

01,07

## Термическая стабильность деформаций нанокристаллов в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ , возникших во время отжига под действием растягивающей нагрузки

© Н.В. Ершов<sup>1</sup>, Ю.П. Черненко<sup>2</sup>, В.И. Федоров<sup>2</sup>, В.А. Лукшина<sup>1</sup>, А.П. Потапов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт физики металлов УрО РАН,  
Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup> Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова, НИЦ „Курчатовский институт“,  
Гатчина, Россия

E-mail: nershov@imp.uran.ru

(Поступила в Редакцию 7 июля 2014 г.)

Влияние нанокристаллизующего отжига под действием растягивающей нагрузки на характер остаточных деформаций нанокристаллов в магнитомягком сплаве  $\text{FeSiNbCuV}$  (файнмет) исследовано методом рентгеновской дифракции. Показано, что ОЦК-решетка  $\alpha\text{-FeSi}$  нанокристаллов растянута вдоль направления приложения нагрузки при отжиге и сжата в поперечном направлении. Как растяжение решетки вдоль кристаллографических осей, совпадающих с направлением растяжения, так и ее сжатие в поперечных ему направлениях, хорошо описываются в рамках теории упругих деформаций, учитывающей симметрию кубической решетки. Определены изотропный и анизотропный коэффициенты Пуассона нанокристаллов. Исследована термическая стабильность деформаций нанокристаллов. В результате отжига без внешних воздействий наблюдается уменьшение величины деформаций и уменьшение коэффициента Пуассона.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме „Магнит“ № 01201463328 при частичной поддержке Президиума РАН (проект № 12-П-23-2005).

### 1. Введение

Нанокристаллический сплав  $\text{Fe-Si-Nb-V-Cu}$  (Fine-met — файнмет), получаемый в результате первичной кристаллизации закаленных из расплава аморфных лент, обладает выдающимися магнитомягкими свойствами [1–3]. Важной для практического применения особенностью файнмета является возможность управлять его магнитной проницаемостью и формой петли магнитного гистерезиса за счет возникновения в образцах сплава наведенной магнитной анизотропии после термообработки в магнитном поле (ТМО) [1,2] или в поле механического напряжения (ТМехО) (TSA — tensile stress annealing) [2,3].

Влияние термомеханической обработки на магнитные свойства и структуру серии сплавов  $\text{Fe}_{87-X}\text{Si}_X\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$  ( $X = 0 \div 13.5$ ) исследовано в работе [4]. Было показано, что тип магнитной анизотропии, наводимой в процессе ТМехО, зависит от содержания кремния. При малых концентрациях ( $X < 9.5$ ) после ТМехО намагниченность преимущественно ориентируется вдоль ленты и вдоль направления приложения нагрузки при ТМехО, т. е. наводится продольная магнитная анизотропия, а при  $X > 9.5$  — поперечная.

Рентгендифракционные исследования структуры нанокристаллов в сплавах с  $X = 0, 6, 8, 9.5, 11$  и  $13.5$  после отжига под действием растягивающего напряжения показали [5], что независимо от концентрации кремния во всех сплавах имеются анизотропные остаточные деформации ОЦК-решетки нанокристаллов. Вдоль направленного типа  $\langle 111 \rangle$  искажения отсутствуют в пределах точ-

ности измерений, а в направлениях  $\langle 100 \rangle$  они являются максимальными. Относительное продольное растяжение решетки несколько превосходит поперечное сжатие. По мере увеличения концентрации кремния в сплаве растет объемная доля упорядоченной фазы  $\text{Fe}_3\text{Si}$  в нанокристаллах: если при  $X \leq 8$  ее присутствие незаметно, то выше  $X = 9.5$  она резко возрастает и достигает 80% при  $X = 13.5$  [5]. Поэтому тип (продольный или поперечный) наведенной магнитной анизотропии определяется знаком (положительным или отрицательным) магнитоупругого взаимодействия в нанокристаллах, который в свою очередь зависит от объемной доли упорядоченной фазы  $\text{Fe}_3\text{Si}$ , имеющей отрицательную константу магнитоупругого взаимодействия [6].

Термическая стабильность поперечной магнитной анизотропии, наведенной при ТМехО в нанокристаллическом сплаве  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ , исследовалась в [7]. Было показано, что в процессе релаксационного отжига при температуре нанокристаллизации ( $500\text{--}540^\circ\text{C}$ ) происходит уменьшение остаточных деформаций, которое сопровождается уменьшением константы поперечной магнитной анизотропии. Обнаружена линейная корреляция растяжений и сжатий межплоскостных расстояний для разных кристаллографических плоскостей и константы магнитной анизотропии. Отклонение от линейности наблюдается после отжига при температуре  $600^\circ\text{C}$ , что можно связать с увеличением размеров нанокристаллов, изменениями в их структуре и частичной кристаллизацией аморфной матрицы.

Влияние термомангнитной и термомеханической обработки на магнитные свойства и структуру магнитомягко-

го нанокристаллического сплава  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  исследовалось в [8]. Показано, что под действием магнитного поля или поля механических напряжений формируется продольная анизотропия магнитных свойств. Петля магнитного гистерезиса становится близкой к прямоугольной и наблюдается значительный рост остаточной индукции, которая приближается к индукции насыщения. Если для завершения процессов нанокристаллизации достаточно выдержки в 20 min при температуре нанокристаллизации (при ТМехО магнитная анизотропия наводится также за 20 min), то при ТМО для существенного снижения коэрцитивной силы требуется более продолжительная выдержка (до 60 min). После ТМО деформации решетки нанокристаллов  $\alpha\text{-FeSi}$  не обнаружены. Либо они отсутствуют, либо их величина не выходит за пределы точности измерений в рентгенодифракционном эксперименте. В образцах, подвергнутых отжигу под растягивающей нагрузкой, выявлены анизотропные деформации решетки нанокристаллов, величина которых увеличивается пропорционально величине напряжения, приложенного при ТМехО.

