

Структура сплавов α -FeSi с 8 и 10 at.% кремния

© Н.В. Ершов¹, Ю.П. Черненко², В.А. Лукшина¹, В.И. Федоров²

¹ Институт физики металлов УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

² ФГБУ Петербургский институт ядерной физики им.Б.П. Константинова, НИЦ КИ,
Гатчина, Ленинградская обл., Россия

E-mail: nershov@imp.uran.ru

(Поступила в Редакцию 12 марта 2012 г.)

Атомная структура монокристаллических образцов сплавов $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ ($x = 0.08$ и 0.10) исследовалась методом рентгеновской дифракции. Показано, что в ОЦК решетке сплавов имеются кластеры с локальным упорядочением $B2$ -типа, которые характерны для сплавов обедненного состава, $x = 0.05$ – 0.06 . Фаза Fe_3Si (структура $D0_3$) обнаружена при концентрациях $x = 0.08$ и 0.10 . Объемная доля областей фазы Fe_3Si растет как с увеличением содержания кремния в сплаве $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$, так и в процессе отжига образцов с данной концентрацией кремния при температуре 450°C . На основании полученных результатов сделан вывод о том, что анизотропное распределение $B2$ -кластеров, возникшее в процессе термомагнитной или термомеханической обработки, является ответственным за наведение и стабильность одноосной магнитной анизотропии в сплавах $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ ($x = 0.05$ – 0.10).

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект № 10-02-00435) и президиума РАН (проект № 12-П-23-2005).

Введение

Значительное улучшение магнитных свойств сплавов α -FeSi с высоким содержанием железа, которые являются базовыми для электротехнических сталей, достигается термомагнитной или термомеханической обработкой. В результате обработки наводится магнитная анизотропия, ось которой совпадает с одной из осей легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$. При измерении вдоль этой оси наблюдаются снижение коэрцитивной силы и рост остаточной индукции, а петля гистерезиса становится более прямоугольной.

Эффект, достигнутый в результате обработки образцов сплава $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$, зависит от содержания кремния x . Так, эффективность отжига в постоянном магнитном поле увеличивается от нулевого уровня для чистого железа, достигает максимума при $x \sim 0.08$, а в дальнейшем уменьшается до нуля при $x = 0.14$ [1]. Температура, при которой имеет место активация диффузионного процесса и термообработка становится эффективной, от 300°C и выше [2], но не превосходит температуру Кюри T_C . Стабильность магнитных свойств, полученных в результате обработки, также сохраняется вплоть до температур, при которых диффузия атомов в сплаве становится существенной: в образцах сплава Fe–Si при температуре 250°C магнитные свойства не изменяются, но при более высокой температуре энергия наведенной магнитной анизотропии уменьшается (вплоть до нуля), и тем быстрее, чем выше температура. Понятно, что первопричиной изменения магнитных свойств является изменение локальной структуры, происходящее в процессе термообработки. Гипотеза о том, что эффект термомагнитной или термомеханической обработки обу-

словлен особым структурным состоянием сплава, появилась довольно давно [3,4]. Предполагалось, что при термообработке образуются пары атомов примеси, преимущественно ориентированные в направлении магнитного поля или механического растяжения. После охлаждения направленное упорядочение примесных атомов сохраняется и обеспечивает анизотропию магнитных свойств.

В соответствии с равновесной фазовой диаграммой сплава железо-кремний [5], воспроизведенной на рис. 1, при небольших концентрациях кремния имеются области: α -фазы, которая представляет собой неупорядоченный твердый раствор замещения железа кремнием в ОЦК решетке (структура $A2$), и двух упорядоченных фаз α_1 и α_2 со структурами $D0_3$ и $B2$ соответственно. Последние показаны на рис. 2. Структуре $D0_3$ соответствует стехиометрия Fe_3Si при концентрации кремния $x = 0.25$. В $D0_3$ решетке ближайшие атомы кремния располагаются на расстоянии третьих соседей друг от друга. В решетке с $B2$ упорядочением (структура типа CsCl), которая характеризуется эквиатомным составом, атомы кремния являются вторыми соседями. Наиболее вероятной причиной возникновения осевой магнитной анизотропии является локальное упорядочение. Подтверждением этому могут служить результаты нейтрон-дифракционных исследований [6], из которых следует, что при увеличении концентрации кремния ($x \geq 0.08$) в сплавах $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ быстро развивается дальнейшее упорядочение $D0_3$ типа, при этом эффект термомагнитной обработки снижается и не наблюдается при $x \geq 0.14$ [1].

Исследования особенностей атомной структуры монокристаллических образцов железокремнистых сплавов при концентрации кремния $x = 0.05$, 0.06 и 0.08 методами рентгеновской дифракции [7,8] и ЯГР-спектроско-

