

## МЁССБАУЭРОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СИЛЬНОМАГНИТНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ В КРЕМНИИ

Т. А. Гевондян, А. В. Ермолаев, В. Т. Серегин, Л. П. Страхов

Как было показано ранее [1, 2], независимость магнитной восприимчивости от напряженности магнитного поля в исходном монокристалле не гарантирует отсутствия в нем примесей переходных элементов. После механического диспергирования слабомагнитных кристаллов такая зависимость появляется, а из полученного порошка удается выделить магнитной сепарацией магнитножесткие частицы. Микрорентгеновский анализ показал повышенное содержание железа в таких частицах. Однако истинное состояние железа в них остается неизученным. С этой целью проведено мёссбауэровское исследование сильномагнитных включений, выделенных из кремния.

Низкая растворимость железа в кремнии затрудняет исследование таких частиц, содержание которых в порошке кремния составляет примерно  $10^{-4}$ — $10^{-3}$  вес.%. Для проведения мёссбауэровского исследования на достаточном количестве материала кремний легировался железом, обогащенным изотопом  $^{57}\text{Fe}$ . На очищенную поверхность кристаллов толщиной 1—3 мм наносился раствор  $^{57}\text{Fe}$  в  $\text{HCl}$ , образцы высушивались, а затем помещались в кварцевую ампулу, которая откачивалась до  $10^{-3}$  Тор и отжигалась 24 ч при температурах 1100—1180 °С, после чего медленно остывала в печи. После травления в  $\text{CP-4}$  кристаллы размалывались на воздухе и магнитной сепарацией извлекались сильномагнитные включения.

Исследовались образцы двух типов: из кристаллического кремния разных марок и из монокристаллического кремния типа КСД-3. Мёссбауэровские спектры снимались на промышленном спектрометре ЯГРС-4М с анализатором импульсов АИ-1024. Поглотитель и источник ( $^{57}\text{Co}$  в  $\text{Pd}$ ) находились при температуре 295 К. Изомерные сдвиги даны относительно  $\alpha$ -Fe. Исследования показали, что спектры обоих образцов совпадают, т. е. не зависят от исходных параметров кристаллов. Следовательно, железо в сильномагнитных включениях электрически неактивно [3].

Мёссбауэровский спектр представляет собой наложение магнитного мультиплета и одиночной линии (рис. 1, а). Для секстета эффективное магнитное поле на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  составляет  $320 \pm 2$  кЭ, а изомерный сдвиг  $\delta = 0.00 \pm 0.02$  мм/с. Изомерный сдвиг синглетной линии равен  $-0.13 \pm \pm 0.02$  мм/с.

Исходя из того что образцы были выделены путем магнитной сепарации, можно сделать вывод, что в указанных включениях атомы железа стабилизируются в двух состояниях — магнитно-упорядоченном (этому соответствует магнитный мультиплет) и парамагнитном (этому соответствует одиночная линия).

Следует подчеркнуть, что магнитно-упорядоченное состояние атомов железа в сильномагнитных включениях не совпадает по своим характеристикам ни с состоянием железа в  $\alpha$ -Fe (для последнего  $H_{\text{эфф}} = 330 \pm 2$  кЭ), ни с двумя неэквивалентными состояниями атомов Fe в ферромагнитных соединениях  $\text{Fe}_3\text{Si}$  и  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  [4, 5].

Парамагнитное состояние не может быть идентифицировано как фазы или микровключения  $\text{FeSi}$  и  $\text{FeSi}_2$ , поскольку данные соединения имеют мёссбауэровские спектры в виде квадрупольных дублетов (рис. 1, б, в). Хотя в процессе размола поверхность частиц может быть аморфизированной, парамагнитный спектр не может быть связан с аморфными образованиями сплавов Fe—Si, спектры которых представляют собой дублеты (рис. 1, г).

