

03;05.2;12

# ВЛИЯНИЕ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ЯВЛЕНИЙ В ЖИДКОЙ ФАЗЕ НА МАГНИТНУЮ АНИЗОТРОПИЮ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ

*© Д.С.Рыбин, И.Ю.Шумилов, В.И.Ладьянов,  
И.А.Новохатский, Д.Г.Шербаков*

Металлические стекла (под которыми обычно понимают аморфные металлические сплавы, полученные сверхбыстрой закалкой из расплава) на основе 3d-металлов группы железа в ряде случаев являются хорошими магнитомягкими материалами [1]. В основном это обусловлено отсутствием в них магнитокристаллической составляющей анизотропии и дефектов, присущих конденсированной среде, обладающей трансляционной инвариантностью. Тем не менее константы анизотропии  $K_0$  и  $K_1$  в металлических стеклах отличны от нуля [2]. Кроме того, в аморфных магнетиках существуют собственные источники флюктуации магнитной анизотропии, лимитирующие уровень их магнитных свойств (см., например, [3]). Величина наведенной магнитной анизотропии в значительной степени определяется параметрами процесса быстрой закалки. Одним из них является структурное состояние исходного металлического расплава, управлять которым можно варьируя, в частности, температуру его перегрева [4,5]. Однако релаксационные явления в жидкой фазе, происходящие при ее изотермической выдержке, до сих пор не принимались во внимание при изучении процессов формирования анизотропии в магнитомягких аморфных сплавах. В настоящей работе такие результаты представлены впервые.

Ранее нами было показано [6], что поведение структурных параметров и свойств аморфных сплавов системы Fe-Cr-P-C, полученных при разных временах изотермической выдержки исходного металлического расплава, имеет немонотонный осциллирующий характер. Изменение структурных параметров в застеклованном состоянии коррелирует с кинетикой структурно-чувствительных свойств исходного неравновесного металлического расплава. В качестве возможной причины осцилляций указывались химическая микрогетерогенность и изменение композиционного ближнего порядка в неравновесном расплаве после фазового перехода "кристалл-жидкая фаза".

Образцы для исследования представляли собой аморфные ленты, полученные спиннингованием металлического расплава после его изотермической выдержки с временами: для сплава  $Fe_{78}Ni_1Si_9B_{12}$   $\tau = 0; 5; 10; 15$  мин и сплава  $Fe_{70}Cr_{10}P_{13}C_7$  в интервале  $\tau$  от 0 до 60 мин. Все прочие технологические параметры быстрой закалки поддерживались на постоянном уровне. Рентгеноструктурный анализ проводился в MoKa-излучении с коллимацией по Брэггу-Брентано. Установлено, что все образцы в исходном состоянии были рентгеноаморфными. Величина эффективного поля одноосной магнитной анизотропии  $H_k$  определялась методом ферромагнитного резонанса в плоскости образца по методике, приведенной в [7].

На рис. 1 представлены зависимости эффективного поля магнитной анизотропии металлических стекол как функции времени изотермической выдержки исходного расплава. В отличие от кинетики изменения индукции насыщения и полуширины первого максимума рентгеноструктурного фактора [6] для обоих сплавов наблюдается монотонное уменьшение величины  $H_k$ . Существующий разброс экспериментальных точек для сплава  $Fe_{70}Cr_{10}P_{13}C_7$  находится в пределах погрешности измерения. Однако времена релаксации при одинаковом характере изменений  $H_k$  для двух рассматриваемых сплавов существенно отличаются.

Следует отметить, что аналогичный характер изменения  $H_k$  обычно наблюдается при увеличении температуры перегрева  $\delta T$  исходной жидкой фазы [8,9]. Уменьшение  $H_k$  с ростом  $\delta T$  объясняется в этом случае изменением морфологии поверхности образцов и увеличением степени структурной однородности металлического расплава. Поскольку морфология поверхности ленты с увеличением  $\tau$  не претерпевает существенных изменений, как было установлено нами с помощью растровой электронной микроскопии, то наиболее вероятной причиной уменьшения  $H_k$  является второй из двух указанных факторов. Процесс затвердевания перехлажденной жидкой фазы имеет направленный характер. Под воздействием градиентов температуры и направленного потока жидкости формируется ориентационный порядок локальных структурных элементов и дефектов, обладающих анизотропией формы. Любое изменение мощности и концентрации таких преобразований, а также их конгломератов будет сказываться на величине  $H_k$ . На наш взгляд, ответственными за изменения  $H_k$  с ростом  $\tau$  следует считать области с кристаллоподобным близким порядком, которые, будучи "вмороженными" центрами кристаллизации, фиксируются в металлическом стекле при спиннинговании.

