

01,05

Эволюция магнитных свойств аморфного сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ при деформации и последующей термообработке

© Е.А. Першина, Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, Д.В. Матвеев

Институт физики твердого тела РАН,
Черноголовка, Россия

E-mail: pershina@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 1 августа 2014 г.)

Исследовались структура и свойства аморфного сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ после интенсивной пластической деформации и последующей термообработки. Деформация осуществлялась по методу кручения под высоким давлением при комнатной температуре. Термообработка производилась при температурах ниже температуры кристаллизации сплава. Исследования проводились методами рентгенографии, просвечивающей электронной микроскопии и методом вибрационного магнитометра.

Показано, что минимальное значение коэрцитивной силы (1.7 Ое) соответствует исходному состоянию, а при увеличении степени деформации оно возрастает вплоть до 2.6 Ое.

Установлено, что термообработка продеформированного сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ улучшает его магнитомягкие характеристики. Последовательные отжиги в течение 1, а затем 2 h при температуре 200°C привели к уменьшению коэрцитивной силы образцов с 2.6 до 2.0 Ое.

Работа выполнена частично при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 12-02-00537 и 13-02-00232).

1. Введение

К наиболее интересным и важным направлениям современной физики конденсированного состояния относятся задачи создания и изучения новых материалов. Именно такими задачами являются исследование и получение нанокристаллических сплавов, обладающих комплексом высоких физических свойств. Одним из способов получения нанокристаллических сплавов является контролируемая кристаллизация аморфных сплавов. Этим способом были получены аморфно-нанокристаллические сплавы на основе железа, обладающие уникальными гистерезисными свойствами. Так, в частично кристаллических сплавах системы $\text{Fe}-\text{Si}-\text{B}-\text{Cu}-\text{Nb}$ (Finemet) наблюдаются значения коэрцитивной силы около 5 А/м и намагниченность насыщения 1.3 Т [1]. Возможность улучшения магнитных свойств аморфных сплавов является стимулом для разработки новых составов сплавов, совершенствования способов их изготовления и режимов обработки.

Сплавы типа Finemet основываются на аморфном сплаве системы $\text{Fe}-\text{Si}-\text{B}$ с небольшими добавками меди (1%) и ниобия (3%). Эти элементы необходимы для образования при кристаллизации аморфного сплава наноструктуры. Однако их присутствие ухудшает магнитные свойства, понижая, в частности намагниченность насыщения. Другим способом образования аморфно-нанокристаллической структуры является деформационное воздействие на аморфные сплавы. Использование методов интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяет кристаллизовать аморфные сплавы с образованием нанокристаллической структуры [2–4]. В этом случае появляется возможность расширить композиционные рамки составов аморфных сплавов, при кристаллизации которых образует-

ся аморфно-нанокристаллическая структура. Например, путем ИПД в сплаве системы $\text{Fe}-\text{Si}-\text{B}$ была сформирована аморфно-нанокристаллическая структура [5], в то время как при термообработке нанокристаллическая структура в таких сплавах не образуется. Образование в сплаве системы $\text{Fe}-\text{Si}-\text{B}$ аморфно-нанокристаллической структуры позволило существенно увеличить в нем намагниченность насыщения (на 40%) и превзойти уровень намагниченности насыщения для сплавов типа Finemet [6]. Однако очевидно, что деформация сплава должна приводить к изменению и его других магнитных характеристик, в частности, коэрцитивной силы. Данная работа посвящена изучению поведения коэрцитивной силы при образовании в аморфном сплаве системы $\text{Fe}-\text{Si}-\text{B}$ деформационным воздействием нанокристаллической структуры и ее изменению при последующей термообработке.

2. Материалы и методы

Аморфные ленты $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ были получены методом скоростной закалки расплава на быстродвижущийся диск. Толщина лент составляла около 0.02 мм, ширина — около 10 мм.

Деформационное воздействие осуществлялось методом кручения под высоким давлением. Образец помещался между двумя наковальнями, верхняя из которых вращается, нижняя остается неподвижной. Все образцы деформировались при комнатной температуре и давлении 4 ГПа. После деформации образцы имели форму диска диаметром ~ 3 мм. Степень деформации образцов определялась числом поворотов пуансона N ($N = 3, 5$). При таких условиях истинная логарифмическая степень деформации (ϵ) составляла около 7.

