

05

Влияние терромагнитной и термомеханической обработки на магнитные свойства и структуру магнитомягкого нанокристаллического сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$

© Н.В. Ершов¹, В.А. Лукшина¹, В.И. Федоров², Н.В. Дмитриева¹, Ю.П. Черненко², А.П. Потапов¹

¹ Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург, Россия

² Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова Национального исследовательского центра „Курчатовский институт“, Гатчина, Ленинградская обл., Россия

E-mail: nershov@imp.uran.ru

(Поступила в Редакцию 8 августа 2012 г.)

Структурное и магнитное состояния ленточных образцов магнитомягкого сплава Fe–Si–Nb–B–Cu (6 at.% кремния) исследовались после нанокристаллизации при температуре 550°C в постоянном магнитном поле (ТМО), в поле механических растягивающих напряжений (ТМехО) и без внешних воздействий. Показано, что под действием магнитного поля и поля механических напряжений формируется продольная анизотропия магнитных свойств. Петля магнитного гистерезиса становится близкой к прямоугольной, что сопровождается значительным ростом остаточной индукции, которая приближается к индукции насыщения. Если для завершения процессов нанокристаллизации достаточно 20 min, при ТМехО магнитная анизотропия наводится за 20 min, то при ТМО для существенного снижения коэрцитивной силы требуется более продолжительная выдержка (до 60 min). После ТМО деформации решетки α -FeSi-нанокристаллов не обнаружены. Либо они отсутствуют, либо их величина не выходит за пределы погрешности рентгенодифракционного эксперимента. В образцах, подвергнутых отжигу под растягивающей нагрузкой, выявлены анизотропные деформации решетки нанокристаллов, величина которых увеличивается пропорционально величине напряжения. Наибольшие относительные деформации, достигающие 1%, наблюдаются после отжига под действием напряжения в 860 МПа.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант № 10-02-00435) и Президиума РАН (проект № 12-П-23-2005 и программа № 24).

1. Введение

Магнитомягкий сплав на основе железа Fe–Si–Nb–B–Cu (файнмет), получаемый в виде лент путем закалики расплава на поверхности вращающегося медного барабана, приобретает превосходные магнитомягкие свойства (проницаемость $\mu \sim 10^5$, коэрцитивная сила $H_c \sim 1 \text{ A/m}$ и намагниченность насыщения $M_s = 1.24 \text{ T}$) после нанокристаллизующего отжига при температурах 510–570°C [1]. Неослабевающий интерес к этому сплаву обусловлен его широким использованием в изделиях электроники и других отраслей высоких технологий. Практически важная особенность файнмета состоит в возможности целенаправленно управлять его магнитной проницаемостью и формой петли магнитного гистерезиса за счет формирования в образцах сплава состояния с наведенной магнитной анизотропией, как результат термообработки в магнитном поле (ТМО), или в поле механического напряжения (ТМехО) [2]. При отжиге в постоянном магнитном поле в ленточных образцах Fe–Si–Nb–B–Cu-сплава наводится осевая магнитная анизотропия, ось которой параллельна направлению приложения магнитного поля при ТМО [3]. Поэтому после отжига в продольном поле петля магнитного гистерезиса, измераемая при продольном перемагничивании, имеет прямоугольную форму с высокой остаточной намагниченностью. Ось магнитной анизотропии ориентирована вдоль ленты. Наклонная петля с низкой остаточной намагниченностью получается в результате ТМО в поперечном поле (магнитное поле при отжиге ориентировано поперек ленты). Магнитными свойствами, полученными в результате ТМО, можно управлять, варьируя температуру и продолжительность отжига [4].

