

Анизотропия локальной атомной структуры в монокристаллах Fe–5%Si как причина формирования и стабильности наведенной магнитной анизотропии

© В.А. Лукшина, Б.К. Соколов, Н.В. Ершов, Ю.П. Черненко*, В.И. Федоров*

Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук,
620219 Екатеринбург, Россия

* Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова Российской академии наук,
188350 Гатчина, Ленинградская обл., Россия

E-mail: lukshina@imp.uran.ru

sokolov@imp.uran.ru

(Поступила в Редакцию 22 февраля 2005 г.
В окончательной редакции 12 мая 2005 г.)

Для структурных исследований были приготовлены и подвергнуты различным термообработкам монокристаллы $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ ($x = 0.05-0.06$). Измерения рентгеновского диффузного рассеяния обнаружили анизотропию областей с локальным атомным упорядочением типа B2 в образцах с наведенной магнитной анизотропией. Средний размер упорядоченных кластеров в направлении приложения постоянного магнитного поля при термообработке несколько больше, чем в поперечном направлении, и достигает 10 \AA . Такая анизотропия областей типа B2, не наблюдается в магнитоизотропных образцах: быстроохлажденных, отожженных и охлажденных во вращающемся поле или обработанных без внешнего поля.

Сравнительный анализ атомной структуры, доменной структуры и формы петли гистерезиса в образцах, подвергнутых различным обработкам, обнаруживает корреляцию между ближним порядком и магнитными свойствами.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 03-02-16185).

PACS: 75.30.Gw, 75.50.Bb

1. Введение

Сплавы железа с кремнием являются базовыми для множества магнитомягких материалов. Обычно значительное улучшение их магнитных свойств достигается с помощью различных термомагнитных (ТМО) и термомеханических обработок. В результате появляется наведенная магнитная анизотропия (НМА) вдоль одного из направлений легкого намагничивания. Снижение коэрцитивной силы, рост остаточной намагниченности и прямоуглольность петли гистерезиса являются проявлением одноосной магнитной анизотропии именно в этом направлении. С 1934 г., когда Бозорт и Диллингер открыли явление НМА, был накоплен огромный экспериментальный материал, позволяющий целенаправленно изменять магнитные свойства ферромагнитных материалов.

В чем же заключается природа НМА, что изменяется во время термомагнитной или термомеханической обработки и сохраняется после нее? До наших пионерских результатов не было прямых наблюдений особенностей структуры монокристаллов с изотропными и анизотропными магнитными свойствами [1,2]. В то же время имеется несколько теоретических гипотез, предложенных для объяснения эффекта НМА. Они появились в процессе накопления результатов экспериментальных исследований, и каждая из них имеет свои преимущества и недостатки.

Бозорт был первым, кто в 1934 г. попытался объяснить механизм возникновения НМА [3,4]. Ключевая роль в [3,4] придавалась магнитострикции, благодаря которой при отжиге в постоянном магнитном поле возникают напряжения, „замораживающиеся“ после охлаждения. Предположительно эти напряжения формируют преимущественную ориентацию намагниченности в направлении магнитного поля, приложенного при отжиге. Но теория Бозорта не объясняет, почему магнитная анизотропия наводится в монокристаллах, где магнитострикционные напряжения вообще не появляются, в ферромагнетиках с нулевой магнитострикцией, таких как сплав Fe с 6.5 at.% кремния, и почему эффект отсутствует в массивных чистых ферромагнетиках.

Позднее Чиказуми высказал догадку [5,6], что при ТМО магнитострикционные эффекты ориентируют пары одноименных атомов вдоль поля, что приводит к деформации кристаллической решетки, которая и ответственна за одноосную НМА. Это предположение объясняет экспериментальный факт, что анизотропия исчезает при возникновении дальнего упорядочения. Недостаток этой модели в том, что максимальный эффект ожидается при наибольшей магнитострикции.

Кайя (1953 г.) [7] и Вагнер и др. (1956 г.) [8] предположили, что при отжиге в магнитном поле зарождающиеся домены упорядоченной фазы вытягиваются параллельно направлению поля. Эта модель сводит НМА к анизотропии формы при условии, что упорядоченная и

Таблица 1. Образцы сплава железо–кремний

№	Образец	Текстура	Содержание Si, at.%	Термообработка		
				Тип	T	Магнитное поле, А/м
1	C_a	{010}	4.8	ТМО	450°С	10^6 , постоянное [001]
2	C_i	{010}	4.8	ТМО	450°С	10^6 , вращающаяся \perp [010]
3	C	{010}	4.8	от закалка	850°С 400°/s	внутреннее, локальное
4	G_a	{110}	5.9	ТМО	450°С	10^6 , постоянное [001]
5	G_i	{110}	5.9	ТМО	450°С	5×10^4 , переменное \perp [001]

неупорядоченная фазы имеют разную намагниченность, и объясняет исчезновение НМА при достижении идеального упорядочения. Но в рамках этой гипотезы неясно, почему эффект резко падает в случае увеличения содержания малых примесей (например, когда количество углерода изменяется от 0.008 до 0.04 wt.%).

Наибольшее распространение получила теория направленного упорядочения, разработанная Неелем [9], Танигучи и Ямомото [10], согласно которой во время отжига при температуре, достаточно высокой для диффузии атомов примеси, пары одноименных атомов занимают соседние узлы кристаллической решетки вдоль одного из направлений легкого намагничивания, параллельного направлению приложенного постоянного магнитного поля. Получается, что анизотропия ближнего порядка, формирующаяся под влиянием магнитного поля при высокой температуре, после охлаждения сохраняется и приводит к одноосной НМА. Теория направленного упорядочения объясняет большинство эффектов, наблюдаемых в мягких ферромагнетиках после ТМО. Например, почему ТМО эффективна только в определенном интервале температур и не эффективна в чистых металлах или идеально упорядоченных сплавах. Более того, экспериментально было показано, что энергия активации процесса при ТМО сравнима с энергией диффузии кремния в ферритах [11].