Результаты детального изучения механических свойств нанокристаллов на основании данных рентгеновской дифракции о деформации их решетки в сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  при ТМехО, анализ особенностей, которые отличают Fe–Si-нанокристаллы от массивных кристаллов сплавов железо–кремний, представлены в [9]. Прогресс был достигнут за счет корректного определения величины действующего во время отжига в ленточном образце механического растягивающего напряжения, что позволило сравнить упругие деформации в массивных кристаллах Fe–Si и в нанокристаллах при одной и той же концентрации кремния. Показано, что растяжения нанокристаллов вдоль кристаллографических осей, совпадающих с направлением приложения нагрузки, хорошо описываются теорией упругих деформаций, учитывающей симметрию кубической решетки. При этом нанокристаллы в файнмете обладают более высокой степенью анизотропии механических свойств, чем массивные  $\alpha\text{-FeSi}$  кристаллы, поэтому соответствие между измеренными и рассчитанными величинами растяжения достигается только при значительном увеличении модулей упругости. Столь существенное изменение механических свойств кристаллов при их уменьшении до масштаба нанометров обусловлено не размерным эффектом, который описывается соотношением Холла–Петча [10], а влиянием окружающей нанокристаллы аморфной матрицы Fe(Nb)–B, имеющей высокую жесткость.

В настоящей статье представлены результаты исследования термической стабильности деформации решетки нанокристаллов  $\alpha\text{-FeSi}$ , полученных во время нанокристаллизации под действием больших растягивающих напряжений от 512 до 558 МПа. Проанализированы как продольные растяжения, так и поперечные сжатия ОЦК-решетки, определены значения изотропного и анизотропного коэффициента Пуассона. В соответствии с

результатами работы [7], предполагается, что выдержка образцов при температуре нанокристаллизации должна приводить к размягчению сжимающей нанокристаллы аморфной матрицы и, следовательно, к частичной или полной релаксации полученных при ТМехО деформаций.

## 2. Образцы и методика эксперимента

Образцы сплава  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  сначала были получены в виде лент методом быстрой закалки из расплава на вращающийся медный барабан. Затем один образец был отожжен в течение 20 min при температуре 550°C без внешних воздействий. Другие образцы подвергались термомеханической обработке (ТМехО), которая состояла в отжиге (20 min при 550°C) и охлаждении лент до комнатной температуры под действием растягивающей нагрузки. Все термообработки проводились на воздухе. Более подробно процесс ТМехО описан в [5,9].

Для рентгенодифракционных исследований были приготовлены образцы из фрагментов лент длиной 8–9 mm, которые наклеивались на оправки, имеющие форму тонких и узких колец, параллельно друг другу в несколько перекрывающихся слоев толщиной  $\sim 40\text{--}50\ \mu\text{m}$ . Дифрактограммы измерялись на четырехкружном рентгеновском дифрактометре (ФГБУ ПИЯФ) в геометрии на просвет с использованием монохроматизированного рентгеновского излучения ( $\text{MoK}_\alpha$ ,  $\lambda = 0.71\ \text{\AA}$ ). Схема эксперимента приведена в [5,7]. При сканировании вектор рассеяния все время оставался в плоскости образца, и мог быть ориентирован вдоль или поперек оси ленты, вращением образца на угол 90°. Для каждого образца  $\theta\text{--}2\theta$ -сканированием были получены две дифрактограммы, измеренные вдоль и поперек ленты, т. е. параллельно и перпендикулярно направлению приложения растягивающей нагрузки при ТМехО. В дифрактограммах в интервале  $2\theta$  углов от 15 до 60 градусов наблюдаются пики с миллеровскими индексами (110), (200), (211), (220), (310), (222) и (321), разрешенные для объемноцентрированной кубической (ОЦК) решетки  $\alpha\text{-Fe(Si)}$ .

Упругие свойства нанокристаллов в магнитомягком сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  исследовались методом рентгеновской дифракции. Анализировались остаточные деформации ОЦК-решетки, приобретенные в процессе отжига и охлаждения ленточных образцов под действием подвешенного на них груза. Для определения величины эффективного растягивающего напряжения, возникающего в ленте во время термообработки, учитывались не только ее размеры (удлинение и уменьшение поперечного сечения ленты), но и масса той ее части, которая в дальнейшем была использована для приготовления образцов [9]. Было показано, что при отжиге под нагрузкой образцы значительно удлиняются в течение первых нескольких минут, затем удлинение замедляется, а относительная величина удлинения ленты пропорциональна действующей нагрузке. После ТМехО та ее часть, на которой в дальнейшем проводи-

**Таблица 1.** Перечень образцов и параметров их термообработки

№ образца	ТМехО			РО
	$\sigma$ , МПа	$\Delta l(\infty)$ , мм	$\sigma_{\text{эф}}$ , МПа	
1	400	18.5	430(6)	—
2	400	20.5	477(6)	—
3	500	22.0	512(6)	60
4	500	22.5	524(6)	5
5	500	23.0	535(6)	10
6	500	23.0	535(6)	20
7	500	23.5	547(6)	2.5
8	500	24.0	558(6)	—

Примечание. Расчетное ( $\sigma$ ) и эффективное ( $\sigma_{\text{эф}}$ ) механические растягивающие напряжения, удлинение  $\Delta l(\infty)$  при ТМехО и продолжительность релаксационного отжига — РО ( $\Delta t$ ). Калибровка сечения, эффективного напряжения и удлинения производились на образце № 2.

лись исследования, взвешивалась, и среднее ее сечение определялось делением массы на плотность и длину. Поскольку удлинение пропорционально приложенному напряжению, то значения эффективного напряжения в лентах для диапазона от 430 до 558 МПа вычислялись по результатам калибровочного взвешивания одного образца (табл. 1).

Деформации  $\varepsilon_{hkl}$  (продольное растяжение и поперечное сжатие) были определены из смещений ( $hkl$ )-пиков в дифрактограммах, измеренных при продольном и поперечном сканировании относительно положений этих же пиков для образцов, отожженных без нагрузки [9].