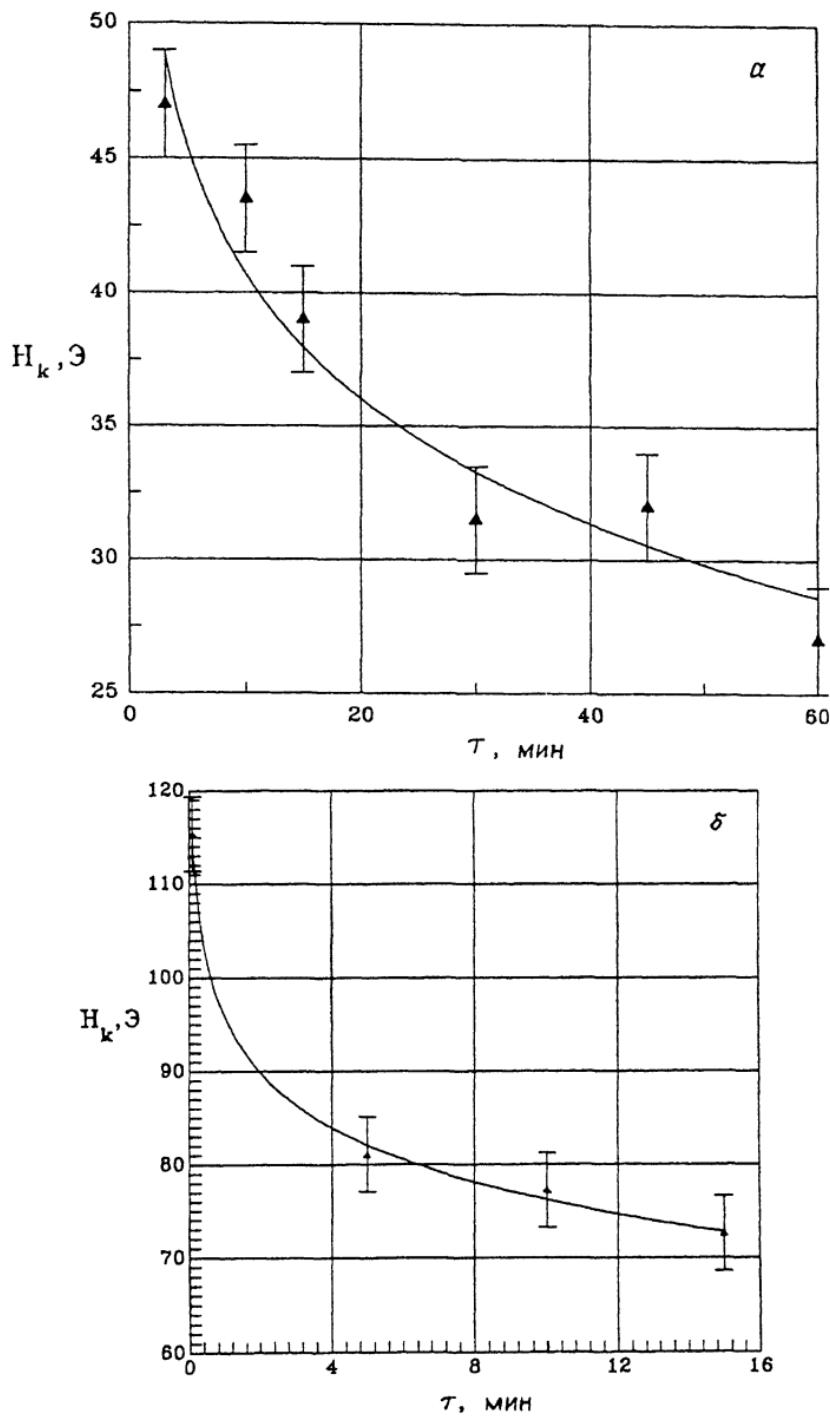


Рис. 1. Зависимость  $H_k$  от  $\tau$  для сплава:  $\alpha$  —  $\text{Fe}_{70}\text{Cr}_{10}\text{P}_{13}\text{C}_7$ ,  $\delta$  —  $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_9\text{Si}_9\text{B}_{12}$ .