Микроструктуру нанокристаллического Fe–Si–Nb–B–Cu-сплава можно представить в виде огромного числа изотропно ориентированных α -FeSi-нанокристаллов, имеющих ОЦК-решетку и средний размер около 10 nm, и немагнитных Cu(Fe)-кластеров, имеющих ГЦК-решетку и размер около 5 nm, которые находятся в аморфной матрице фазы Fe(Nb)–B [2]. Поскольку при ТМО не наблюдается изменений микроструктуры сплавов и ориентации зерен, то было сделано предположение, что наведенная магнитная анизотропия в нанокристаллических Fe–Si–Nb–B–Cu-сплавах возникает за счет локального упорядочения атомов железа и кремния в ОЦК-решетке нанокристаллов Fe–Si-фазы [2–4].

ТМО оказывает аналогичное влияние на магнитные свойства кристаллических железокремнистых сплавов [5], поэтому именно с ними можно сравнить нанокристаллические сплавы типа файнмет. Эффективность

отжига кристаллических $Fe_{1-x}Si_x$ -сплавов в постоянном магнитном поле увеличивается от нулевого уровня — для чистого железа, достигает максимума при 8 at.% кремния, а в дальнейшем уменьшается до нуля при $x = 0.14$ [6]. Температура, при которой имеет место активация диффузионного процесса и термообработка становится эффективной, от $300^\circ C$ и выше [7], но не превосходит температуру Кюри (T_C). Понятно, что первопричиной изменения магнитных свойств является изменение локальной структуры, происходящее в процессе термообработки. Гипотеза о том, что эффект термомагнитной или термомеханической обработок обусловлен структурным состоянием сплава, появилась довольно давно [8,9].

Позднее детальные исследования структуры монокристаллов $Fe_{1-x}Si_x$ ($x = 0.05-0.06$) до и после ТМО или ТМехО показали, что никаких изменений кристаллической решетки монокристаллов не наблюдается [10,11]. При этом в локальном упорядочении атомов твердого раствора обнаружены особенности — пары атомов кремния, образованные вторыми ближайшими соседями в ОЦК-решетке и ориентированные вдоль направлений $\langle 100 \rangle$ (ближний порядок $B2$ типа), которые совпадают с осями легкого намагничивания [12]. При термообработке пары атомов Si–Si преимущественно ориентируются вдоль одной из легких осей, выделенной внешним воздействием (магнитным полем или полем механических напряжений). После охлаждения сформированный анизотропный (направленный) ближний порядок сохраняется благодаря низкой диффузионной подвижности атомов и становится причиной анизотропии магнитных свойств. После термомагнитной обработки в постоянном магнитном поле или термомеханической обработки, т.е. под воздействием механического растяжения, в образце возникает одноосная магнитная анизотропия. Перемагничивание вдоль этой оси облегчается, она становится осью наведенной магнитной анизотропии [11]. Позднее было показано [13], что кластеры с локальным порядком $B2$ типа имеются и в $Fe_{1-x}Si_x$ -сплавах при $x = 0.08$ и 0.10 . Поэтому можно заключить, что пространственная анизотропия $B2$ кластеров и их преимущественная ориентация, возникающая в результате ТМО или ТМехО, являются ответственными за наведение и стабильность одноосной магнитной анизотропии в железокремнистых сплавах с содержанием кремния от 5 до 10 at.%.

При ТМехО лент сплава $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3B_9Cu_1$ растягивающая нагрузка, прикладываемая в процессе нанокристаллизующего отжига и последующего охлаждения, создает в сплаве механическое напряжение и формирует состояние с поперечной магнитной анизотропией [14]. Намагниченность отдельных нанокристаллов преимущественно ориентируется поперек ленты, в направлениях, близких к плоскости перпендикулярной оси приложения растягивающей нагрузки при ТМехО [15,16]. Петля магнитного гистерезиса при перемагничивании вдоль ленты приобретает наклонную линейную форму с постоянным

значением магнитной проницаемости в широком интервале намагничивающего поля [14].