Деформации решетки нанокристаллов, возникающие в результате ТМехО с приложением наибольшей расчетной нагрузки ( $\sigma = 500$  МПа), были исследованы на термическую стабильность. Для этого образцы под номерами 3–7 в табл. 1 подвергались релаксационному отжигу (РО) разной продолжительности от 2.5 до 60 min при температуре 550°C без внешних воздействий. Предполагается, что выдержка при такой температуре должна приводить к размягчению сжимающей нанокристаллы аморфной матрицы и, следовательно, к частичной или полной релаксации возникшей при ТМехО деформации. При этом РО производится при температуре, которая недостаточна для кристаллизации аморфной матрицы Fe(Nb)–B [2].

### 3. Результаты и обсуждение

Нанокристаллическое состояние сплава Fe–Si–Nb–B–Cu получается во время отжига при температуре от 500 до 600°C, который приводит к первичной кристаллизации ОЦК сплава Fe–Si [2]. В результате получается микроструктура, которая характеризуется случайно ориентированными очень мелкими зёрнами  $\alpha$ -FeSi с типичным размером 10–15 nm, встроенными в оставшуюся аморфную матрицу, которая занимает

до 30% объема и разделяет кристаллы на расстоянии около 1–2 nm. Если во время отжига к ленте приложена растягивающая нагрузка, то рост нанокристаллов происходит в поле механического напряжения. Рентгендифракционные исследования влияния нагрузки во время отжига на текстуру и размер нанокристаллов в сплаве  $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3B_9Cu_1$  [11] не выявили какой-либо текстуры в образцах сплава после нанокристаллизации без внешних воздействий, а также после ТМехО или после двухступенчатой процедуры, состоящей из нанокристаллизации и последующей ТМехО. Средний размер нанокристаллов также не зависит от истории образца и хорошо соответствует данным электронной микроскопии этого же сплава.

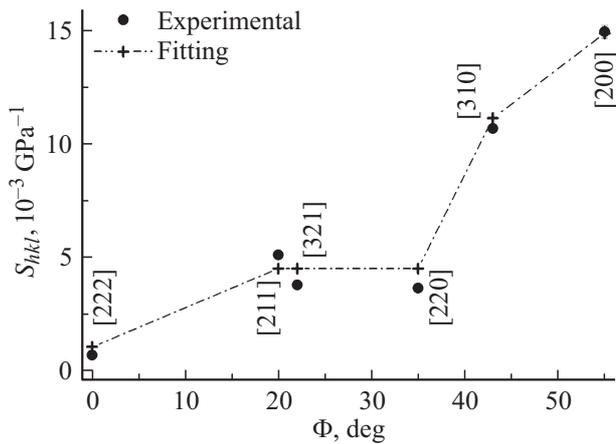
В процессе ТМехО растягивающее напряжение приложено вдоль ленты. Поскольку множество нанокристаллов, вырастающих в процессе отжига, ориентируется изотропно осями ОЦК-решетки относительно оси ленты или направления приложения нагрузки, то велико и то количество  $\alpha$ -FeSi нанокристаллов, которые ориентированы какой-либо кристаллографической осью вдоль этого направления (с точностью до углового разрешения дифрактометра). При отжиге ленты под нагрузкой межплоскостные расстояния в нанокристаллах увеличиваются в направлении ее приложения, а в поперечном направлении уменьшаются. Предполагается, что после ТМехО, т.е. после охлаждения ленты и снятия нагрузки, деформации в решетке нанокристаллов сохранятся благодаря высокой жесткости окружающей их аморфной матрицы [12,13]. Остаточная деформация должна иметь осевую симметрию, ось которой параллельна оси ленты.

При  $\theta$ – $2\theta$  сканировании вдоль оси ленты вклад в отражение ( $hkl$ ) будут давать нанокристаллы, вектор рассеяния для которых  $[hkl]$  в пределах углового разрешения дифрактометра совпадает с осью ленты. При этом в полученной дифрактограмме пик ( $hkl$ ) будет смещен в сторону меньших углов рассеяния относительно его положения в дифрактограмме образца, отожженного без внешней нагрузки. Этот же пик в дифрактограмме, снятой при поперечном сканировании, смещен в сторону больших углов рассеяния. Из смещений пиков можно оценить величину деформации нанокристаллов, т.е. продольное растяжение и поперечное сжатие их решетки. При условии осевой симметрии деформаций, если направление  $[h'k'l']$  является нормальным к  $[hkl]$ , то соответствующие деформации могут быть отнесены к одному нанокристаллу и описывать его остаточные растяжения вдоль оси  $[hkl]$  и сжатия вдоль оси  $[h'k'l']$ .

Растягивающее напряжение  $\sigma_{\text{along}}$ , приложенное вдоль  $[hkl]$ , создает деформацию  $\varepsilon_{hkl}$ , равную

$$\varepsilon_{hkl} = S_{hkl} \times \sigma_{\text{along}}, \quad (1)$$

где  $S_{hkl}$  — податливость в направлении  $[hkl]$ . Ранее в [9] из остаточных растяжений  $\varepsilon_{hkl}$  решетки нанокристаллов Fe–Si в сплаве  $Fe_{81}Si_6Nb_3B_9Cu_1$ , возникших под действием разных растягивающих напряжений, были



