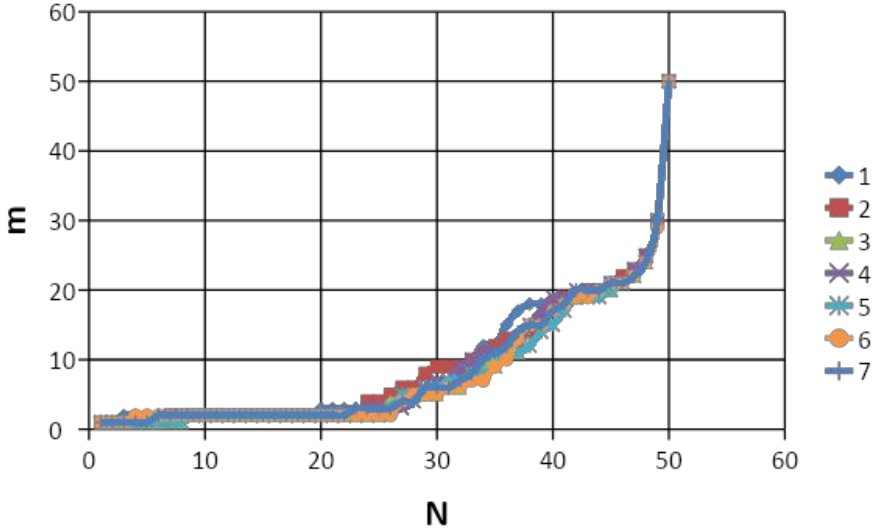
ИФЛМ, рассчитанная по изочастотной характеристики электронно-микроскопического изображения



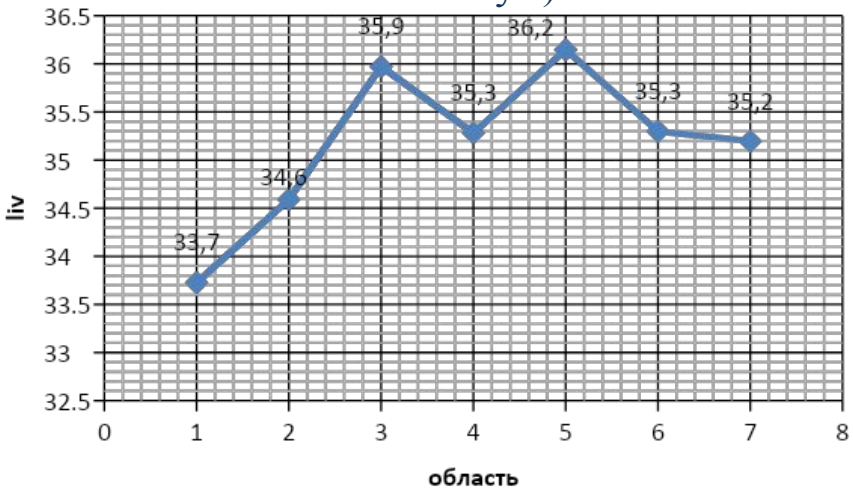


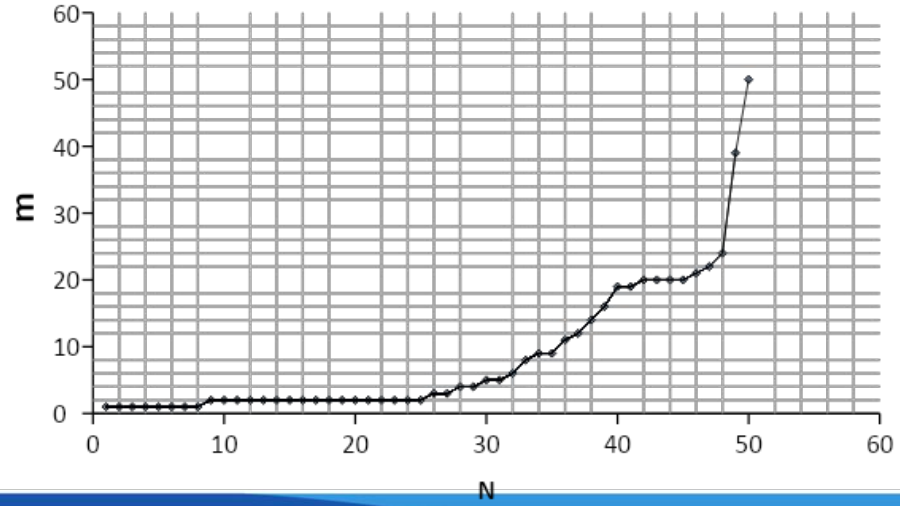
Статистический анализ упорядочения структуры сплава $FeCu_1Si_{16}B_6$ с области близкой к свободной поверхности с использованием интегральных функций мер Лебега