В работах [17,18] впервые сообщается о том, что после отжига под действием растягивающей нагрузки в сплаве $Fe_{73.5}Si_{15.5}Nb_3B_7Cu_1$ обнаружены остаточные деформации решетки нанокристаллов Fe–Si-фазы. Показано, что эти деформации и константа наведенной поперечной магнитной анизотропии пропорциональны величине растягивающей нагрузки, приложенной при ТМехО.

Структура нанокристаллов в магнитомягком сплаве $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3B_9Cu_1$ в трех состояниях — исходном, т.е. сразу после закалки расплава, отожженном и подвергнутом ТМехО — была исследована методом рентгеновской дифракции [19]. В исходном состоянии имеются области (около 2 nm) с ближним порядком в расположении атомов, характерным для структуры α -FeSi с объемноцентрированной кубической решеткой. После отжига без нагрузки средний размер ОЦК нанокристаллов достигает уже 10–12 nm. В обоих случаях рентгеновские дифрактограммы, измеренные вдоль и поперек лент, когда вектор рассеяния в плоскости ленты, но либо вдоль, либо поперек ее оси, практически неразличимы. В дифрактограммах отожженного и подвергнутого ТМехО сплава присутствуют сверхструктурные пики фазы Fe_3Si (структура $D0_3$). Фазовый анализ дифрактограмм показывает, что на фоне вкладов от аморфной и ОЦК Fe–Si-фаз вклад Fe_3Si является преобладающим [19]. Кроме того, в случае сплава, подвергнутого ТМехО под действием растягивающего напряжения 400–440 МПа, в дифрактограммах, снятых сканированием вдоль и поперек лент, наблюдаются сдвиги дифракционных пиков, что свидетельствует о существовании остаточных деформаций нанокристаллов. Они, по-видимому, образуются при отжиге под действием растягивающей нагрузки и сохраняются после охлаждения за счет жесткости окружающей нанокристаллы аморфной матрицы. Межплоскостные расстояния в решетке нанокристаллов увеличены в направлении приложения нагрузки при ТМехО и уменьшены в поперечном направлении, т.е. деформации имеют одноосный характер, заданный осевой ориентацией растягивающих напряжений. Анализ положений пиков (110), (200), (211), (220), (310), (222), (321) и (330) в рентгеновских дифрактограммах показал, что деформации решетки нанокристаллов имеют анизотропный характер. Величина деформаций растет с увеличением угла между вектором $[hkl]$ и ближайшей осью $\langle 111 \rangle$. В направлении $[111]$ искажения минимальные или вообще отсутствуют, а в направлении $[100]$ — максимальные. Относительная величина остаточной деформации в направлении $\langle 100 \rangle$ достигает 1%. Аналогичные результаты, полученные для сплава $Fe_{73.5}Si_{15.5}Nb_3B_7Cu_1$ и набора из четырех дифракционных пиков (220), (310), (222) и (321), приведены в [20].

Остаточные деформации нанокристаллов в файнменте [20] можно сравнить с результатами нейтронографи-

ческих измерений упругих деформаций *in situ* под действием растягивающей нагрузки в аустенитной нержавеющей стали [21] со средним размером зерен с ГЦК-решеткой $28 \mu\text{m}$. Измерения, выполненные в поле механических напряжений, изменяющемся от 0 до 330 МПа, показали, что деформации остаются упругими вплоть до 200 МПа. При этом их относительная величина достигает $1.3 \cdot 10^{-3}$ для плоскостей (200), не превосходит $1 \cdot 10^{-3}$ — для (311), еще меньше — для (220) и (331), и наименьшие ($\sim 0.8 \cdot 10^{-3}$) — для (111). Различия упругой жесткости для разных плоскостей кубического кристалла хорошо описываются в рамках теории упругости с учетом элементов симметрии кубических кристаллов [22].