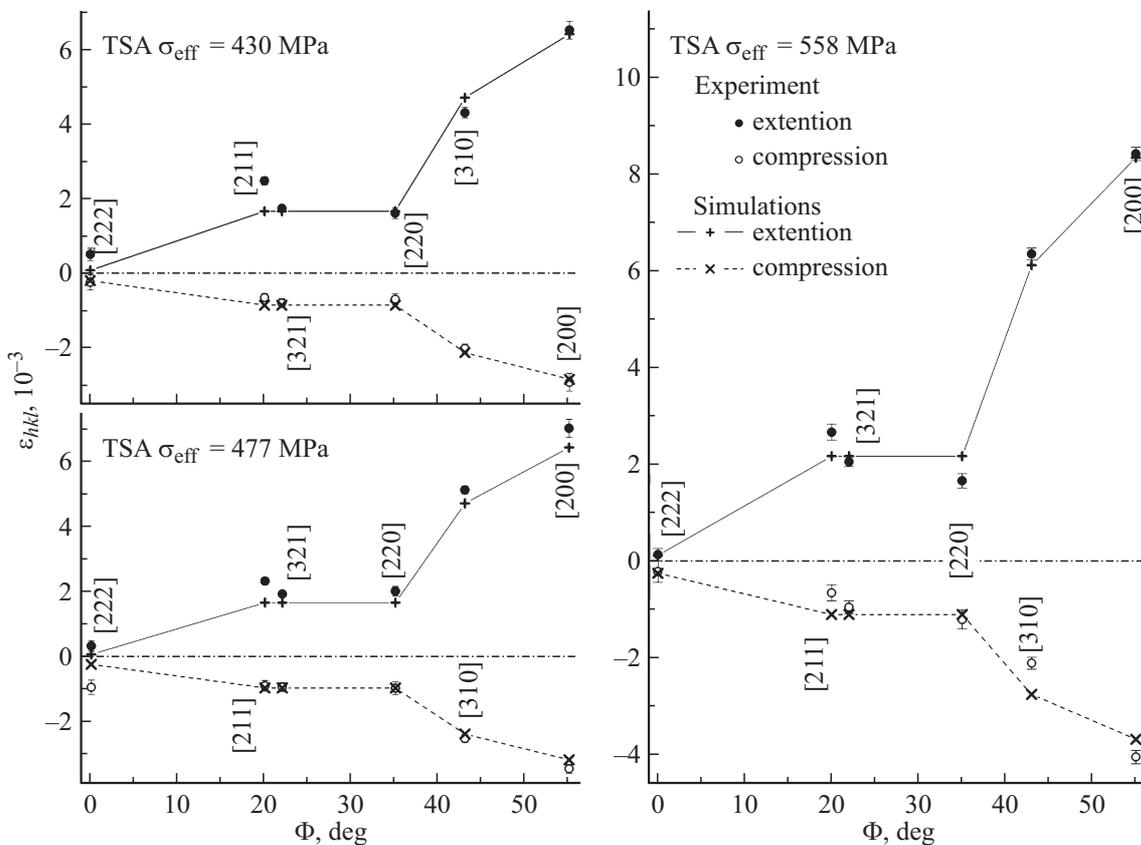
**Рис. 1.** Коэффициенты податливости нанокристаллов  $S_{hkl}$  вдоль направлений  $[hkl]$  в сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  (при  $550^\circ\text{C}$ ), полученные из обработки данных рентгеновской дифракции и результаты расчетов с учетом симметрии кубической решетки и подгонки компонент тензора податливости [9].

вычислены коэффициенты податливости  $S_{hkl}$  для температуры ТМехО ( $550^\circ\text{C}$ ). Их зависимость от угла  $\Phi$  между направлением  $[hkl]$  и ближайшей осью  $\langle 111 \rangle$

приведена на рис. 1. Кроме экспериментальных точек на рисунке показаны результаты вычислений коэффициентов податливости  $S_{hkl}$  с учетом кубической симметрии решетки [14] и подбора наиболее подходящих значений ненулевых компонент тензора податливости [9].

Используя коэффициенты податливости, приведенные на рис. 1, и закон Гука (1) можно вычислить величину деформации растяжения для отдельных кристаллографических направлений и для разных значений эффективного напряжения  $\sigma_{\text{along}} = \sigma_{\text{eff}}$ . Результаты расчета приведены на рис. 2, где они сравниваются с остаточными растяжениями решетки нанокристаллов, определенными из данных рентгеновской дифракции. Можно отметить хорошее совпадение экспериментальных и расчетных значений  $\varepsilon_{hkl}$ , их одинаковую зависимость от кристаллографического направления  $[hkl]$ .

Рассматривая поперечные деформации нанокристаллов, вполне естественно предположить, что упругие свойства не зависят от ориентации кристаллографической оси относительно направления приложения нагрузки, а зависят только от величины напряжения и коэффициента податливости вдоль этой оси в соответствии с соотношением (1). Во время ТМехО из-за действия осевой растягивающей нагрузки на нанокристалл в поперечной плоскости действует сжимающее напряжение. Иначе



**Рис. 2.** Деформации  $\varepsilon_{hkl}(\Phi)$  в направлении  $[hkl]$ , определенные из сдвигов пиков  $(hkl)$  в рентгеновских дифрактограммах и рассчитанные для соответствующих напряжений  $\sigma_{\text{eff}}$  и  $\sigma_{\text{comp}}$ . При расчете использовались значения податливостей, полученные в результате подгонки к экспериментальным данным и приведенные на рис. 1.

**Таблица 2.** Анизотропные коэффициенты Пуассона  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$  Fe–Si-нанокристаллов в сплаве  $Fe_{81}Si_6Nb_3B_9Cu_1$ 

Направления		Расчет с использованием податливостей и соотношения (5)	Расчет из деформаций при $\sigma_{\text{eff}}$ , МПа		
$[hkl]$	$[h'k'l']$		430	477	558
100	100	0.44(2)	0.45(2)	0.49(2)	0.48(1)
100	110	0.124(6)	0.11(3)	0.14(3)	0.14(3)
110	100	1.59(8)	1.8(3)	1.7(2)	2.5(3)
110	110	0.44(2)	0.43(4)	0.48(3)	0.74(7)
310	310	0.44(2)	0.47(2)	0.49(2)	0.34(1)
111	211	2.6(5)	1.3(6)	2.6(1.8)	6(7)
211	111	0.074(15)	0.10(9)	0.40(11)	0.08(9)

говоря, вдоль кристаллографических направлений, поперечных направлению приложения нагрузки, действует сжимающее напряжение  $\sigma_{\text{comp}}$ , и, очевидно, что оно меньше, чем  $\sigma_{\text{eff}}$ . После охлаждения и снятия нагрузки с ленточного образца в нанокристаллах сохраняются поперечные деформации сжатия  $\varepsilon_{hkl}$ . Величина  $\varepsilon_{hkl}$  вдоль поперечной оси  $[hkl]$  пропорциональна соответствующему коэффициенту податливости  $S_{hkl}$ . Следовательно, уравнение (1) может использоваться для расчета поперечных сжатий кристаллической решетки  $\varepsilon_{hkl}$ , если определить величину сжимающего напряжения.