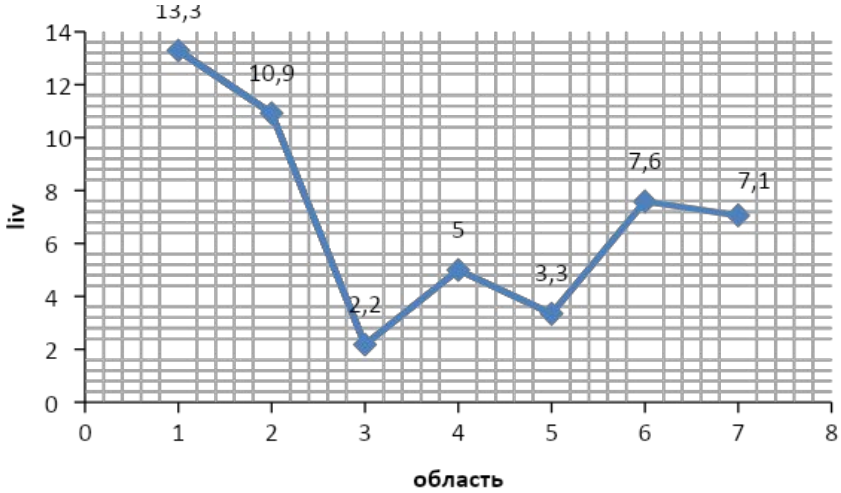
Интегральные функции лебеговских мер



Дивергенция Кульбака для ИФМЛ (база – белый шум)







Интегральные функции лебеговских мер

Дивергенция Кульбака для ансамбля ИФМЛ

Выводы:

1. Спектральный анализ электронно-микроскопических изображений структуры и характера морфологии спиннингованной ленты $FeCu_1Si_{16}B_6$ позволил выделить три диапазона размеров неоднородностей нано - и микрометрового: длинноволновый (λ_3 = 0,2 нм; Λ_3 = 2,8 мкм) средневолновый (λ_2 = 0,6 нм; Λ_2 = 7,5 мкм), коротковолновый (λ_1 = 1,7 нм; Λ_1 = 19,2 мкм). Таким образом, исследуемая структура является сложной, характеризуется широким спектром неоднородностей.
2. Анизотропия структуры в нанометровом диапазоне определяется коротковолновыми неоднородностями, λ_1= 0,2 нм, которые обладают максимальным значением ε, как на контактной, так и на свободной поверхностях. Формирование структур мезоуровня и длинноволнового диапазона сопровождается уменьшением коэффициента анизотропии.
3. Показано: интегральная анизотропия морфоструктуры спиннингованной ленты определяется неоднородностями длинноволнового диапазона. Коротковолновые периодичности свободной поверхности характеризуются меньшим показателем анизотропии (ε =1) по сравнению с контактной поверхностью (ε=1,75). Переход к неоднородностям высоких размеров приводит к линейному росту коэффициента анизотропии. Формирование среднего и дальнего порядка неоднородностей свободной поверхности сопровождается резким возрастанием анизотропии в их распределении и по значению ε достигает значения коэффициента анизотропии контактной поверхности.
4. Сравнение спектральных характеристик локальных областей структуры быстрозакаленного сплава выявил разный уровень их упорядочения. Изменение характера анизотропии для обнаруженных диапазонов неоднородностей нано- и микроуровня отражено в инверсии коэффициента анизотропии ε. Получено: формирование среднего и дальнего порядка в аморфно-нанокристаллическом сплаве происходит по принципу самоподобных пространственных структур.

Спасибо за внимание!