Механизм формирования поперечной магнитной анизотропии в нанокристаллах Fe–Si–Nb–B–Cu-сплава можно представить следующим образом. Поскольку известно, что кристаллы, близкие по составу к Fe₃Si, имеют отрицательную магнитострикцию [23], то намагниченность в них под действием нагрузки (эффект Виллари), приложенной вдоль [100], наводится в перпендикулярном ей направлении, вдоль одной из легких осей намагничивания: [010] или [001]. Ориентация осей нанокристаллов в сплаве изотропна [24], а направление намагниченности в каждом из них задается остаточной деформацией решетки и находится вблизи плоскости, перпендикулярной направлению приложения растягивающей нагрузки при TMeXO. Любой нанокристалл будет намагничен по той из его осей $\langle 100 \rangle$, которая образует наибольший угол с направлением приложения нагрузки. Таким образом, анизотропные остаточные деформации нанокристаллов являются причиной возникновения поперечной магнитной анизотропии как в сплаве Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb₃B₉Cu₁, так и в сплаве Fe_{73.5}Si_{15.5}Nb₃B₇Cu₁ [17,18,20].

В нанокристаллических сплавах Fe_{87-X}Si_XNb₃B₉Cu₁ с $X = 0-13.5$ тип анизотропии магнитных свойств, наводимой в процессе TMeXO, определяется содержанием кремния X . При малых концентрациях ($X < 9.5$) наводится продольная анизотропия, а при $X > 9.5$ — поперечная [25]. Рентгенодифракционные исследования структуры нанокристаллов в сплавах при $X = 0, 6, 8, 9.5, 11$ и 13.5 после отжига под действием растягивающего напряжения показали [26], что независимо от концентрации кремния во всех сплавах имеются анизотропные остаточные деформации. В пределах точности эксперимента вдоль направлений типа $\langle 111 \rangle$ искажения отсутствуют, а в направлениях $\langle 100 \rangle$ они являются максимальными. Относительные растяжения решетки несколько превосходят сжатия. По мере увеличения концентрации кремния в сплаве растет объемная доля упорядоченной фазы Fe₃Si в нанокристаллах: если при $X < 8$ ее присутствие не заметно, то выше $X = 8$ она резко возрастает и достигает 80% при $X = 13.5$ [26]. Поэтому тип (продольный или поперечный) наведенной магнитной анизотропии определяется знаком (положительным или отрицательным) магнитоупругого взаимо-

действия в нанокристаллах, который, в свою очередь, зависит от объемной доли упорядоченной фазы Fe₃Si, имеющей отрицательную константу магнитоупругого взаимодействия [27]. Остаточные деформации имеют анизотропный характер, и это обстоятельство усиливает магнитную анизотропию в той мере, в какой ее энергия пропорциональна величине упругой деформации [23,28]. Наибольший вклад в энергию магнитной анизотропии дают нанокристаллы, ориентированные одной из легких осей $\langle 100 \rangle$ вдоль ленты, растянутые вдоль этой же оси и сжатые в поперечных направлениях, т.е. имеющие близкие к тетрагональным искажения ОЦК-решетки.

Таким образом, при концентрациях кремния $X < 9$ в сплаве Fe_{87-X}Si_XNb₃B₉Cu₁ при TMO или TMeXO наводится продольная магнитная анизотропия, ось которой совпадает с направлением приложения внешнего воздействия (постоянного магнитного поля или растягивающей нагрузки) при отжиге. Если магнитное поле может быть приложено вдоль или поперек ленты и наводится продольная или поперечная магнитная анизотропия соответственно, то растягивающее напряжение при TMeXO прикладывается вдоль ленты и наводится продольная магнитная анизотропия.

В соответствии с равновесной фазовой диаграммой сплава железо-кремний [29] при концентрациях кремния до $\sim 8-10 \text{ at.}\%$ область α -фазы, которая представляет собой неупорядоченный твердый раствор замещения железа кремнием в ОЦК-решетке — структура A2. Поэтому можно ожидать, что при концентрации $X = 6$ (6 at.% Si) в сплаве Fe_{87-X}Si_XNb₃B₉Cu₁ нанокристаллы будут находиться в α -FeSi-фазе, т.е. в состоянии неупорядоченного твердого раствора.