Однако до наших работ не проводились структурные исследования с целью выяснения природы НМА, и никому не удавалось доказать экспериментально направленное упорядочение пар атомов в ферромагнетиках с НМА. Хотя атомная структура и фазовый состав мягких ферромагнитных сплавов исследовались неоднократно и очень тщательно [12,13], до сих пор монокристаллические образцы с магнитной анизотропией, наведенной вдоль выбранного направления легкого намагничивания, не исследовались ориентационно-чувствительным структурным методом. Было необходимо обнаружить и измерить различия особенностей кристаллической структуры вдоль и поперек направления НМА. Именно так была сформулирована и решена задача, ставшая предметом настоящей работы.

Для исследования монокристаллических структур применяется рентгеновская дифракция, представляющая

собой мощный метод, одинаково чувствительный как к особенностям структуры дальнего порядка, так и к ближнему упорядочению в расположении атомов. Если дальнейшее упорядочение проявляется в узких интенсивных дифракционных пиках, корреляции в распределении соседних атомов по типам и смещениям из идеальных позиций приводят к значительным интенсивностям в широких максимумах диффузного рассеяния [14]. Используя известные теоретические модели и применяя современные вычислительные методы, можно определить усредненный ближний порядок в расположении атомов.

2. Образцы и техника эксперимента

Итак, основная задача настоящего исследования — методом рентгеновской дифракции определить различие в кристаллической структуре идентичных образцов, отличающихся только присутствием или отсутствием индуцированной магнитной анизотропии. Образцы были приготовлены в виде тонких дисков из монокристаллов Fe–Si. Описание образцов приведено в табл. 1.

Образцы C_a , C_i и C — диски диаметром 8–9 mm и толщиной 0.30 mm — были вырезаны из монокристалла, выращенного в лабораторных условиях методом Бриджмена в форме цилиндра диаметром 20 mm и длиной 120 mm [14]. Плоскость образца сориентирована параллельно кристаллографической плоскости (010) (кубическая ориентация), две оси легкого намагничивания [100] и [001] лежат в плоскости диска.

Другие образцы G_a и G_i , имеющие диаметр около 10 mm, были изготовлены из большого зерна прокатанного листа электротехнической стали толщиной 0.35 mm. Плоскость образца параллельна кристаллографической плоскости (110) (госсовская ориентация), только одна легкая ось [001] лежит в плоскости диска, в то время как оси [100] и [010] расположены под углом около 45° к плоскости образцов.

Все образцы были подвергнуты предварительному вакуумному отжигу (вакуум $5\text{--}6 \times 10^{-6}$ mm Hg) при температуре 1050–1300°С в течение 2–6 часов, после которого содержание углерода не превышало 0.005 wt.%. Последующая ТМО состояла в отжиге и охлаждении

образцов на воздухе в магнитном поле в условиях, обеспечивающих максимальную эффективность обработки [15,16]: при температуре отжига 450°C, которая для данного материала несколько превосходит температуру минимума на кривой зависимости начальной магнитной проницаемости от температуры, а напряженность магнитного поля была достаточна для намагничивания образца до насыщения. Формирование одноосной НМА в образцах C_a и G_a достигалось при ТМО с использованием постоянного магнитного поля величиной 10^6 А/м, приложенного вдоль оси [001], лежащей в плоскости образцов.

Если в образце C магнитоизотропное состояние достигалось закалкой от температуры 850°C со скоростью около $400^\circ/\text{s}$, в образце C_i оно обеспечивалось вращением постоянного магнитного поля в 10^6 А/м в плоскости образца вокруг оси [010] с частотой 10–15 rev/min во время отжига и последующего охлаждения до комнатной температуры. Для уменьшения НМА вдоль легкой оси [001] в образце G_i использована ТМО в переменном магнитном поле 5×10^4 А/м, приложенном в направлении, перпендикулярном оси [001].

Одновременно был приготовлен монокристаллический образец железа в виде тонкой пластинки с плоскостью, близкой к кристаллографической плоскости (113). Содержание углерода в нем превосходило 0.06 wt.%. Измерения диффузного рассеяния от монокристалла Fe использовались для сравнения с данными от образцов сплава и выделения составляющей, связанной с химическим упорядочением атомов Si в образцах C , C_a , C_i , G_a , и G_i , и для исключения характерных для ОЦК-решетки особенностей (диффузных плоскостей и стержней), обусловленных тепловым движением атомов [17].

Эффективность проведенной обработки оценивалась по доменной структуре и виду петель гистерезиса. Наблюдаемая после ТМО доменная структура была типична для таких материалов [18]. В образцах с кубической текстурой в исходном состоянии, т.е. после высокотемпературного вакуумного отжига, доменная структура была стабилизированной (ее характер не зависел от направления размагничивающего поля) с намагниченностью, ориентированной вдоль обеих осей $\langle 100 \rangle$, лежащих в плоскости образца. Домены разделялись 180- и 90-градусными границами. В каждом домене в процессе охлаждения прошла локальная термомагнитная обработка во внутреннем поле каждого домена. В целом образец оставался изотропным. В процессе отжига образца C_a во внешнем постоянном магнитном поле, направленном вдоль [001], доменная структура превращалась в полосовую структуру вдоль этого же направления с доменами, разделенными 180-градусными границами, что является типичным примером наведения магнитной анизотропии. Эта структура является стабилизированной, ее направление не зависит от ориентации переменного размагничивающего поля. Образец C_i после обработки в постоянном вращающемся поле имел также полосовую доменную структуру. Но в данном

случае доменная структура была нестабилизированной, она могла быть легко переориентирована вдоль любого из двух, лежащих в плоскости образца легких напряжений $\langle 100 \rangle$ [16].