Закалочные напряжения в деформированных образцах снимались путем отжига в муфельной печи. Температура и длительность отжигов выбирались таким образом, чтобы в сплаве не происходили фазовые превращения. В таком случае изменения магнитных характеристик будут связаны только с уменьшением деформационных напряжений. Образцы предварительно помещались в кварцевую ампулу, откаченную до 10^{-7} – 10^{-8} Torr, и отжигались последовательно в течение 1 h при $120^\circ C$, в течение 1, 2, а затем 4 h при $200^\circ C$.

Структура и фазовый состав образцов анализировались методами рентгенографии (дифрактометр SIEMENS D-500, $CoK_{\alpha 1}$ -излучение) и просвечивающей электронной микроскопии (JEOL — 100 CXII, ускоряющее напряжение — 100 kV).

Измерения магнитных характеристик производились при помощи вибрационного магнитометра. Значения намагниченности насыщения (M_s) и коэрцитивной силы (H_c) исследуемых образцов определялись по кривым намагничивания $M = M(H)$. Все измерения проводились при комнатной температуре. Максимальное поле (H), прикладываемое к образцам, составляло 5.5 kOe. Поле прикладывалось вдоль поверхности образцов.

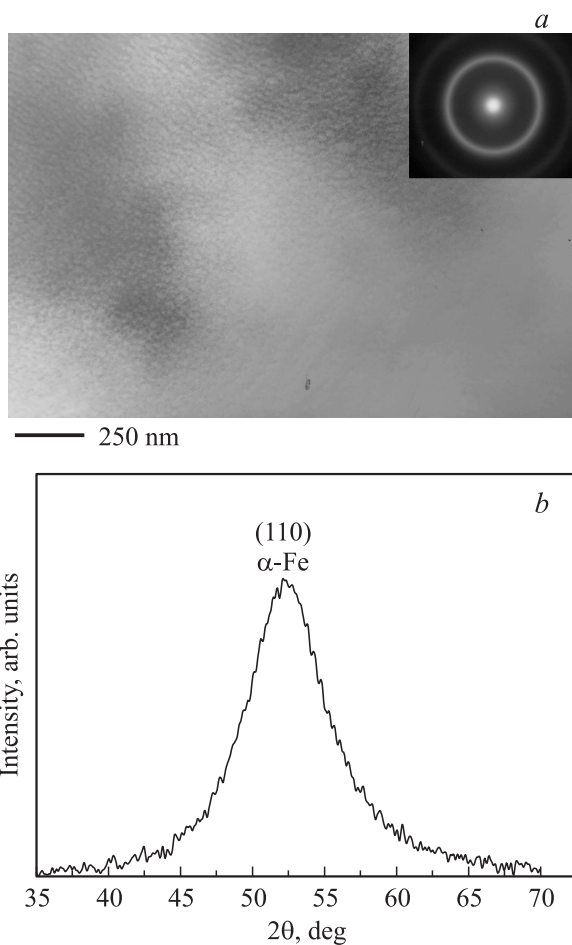


Рис. 1. Микроструктура и электронограмма (вставка) (a) и рентгенограмма (b) исходного сплава $Fe_{78}Si_{13}B_9$.

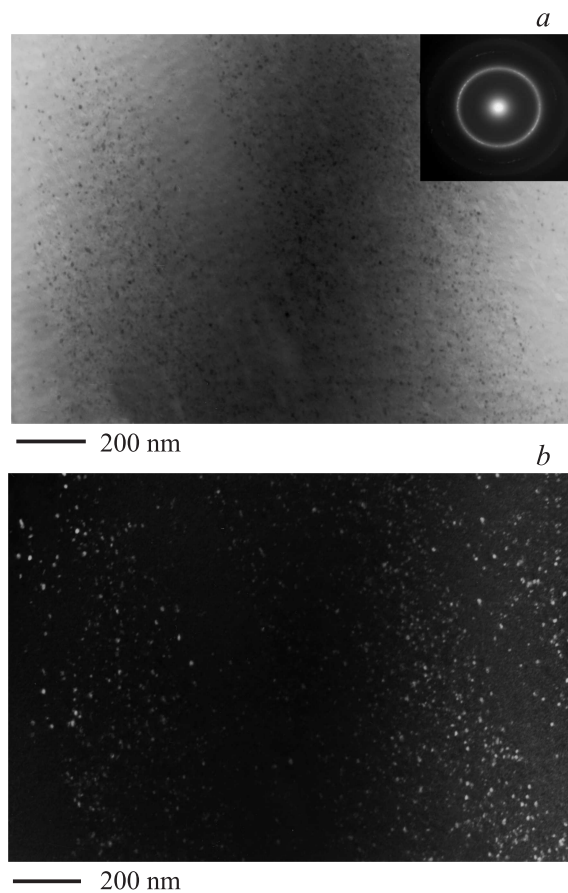


Рис. 2. Микроструктура сплава $Fe_{78}Si_{13}B_9$ после ИПД при $N = 3$: светлопольное (a) и темнопольное изображения (b).