В настоящей работе приводятся результаты исследований влияния термомагнитной и термомеханической обработок на структуру и магнитные свойства сплава Fe₈₁Si₆Nb₃B₉Cu₁, в котором после нанокристаллизующего отжига в постоянном магнитном поле или в поле растягивающих напряжений наводится продольная магнитная анизотропия [25]. Магнитные свойства образцов после TMO или TMeXO контролировались по характеристикам квазистатических петель гистерезиса: по форме, коэрцитивной силе, остаточной индукции. Структура нанокристаллов исследовалась методом рентгеновской дифракции в трансмиссионной геометрии. Проводился анализ корреляции структуры и магнитных свойств сплава. Магнитные измерения и съемка рентгеновских дифрактограмм выполнялись на одних и тех же образцах.

2. Образцы и методика эксперимента

Сплав Fe₈₁Si₆Nb₃B₉Cu₁ был получен в виде лент быстрой закалкой расплава, вытекающего на вращающийся медный барабан. Затем одна часть ленты подвергалась нанокристаллизующему отжигу при температуре 550°C в течение 20 min (нанокристаллизующий

отжиг — НКО; nanocrystallization annealing — NCA), вторая часть — термомагнитной обработке (ТМО, magnetic field annealing — MFA), и третья — термомеханической обработке (ТМехО, tensile stress annealing — TSA). Термомагнитная обработка проводилась в соленоиде, расположенном поверх печи. Постоянное магнитное поле напряженностью 160 Ое (12.73 кА/м) было направлено вдоль длинной стороны ленточного образца. Выдержка при температуре 550°С — 20 и 60 min. Термомеханическая обработка состояла в отжиге (20 min при 550°С) и охлаждении лент до комнатной температуры под действием растягивающей нагрузки, которая создавала механическое напряжение 25, 50, 100, 200, 400 и 500 МПа. Все термообработки проводились на воздухе.

При термомеханической обработке имело место удлинение образцов в результате пластической деформации лент. При этом удлинение было тем больше, чем больше приложенное растягивающее напряжение. Поскольку напряжение определяется отношением величины подвешенной на ленте нагрузки к поперечному сечению ленты (ширина × толщина), то ширина и толщина лент измерялись до и после отжига под нагрузкой. Оказалось, что при расчетной величине напряжения 500 МПа после ТМехО сечение может уменьшаться до 58–60% от своей первоначальной величины. Следовательно, эффективное напряжение увеличивается по мере удлинения ленты и достигает 860 МПа. В табл. 1 приведены характеристики образцов и значения механических напряжений до и после ТМехО. Поскольку основное удлинение образцов происходит за несколько первых минут после достижения температуры 550°С, то большую часть времени отжига под нагрузкой в образце действует эффективное напряжение.

Магнитное состояние ленточных образцов длиной 100 mm контролировалось по характеристикам петель гистерезиса, измеренным в открытой магнитной цепи с помощью гальванометрического компенсационного микроберметра в условиях продольного (вдоль ленты) перемагничивания. Из петель гистерезиса, измеренных в полях до 4000 А/м (~ 50 Ое), определялись коэрцитивная сила H_c и остаточная намагниченность B_r .