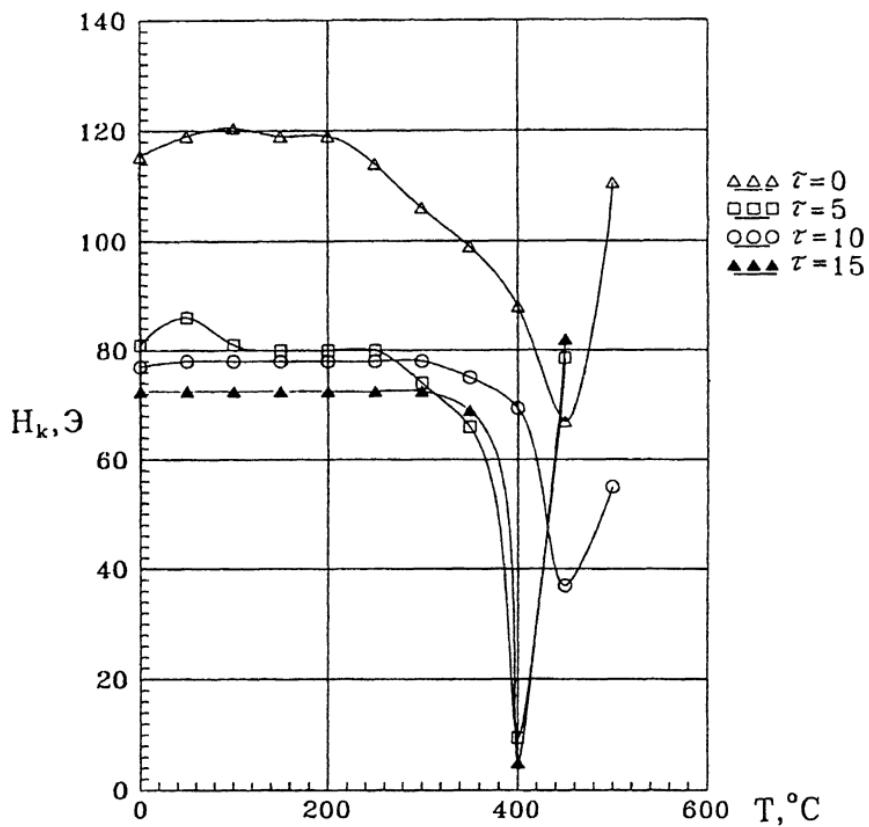


Рис. 2. Зависимость  $H_k$  от  $T_a$  для сплава  $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_9\text{B}_{12}$  при  $\tau = \text{var.}$

Это подтверждается данными по влиянию температуры изотермического отжига  $T_a$  на величину поля анизотропии, приведенными на рис. 2.

Для всех  $\tau$  зависимость  $H_k = f(T_a)$  можно разделить на три этапа. На первом этапе величина  $H_k$  практически неизменна. При достижении температуры  $T_{xs}$ , инициируются процессы поверхностной кристаллизации [11], приводящие к уменьшению величины  $H_k$ , а в пределе — к изменению ее знака. Это обусловлено тем, что поверхностная кристаллическая фаза, обладая большей плотностью по сравнению с аморфной матрицей, приводит к возникновению в объеме ленты сжимающих напряжений [12,13]. В результате магнитоупругого взаимодействия при положительной магнитострикции насыщения, которая достигает в нашем случае величины  $\lambda_s \sim 10^{-5}$ , легкая ось намагничивания становится перпендикулярной к плоскости ленты. Последующий на третьем этапе резкий рост  $H_k$  вызван началом объемной кристаллизации металлического стекла.

Как видно из рис. 2, между величинами  $H_k$  и  $T_{xs}$  наблюдается хорошая корреляция. Почти двукратное уменьше-