Образцы с госсовской текстурой в исходном состоянии, после ТМО в постоянном поле вдоль [001] или в переменном поле имели доменную структуру в виде широких полосовых доменов вдоль легкого направления [001], лежащего в плоскости образца. Хотя доменная структура после отжига в переменном поле дестабилизируется, в силу геометрии образца она остается направленной вдоль [001]. Изменение магнитного состояния на госсовских образцах после термомагнитных обработок можно было заметить по изменению магнитных свойств. В случае ТМО в постоянном поле несколько увеличивалась прямоугольность петли гистерезиса, а после ТМО в переменном магнитном поле мощность полных магнитных потерь уменьшалась в пределах 2–3%.

Для рентген-дифракционных измерений каждый образец был сошлифован до $100 \mu\text{m}$ и затем химически отполирован до толщины 40–50 μm , которая является оптимальной для MoK_α излучения. Измерения проводились при комнатной температуре на четырехкружном лабораторном дифрактометре. Характеристическое излучение ($\lambda = 0.71 \text{ \AA}$) рентгеновской трубки с Mo анодом выделялось с использованием монохроматора из пиролитического графита. Рассеянное излучение регистрировалось твердотельным энергодисперсионным Si(Li) детектором. Тем не менее в случаях, когда мог быть существенным вклад в интенсивность излучения с длиной волны $\lambda/2$, его надежное исключение достигалось снижением анодного напряжения до 29 kV, при котором порог возбуждения $\lambda/2$ недостижим.

Основные ОЦК-рефлексы измерялись с использованием исходного пучка диаметром 0.2 mm и расходимостью около 0.1° . Интенсивность слабого диффузного рассеяния измерялась с пучком 2 mm в диаметре и максимальной расходимостью около 0.5° .

Вместо общепринятой геометрии на отражение использовалась трансмиссионная геометрия: измерялась интенсивность рассеянного прошедшего через образец излучения. Это несколько ослабило интенсивность, но позволило проводить измерения в широкой области обратного пространства и, в частности, измерять рефлексы с вектором рассеяния, лежащим в плоскости образца. Кроме того, эта геометрия обеспечивает совершенно идентичные условия измерения интенсивностей рассеяния вдоль осей [100] и [001], лежащих в плоскости образцов C , C_a и C_i . Обнаруженные различия в отражениях вдоль этих двух направлений целиком могут быть приписаны разным внутренним свойствам исследуемых кристаллов.

При выполнении обычных кристаллографических измерений положений и профилей рефлексов от основной структуры была проведена сертификация качества монокристаллов. В случаях когда на поверхности кристаллов были обнаружены следы окислов, они были удалены дополнительной химической полировкой.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

В образцах с 5–6 at.% Si при комнатной температуре можно было ожидать упорядочение типа В2 или DO₃. Обе эти сверхструктуры вносят вклад в запрещенные ОЦК-рефлексы с нечетной суммой индексов (h, k, l), но только DO₃ сверхструктура дает рефлексы с полуцелыми индексами. Ранее было показано, что фаза DO₃ либо не образуется, либо ее количество слишком мало [1]. Поскольку слабые диффузные сверхструктурные максимумы в точках с нечетной суммой $h + k + l$ все же имеются, неизбежно следует вывод, что в монокристаллах Fe–Si присутствует ближнее упорядочение В2 типа.

Интенсивность диффузного рассеяния измерялась θ – 2θ сканированием вдоль направлений типа $\langle 100 \rangle$, лежащих в плоскости образца. Были обнаружены широкие диффузные максимумы, соответствующие запрещенным в ОЦК-решетке рефлексам (100), (001), (300) и (003). Результаты сканирования между брэгговскими пиками (200)–(400) и (002)–(004) показаны на рис. 1 для образцов с кубической ориентацией. Интенсивность рассеяния измерялась в точках с шагом в несколько сотых градуса. Хорошо видно, что для магнитоанизотропного образца C_a максимумы имеют существенно разные ширины, в то время как для быстрозакаленного

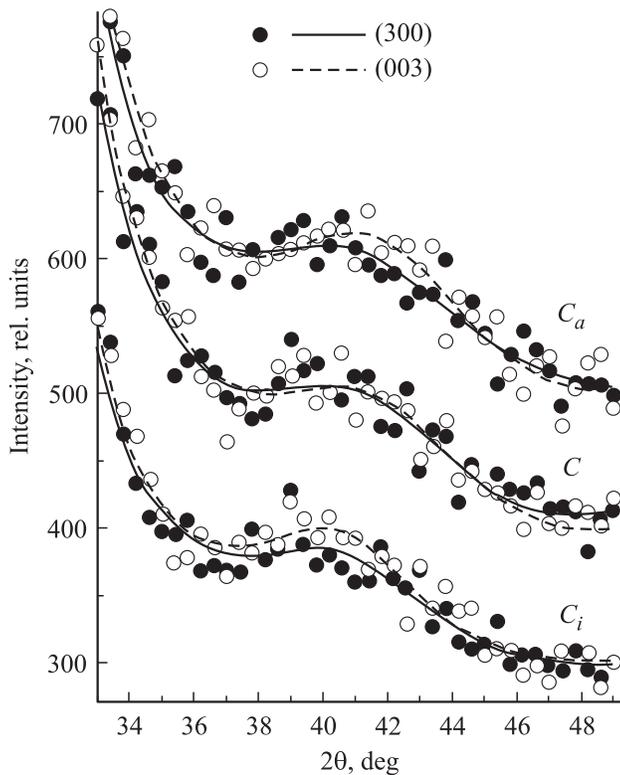


Рис. 1. Профили пиков (300) и (003), измеренные при θ – 2θ сканировании в направлениях [100] и [001] соответственно для образцов C_a , C и C_i . Сплошной и штриховой линиями показаны результаты аппроксимации методом наименьших квадратов.