Из смещения пиков в дифрактограммах, снятых при поперечном  $\theta - 2\theta$ -сканировании, относительно их положения в дифрактограмме от образца, отожженного без нагрузки, можно оценить величину  $\varepsilon_{hkl}(\Phi)$ , т.е. деформацию нанокристаллов в поперечном направлении. Ее зависимость от угла  $\Phi$  между направлением  $[hkl]$  и ближайшей осью  $\langle 111 \rangle$  показана на рис. 2. Зная  $\varepsilon_{hkl}(\Phi)$ , можно определить величину  $\sigma_{\text{comp}}$ . Затем, варьируя величину отношения  $\sigma_{\text{comp}}/\sigma_{\text{eff}}$  и добиваясь наилучшего совпадения расчетных и экспериментальных величин  $\varepsilon_{hkl}$  для трех значений  $\sigma_{\text{eff}}$ , равных 430, 477 и 558 МПа, получаем следующее соотношение:

$$\sigma_{\text{comp}} \approx 0.44 \times \sigma_{\text{eff}}. \quad (2)$$

Расчетные значения деформаций сжатия, приведенные на рис. 2, хорошо согласуются с результатами, полученными из рентгендифракционного эксперимента. Поперечные деформации решетки нанокристаллов меньше, чем продольные, но имеют зависимость от угла  $\Phi$ , похожую на ту, которую имеют продольные деформации [5,7]. Поэтому, если известны коэффициенты податливости  $S_{hkl}$  и эффективные продольные напряжения, то для вычисления значений поперечных деформаций нанокристаллов  $\varepsilon_{hkl}$  можно использовать соотношения (1), где  $\sigma_{\text{along}} = \sigma_{\text{comp}}$ , и (2).

Соотношение (2) дает значение изотропного коэффициента Пуассона для нанокристаллов, который представляет собой безразмерное отношение поперечной деформации  $\varepsilon_{\perp}$  к продольной  $\varepsilon_{\parallel}$ , т.е. в направлении растяжения. Поскольку в изотропном случае коэффициент податливости не зависит от направления, то для

коэффициента Пуассона  $\nu$  имеем

$$\nu = \frac{\varepsilon_{\perp}}{\varepsilon_{\parallel}}, \quad (3)$$

т.е.  $\nu = \sigma_{\text{comp}}/\sigma_{\text{eff}} \approx 0.44$ .

Для сталей, в зависимости от их марки, изотропный коэффициент Пуассона принимает значения от 0.27 до 0.32. В работе [15] исследована температурная зависимость  $\nu$  для силицидов железа. Например, для  $Fe_3Si$  при комнатной температуре  $\nu = 0.3275$ . Полученное нами значение 0.44 превышает величину изотропного коэффициента Пуассона для сталей и сплавов железо-кремний. Возможно, что этот эффект объясняется влиянием аморфной матрицы, которая во время ТМехО испытывает значительные пластические деформации и, растягиваясь на 20–25%, оказывает дополнительное сжимающее действие на нанокристаллы.

Можно рассчитать значения анизотропного коэффициента Пуассона, а именно:

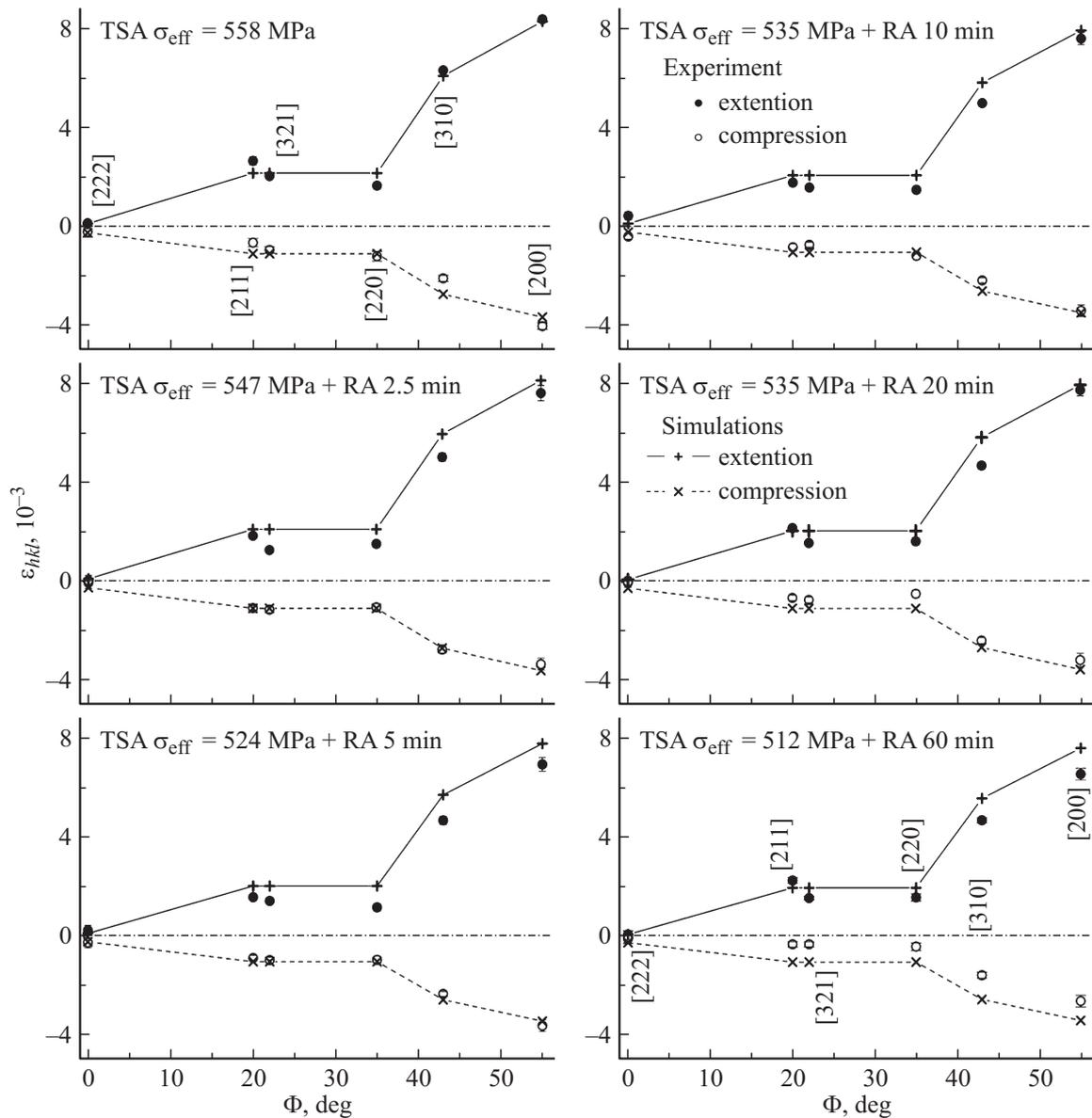
$$\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle} = -\frac{\varepsilon_{h'k'l'}^{\perp}}{\varepsilon_{hkl}}, \quad (4)$$