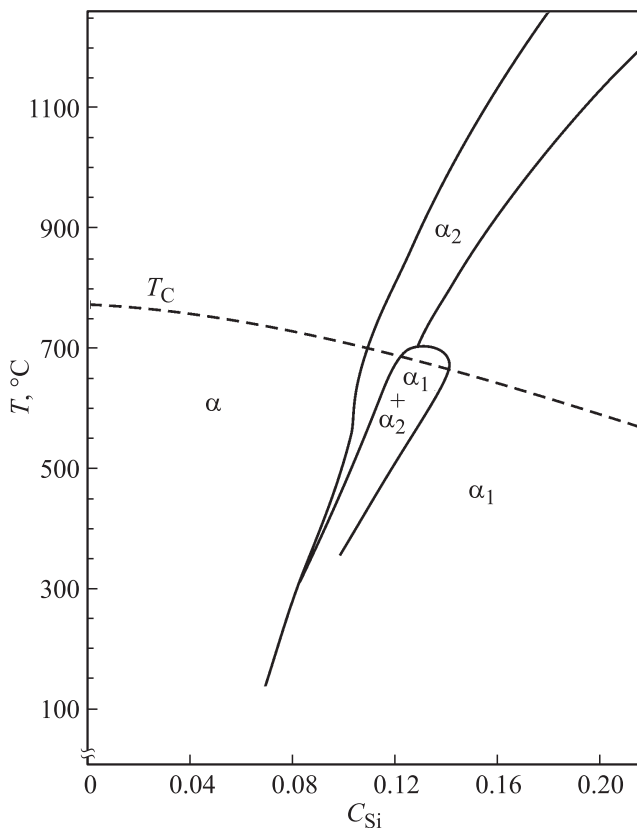


Рис. 1. Богатая железом часть фазовой диаграммы сплавов Fe–Si (данные работы [5]). γ -фаза не показана. Штриховой линией отмечена температура Кюри T_C . Фазы α , α_1 и α_2 соответствуют кристаллографическим структурам A2, $D0_3$ и B2.

пии [9], показали, что в α -области фазовой диаграммы (рис. 1) имеет место локальное упорядочение B2-типа (средний размер кластеров 0.6–0.9 nm), которое при $x = 0.08$ дополняется кластерами Fe_3Si ($D0_3$) фазы со средним размером до 2 nm. Оказалось, что B2-кластеры присутствуют во всех образцах закаленных от температуры 850°C, которая ранее оценивалась как температура, достаточная для химического разупорядочения сплавов железо–кремний [6]. Непродолжительные (до 10 минут) отжиги образцов при температуре 450°C, не превосходящей температуру Кюри, не приводят к существенным изменениям в атомной структуре сплавов при $x = 0.05$ и 0.06. После аналогичной термообработки монокристаллов с $x = 0.08$ отмечено значительное увеличение объемной доли областей, упорядоченных по типу $D0_3$.

Атомная структура B2-кластеров может быть представлена как сочетание ближнего порядка B2-типа (структура CsCl), где восемь атомов железа окружают один атом кремния, и сопутствующих смещений атомов железа в нескольких координационных сферах вокруг атома кремния. Кластеры с локальным порядком B2-типа имеют анизотропную форму, поскольку они образованы парами B2-ячеек, состыкованных вдоль осей легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$, как показано на рис. 3.

В рентгеновских дифрактограммах вклад от рассеяния на B2-кластерах проявляется в виде слабых диффузных сверхструктурных рефлексов (hkl), сумма $h + k + l$ — нечетное число [7,8]. Из-за локальных деформаций решетки, т.е. сопутствующих смещений атомов железа, их максимумы сдвинуты из узлов обратной решетки (hkl) в направлении меньших углов рассеяния.

В процессе термообработки (отжиг и последующее охлаждение) в присутствии постоянного магнитного поля или в поле механических напряжений пары B2-ячеек преимущественно ориентируются вдоль одной из осей легкого намагничивания, имеющей наименьший угол с направлением внешнего воздействия. После охлаждения сформированный анизотропный (направленный) ближний порядок сохраняется благодаря низкой диффузионной подвижности атомов и становится причиной анизотропии магнитных свойств. После термомагнитной обработки (ТМО) в постоянном магнитном поле или термомеханической обработки (ТМехО), т.е. под воздействием механического растяжения, в образце возникает одноосная магнитная анизотропия. По данным ЯГР-спектроскопии [10] не все атомы кремния принимают участие в образовании пар. Доля атомов, образующих пары, зависит от концентрации x кремния в сплаве: при $x = 0.05$ — около 2/3, при $x = 0.06$ — до 70%, а при $x = 0.08$ — до 90% атомов кремния образуют B2-пары. После отжига в постоянном поле доля атомов

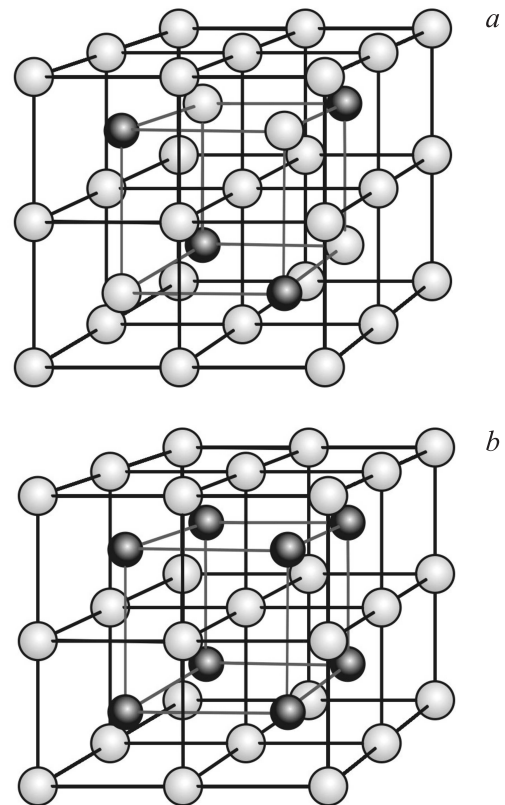


Рис. 2. Структуры $D0_3$ и B2: элементарная ячейка $D0_3$ (a) и восемь ячеек B2-фазы (b).

