

04;05.2;12

©1995

ПЛАЗМЕННО-НАПЫЛЕННЫЕ АМОРФНЫЕ СПЛАВЫ Co-Ni-Fe-B-Si: СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

А.А.Лепешев, Р.С.Исхаков, Е.А.Денисова, В.Н.Саунин

1. Плазменно-напыленное покрытие сплава $\text{Co}_{58}\text{Ni}_{10}\text{Fe}_5\text{B}_{16}\text{Si}_{11}$ (в дальнейшем CoNiFeBSi), представляющее собой конгломерат из затвердевших чешуйчатых частиц, может быть получено в аморфном состоянии вплоть до толщин 12 мм. Интерес к аморфным сплавам CoNiFeBSi обусловлен техническими характеристиками этого материала (нулевая магнитострикция, высокий уровень начальной и максимальной магнитной проницаемости и т.д.). Однако область практического применения данного материала ограничена тем, что аморфный сплав изготавливают сверхбыстрой закалкой расплава тонкой фольги толщиной до 30 мкм. Последнее стимулирует развитие таких технологических методик получения массивных аморфных сплавов, как горячее прессование [1,2], взрывное прессование [3-5]. К этому ряду технологических методик следует отнести и плазменное напыление. В то же время модификации атомной структуры плазменно-напыленного массивного аморфного сплава могут существенно отличаться от известных ранее, так как в ходе получения этот материал подвергается циклическому нагреву-охлаждению, вследствие закали малых порций расплава на ранее затвердевших частицах. Данная работа посвящена изучению магнитными методами трансформаций структуры плазменно-напыленных массивных покрытий из аморфного сплава CoNiFeBSi в зависимости от модификации режимов напыления.

2. Аморфные покрытия напылялись на медную охлаждаемую основу в среде аргоногелиевой плазмы при помощи дугового разряда. В процессе напыления проводился отсос разогретых газов и дополнительный обдув аргоном закалочной поверхности, что позволило управлять термосиловым воздействием высокотемпературного газового потока на напыляемое покрытие [6]. В качестве основных параметров напыления выбраны мощность дугового разряда P , обуславливающая температуру (и скорость) расплавленных частиц, и температура подложки T_k , определяющая скорость закали покрытия (см. врезку рис. 1,а). Использовался порошок прецизионного сплава $\text{Co}_{58}\text{Ni}_{10}\text{Fe}_5\text{B}_{16}\text{Si}_{11}$, получаемый в ИПС ЦНИИ ЧМ размолот в шаровых мельницах

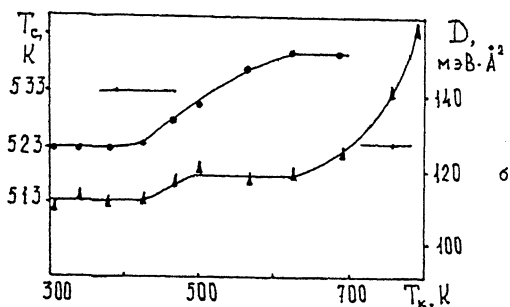
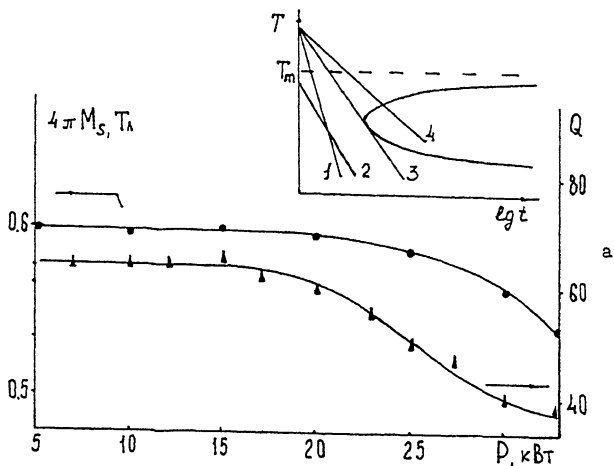


Рис. 1. а — Зависимости намагниченности насыщения M_s и теплоты кристаллизации Q плазменно-напыленных аморфных покрытий CoNiFeBSi от мощности дугового разряда P . На врезке: схематическое изображение ТВП-диаграммы, где прямыми охлаждения ($1-4$) иллюстрируется влияние температуры расплава и скорости закалки на структурное состояние покрытия; б — зависимости температуры Кюри T_c и обменной жесткости D аморфных покрытий CoNiFeBSi от скорости закалки (температуры подложки).