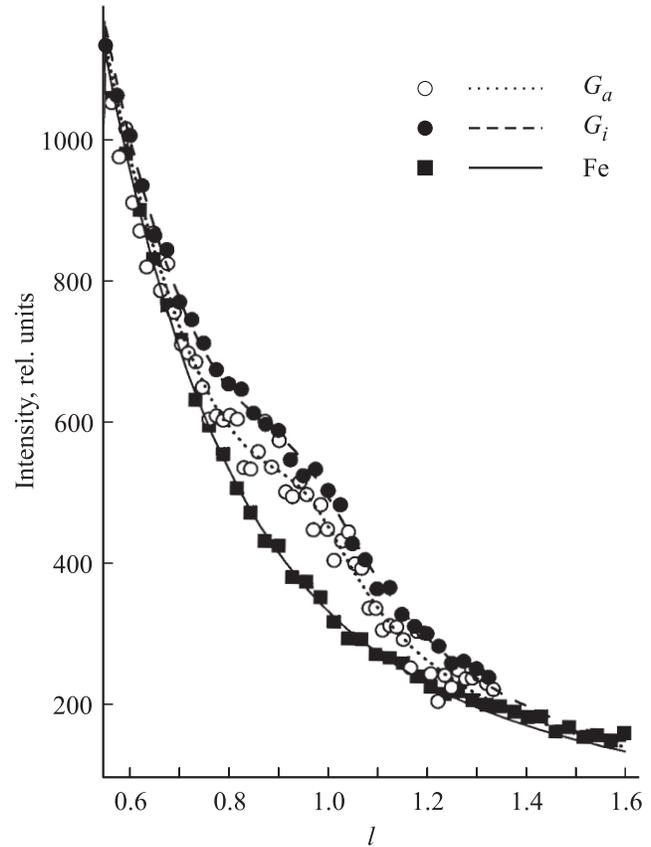


Рис. 2. Профили интенсивности диффузного рассеяния от образцов G_a и G_i через рефлекс (001) (сравниваются с рассеянием от монокристалла железа). Интенсивность последнего используется в качестве фона при вычислении ширины на полувысоте сверхструктурных максимумов. Точки — эксперимент, линии — аппроксимированные по методу наименьших квадратов сглаживающие кривые. Величины погрешностей не показаны, так как они приблизительно равны размерам символов, обозначающих результаты измерений.

образца C различия незначительны. Причем для C_a в направлении [100] максимум шире и по сравнению с продольным направлением [001], и по сравнению с результатами для изотропного образца C . Ширины пиков (300) и (003) на полувысоте для образцов C и C_i (профили интенсивности не приводятся) в пределах экспериментальной ошибки совпадают.

В случае монокристаллов с госсовской ориентацией диффузное рассеяние измерялось вдоль одного легкого направления [001]. На рис. 2 приводятся профили интенсивности рассеяния в рефлексе (001) в зависимости от индекса l обратной решетки, которые сравниваются между собой и с интенсивностью рассеяния от монокристалла железа, играющей роль фона. Полуширины сверхструктурных пиков заметно различаются: пик (001) от G_a уже, чем от G_i .

Средний размер упорядоченных областей L может быть оценен из полной угловой ширины на половине высоты максимума w так же, как это делалось ранее [1],

Таблица 2. Средний размер В2 упорядоченных областей L вдоль осей легкого намагничивания

№	Образец	Направление измерения	Размер L , Å
1	C_a	[100]	5.7(±0.6)
		[001]	7.3(±0.6)
		[100]	7.8(±0.7)
2	C_i	[001]	7.7(±0.6)
		[100]	7.0(±0.5)
3	C	[001]	7.5(±0.5)
4	G_a	[001]	10.2(±0.4)
5	G_i	[001]	7.2(±0.2)

с использованием соотношения из [19]

$$L = 0.94\lambda / (w \cos \theta).$$

Необходимо заметить, что средний размер в принципе может быть анизотропным, т. е. зависеть от направления измерения диффузного рассеяния от монокристалла.

Результаты оценки среднего размера L для двух направлений [100] и [001] сведены в табл. 2 для всех образцов. Поскольку условия дифракции для всех сканов совершенно идентичны, наиболее существенна поправка на поглощение, но она может быть легко учтена для геометрии на просвет для тонких плоских образцов. Значительная погрешность определения размера L вызвана статистической погрешностью измерений, так как интенсивность диффузных рефлексов на 5–6 порядков уступает интенсивности основных ОЦК-отражений. Поэтому разницей в пределах до 1 Å можно пренебречь, и большинство значений укладываются в этот интервал.

Однако имеются и вполне значимые отклонения. Во-первых, обнаруживается зависимость среднего размера упорядоченных областей от содержания кремния — при 6% в образцах G_a и G_i размер несколько больше ($L \sim 7-10$ Å), чем при 5% в образцах C , C_a и C_i ($L \sim 6-8$ Å). Этот результат вполне ожидаем для исследуемых сплавов, при относительном увеличении содержания кремния на 20% средний размер области упорядочения увеличивается на 25–35%. Кроме того, наименьшую величину имеет поперечный направлению НМА размер, который меньше продольного примерно на 1.5 Å. Заметно (на 3 Å) различаются продольные размеры в образцах G_a и G_i , имеющих разную историю. Это свидетельствует о том, что при ТМО в постоянном магнитном поле, направленном вдоль одной из легких осей (в нашем случае [001]), области с ближним порядком типа В2 приобретают анизотропную форму, вытянутую вдоль этого направления (образец C_a). При этом поперечный размер становится меньше и продольного, и обоих этих размеров в магнитоизотропных образцах C и C_i . В образцах с госсовской ориентацией

G_a и G_i продольный размер упорядоченной области достигает 10 Å, но после ТМО в переменном поперечном поле он уменьшается до 7 Å.