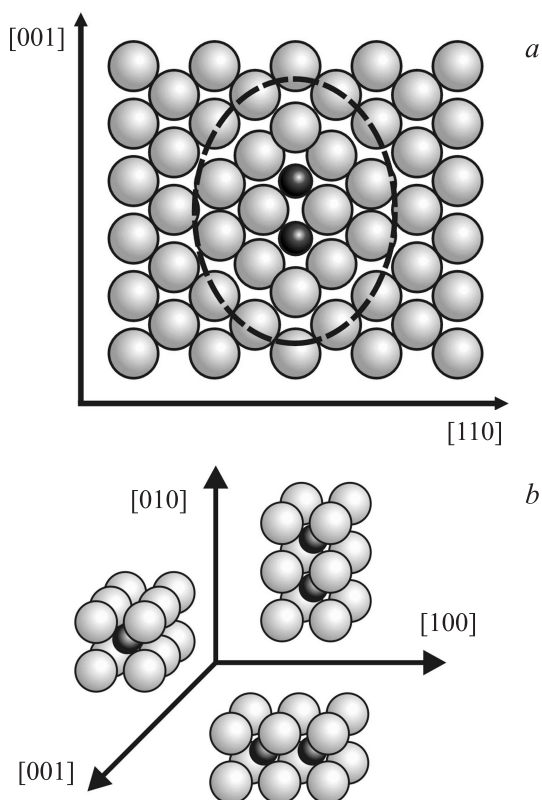


Рис. 3. Структура $B2$ -кластера в сечении плоскостью $(1\bar{1}0)$ (a) и возможные ориентации $B2$ -кластеров вдоль осей $\langle 100 \rangle$ (b).

Si в парах снижается незначительно [10]. При этом наводится анизотропия распределения $B2$ -кластеров по направлению, т.е. преимущественное их выстраивание вдоль одной из осей легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$. Можно предположить, что это происходит как за счет разрушения некоторого количества пар, ориентированных поперек направления внешнего магнитного поля, так и за счет перераспределения пар атомов кремния преимущественно вдоль этого направления.

Таким образом, установлено, что анизотропное распределение $B2$ -кластеров, которое формируется при термомагнитной или термомеханической обработке, является ответственным за наведение и стабильность одноосной магнитной анизотропии [7–10].

В настоящей работе представлены результаты сравнительного исследования атомной структуры монокристаллов $Fe_{1-x}Si_x$ с концентрацией кремния $x = 0.08$ и 0.10 методом рентгеновской дифракции. Цель исследования — показать, что в этих сплавах имеются кластеры с локальным упорядочением $B2$ -типа, аналогичные представленным на рис. 3. Эффективность термообработки железокремнистых сплавов при $0.08 < x < 0.14$ как раз и определяется присутствием в них $B2$ -кластеров. В то же время здесь не приводятся результаты количественного фазового анализа. Информацию о фазовом составе твердого раствора $Fe_{1-x}Si_x$ ($0.06 \leq x \leq 0.20$) и его зависимости от температуры можно найти в работе [6].

1. Образцы и техника эксперимента

Исследования локальной структуры выполнялись на монокристаллических образцах сплава $Fe_{1-x}Si_x$ и чистого железа. Последний использовался в качестве эталона в рентгендифракционных экспериментах. Монокристаллические образцы сплавов с $x = 0.08$ и 0.10 были вырезаны из монокристаллов, выращенных по методу Бриджмена, в виде дисков диаметром 8–9 мм и толщиной 0.3 мм. Образцы имели так называемую „кубическую текстуру“, т.е. плоскость образца параллельна кристаллографической плоскости (010) , а две оси легкого намагничивания $[100]$ и $[001]$ находятся в плоскости образца.

Предварительно образцы подвергались рафинирующему отжигу при температуре 1050–1300°C в течение 2–6 ч, после которого содержание углерода не превышало 0.005 wt.%. Затем для получения разупорядоченного состояния [6] образцы были закалены в воде после отжига при температуре 850°C (скорость закалки 400 K/s) или отжигались в течение нескольких минут при температуре $T = 450^\circ\text{C}$ ($T < T_C$). После термообработки толщина образцов была доведена до 40–50 μm с помощью механической и химической полировок.

Дополнительно был приготовлен монокристаллический образец железа в виде тонкой пластинки с плоскостью близкой к кристаллографической плоскости (113) . Содержание углерода в нем не превосходило 0.06 wt.%. Распределение интенсивности диффузного рассеяния вдоль различных направлений сканирования в обратном пространстве монокристалла Fe сравнивалось с аналогичными распределениями для монокристаллов $Fe_{1-x}Si_x$ с целью выделения вкладов от рассеяния на областях с локальным упорядочением примесных атомов Si, а также для исключения вклада характерного для ОЦК-решетки диффузного рассеяния, обусловленного тепловым движением атомов [11].

Измерения проводились при комнатной температуре на лабораторном четырехкружном дифрактометре в геометрии на просвет. Характеристическое излучение рентгеновской трубки с Mo анодом ($\lambda = 0.071 \text{ nm}$) монохроматизировалось с помощью кристалла пиролического графита. Интенсивность рассеянного излучения измерялась твердотельным энергодисперсионным Si(Li)-детектором.