где  $\varepsilon_{h'k'l'}^{\perp}$  — деформация в поперечном направлении (отрицательная при осевом растяжении) вдоль направления  $[h'k'l']$ ;  $\varepsilon_{hkl}$  — продольная деформация (положительная при осевом растяжении) вдоль направления  $[hkl]$ . Вектор  $[hkl]$  параллелен оси приложения нагрузки при деформировании, а  $[h'k'l']$  перпендикулярен ей.

Соотношение (2) и величина коэффициента податливости (рис. 1) вдоль отдельных направлений позволяют легко вычислить анизотропные коэффициенты  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$ , а именно:

$$\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle} = 0.44 \times \frac{S_{h'k'l'}}{S_{hkl}}. \quad (5)$$

Если продольное и поперечное направления являются эквивалентными, т.е. обозначаются индексами, приводимыми к одинаковым —  $\langle hkl \rangle$ , то  $\nu_{\langle hkl, hkl \rangle} \approx 0.44$ . В остальных случаях проявляется сильная анизотропия упругих свойств. Среднее значение анизотропного коэффициента Пуассона в табл. 2 сравнивается с величиной  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$ , которая вычислена из полученных в



**Рис. 3.** Деформации  $\varepsilon_{hkl}(\Phi)$  в направлении  $[hkl]$ , определенные из сдвигов пиков  $(hkl)$  в рентгеновских дифрактограммах, снятых после РО (relaxation annealing — RA), и вычисленные для соответствующих эффективных напряжений  $\sigma_{\text{eff}}$  и  $\sigma_{\text{comp}}$ , действующих во время ТМехО. Линиями (сплошными и штриховыми) соединены результаты расчета, которые используются в качестве соответствующих деформаций (растяжений и сжатий), возникших после ТМехО.

эксперименте остаточных деформаций  $\varepsilon_{hkl}$ , возникших после ТМехО при разных растягивающих напряжениях (рис. 2).

Значение  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$  действительно равно 0.44, когда продольное и поперечное направления в решетке нанокристаллов являются эквивалентными, например, когда оба направления эквивалентны или [100], или [110], или [310]. Соответствующие коэффициенты  $\nu_{\langle hkl, hkl \rangle}$ , вычисленные из отношений относительных деформаций, близки к 0.44 для растягивающих напряжений 430 и 477 МПа, но несколько отличаются от 0.44 при 558 МПа. В случае, когда одно из направлений диагональное —  $\langle 111 \rangle$ , деформации решетки определяются из позиций

дифракционного пика (222) в продольной или поперечной дифрактограммах. При этом они сопоставляются с позициями аналогичных пиков в дифрактограммах от недеформированного образца сплава. Однако пики (222) являются наименее интенсивными из тех, которые рассматриваются здесь, поэтому надежно определить их смещения затруднительно. Надежно можно лишь зафиксировать тот факт, что относительные деформации вдоль направлений  $\langle 111 \rangle$  в пределах точности  $5 \cdot 10^{-4}$  равны нулю. С этим связана низкая надежность коэффициентов  $\nu_{\langle 211, 111 \rangle}$  и  $\nu_{\langle 111, 211 \rangle}$ , полученных делением соответствующих относительных деформаций. Более надежны значения  $\nu_{\langle 111, 211 \rangle}$  и  $\nu_{\langle 211, 111 \rangle}$ , полученные с

использованием соответствующих податливостей и соотношения (5). Усреднение параметров упругих свойств в рамках теории упругости и с учетом кубической симметрии по данным рентгендифракционных измерений является достаточно надежным методом определения коэффициентов Пуассона нанокристаллов (табл. 2).

Термическая стабильность деформации нанокристаллов, возникших после ТМехО под действием больших растягивающих нагрузок, была выяснена по изменениям значений относительных деформаций и анизотропных коэффициентов Пуассона при отжиге разной продолжительности без внешних воздействий. Эффективное напряжение  $\sigma_{eff}$ , действующее при ТМехО образцов № 3–7 (табл. 1), имело значения в интервале от 512 до 547 МПа. Длительность отжига образцов без внешнего воздействия при температуре 550°C изменялась от 2.5 min до 1 h. Остаточные после ТМехО деформации  $\varepsilon_{hkl}$  получены из расчетов: продольные пропорциональны эффективному напряжению  $\sigma_{eff}$ , действующему при ТМехО, а поперечные — сжимающему напряжению  $\sigma_{comp} = 0.44 \times \sigma_{eff}$ , и приведены на рис. 3. На рисунке также показаны деформации, определенные из дифрактограмм образцов № 3–7, измеренных после РО. Продолжительности отжигов без внешних воздействий для разных образцов указаны в табл. 1 и на рис. 3.

РО ведет к уменьшению остаточных деформаций: как растяжений, так и сжатий. Это можно объяснить тем, что жесткость окружающей деформированные нанокристаллы аморфной матрицы при температуре РО в какой-то степени уменьшается, и соответственно снижается сжимающее действие матрицы на нанокристаллы. Возможно, что релаксация деформаций решетки нанокристаллов будет эффективнее при более высокой температуре, но при температурах, превышающих 600°C, в матрице начинаются процессы кристаллизации, изменяется фазовый состав, что сопровождается значительным ухудшением магнитомягких свойств сплава [2].