Особый интерес представляет тот факт, что наблюдаемые В2-сверхструктурные рефлексы смещены в меньшие углы рассеяния. Например, на рис. 3 максимум (111) сравнивается с брэгговским рефлексом (222), измеренным с использованием краткой гармоники с половинной длиной волны ($\lambda/2 = 0.71/2$ Å), которая неизбежно появляется, если ускоряющее напряжение на трубке превосходит 30 kV. В то время как рефлекс (222) расположен точно в точке $l = 1.0$, диффузный максимум (111) — в положении $l = 0.954(6)$, что однозначно свидетельствует о наличии локальных сдвигов атомов и требует дополнительного исследования. Поэтому были выполнены дополнительные измерения особенностей диффузного рассеяния и модельные расчеты.

Картины диффузного рассеяния на небольшом участке обратного пространства вокруг рефлекса (111) для образцов G_a и G_i с госсовской ориентацией показаны на рис. 4. Они измерены двумерным сканированием в плоскости (1–10), в которой лежат оси [001] и [110]. На обеих картинах диффузный максимум (111) сдвинут в сторону меньших значений индексов, но в случае образца G_i (минимальная НМА в направлении [001]) диффузный пик (111) на изоконтурной карте прорисо-

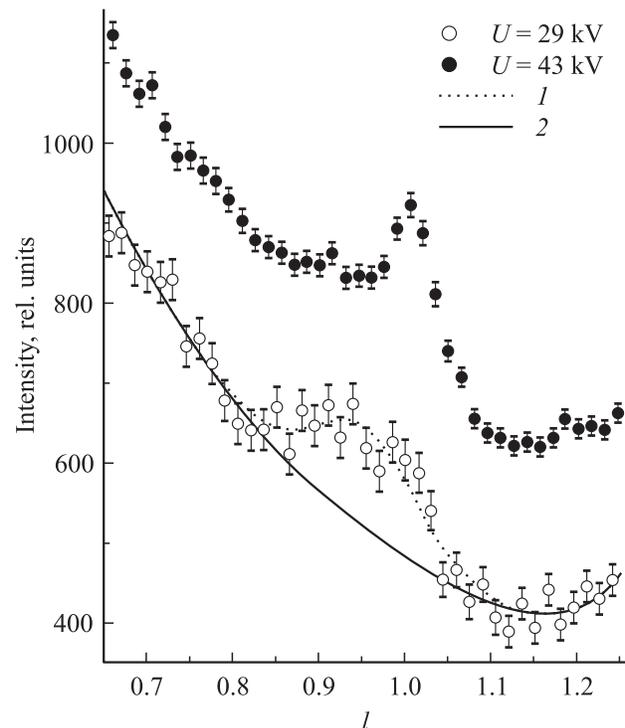


Рис. 3. Профиль пика (111), измеренный при сканировании между узлами (000) и (222) при разных напряжениях на аноде рентгеновской трубки (29 и 43 kV). Интенсивность рассеяния в присутствии краткой гармоники с длиной волны $\lambda/2$ ($U = 43$ kV) содержит брэгговский пик (222) в $l = 1.0$. Линиями показаны подогнанные по методу наименьших квадратов сглаживающие кривые (1 — профиль, 2 — фон).

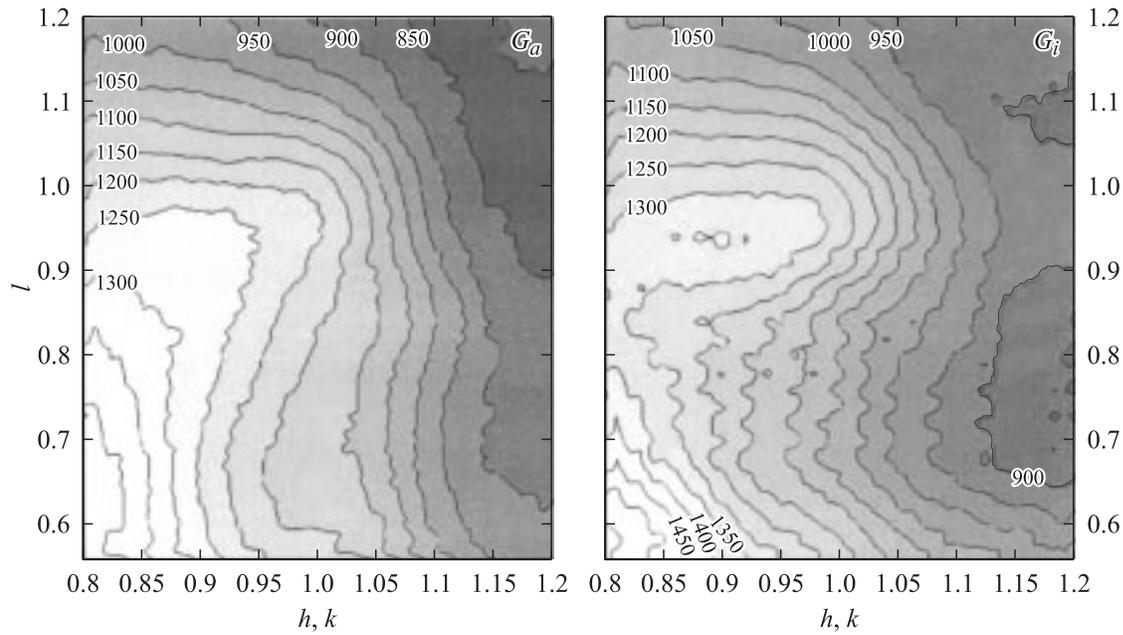


Рис. 4. Карта интенсивности диффузного рассеяния в плоскости (1–10) около рефлекса (111) для образцов G_a и G_i .