2. Результаты эксперимента и их обсуждение

ОЦК решетке α -FeSi-сплава, так же как и решетке чистого α -Fe, в дифракции соответствуют интенсивные узкие брэгговские рефлексы (hkl) с четной суммой индексов h, k и l , например, (200) , (110) и (400) . Локальное упорядочение атомов $B2$ или $D0_3$ типа проявляется в виде слабых сверхструктурных отражений, у которых сумма $h + k + l$ — нечетное число, например, пики (100) , (300) и (111) . Кроме того, в результате

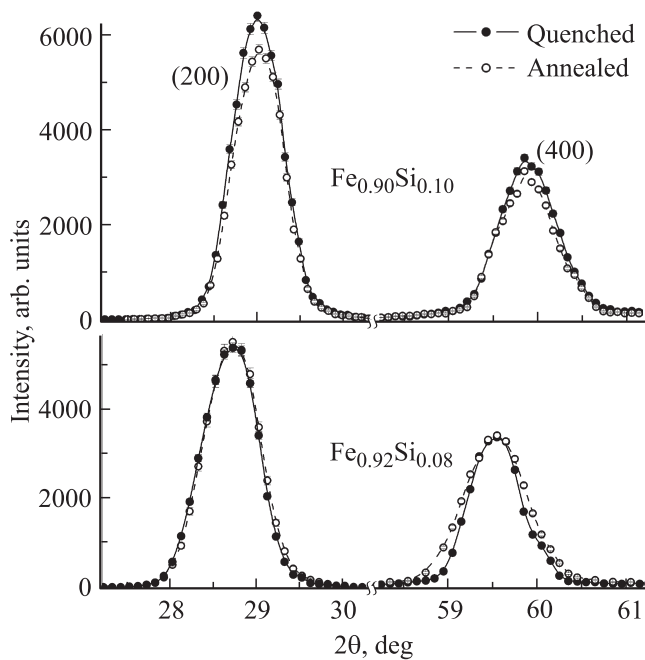


Рис. 4. Брэгговские рефлексы (200) и (400) от закаленного и отожженного образцов сплава железо–кремний с 8 и 10 at.% Si.

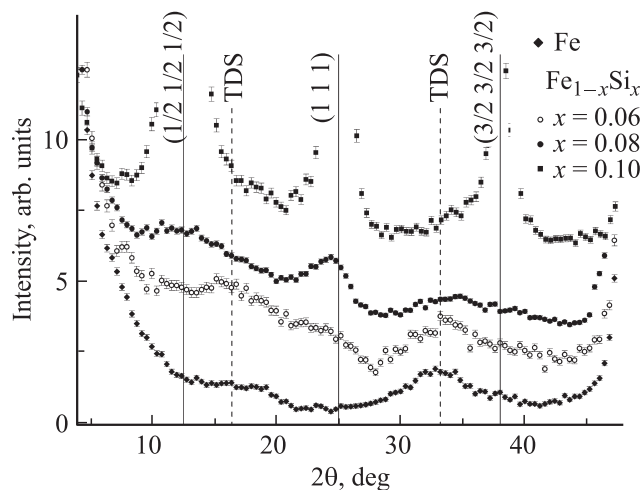


Рис. 5. Распределение интенсивности диффузного рассеяния при сканировании в направлении [111] монокристаллических образцов чистого железа и сплавов $\text{Fe}_{0.94}\text{Si}_{0.06}$, $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$. Вертикальными сплошными линиями показаны расчетные положения сверхструктурных пиков $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$, (111) и $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$, штриховыми — отмечены плоскости теплового диффузного рассеяния (TDS). Кривые разнесены по вертикали для наглядности.

удвоения элементарной ячейки вдоль кристаллографических осей при формировании фазы $D0_3$ возникают сверхструктурные рефлексы с полуцелыми индексами, например $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$, $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$, $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ и т.д. Здесь и далее все отражения описываются в индексах ОЦК-ячейки.

На рис. 4 приведены фрагменты дифрактограмм для закаленного и отожженного образцов сплава $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$,

$x = 0.08$ и 0.10 , измеренных при $\theta-2\theta$ -сканировании. Профили брэгговских пиков (200) и (400) в большей степени определяются качеством кристаллов и слабо зависят от предварительной термообработки: положения и интенсивности пиков от закаленного и отожженного образцов практически совпадают. При увеличении содержания кремния от 8 до 10 at.% максимумы пиков смещаются в направлении больших углов рассеяния, что соответствует ранее установленной тенденции уменьшения параметра ОЦК-решетки с ростом x [12].

Наиболее важные изменения атомной структуры в зависимости от содержания кремния в сплаве можно проследить по изменению диффузного рассеяния. Поскольку ширина диффузных пиков много больше, чем брэгговских, то качество кристалла уже не имеет существенного значения. На рис. 5 показаны дифрактограммы, измеренные при сканировании вдоль направления $\langle 111 \rangle$, для монокристаллических образцов сплавов ($x = 0.06; 0.08$ и 0.10), которые были закалены в воду после отжига при температуре 850°C , и для образца чистого железа. В дифрактограмме чистого железа выделяются два слабых пика с максимумами на углах $2\theta \sim 16^\circ$ и 33° . Эти пики соответствуют пересечению траектории скана с плоскостями теплового диффузного рассеяния, которое характерно для ОЦК решетки [11]. В дифрактограмме сплава $\text{Fe}_{0.94}\text{Si}_{0.06}$ дополнительно появляется широкий сверхструктурный пик (111) на $2\theta \sim 25^\circ$, который может содержать вклад как от $B2$ -, так и от $D0_3$ -кластеров. Так как при этом не наблюдается вклада в отражения с полуцелыми значениями h, k, l , то это означает, что $D0_3$ -кластеры если и присутствуют, то в малом количестве. В образце $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ становится заметным слабый диффузный пик $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ от небольших кластеров с $D0_3$ -упорядочением, а интенсивность (111) увеличивается, а интенсивность $(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$ становится сравнимой с интенсивностью основных отражений от ОЦК структуры. Рост интенсивности сверхструктурных отражений с полуцелыми индексами при увеличении x означает, что существенно возрастают объем и размеры $D0_3$ кластеров.