Для рентгендифракционных исследований были приготовлены образцы из фрагментов лент длиной 5–6 mm, которые наклеивались на оправки, имеющие форму тонких и узких колец, параллельно друг другу в несколько перекрывающихся слоев толщиной ~ 40–50 μm. Дифрактограммы измерялись на четырехкружном рентгеновском дифрактометре (ФГБУ ПИЯФ) в геометрии на просвет с использованием монохроматизированного рентгеновского излучения (MoK_{α} , $\lambda = 0.71 \text{ \AA}$) [30]. Для каждого образца θ – 2θ сканированием были получены две дифрактограммы, измеренные вдоль и поперек ленты, т.е. параллельно и перпендикулярно направлению приложения растягивающей нагрузки при ТМехО. Во время сканирования вектор рассеяния все время остается в плоскости образца. В дифрактограммах в интервале 2θ углов от 15 до 60 градусов наблюдаются пики с

Таблица 1. Параметры образцов (ширина ленты — w , толщина — v , сечение — s) и механические напряжения — σ до (индекс i) и после (a) ТМехО

До ТМехО				После ТМехО			
w_i , mm	v_i , μm	s_i , μm ²	σ_i , МПа	w_a , mm	v_a , μm	s_a , μm ²	σ_a , МПа
1.1	27	29 700	0	1.1	27	29 700	0
0.85	20	17 000	25	0.84	19.7	16 550	25.7
0.85	21	17 850	50	0.83	20.5	17 020	52.5
0.88	20	17 600	100	0.85	19.2	16 320	108
0.87	21	18 270	200	0.80	19.2	15 360	238
0.84	20	16 800	400	0.67	15.9	10 650	631
0.85	21	17 850	400	0.69	17.1	11 800	605
0.85	22	18 700	500	0.65	16.7	10 860	861

миллеровскими индексами (110), (200), (211), (220), (310), (222) и (321) объемноцентрированной кубической (ОЦК) решетки α -FeSi.

Деформацию нанокристаллов можно охарактеризовать величиной изменения межплоскостных расстояний в ОЦК-решетке: $\Delta d_{hkl} = d_{hkl}^a - d_{hkl}^i$, где d_{hkl}^i и d_{hkl}^a — расстояния между плоскостями (hkl) после нанокристаллизации без внешних воздействий (i) и после нанокристаллизации в поле (a) соответственно. Значения d_{hkl}^i и d_{hkl}^a вычисляются из уточненных положений дифракционных линий (hkl). Относительные деформации решетки можно описать параметрами ε_{hkl} , определенными по формуле: $\varepsilon_{hkl} = (\Delta d_{hkl} / d_{hkl})$, принятыми в теории упругости. Позиции пиков (hkl) в дифракционной картине определяются методом наименьших квадратов, а их профиль описывается функцией псевдо-Войта, которая представляет собой линейную комбинацию функций Лоренца и Гаусса с одинаковой шириной на половине высоты. Каждый пик содержит вклады двух линий $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ в спектре MoK_{α} -излучения, т.е. представляет собой сумму двух функций псевдо-Войта.

Параметр решетки и межплоскостные расстояния для недеформированных нанокристаллов определялись из дифрактограмм образца $Fe_{81}Si_6Nb_3B_9Cu_1$ сплава, прошедшего нанокристаллизацию без внешних воздействий. В образцах, подвергнутых ТМО или ТМехО, растяжения и сжатия ОЦК-решетки нанокристаллов вычислялись из уточненных положений пиков в продольном и поперечном сканах соответственно. Относительное значение остаточной деформации нанокристаллов (ε_{hkl}) было получено таким образом для разных векторов $[hkl]$ решетки, направленных вдоль и поперек ленты, т.е. для остаточных растяжений и сжатий решетки соответственно.

3. Результаты и обсуждение

Ранее были представлены дифрактограммы образцов сплава $Fe_{81}Si_6Nb_3B_9Cu_1$ в начальном состоянии, т.е.