охлажденных быстрозакаленных фольг. Контроль структурного состояния покрытия проводился рентгенографическим анализом (ДРОН-2) и электронной дифракцией.

Магнитные измерения проводились на вибрационном магнитометре в интервале температур от 77 до 1000 К и полей до 20 кЭ. Из низкотемпературного хода намагниченности насыщения $M_s(T) = M_0 - b(T/D)^{3/2}$ (b — константа) определялись величины намагниченности насыщения M_0 и коэффициент спин-волновой (обменной) жесткости D , характеризующие композиционное и топологическое

ближнее окружение в аморфных сплавах. По линейным участкам $M^2(T) \sim (T_c - T)$ высокотемпературных термомагнитных кривых находилась температура Кюри T_c этих ферромагнитных сплавов. Специальной обработкой кривых намагничивания до насыщения $M(H)$ (метод корреляционной магнитометрии — см., например, [7,8]) находили величину поля локальной анизотропии H_a и размер области пространственной однородности ориентации оси этой анизотропии r_a .

3. Вариации мощности дугового разряда P вплоть до 30 кВт температуры подложки T_k до 700 К согласно дифракционным данным к каким-либо существенным изменениям в структуре аморфных покрытий CoNiFeBSi не приводят. И все же некие модификации структуры покрытий в указанной области изменений технологических параметров происходят. На рис. 1,а приведены зависимости теплоты кристаллизации Q и намагниченности насыщения M_s этих аморфных покрытий. Видно, что при $P < 20$ кВт величины Q и M_s практически постоянны. Но при увеличении мощности распыления до 30 кВт наблюдается уменьшение величин Q и M_s на 30 и 6% соответственно. Эти результаты свидетельствуют об изменениях топологического и композиционного ближнего окружения в аморфном покрытии. Известно, что величина теплоты кристаллизации характеризует степень разупорядоченности структуры аморфных сплавов. В нашем случае величина Q меняется от половины теплоты плавления до $1/3$, т.е. структура аморфного сплава упорядочивается. Последнее согласуется с выводами, следующими из анализа ТВП-диаграммы (температура-время-превращение), схематично представленной на врезке рис. 1,а. Действительно, увеличение температуры расплавленных частиц (ордината прямых охлаждения) при условии постоянства величины скорости закалки (наклон прямых 2,3) приводит к упорядочению структуры аморфного сплава вплоть до кристаллизации. Следовательно, величина мощности дугового разряда P при плазменном напылении аморфного покрытия CoNiFeBSi должна быть ограничена ($P < 20$ кВт).

На рис. 1,б приведены величины T_c и обменной жесткости D аморфных покрытий CoNiFeBSi в зависимости от величины T_k ($P = 18$ кВт). Увеличение T_k , согласно ТВП-диаграмме (рис. 1,а), приводит к уменьшению скорости закалки сплава (или к увеличению угла наклона прямой охлаждения — прямые 1,3,4) и должно стимулировать упорядочение структуры. Экспериментальные результаты хорошо иллюстрируют справедливость этого предположения. При $T_k < 420$ К величины T_c и D практически неиз-

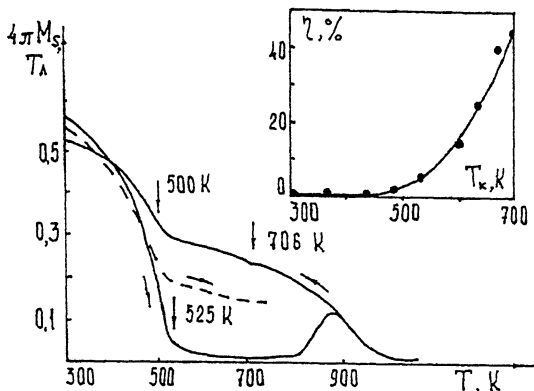


Рис. 2. Температурные зависимости намагниченности насыщения M_s покрытий CoNiFeBSi .

Штриховая линия — аморфное покрытие, полученное при $T_k = 670$ К. На врезке — весовая доля η второй ферромагнитной фазы.