В направлении [100] между узлами обратной решетки (000)–(200) и (200)–(400) кристалла чистого железа никаких особенностей диффузного рассеяния не наблюдается (рис. 6). В аналогичных сканах для сплавов появляются сверхструктурные рефлексы (100) и (300). У сплавов с низким содержанием кремния (5–6 at.%) они слабые и широкие, а их максимумы смещены в направлении меньших углов рассеяния. Ранее было доказано, что это вклады от рассеяния на $B2$ -кластерах [7,8]. При увеличении x от 0.05 до 0.10 интенсивность пиков (100) и (300) растет, а их форма изменяется. Это происходит за счет увеличения вклада от рассеяния на областях с $D0_3$ -типом упорядочения, максимум которого совпадает с расчетным положением, обозначенным на рис. 6 сплошными вертикальными линиями. Уже при $x = 0.08$ интенсивность $D0_3$ -пиков

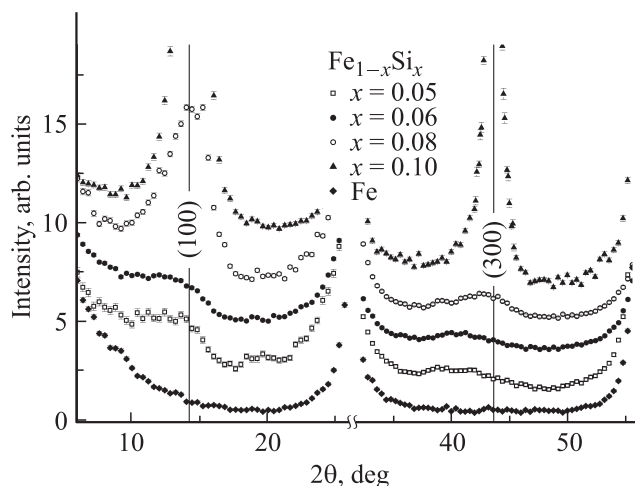


Рис. 6. Дифрактограммы, полученные при сканировании в направлении $[100]$, для монокристаллов чистого железа и сплавов $\text{Fe}_{0.95}\text{Si}_{0.05}$, $\text{Fe}_{0.94}\text{Si}_{0.06}$, $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$. Вертикальными сплошными линиями показаны расчетные положения сверхструктурных пиков (100) и (300). Кривые разнесены по вертикали для наглядности.

значительно больше, чем у $B2$ -пиков, по-прежнему смещенных в меньшие углы. Их вклады можно разделить с помощью разложения методом наименьших квадратов (МНК) [8,13]. В дифрактограммах сплава $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$ сверхструктурные пики от областей $D0_3$ -фазы становятся очень сильными, и на их фоне выделить вклад $B2$ -кластеров становится невозможным.

Результаты МНК-разложения сверхструктурного пика (300) для закаленных образцов сплавов с $x = 0.05$ – 0.08 приведены в [8,13]. Они свидетельствуют о том, что характерным общим свойством является наличие вклада от $B2$ -кластеров, размеры которых изменяются в пределах от 0.6 до 0.75 nm, т.е. две-три ОЦК-ячейки. Области с $D0_3$ ближним порядком в сплаве $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ изменяются по размеру от 1.3 до 2 nm, размер зависит от термообработки. Так как параметр $D0_3$ -ячейки равен удвоенному параметру ОЦК-ячейки, то средний размер $D0_3$ -областей соответствует трем-четырем $D0_3$ -ячейкам. В результате отжига образца сплава с $x = 0.08$ при 450°C имеет место увеличение объемной доли и среднего размера областей $D0_3$ -фазы.

На рис. 7 показано изменение интенсивности диффузного рассеяния в дифрактограммах закаленных и отожженных образцов сплавов $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$, измеренных в одинаковых условиях. Для наглядности кривые смещены друг относительно друга по вертикали. Изменения для образцов с разной обработкой, но с одинаковой концентрацией кремния незначительные: небольшое изменение ширины пиков. После отжига сверхструктурные пики (100) и (300) от $D0_3$ -фазы в образцах сплавов $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ несколько усиливаются и обостряются. Профили этих же пиков для закаленного и отожженного образцов сплавов $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$ показаны на рис. 8. При примерно одинаковой интегральной

интенсивности основных пиков от ОЦК-структуры (рис. 4) сверхструктурные отражения (100) и (300) от отожженного образца почти на порядок сильнее, а их полуширина почти в два раза меньше, чем от закаленного образца. Из интегральной интенсивности и ширины сверхструктурных пиков можно оценивать объемную долю и размер областей $D0_3$ -фазы. Непродолжительный отжиг при температуре 450°C (ниже температуры Кюри) приводит к увеличению как средних размеров областей с $D0_3$ локальным порядком, так и значительному увеличению их объемной доли. Тенденция изменений локального упорядочения в разбавленном растворе Fe-Si в зависимости от температуры была ранее обоснована теоретическими исследованиями [13].