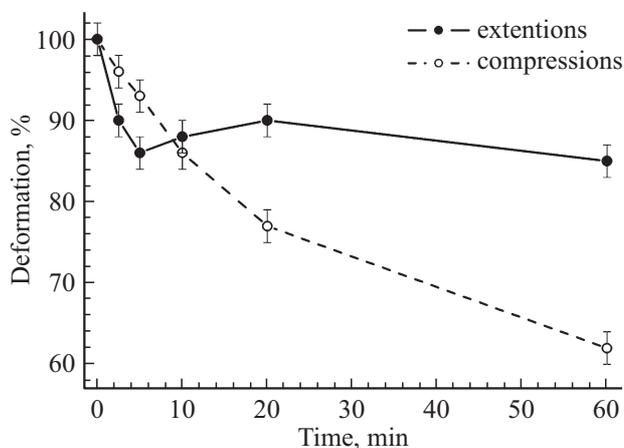


Рис. 4. Уменьшение остаточных деформаций (растяжений и сжатий) при отжиге без внешних воздействий в зависимости от продолжительности выдержки при температуре 550°C.

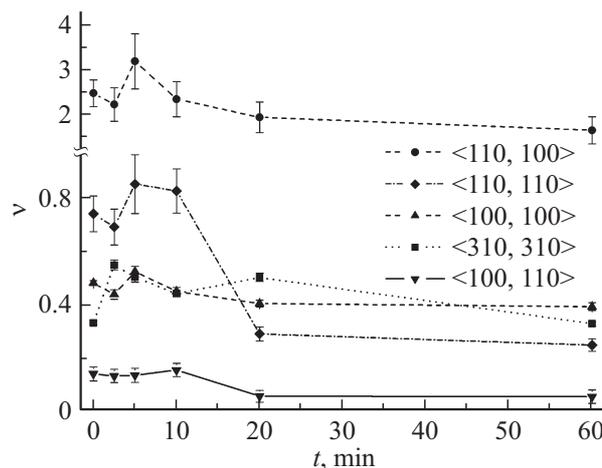


Рис. 5. Зависимость анизотропных коэффициентов Пуассона  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$  от продолжительности релаксационного отжига без внешних воздействий, проведенного после ТМехО.

Увеличение продолжительности отжига усиливает степень релаксации деформаций. На рис. 4 зависимость деформаций, оставшихся после РО, от времени отжига показана качественно, поскольку она получена с помощью арифметического усреднения деформаций вдоль отдельных кристаллографических направлений.

Остаточная деформация за 20 min отжига при 550°C уменьшается: растяжение на 10%, сжатие на 23%, а после 60 min отжига остаточная величина растяжений 85%, а сжатий — 62%. Одновременно уменьшается и изотропный коэффициент Пуассона. После ТМехО, согласно соотношению (3), его величина

$$\nu = \frac{\varepsilon_{\perp}}{\varepsilon_{\parallel}} \approx 0.44,$$

а после отжига в течение 20 min, из-за уменьшения поперечной и продольной деформаций  $\varepsilon'_{\perp} = \varepsilon_{\perp} \times 0.77$  и  $\varepsilon'_{\parallel} = \varepsilon_{\parallel} \times 0.90$ , новое значение равно

$$\nu' = \frac{\varepsilon'_{\perp}}{\varepsilon'_{\parallel}} = 0.38,$$

а через 60 min РО  $\nu' \approx 0.32$ . Последнее значение коэффициента Пуассона уже близко к равновесному значению для массивных образцов сталей или Fe–Si сплава.

Изменение анизотропных коэффициентов Пуассона в зависимости от продолжительности РО при 550°C показано на рис. 5. Значения  $\nu_{\langle hkl, h'k'l' \rangle}$  определены с использованием остаточных деформаций, приведенных на рис. 3, и соотношения (4). Видно, что независимо от индексов  $\langle hkl, h'k'l' \rangle$  они уменьшаются за первые 20 min РО, а затем изменяются слабо.

Из вышеуказанного можно сделать вывод, что термическая стабильность остаточных деформаций нанокристаллов в сплаве  $Fe_{81}Si_6Nb_3B_9Cu_1$  более высокая, чем в сплаве  $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3B_9Cu_1$  [7]. В последнем случае за 20 min РО при температуре 520°C эффект ТМехО,

который определяется по величине плотности энергии поперечной магнитной анизотропии, снижается на 25%. При этом наблюдается пропорциональное уменьшение растяжений решетки нанокристаллов, рассчитанное также простым усреднением, на 29%, и уменьшение сжатий на 40%. После выдержки 90 min при этой же температуре растяжения уменьшаются на 46% (остаточная деформация 54%), сжатия — на 70% (остаточная деформация 30%). Остаточный эффект ТМехО после 90-min РО оценивается в 50%.

#### 4. Заключение

Методом рентгеновской дифракции исследована остаточная деформация решетки нанокристаллов в ленточных образцах магнитомягкого сплава  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$ , которые образовались в процессе кристаллизации под действием большой растягивающей нагрузки. Деформация была определена из смещения пиков в дифрактограммах, измеренных при  $\theta-2\theta$  сканировании как вдоль, так и поперек ленты, т.е. вдоль и поперек направления приложения напряжения при отжиге. Деформация имеет осевую симметрию. Растягивающее напряжение действует вдоль тех кристаллографических осей нанокристаллов, которые ориентированы параллельно оси ленты, и приводит к продольному увеличению соответствующих межплоскостных расстояний. Поперечное напряжение, направленное к центру каждого из нанокристаллов, приводит к деформациям сжатия решетки в поперечном направлении.

Анизотропия деформаций по кристаллографическим осям описывается в рамках теории упругости с учетом кубической симметрии ОЦК-решетки нанокристаллов. Из согласования расчетных и полученных в эксперименте деформаций при учете эффективного растягивающего напряжения можно оценить напряжение сжатия. Оно составляет примерно 0.44 от величины продольного растягивающего напряжения и численно совпадает с изотропным коэффициентом Пуассона. Вычислены анизотропные коэффициенты Пуассона, деформированных Fe—Si-нанокристаллов, как в образцах после ТМехО, так и в образцах, подвергнутых последующему отжигу без внешних воздействий.