ние  $H_k$  при пятнадцатиминутной изотермической выдержке исходной жидкой фазы сопровождается увеличением температурного диапазона стабильности аморфной фазы на  $120^{\circ}\text{C}$ . Такое изменение  $T_{xs}$ , с ростом  $\tau$  говорит об уменьшении концентрации и мощности "вмороженных" центров кристаллизации, наследуемых из жидкой фазы, которые и обеспечивают, по-видимому, наибольший вклад в  $H_k$ . Обращает на себя внимание значительная величина  $H_k$  при малых временах выдержки расплава. В аморфных сплавах без кристаллических включений величина  $H_k$  обычно на порядок меньше [2]. Такие же значения анизотропии наблюдаются нами при больших временах  $\tau$ . В работах Такахаси [10] было показано, что большая анизотропия ( $1 \text{ кДж}/\text{м}^2$ ) на близкой к исследуемой системе Fe–P–C обусловлена содержанием в металлическом стекле всего 1-го объемного % включений тетрагонального  $\text{Fe}_3\text{P}$  с размерами кристаллитов  $10 \text{ нм}$ , обладающего анизотропией  $100 \text{ кДж}/\text{м}^2$ . При таком размере и концентрации включений фосфидов сплав остается рентгеноаморфным. В работе [14] приводятся данные рентгеноэлектронной спектроскопии поверхностных слоев сплава  $\text{Fe}_{70}\text{Cr}_{10}\text{P}_{13}\text{C}_7$ , подтверждающие присутствие в течение длительного времени в расплаве кристаллоподобных комплексов  $(\text{FeCr})_3\text{P}$ , время распада которых составляет 1.5 ч. Интересно также отметить, что время релаксации металлического расплава  $\text{Fe}_{70}\text{Cr}_{10}\text{P}_{13}\text{C}_7$ , полученное в [14], хорошо согласуется с полученным в [15] по кинематической вязкости и работе [6] на металлическом стекле того же состава.

Сравнение данных по влиянию релаксационных явлений в исходной жидкой фазе на различные структурно-чувствительные свойства металлических стекол, приведенных нами в [6] и настоящей работе, позволяет констатировать, что одна и та же причина, а именно изменение ближнего порядка в системе "кристалл–металлический расплав", может приводить к различной кинетике изменения свойств аморфных сплавов, характер которой зависит от конкретного физического механизма их формирования. Таким образом, впервые показано, что эффективное поле односторонней магнитной анизотропии аморфных сплавов системы Fe–Cr–P–C и Fe–Ni–B–Si уменьшается при увеличении времени изотермической выдержки исходного расплава. Отмеченное поведение обусловлено микрогетерогенностью и релаксационными процессами в неравновесной жидкой фазе после фазового перехода кристалл–жидкость.

## Список литературы

- [1] *Amorphous metallic alloys* / Ed. by F.E. Luborsky. L.: Butterworth, 1983. P. 487.
- [2] *O'Handley R.C.* // J. Appl. Phys. 1987. V. 62. P. R15.
- [3] Рыбин Д.С., Ладьянов В.И., Шудегов В.Е. // ЖТФ. 1995. Т. 65. В. 9. С. 65.
- [4] Walter J.P., Altounian Z., Ström-Olsen J.O. // J. Non-Cryst. Sol. 1984. V. 61-62. P. 469.
- [5] Manov V.P., Popel S.I., Buler P.I., Manukhin A.B., Komlev D.G. // Mater. Sci. Eng. 1991. V. A133. P. 535.
- [6] Ладьянов В.И., Рыбин Д.С., Новожатский И.А., Усатюк И.И., Шумилов И.Ю. // Письма в ЖЭТФ. 1995. Т. 61. В. 4. С. 270.
- [7] Kaul S.N., Siruguri V. // J. Phys.: Condens. Matter. 1992. V. 4. P. 505.
- [8] Lu J., Wang J.T., Ding B.Z. // Mater. Sci. Eng. 1988. V. B1. P. 251.
- [9] Lim S.N., Pi W.K., Noh T.N., Kim H.J., Kang T.K. // J. Appl. Phys. 1993. V. 73. N 2. P. 865.
- [10] Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. // Аморфные металлы. М.: Металлургия, 1987. 328 с.
- [11] Konygin G.N., Elsukov E.P., Makarov V.A., Lad'yanov V.I., Sirotinina G.A. // Phys. Met. Metallogr. 1993. V. 75. N 75. N 2. P. 139.
- [12] Ok H.N., Morrish A.H. // J. Appl. Phys. 1981. V. 52. P. 1835.
- [13] Herzer G., Hillzinger H.R. // J. Magn. Magn. Mater. 1986. V. 62. P. 143.
- [14] Варганов Д.В. Взаимосвязь химического строения поверхностных слоев 3d-сплавов в аморфном, кристаллическом и жидкоком состоянии. Дис. на соис. учен. степ. канд. физ.-мат. наук. Ижевск, 1988. 134 с.
- [15] Ладьянов В.И., Логунов С.В., Пахомов С.В. Расплавы (в печати).

Физико-технический  
институт УрО РАН,  
Ижевск

Поступило в Редакцию  
23 апреля 1996 г.