вывается почти чистым, отделенным от других особенностей диффузного рассеяния. Другая картина наблюдается в случае образца G_a , имеющего максимальную НМА, пик (111) также не в расчетном положении, но „замазан“ дополнительным диффузным рассеянием, вытянутым параллельно оси [001].

Для объяснения полученных экспериментальных результатов и, в частности, смещений В2-сверхструктурных пиков в меньшие углы рассеяния была выдвинута следующая гипотеза [2]. При малом содержании кремния в ОЦК-решетке железа формируются „ядра“, состоящие из ячеек с упорядочением типа В2. Действительно, если в решетке железа, имеющей параметр $a_{\text{Fe}} = 2.866 \text{ \AA}$, атом железа ($r_{\text{Fe}} = 1.22 \text{ \AA}$) замещается атомом кремния ($r_{\text{Si}} = 0.98 \text{ \AA}$), то ближайшие атомы железа смещаются к нему, образуя ячейку с упорядочением типа В2 (структура CsCl). Ее параметр $a_{\text{FeSi}} < a_{\text{Fe}}$, поэтому по меньшей мере 26 соседних ОЦК-ячеек деформируются (растягиваются), и их средний параметр больше, чем a_{Fe} . Иными словами, ядра типа В2 окружены „шубой“ растянутых ячеек, компенсирующих эти смещения. Растяжения $\approx 0.1 \text{ \AA}$ достаточно, чтобы компенсировать разницу между параметрами решетки ОЦК-железа и объемной В2-структурой соединения FeSi, которая экспериментально наблюдается в стабильной эпитаксиальной пленке, имеющей параметр $a_{\text{FeSi}} = 2.77 \text{ \AA}$ [19]. Как ячейки с В2-порядком, так и деформированные ячейки вносят вклады в интенсивность сверхструктурных рефлексов. Величины этих вкладов соизмеримы, но, очевидно, что число ячеек в шубе больше, чем число В2-ячеек в ядре. Сокращение параметра решетки в ядре должно приводить к смещению сверхструктурных максимумов в большие углы рассеяния, но в ядре мало ячеек. В шубе межатомные расстояния увеличены из-за растяжения

ячеек (предполагается, что решетка не реагирует как целое на такие малочисленные вкрапления В2-областей), т.е. пик должен сдвигаться в меньшие углы, что и наблюдается, поскольку число ячеек в шубе велико. Если ячейки с В2-порядком образуют цепочки из двух или трех единиц, вытянутых вдоль одной из легких осей типа [001], и эти цепочки имеют преимущественную ориентацию, легко объясняются размер (от 6 до 10 \AA) и анизотропия (около 2–3 \AA) областей с ближним порядком.

Согласно теоретическим расчетам [20] и экспериментальным наблюдениям [21], магнитный момент атома железа в соединении FeSi с упорядочением типа В2 либо очень мал, либо вообще отсутствует. В то же время увеличение параметра решетки, которое, вероятно, имеет место в деформированных ОЦК-ячейках, приводит к увеличению атомного магнитного момента [22]. Допуская, что такая же тенденция имеет место в исследуемых сплавах Fe–Si, следует ожидать уменьшение магнитного момента в ядре В2 и его увеличение в ОЦК-шубе. Тогда магнитная анизотропия, возможно, индуцируется пространственной анизотропией областей с упорядочением типа В2, формирующейся при отжиге Fe–Si сплавов в магнитном поле. Температура отжига около 450°C, будучи ниже температуры Кюри $T_C \sim 750^\circ\text{C}$ для этих сплавов, достаточна для активации диффузии атомов Si, и, следовательно, для перестройки ближнего упорядочения в процессе ТМО. Отжиг в присутствии постоянного насыщающего магнитного поля приводит к энергетически более выгодному пространственному распределению атомов кремния, которое, скорее всего, анизотропное.

Такая интерпретация экспериментальных результатов подтверждается модельными расчетами диффузного рас-

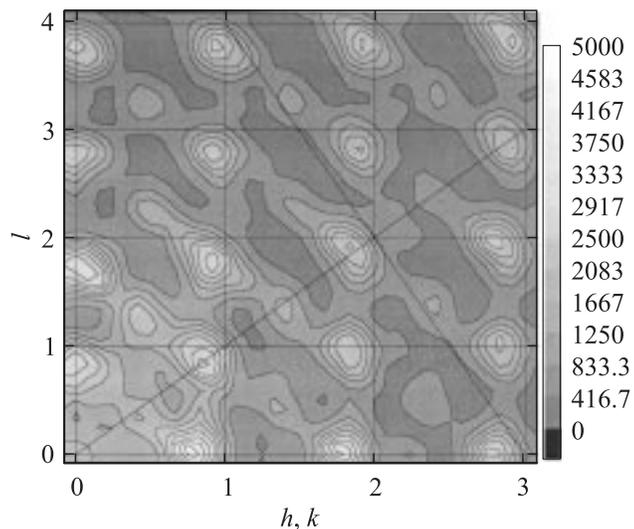


Рис. 5. Симулированное диффузное рассеяние от монокристалла Fe-6%Si в модели локальных смещений атомов железа к атомам кремния. Относительные смещения $\Delta_1 < \Delta_2 = \Delta_3$.