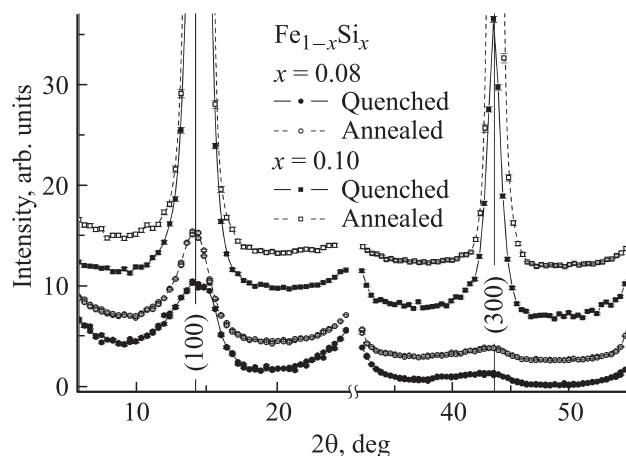


Рис. 7. Дифрактограммы монокристаллических закаленного и отожженного образцов сплавов $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$, измеренные при сканировании в направлении $[100]$. Вертикальными сплошными линиями показаны расчетные положения сверхструктурных пиков (100) и (300).

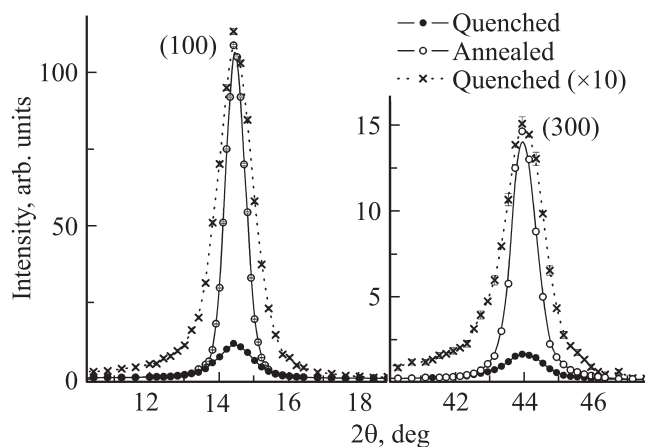


Рис. 8. Профили сверхструктурных пиков (100) и (300) в дифрактограммах монокристаллических образцов сплава $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$ (закаленного и отожженного). Крестиками показан профиль пиков от закаленного образца после умножения интенсивности на десять.

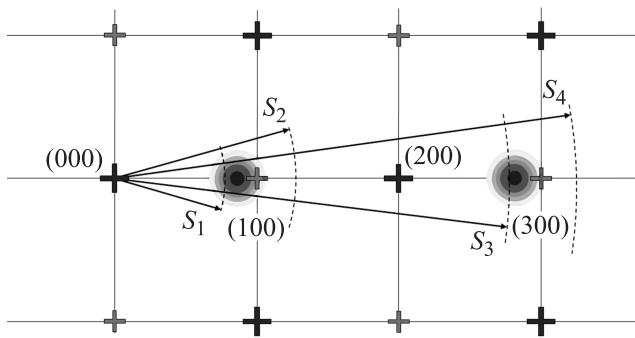


Рис. 9. Траектории ω -сканов в обратном пространстве (показаны штриховыми дугами) для монокристаллов $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$, отожженного и закаленного. Векторам рассеяния s_1, s_2, s_3 и s_4 соответствуют углы $2\theta_1 = 10.5^\circ$, $2\theta_2 = 18.0^\circ$, $2\theta_3 = 41^\circ$ и $2\theta_4 = 47^\circ$. Темные крестики — основные узлы обратной решетки, серые крестики — сверхструктурные узлы. Концентрические окружности от светло-серого до черного цвета — диффузные вклады $B2$ -кластеров (рис. 3).

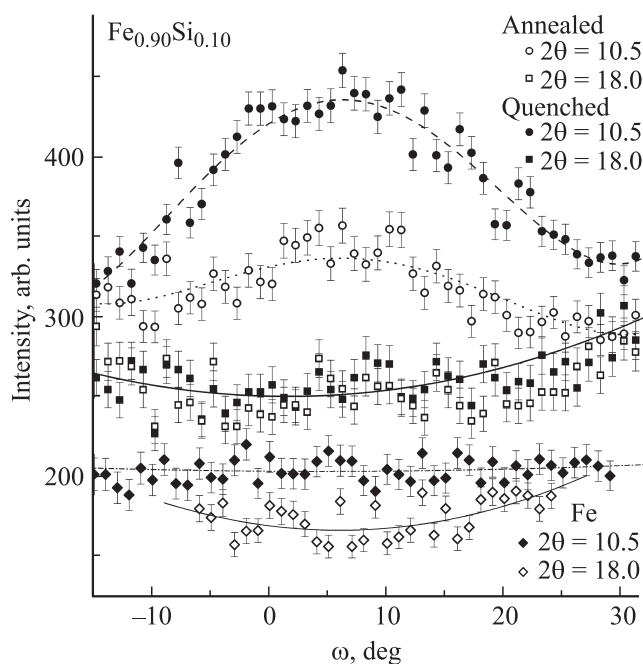


Рис. 10. Распределение интенсивности диффузного рассеяния в поперечных ω -сканах для закаленного и отожженного образцов сплава $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$, измеренное вблизи сверхструктурного пика (100) при $2\theta_1 = 10.5^\circ$ и $2\theta_2 = 18^\circ$. В нижней части приведены аналогичные сканы для монокристалла железа.