3. Результаты и обсуждение

Исходные образцы были аморфными. На электронно-микроскопических изображениях исходного сплава не было никаких признаков кристаллических фаз (рис. 1, a). Соответствующие рентгенограммы содержат только гало, типичные для аморфной структуры, а отражений от кристаллов не наблюдалось (рис. 1, b).

Во время ИПД в структуре образцов происходит образование нанокристаллов. На рис. 2, a представлены микроструктура и электронограмма образца после деформации при $N = 3$. Электронограмма данного образца (рис. 2, a, вставка) состоит из широких диффузных колец, соответствующих аморфной структуре, и отдельных рефлексов на них, относящихся к выделениям кристаллической фазы. Как видно на темнопольном изображении (рис. 2, b), полученном в первом кольце, выделяющиеся кристаллы располагаются в аморфной матрице. При этом размер данных нанокристаллических включений не превышает 10 nm.

Анализ рентгенограмм подтвердил данные микроскопии: дифракция от образцов представляет собой суперпозицию отражений от нанокристаллов ОЦК Fe (Si) и аморфной матрицы.

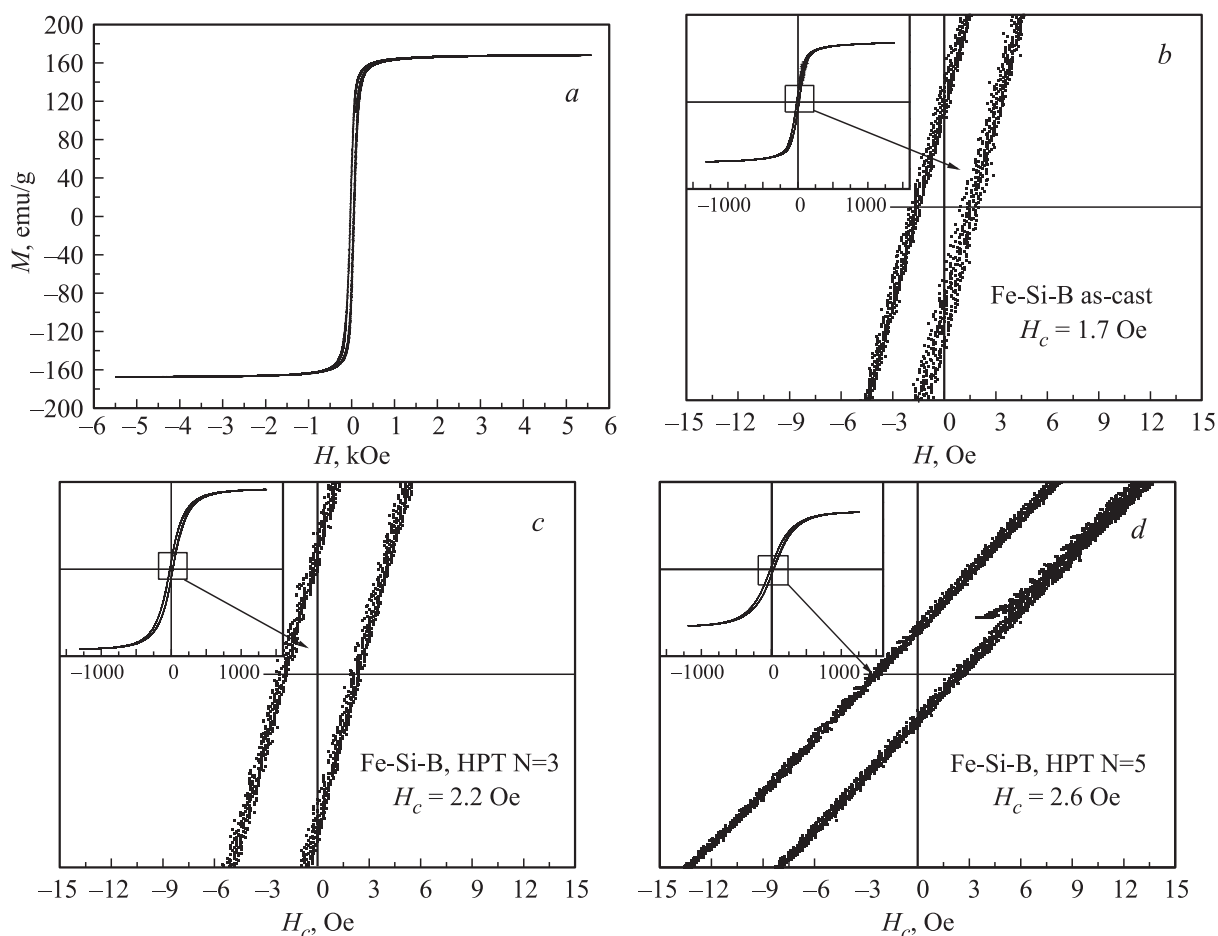


Рис. 3. Петля гистерезиса исходного образца (а). Участок петли гистерезиса сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ вблизи $H = 0$ до (b) и после ИПД при $N = 3$ (c) и при $N = 5$ (d).