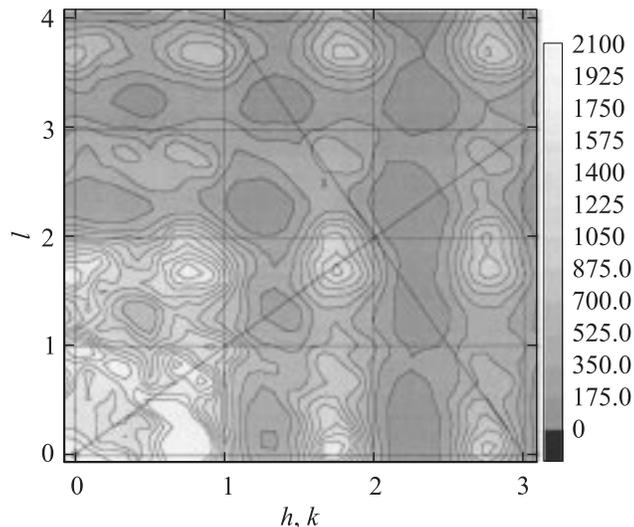


Рис. 6. Симулированное диффузное рассеяние от монокристалла Fe-6%Si в модели локальных смещений атомов железа к атомам кремния. Относительные смещения $\Delta_1 < \Delta_2, \Delta_3 = 0$.

сеяния [23], которые позволяют установить характер и оценить размеры дефектов ближнего порядка. Модель структурного дефекта предполагала следующее: один атом Si расположен в центре ОЦК-ячейки, образуя ближний порядок типа B2. Ближайшие к нему атомы Fe из первой-четвертой координационных сфер смещаются к центру к меньшему атому кремния. Задаются разные по величине относительные смещения — $\Delta_1, \Delta_2, \Delta_3$ и Δ_4 . Оказалось, что для хорошего качественного описания экспериментально наблюдаемых особенностей диффузного рассеяния достаточно учесть сдвиги для трех сфер (Δ_1, Δ_2 и Δ_3). На рис. 5 приведены результаты вычислений, учитывающие сдвиги только для трех сфер,

причем относительное смещение атомов первой сферы меньше, чем двух других.

Эта картина хорошо воспроизводит наблюдаемые смещения сверхструктурных максимумов и обнаруживает асимметрию диффузного рассеяния около брэгговских пиков, измеряемую экспериментально. Несколько более интересные особенности появляются в модельном диффузном рассеянии при отключении сдвигов атомов третьей сферы (рис. 6). Так же как для образца G_a на рис. 4, в этом случае вблизи сверхструктурного максимума (111) имеется протяженное дополнительное диффузное рассеяние.

Если ядро дефектного кластера состоит из двух B2-ячеек, кластер приобретает анизотропную форму, вытянутую вдоль одного из легких направлений (рис. 7). Однако если распределение таких кластеров по легким направлениям примерно одинаково, как показано на рис. 8, а, то и диффузное рассеяние будет изотропно, что подтверждается и численными расчетами. В то же время, если все кластеры выстраиваются вдоль одной

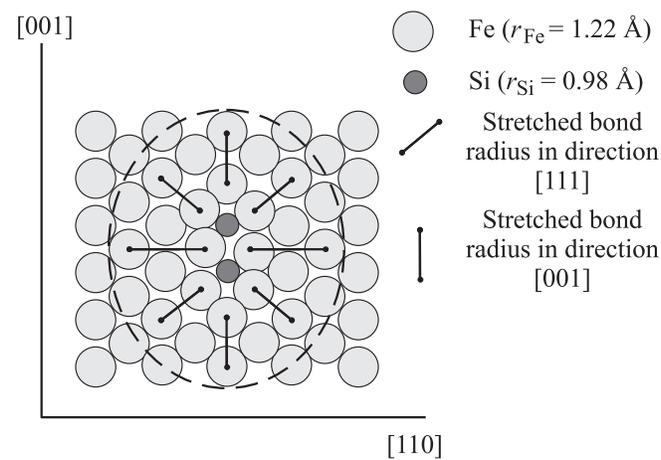


Рис. 7. Дефектный кластер (выделен штриховой линией), образованный вокруг пары атомов кремния (пары ячеек типа B2), ориентированной вдоль направления [001].

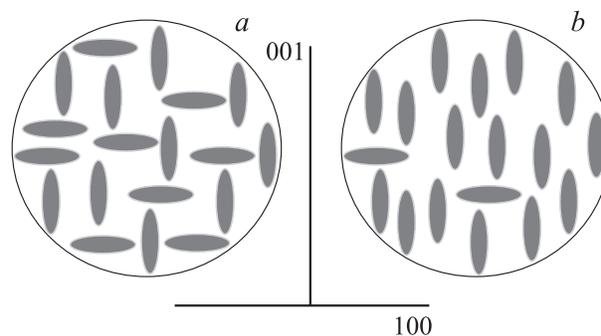


Рис. 8. Распределение дефектных кластеров в плоскости образца: а — после охлаждения во вращающемся магнитном поле кластеры равномерно распределены вдоль осей легкого намагничивания (100) и (001) — образец C_i ; б — после охлаждения в постоянном магнитном поле имеется преимущественная ориентация кластеров вдоль (001) — образец C_a (табл. 2).

из легких осей или создается их преимущественное распределение (рис. 8, *b*), неизбежно возникнет анизотропия картины диффузного рассеяния, что и обнаружено экспериментально.