Поскольку наша основная задача состоит в обнаружении $B2$ -кластеров в сплаве $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ с $x = 0.10$, нам необходимо показать присутствие в сверхструктурных пиках вклада от рассеяния на этих кластерах. Он должен быть смещен в сторону меньших углов рассеяния от расчетных положений для ОЦК-структуры, как и в случае $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ с $x < 0.08$ [8]. Для этого в непосредственной близости от пиков (100) и (300), профили которых при

сканировании в направлении [100] показаны на рис. 7, были проведены измерения интенсивности при сканировании в поперечном направлении. На рис. 9 штриховыми дугами показаны траектории четырех поперечных ω -сканов, когда образец вращается вокруг вертикальной оси, а детектор стоит на угле $2\theta_1 = 10.5^\circ$, $2\theta_2 = 18.0^\circ$, $2\theta_3 = 41^\circ$ и $2\theta_4 = 47^\circ$, т.е. соответствующие вектора рассеяния s_1, s_2, s_3 и s_4 фиксированы в лабораторной системе координат. Углы $2\theta_1$ и $2\theta_3$ выбраны так, чтобы траектории сканов проходили через широкие диффузные пики, обусловленные областями $B2$ -типа (рис. 3).

На рис. 10 показано распределение интенсивности диффузного рассеяния в ω -сканах, траектория которых проходит вблизи пика (100) для закаленного и отожженного образцов сплава $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$. Если распределение интенсивности, измеренное при $2\theta_2 = 18.0^\circ$, примерно одинаково для этих образцов и слабо меняется с ω , то в сканах при $2\theta_1 = 10.5^\circ$ наблюдается широкий диффузный пик с максимумом в точке $\omega = \theta_1 \approx 5-6^\circ$. Этот пик как раз и соответствует искомому вкладу от рассеяния на $B2$ -кластерах. Следует иметь в виду, что интенсивность и диффузного рассеяния, и фона при вращении образца зависит от засвеченной пучком площади и от поглощения рентгеновского излучения. Оценка этой зависимости, которую не сложно получить для образца в форме тонкой пластины, показывает, что в диапазоне $-10^\circ < \omega < 30^\circ$ она незначительна. На аналогичных сканах от монокристаллического образца железа, также приведенных на рис. 10, никаких структурно-обусловленных особенностей не наблюдается.

Распределение интенсивности в ω -сканах, траектории которых проходят вблизи отражения (300), для закаленных и отожженных образцов сплавов $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$, $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$ и для монокристалла железа показано на рис. 11 и 12. Если при $2\theta_3 = 41^\circ$ наблюдается диффузный пик с максимумом в точке $\omega = \theta_3 \approx 20.5^\circ$ (рис. 11), то при $2\theta_4 = 47^\circ$ он отсутствует (рис. 12). Для сплава $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ вклады рассеяния на $B2$ -кластерах и на областях $D0_3$ -фазы были успешно разделены [8,13] в дифрактограммах, измеренных при сканировании в направлении [100]. Из этого следует, что подобие кривых, приведенных на рис. 11, однозначно свидетельствует о наличии $B2$ -кластеров в сплаве $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$. Изменение фона в ω -скане вблизи (300) при $2\theta_4 = 47^\circ$, помимо вышеуказанных причин (изменение поглощения пучка в образце и площади засветки образца пучком), определяется еще и приближением траектории скана к очень сильным ОЦК-узлам $(3\ 1\ 0)$ и $(3\ \bar{1}\ 0)$. Поведение фона в поперечных сканах при данном угле 2θ качественно одинаковое, не зависит от концентрации кремния и способа обработки образца (закалка или отжиг). Как и следовало ожидать, в ω -сканах для монокристалла железа на рис. 11 и 12 никаких особенностей, которые могут быть связаны с локальным упорядочением, не наблюдается.

Таким образом, результаты исследований подтверждают выводы работы [13] о том, что в разбавленных железокремнистых сплавах локальное упорядочение $B2$ -типа

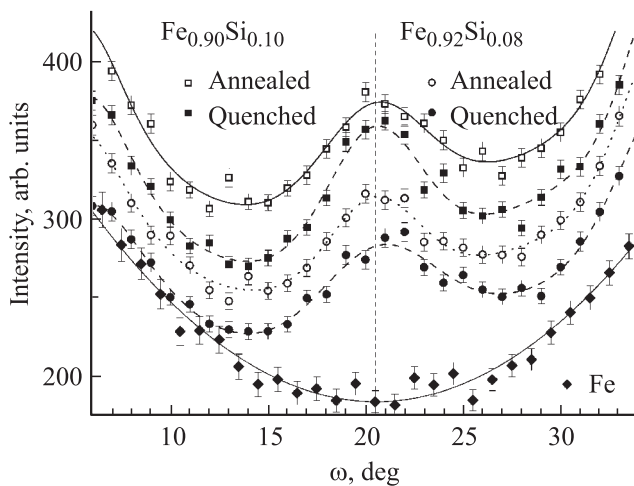


Рис. 11. Распределение интенсивности диффузного рассеяния в поперечных ω -сканах для закаленных и отожженных образцов сплавов $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$, измеренное вблизи сверхструктурного пика (300) при $2\theta_3 = 41^\circ$. Аналогичный ω -скан для монокристалла железа показан ромбиками и аппроксимирован сплошной линией — нижняя кривая. Дифрактограммы разнесены по вертикали для наглядности. Вертикальной линией отмечена позиция $\omega = \theta_3 = 20.5^\circ$.