Таким образом, полученные параметры мёссбауэровских спектров сильномагнитных включений из кремния не соответствуют ни одному из известных положений атомов железа в кремнии [5-7]. По-видимому, исследуемые образцы являются однофазными и обогащенными по железу,

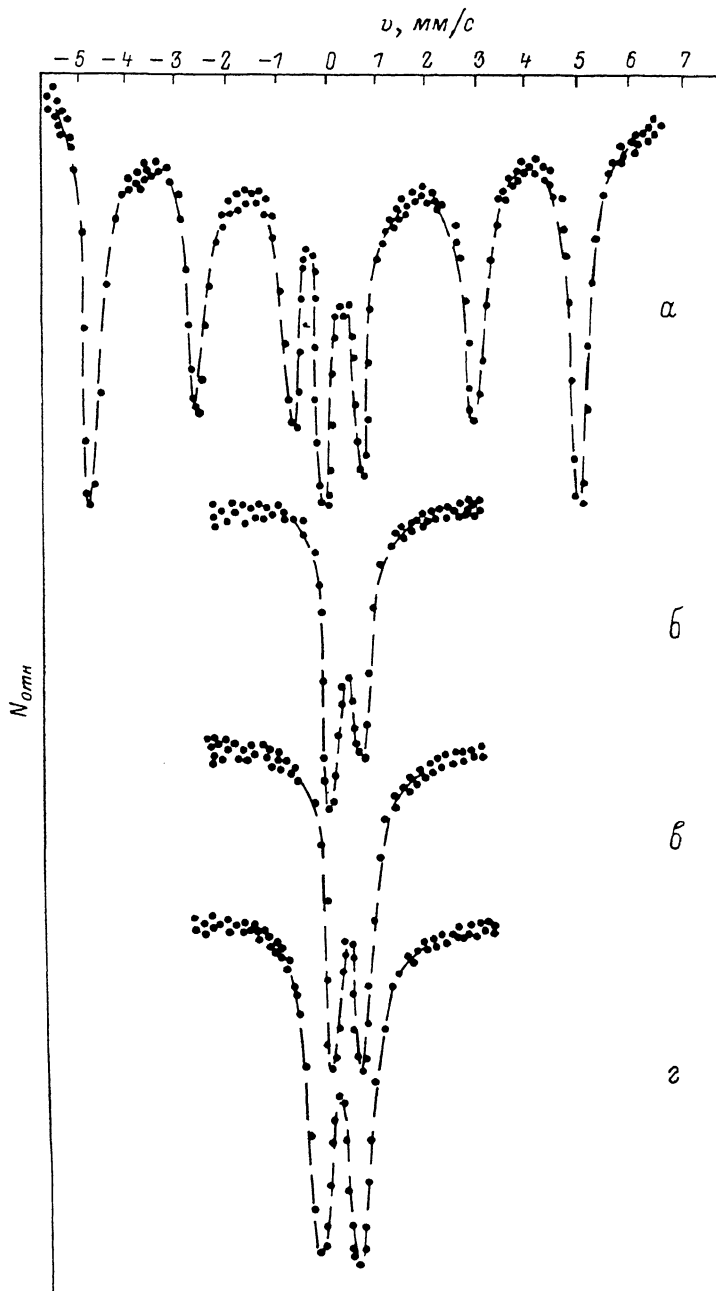


Рис. 1. Мёссбауэровские спектры при комнатной температуре.

а —  $^{57}\text{Fe}$  в сильномагнитных включениях, выделенных из кремния; б — соединения  $^{57}\text{FeSi}$ ; в — соединения  $^{57}\text{FeSi}_2$ ; г —  $^{57}\text{Fe}$  в аморфном (гидрированном) кремнии.

образующему химические связи Fe—Fe, а одиночная линия отвечает атомам железа, образующим химические связи с атомами кремния в своем ближайшем окружении.