Были проведены измерения магнитных свойств деформированных образцов. На рис. 3,а представлена петля гистерезиса исследуемого сплава в исходном состоянии, а на рис. 3, b–d участки петель гистерезиса, иллюстрирующие изменения коэрцитивной силы исследуемых образцов при деформации.

Как видно из рис. 3, b–d, минимальное значение $H_c = 1.7$ Oe соответствует исходному образцу. Коэрцитивная сила образцов после ИПД составляет 2.2 и 2.6 Oe для $N = 3$ и 5 соответственно. Таким образом, увеличение деформации приводит к существенному повышению коэрцитивной силы, причем наблюдается корреляция величины коэрцитивной силы образцов со степенью деформации (рис. 4).

Увеличение H_c с деформацией представляется довольно естественным. При деформации аморфных сплавов, в том числе и исследуемых, в них происходит образование полос сдвига [6,7]. Согласно [8], в таком случае в образце возникают неоднородности, связанные с образованием и пересечением полос сдвига. В этих областях накапливается упругая энергия, возникающая за счет повышения концентрации напряжений и т.д. Поэтому совершенно справедливо было ожидать увеличения коэрцитивной силы (H_c) материала при увеличении степени его де-

формации. Таким образом, пластическая деформация аморфных сплавов проявляется не только через изменение структуры, но и через повышение уровня внутренних напряжений [8], что отрицательно сказывается на

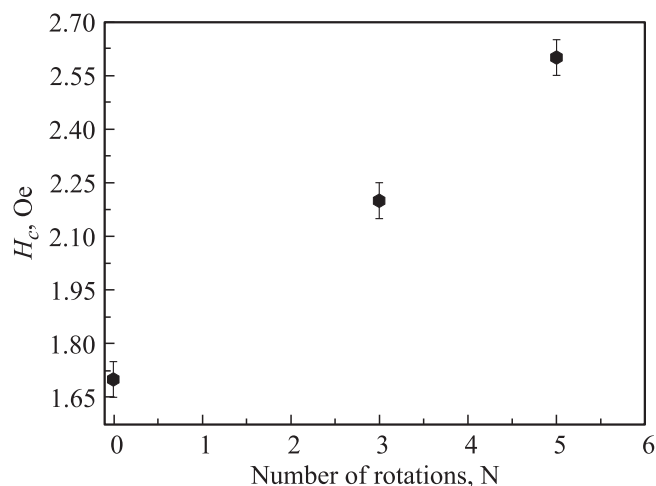


Рис. 4. Зависимость коэрцитивной силы образцов $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ от степени деформации при ИПД.