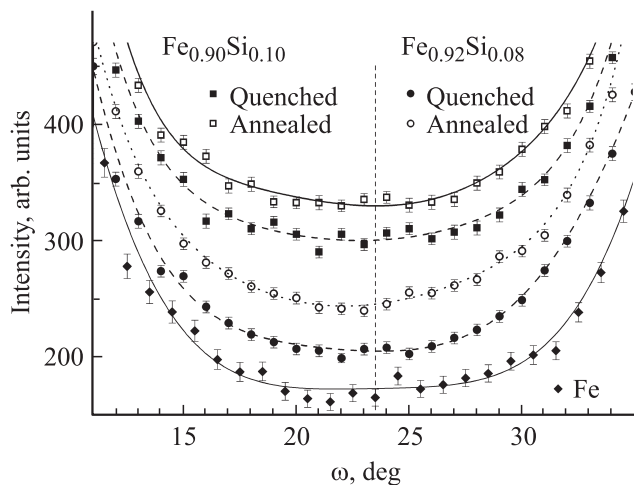


Рис. 12. То же, что на рис. 11 при $2\theta_4 = 47^\circ$. Вертикальной линией отмечена позиция $\omega = \theta_4 = 23.5^\circ$.

формируется в парамагнитном состоянии (при температуре выше T_C) и фиксируется при охлаждении. В ферромагнитном состоянии (ниже T_C) равновесным является порядок $D0_3$ -типа, поэтому размеры и объемная доля областей $D0_3$ -фазы увеличиваются как при низкотемпературном отжиге, так и с повышением концентрации кремния.

3. Заключение

Методом рентгеновской дифракции исследовались тонкие особенности структуры (локальное упорядоче-

ние) в закаленных от температуры, превосходящей точку Кюри, и отожженных при температуре 450°C (ниже T_C) железокремнистых сплавов с содержанием кремния 8 и 10 at.%.

Показано, что в сплавах $\text{Fe}_{0.92}\text{Si}_{0.08}$ и $\text{Fe}_{0.90}\text{Si}_{0.10}$ имеются кластеры с локальным порядком $B2$ -типа (структура CsCl), обнаруженные ранее в обедненных кремнием сплавах ($x = 0.05$ и 0.06). В закаленном образце сплава с $x = 0.08$ присутствуют небольшие кластеры Fe_3Si -фазы (структура $D0_3$), размеры которых увеличиваются после отжига. В полном соответствии с фазовой диаграммой [5] и с результатами работы [6], области $D0_3$ -фазы быстро растут в объеме и размерах как при увеличении концентрации кремния до 0.10, так и в процессе отжига при 450°C при $x = 0.10$.

Ранее было установлено, что термомагнитная обработка эффективна в железокремнистых сплавах $\text{Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ с содержанием кремния вплоть до $x = 0.14$ [1]. При $x = 0.05$ и 0.06 ответственным за формирование осевой магнитной анизотропии является направленное упорядочение анизотропных $B2$ -кластеров. Поэтому обнаруженные нами свидетельства присутствия $B2$ -кластеров в сплавах с $x = 0.10$ позволяют заключить, что анизотропное распределение $B2$ -кластеров, полученное в результате ТМО или ТМехО, является ответственным за наведение и стабильность одноосной магнитной анизотропии в железокремнистых сплавах с содержанием кремния от 5 до 10 at.%.

Список литературы

- [1] К. Forsch. Phys. Stat. Sol. **42**, 329 (1970).
- [2] В.А. Лукшина, И.Е. Старцева, Я.С. Шур. ФММ **63**, 6, 1121 (1987).
- [3] L. Neel. J. Phys. Radiat. **15**, 225 (1954).
- [4] S. Taniguchi, M. Yamamoto. Sci. Rep. RITU **A6**, 330 (1954).
- [5] O. Kubaschewski. Phase Diagrams of Binary Fe-based Systems. Springer Verlag, Berlin-Heidelberg and Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf (1982). P. 135.
- [6] K. Hilfrich, W. Kölker, W. Petry, O. Scärf, E. Nembach. Acta Metal. Mater. **42**, 743 (1994).
- [7] Yu.P. Chernenkov, N.V. Ershov, V.A. Lukshuna, V.I. Fedorov, B.K. Sokolov. Physica B **396**, 1–2, 220 (2007).
- [8] Н.В. Ершов, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров. ФТТ **51**, 3, 417 (2009).
- [9] Н.В. Ершов, Н.М. Клейнерман, В.А. Лукшина, В.П. Пиллогин, В.В. Сериков. ФТТ **51**, 6, 1165 (2009).
- [10] В.В. Сериков, Н.М. Клейнерман, В.А. Лукшина, Н.В. Ершов. ФТТ **52**, 2, 316 (2010).
- [11] Ю.П. Черненко, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, Б.К. Соколов, Н.В. Ершов. ФММ **100**, 3, 39 (2005).
- [12] G. Bertotti, F. Fiorillo. In: Landolt-Börnstein. Numerical data and functional relationships in science and technology. New series. Group III. V. 19 / Ed. H.P.J. Wijn. Springer-Verlag, Berlin (1994). P. 35–44; <http://www.springermaterials.com>
- [13] О.И. Горбатов, А.Р. Кузнецов, Ю.Н. Горностырев, А.В. Рубан, Н.В. Ершов, В.А. Лукшина, Ю.П. Черненко, В.И. Федоров. ЖЭТФ **139**, 5, 969 (2011).