Суммируя экспериментальные и теоретические результаты, можно предположить, что при отжиге пары (реже тройки) ячеек типа В2 выстраиваются, а затем фиксируются при охлаждении вдоль направления легкого намагничивания, параллельного магнитному полю. Такие цепочки образуют анизотропные кластеры с анизотропными магнитными свойствами. После отжига и охлаждения в постоянном магнитном поле общее количество пар изменяется незначительно или не меняется вообще. Вероятно, изменяется только ориентация пар: либо все кластеры выстраиваются вдоль поля, либо возникает преимущественная ориентация кластеров. В результате и магнитные свойства становятся анизотропными: улучшаются в направлении вдоль оси анизотропии, совпадающей с одним из легких направлений, и ухудшаются в поперечном направлении.

При ТМО во вращающемся магнитном поле кластеры равномерно распределяются между направлениями легкого намагничивания, лежащими в плоскости образца, и магнитные свойства становятся изотропными. Если сплав отжигается и охлаждается без внешнего магнитного поля, в каждом отдельном домене намагниченность ориентируется вдоль легких направлений, и анизотропные кластеры выстраиваются вдоль локального магнитного поля. Магнитные свойства после этого будут изотропными во всем объеме, но анизотропными в каждом отдельном домене. Для того чтобы процесс упорядочения при ТМО имел место, необходимо, чтобы температура отжига была достаточна для диффузии примеси и ориентация анизотропных кластеров вдоль внешнего или локального поля энергетически выгодна. После охлаждения сплава анизотропные дефекты сохраняются и играют существенную роль в формировании анизотропных магнитных свойств. Например, предполагается, что в шубе дефектного кластера локальные магнитные моменты увеличиваются [19], и благодаря анизотропии их формы возникает анизотропия магнитных свойств.

Так, поскольку железокремнистые сплавы с большим содержанием железа являются основой для многих мягких ферромагнетиков (кристаллических, нанокристаллических, аморфных и т.п.), можно предположить, что обнаруженные дефекты локальной атомной структуры имеют место и в их микроструктуре, а так же участвуют в формировании их магнитных свойств.

4. Заключение

Методом рентгеновской дифракции исследовалась структурная природа магнитной анизотропии в магнитомягком сплаве железо–кремний. Была поставлена и решена задача: определить, какие особенности атомной структуры сопровождают эффект магнитной анизотропии, могут быть причиной анизотропии магнитных свойств и ее стабильности в условиях эксплуатации.

Было показано, что магнитная анизотропия в сплавах железа с малым содержанием кремния (5–6 at.%) связана с образованием анизотропных локально упорядоченных кластеров, в ядре которых имеется цепочка из двух или трех ячеек, упорядоченных по типу В2, окруженных шубой (оболочкой) из растянутых ОЦК-ячеек железа. Такая структура ближнего порядка существует во всех образцах, но в образцах с магнитной анизотропией эти кластеры сориентированы главным образом вдоль направления анизотропии. Таким образом, анизотропные кластеры, будучи выстроены в направлении магнитного поля при отжиге и зафиксированы при охлаждении, затем при условиях эксплуатации не перестраиваются, и предположительно имеют анизотропные магнитные свойства и формируют объемные свойства образца.

Список литературы

- [1] Ю.П. Черненко, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, Б.К. Соколов, Н.В. Ершов. ФММ **92**, 2, 95 (2001).
- [2] Yu.P. Chernenkov, V.I. Fedorov, V.A. Lukshina, B.K. Sokolov, N.V. Ershov. J. Magn. Mater. **254–255**, 346 (2003).
- [3] R.M. Bozorth, J.F. Dillinger. Physica **6**, 285 (1935).
- [4] J.F. Dillinger, R.M. Bozorth. Physica **6**, 279 (1935).
- [5] S. Chikazumi. J. Phys. Soc. Japan **10**, 10, 842 (1955).
- [6] S. Chikazumi. J. Phys. Soc. Japan **11**, 5, 551 (1955).
- [7] S. Kaya. Rev. Modern Phys. **25**, 1, 49 (1953).
- [8] H. Wagner, H. Gengnagel. Phys. Stat. Sol. **9**, 45 (1965).
- [9] M.L. Neel. J. Phys. Radium **15**, 4, 225 (1954).
- [10] S. Taniguchi, M. Yamamoto. Sci. Rep. RITU **A6**, 2, 330 (1954).
- [11] P.W. Neurath. J. Appl. Phys. **34**, 4, 1315 (1963).
- [12] K. Hilfrich, W. Kölker, W. Petry, O. Schärf, E. Nembach. Scripta Metall. Mater. **24**, 39 (1990).
- [13] K. Hilfrich, W. Kölker, W. Petry, O. Schärf, E. Nembach. Acta Metal. Mater. **42**, 3, 743 (1994).
- [14] М.А. Кривоглаз. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. Наука, М. (1967).
- [15] И.Е. Старцева, Я.С. Шур. ФММ **23**, 5, 849 (1967).
- [16] И.Е. Старцева, В.В. Шулика. ФММ **37**, 1, 98 (1974).
- [17] Ю.П. Черненко, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, Б.К. Соколов, Н.В. Ершов. ФММ **100**, 1, в печати (2005).
- [18] И.Е. Старцева, В.В. Шулика, Я.С. Шур. Изв. АН СССР. Сер. физ. **36**, 7, 1597 (1972).
- [19] B.E. Warren. X-ray diffraction. Addison-Wesley. N.Y. (1969). 563 с.
- [20] J. Deniszyk. Acta Physica Polonica **98**, 543 (2000).
- [21] K.A. Mader, H. von Kanel, A. Balderschi. Phys. Rev. B **48**, 4364 (1993).
- [22] A.K. Arzhnikov, L.V. Dobysheva. Phys. Rev. B **62**, 5324 (2000).
- [23] Th. Proffen, R.B. Neder. J. Appl. Cryst. **30**, 171 (1997).