Исследована термическая стабильность остаточных деформаций. Отжиг образцов в течение 60 min при температуре 550°C приводит к уменьшению растяжения ОЦК-решетки нанокристаллов на 15%, а сжатия — на 38%. Установлено, что исследованный в настоящей работе сплав  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$ , подвергнутый отжигу под действием большой растягивающей нагрузки, имеет более высокую термическую стабильность остаточных деформаций и соответственно магнитных свойств по сравнению с ранее исследованным сплавом  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  [7].

Как известно [2], в процессе первичной кристаллизации сплава FeSiNbBCu формируется аморфная матрица

и  $\alpha\text{-FeSi}$  нанокристаллы, имеющие размеры 10–12 nm. Матрица разделяет нанокристаллы и препятствует их дальнейшему росту. В состав матрицы входят Fe, Nb и B. Кроме того, в нее внедрены небольшие (до 5 nm) кластеры меди. Следует отметить важную роль аморфной матрицы в сохранении остаточных деформаций решетки нанокристаллов, которые определяют магнитные свойства нанокристаллов в фанмет-сплаве после ТМехО и, следовательно, магнитные свойства сплава как целого. Из-за небольшого содержания железа в матрице ее магнитный момент не превосходит 0.1 намагниченности всего сплава. Температура Кюри не превосходит 400°C. Влияние матрицы на магнитные свойства сплава незначительно. В настоящей работе показано, что ее механические свойства (высокая жесткость) обеспечивают сохранение приобретенных при отжиге под нагрузкой деформаций. При отжиге без внешних воздействий снижение механической жесткости матрицы недостаточно для полного исчезновения деформаций, таким образом, матрица обеспечивает термическую стабильность деформаций и соответственно магнитных свойств сплава.

Энергию деформаций нанокристаллов можно записать [11] в виде

$$\Psi = \frac{1}{2} \sum_{i,j} c_{ij} \varepsilon_i \varepsilon_j,$$

где  $c_{ij}$  — компоненты модуля упругости,  $\varepsilon_i$  и  $\varepsilon_j$  — деформации. Следовательно, при одинаковой величине остаточных деформаций их энергия тем больше, чем больше модуль упругости материала. Его величина должна возрастать, если тенденция изменения упругих свойств нанокристаллов с увеличением концентрации кремния такая же, как и в кристаллах сплава Fe—Si. При изменении концентрации кремния в нанокристаллах от 0.085 в сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  до 0.19 в  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  [2], это увеличение достигает 10% [16]. Возможно, именно такой рост энергии деформации нанокристаллов в сплаве  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$  объясняет большую степень релаксации деформаций в них при отжиге без внешних воздействий. Обоснованно предполагается [2], что химический состав аморфной матрицы и ее упругие свойства при температуре отжига (520–550°C) не изменяются, т.е. не зависят от средней концентрации кремния.

#### Список литературы

- [1] Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi. *J. Appl. Phys.* **64**, 6044 (1988).
- [2] G. Herzer. In: *Handbook of Magnetic Materials* / Ed. K.H.J. Buschow. Elsevier Science, NY (1997). V. 10. Ch. 3. P. 415.
- [3] Y. Yoshizawa. In: *Handbook of advanced magnetic materials*. V. 4. Properties and applications / Ed. Yi Liu, D.J. Sellmyer, D. Shindopp. Springer, NY (2006). P. 124.
- [4] В.В. Сериков, Н.М. Клейнерман, Е.Г. Волкова, В.А. Лукшина, А.П. Потапов, А.В. Свалов. *ФММ* **102**, 290 (2006).

- [5] N.V. Ershov, Yu.P. Chernenkov, V.I. Fedorov, V.A. Lukshina, N.M. Kleinerman, V.V. Serikov, A.P. Potapov, N.K. Yurchenko. In: Nanocrystal / Ed. Y. Masuda. InTech, Rijeka (2011). P. 415.
- [6] G. Bertotti, F. Fiorillo. In: Landolt–Bornstein. Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology. New Series. Group III / Ed. H.P.J. Wijn. Springer, Berlin (1994). V. 19. P. 55. <http://www.springermaterials.com>
- [7] Н.В. Ершов, Н.В. Дмитриева, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров, А.П. Потапов. ФТТ **54**, 1705 (2012).
- [8] Н.В. Ершов, В.А. Лукшина, В.И. Федоров, Н.В. Дмитриева, Ю.П. Черненко, А.П. Потапов. ФТТ **55**, 460 (2013).
- [9] Н.В. Ершов, Ю.П. Черненко, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, А.П. Потапов. ФТТ **56**, 2146 (2014).
- [10] J.R. Weertman. Mechanical Behavior of Nanocrystalline Metals. In: Nanostructured Materials. Processing, Properties, and Applications. Second Edition / Ed. Carl C. Koch, North Carolina State University, Raleigh, North Carolina. William Andrew Publishing, USA (2007). P. 537.
- [11] V.A. Lukshina, I.V. Gervasyeva, N.M. Kleinerman, V.V. Serikov, N.V. Dmitrieva. Phys. Met. Met. **91**, S1, S147 (2001).
- [12] M. Ohnuma, K. Hono, T. Yanai, M. Nakano, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa. Appl. Phys. Lett. **86**, 152513 (2005).
- [13] Ю.П. Черненко, Н.В. Ершов, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, А.П. Потапов. ФТТ **52**, 514 (2010).
- [14] J.F. Nye, Physical properties of crystals. Oxford University Press, Oxford (1992). [Дж. Най. Физические свойства кристаллов и их описание при помощи тензоров и матриц. Мир, М. (1967) 386 с.]
- [15] Л.Ф. Луцкая. ФТТ **30**, 932 (1988).
- [16] G. Bertotti, F. Fiorillo. In: Landolt–Bornstein. Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology. New Series. Group III / Ed. H.P.J. Wijn. Springer, Berlin (1994). V. 19. P. 45; <http://www.springermaterials.com>