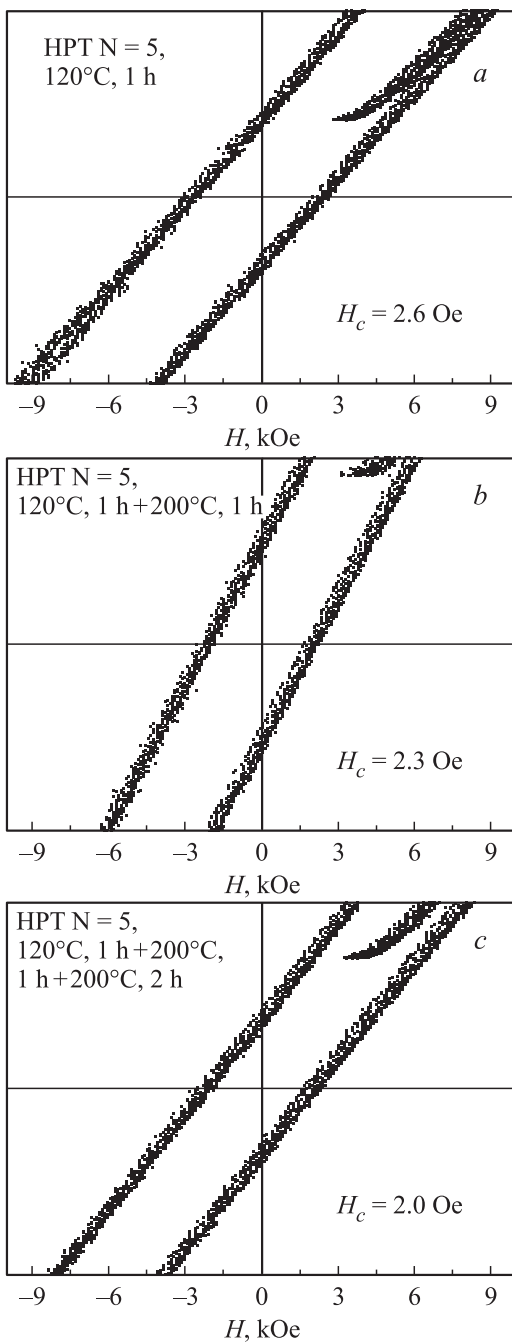


Рис. 5. Кривые гистерезиса образцов $Fe_{78}Si_{13}B_9$ вблизи $H = 0$ после деформации при $N = 5$ и при последующей изотермической обработке.

магнитномягких свойствах образцов. Важным является вопрос, как можно уменьшить величину коэрцитивной силы и, следовательно, минимизировать потери на перемагничивание деформированного материала.

В данной работе мы попытались, применяя к деформированным сплавам отжиг ниже температуры кристаллизации, устранить локальные остаточные напряжения, возникшие в результате деформации материала, и тем самым добиться улучшения магнитных характеристик деформированного материала. При термообработке в

аморфных материалах протекают процессы структурной релаксации, вследствие чего эти сплавы могут становиться более магнитномягкими.

Чтобы устранить напряжения, внесенные деформацией, были произведены изотермические отжиги деформированных образцов. После отжига в течение 1 h при температуре $120^\circ C$ коэрцитивная сила образца после ИПД при $N = 5$ не изменилась. Последовательные отжиги в течение 1 и 2 h при более высокой температуре ($200^\circ C$) привели к заметному уменьшению коэрцитивной силы образцов с 2.6 до 2.3 и 2.0 Oe соответственно. Дальнейшая термообработка этих же образцов в течение 4 h при температуре $200^\circ C$ не изменила H_c исследуемого образца. Изменение петель гистерезиса вблизи $H = 0$ образца, деформированного при $N = 5$, после рассматриваемых отжигов показано на рис. 5, *a–c*. При этом значение намагниченности насыщения оставалось неизменным. Видно, что при нагреве деформированных материалов за счет протекания процессов структурной релаксации, устраняются напряжения, внесенные ИПД.

4. Заключение

Показано, что:

- коэрцитивная сила сплава $Fe_{78}Si_{13}B_9$ увеличивается при увеличении степени деформации;
- термообработка деформированного $Fe_{78}Si_{13}B_9$ с нанокристаллической структурой при температурах ниже температуры кристаллизации аморфной фазы уменьшает коэрцитивную силу при практически неизменной намагниченности насыщения.

Подобная термообработка приводит к улучшению магнитномягких свойств аморфно-нанокристаллических образцов, полученных ИПД аморфных сплавов. Как было указано выше, в наших экспериментах применение ИПД к аморфным сплавам увеличивало коэрцитивную силу материала.

Список литературы

- [1] Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi. *J. Appl. Phys.* **64**, 6044 (1988).
- [2] R.Z. Valiev, M.J. Zehetbauer. *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim (2004). P. 109.
- [3] M. Lopez, P. Marin, P. Agudo, I. Carabias, J. de la Venta, A. Hernando. *J. Alloys Comp.* **434–435**, 199 (2006).
- [4] G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, S.V. Dobatkin, S.D. Kaloshkin, D.V. Matveev, O.G. Rybchenko, E.V. Tatiyanin, I.I. Zverkova. *J. of Metastable and Nanocrystalline Materials* 24-25, 69-72 (2005).
- [5] G. Abrosimova, A. Aronin, D. Matveev, O. Rybchenko. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **25**, 52 (2010).
- [6] G. Abrosimova, A. Aronin, D. Matveev, E. Pershina. *Mater. Lett.* **97**, 15 (2013).
- [7] Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, С.В. Добаткин, И.И. Зверькова, Д.В. Матвеев, О.Г. Рыбченко, Е.В. Татянин. *ФТТ* **49**, 983 (2007).
- [8] К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото. *Аморфные металлы*. Металлургия, М. (1987). 328 с.