менны, увеличение T_k до 650 К приводит к увеличению D и T_c (на 10 и 4% соответственно), дальнейшее увеличение T_k приводит к частичной кристаллизации аморфного покрытия ($D_{\text{крист}} = 200 \text{ мЭВ} \cdot \text{А}^2$).

4. Вариации режимов напыления при получении аморфных покрытий CoNiFeBSi стимулируют также композиционное упорядочение. На рис. 2 приведены термомагнитные кривые $M_s(T)$ нагрева аморфного покрытия и охлаждения образовавшейся кристаллической системы (скорость $30^\circ\text{C}/\text{мин}$). На кривой нагрева проявляется T_c аморфного покрытия и его температура кристаллизации ($T_{\text{кр}} = 810$ К). На кривой охлаждения проявляются T_c трех ферромагнитных фаз, составляющих закристаллизованное покрытие. (Отметим уменьшение величины M_s , согласующееся с аналогичным уменьшением M_s на рис. 1, а.) На рис. 2 также представлена кривая нагрева аморфного покрытия CoNiFeBSi , полученного при $T_k = 670$ К. Видно, что в аморфном покрытии в докристаллизационной области формируется некая ферромагнитная фаза, отличная от исходной. На врезке рис. 2 приведена качественная оценка весового содержания этой фазы в зависимости от величины T_k . Оказалось, что увеличение $T_k > 450$ К стимулирует фазовое расслоение в аморфном состоянии сплава.

5. Величины намагниченности M_0 , обменной жесткости D , поля локальной анизотропии H_a , размера области ее однородной ориентации r_a , измеренные на исходной аморфной фольге, охрупченной фольге, порошке и плазменно-напыленном в оптимальном режиме аморфном покрытии

	M_0 , Гс	D , мэВ · А ²	H_a , кЭ	r_a , А
Исходная аморфная фольга	600	117	1	120
Охрупченная фольга	580	117	2.5	70
Порошок (размол фольги)	580	110	14	70
Покрытие	600	110	1	100

CoNiFeBSi собраны в таблицу. Анализ представленных результатов свидетельствует о неизменности топологического и композиционного ближнего порядка (масштаб ~ 1 нм) сплава CoNiFeBSi как в ходе передела аморфной фольги, так и при плазменном напылении (следует из постоянства M_0 и D). Величины H_a и r_a формируются характеристиками субмикроструктуры материала (например, H_a содержит вклад внутренних напряжений) и, как видно из таблицы, существенно изменяются. Так, H_a и r_a аморфных покрытий CoNiFeBSi близки к H_a и r_a исходных аморфных фольг и значительно отличаются от H_a и r_a охрупченных фольг и порошка. Последнее свидетельствует о сходстве и отличиях соответствующих характеристик субмикроструктуры аморфных сплавов CoNiFeBSi (масштаб ~ 10 нм) в различных морфологических реализациях.

Таким образом, магнитными методами установлена область возможных вариаций технологических режимов плазменного напыления аморфных покрытий с ближним и средним порядком, идентичным исходно заданным.

Список литературы

- [1] Грязнов Г.М., Лаповок В.Н., Трусов Л.И. и др. // ДАН СССР. 1982. Т. 267. № 3. С. 619–622.
- [2] Stephenson D.J. // Mat. Sci. Technol. 1992. V. 8. N 9. P. 753–759.
- [3] Роман О.В., Горобцов В.Г., Пикус И.М. // Порошковая металлургия. 1983. № 7. С. 3–8.
- [4] Исхаков Р.С., Курко В.И., Кузюеников А.А. и др. // ДАН СССР. 1985. Т. 284. № 4. С. 854–857.
- [5] Murr L.E., Shancar S., Hare A.W., Staudhammer K.P. // Scripta Met. 1983. V. 17. N 11. P. 1353–1357.
- [6] Александров К.С., Васильев А.Д., Звягинцев Н.Н., Лепешев А.А. // ЖТФ. 1989. Т. 59. В. 8. С. 158–160.
- [7] Исхаков Р.С., Карпенко М.М., Попов Г.В., Овчаров В.П. // ФММ. 1986. Т. 61. № 2. С. 265–272.
- [8] Попков Ю.А., Сизова З.И., Николенко Ю.А., Папуш Е.В. // Укр. физ. журн. 1990. Т. 35. № 3. С. 410–414.