Вывод о двух неэквивалентных состояниях атомов железа согласуется с данными по магнитной восприимчивости сильномагнитного вклю-

чения из кремния (рис. 2), которые также свидетельствуют о присутствии в нем парамагнитного и магнитно-упорядоченного железа, а также с результатами исследования ЭПР для германия [1].

В заключение следует отметить, что мёссбауэровское исследование сильномагнитных включений убедительно подтверждает точку зрения, которая связывает существование магнитно-упорядоченных областей в слабомагнитных кристаллах с наличием в последних примесей переходных элементов. Отсутствие зависимости магнитной восприимчивости от на-

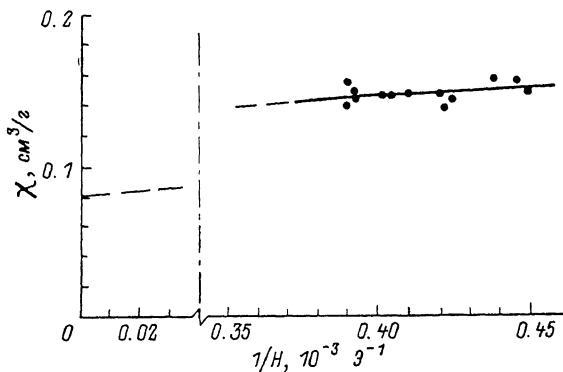


Рис. 2. Зависимость магнитной восприимчивости сильномагнитного включения из кремния от величины, обратной напряженности магнитного поля, при комнатной температуре.

Экстраполяция прямой проведена методом наименьших квадратов.

пряженности магнитного поля и ее появления после пластической деформации или разрушения кристалла диспергированием позволяют предположить, что формирование сильномагнитных включений происходит за счет скопления примесных атомов переходных элементов при движении дислокаций. Осаждение железа на дислокациях рассматривалось ранее в работе [8]. Альтернативная точка зрения на возникновение сильномагнитных включений, приписывающая сильномагнитные свойства самим дислокациям [9-11], может быть экспериментально подтверждена только на особо чистых веществах. Однако исследования, проведенные на материалах особой чистоты [12, 13], не обнаружили появления сильномагнитных включений.

### Л и т е р а т у р а

- [1] Ницев К. Н., Стразов Л. П., Кривоносов В. В. Вестник ЛГУ, 1979, № 10, с. 99—100.
- [2] Ницев К. Н., Стразов Л. П. Деп. ВИНТИ 8.08.79, № 2936-79 Деп.
- [3] Химическое применение мёссбауэровской спектроскопии. М.: Мир, 1970, 502 с.
- [4] Shinjo T., Nakamura Y., Shikazono N. Phys. Soc. Jap., 1963, vol. 18, N 6, p. 797—801.
- [5] Stearns M. B. Phys. Rev., 1963, vol. 129, N 3, p. 1136—1144.
- [6] Регель А. Р., Серегин П. П. ФТП, 1984, т. 18, № 7, с. 1153—1172.
- [7] Серегин П. П., Нистирюк И. В., Болтаж Б. И. ФТТ, 1976, т. 18, № 2, с. 592—595.
- [8] Милевский Л. С., Варварина И. Г., Бендик Н. Т. Изв. АН СССР. Неорг. матер., 1976, т. 12, № 8, с. 1382—1386.
- [9] Sharp E. J., Avery D. A. Phys. Rev., 1967, vol. 158, N 2, p. 511—514.
- [10] Косевич А. М., Шкловский В. А. ЖЭТФ, 1968, т. 55, № 3, с. 1131—1141.
- [11] Tsmots V. M., Shabhovtsov V. I., Shindich V. L. et al. Sol. St. Commun., 1987, vol. 63, N 1, p. 1—3.
- [12] Задорожный А. И., Панина Л. К., Сакаш В. Ф. и др. ФТТ, 1980, т. 22, № 10, с. 2934—2938.
- [13] Keisaku K., Shunji B. Phys. Rev. Lett., 1987, vol. 58, N 13, p. 1359—1362.