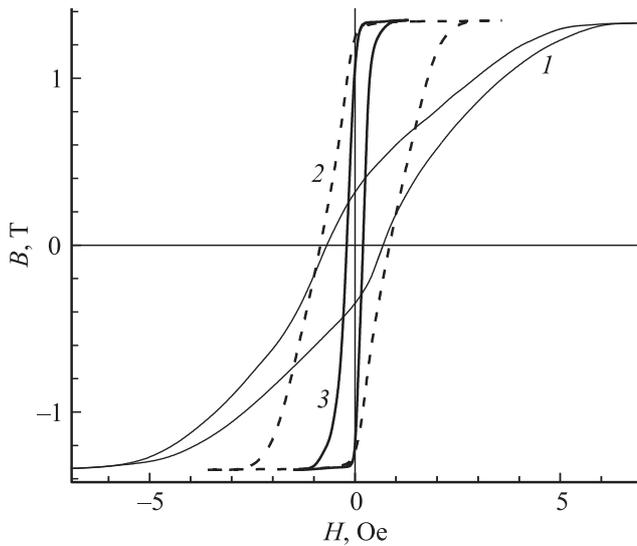
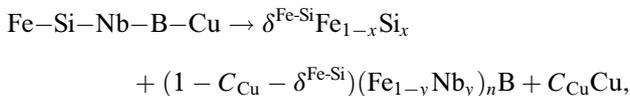


Рис. 1. Петли магнитного гистерезиса, измеренные при продольном перемагничивании образцов (вдоль ленты), после нанокристаллизующего отжига — кривая 1, термомагнитной обработки в постоянном магнитном поле в течение 20 и 60 min — кривые 2 и 3 соответственно.

сразу после закалки на холодный барабан и после нанокристаллизации [26]. Было показано, что после закалки в сплаве имеются небольшие области с ОЦК ближним порядком, средний размер $\sim 1.8\text{--}1.9\text{ nm}$ или около 6–7 элементарных ОЦК-ячеек, что примерно в полтора раза превышает размеры областей когерентного рассеяния в аморфных сплавах на основе железа (например, $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ и $\text{Fe}_{86}\text{B}_{14}$, атомная структура которых исследовалась в работах [31,32]).

В процессе отжига при температуре около 550°C в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{B}_9\text{Cu}_1$ образуются нанокристаллы $\alpha\text{-FeSi}$. Формирование нанокристаллического состояния при отжиге закаленной из расплава ленты можно описать следующей формулой [33]



где $\delta^{\text{Fe-Si}}$ — доля нанокристаллов $\alpha\text{-Fe}_{1-x}\text{Si}_x$ -фазы, x — концентрация кремния в нанокристаллах, C_{Cu} — концентрация меди в сплаве, y — концентрация ниобия. Коэффициент n близок к стехиометрии $(\text{FeNb})_2\text{B}$ (например, $n \approx 2.2$). Формула позволяет оценить среднее содержание кремния в нанокристаллах как $x = 0.085$.

Средний размер нанокристаллов достигает $10\text{--}12\text{ nm}$, параметр ОЦК-решетки равен $0.28625(8)\text{ nm}$. В дифрактограмме наблюдаются все разрешенные симметрией брэгговские пики в интервале углов рассеяния $10^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$. В пределах точности измерений продольный и поперечный сканы для одного и того же образца неразличимы [26].

Петля магнитного гистерезиса после НКО имеет наклонную форму с перегибом (рис. 1). Коэрцитивная сила, $H_c, \sim 0.7\text{ Oe}$. Индукция B достигает насыщения B_s в поле более 5 Oe , остаточная индукция, $B_r, \sim 0.32\text{ T}$, что составляет 24% от B_s ($B_s = 1.345\text{ T}$). Можно заключить, что магнитное состояние сплава после НКО изотропное. Магнитные свойства и имеющиеся данные ЯГР-спектроскопии [25] (отношение интенсивностей крайних линий в секстете $A_2/A_1 = 0.44(2)$, при изотропном распределении магнитных моментов должно быть 0.67) свидетельствуют о том, что в отсутствие внешнего поля намагниченность нанокристаллов в сплаве распределяется по направлению изотропно с небольшим преобладанием поперечной намагниченности (поперек ленты, с выходом из плоскости ленты), анизотропия магнитных свойств отсутствует. Сложная форма петли магнитного гистерезиса указывает на двухстадийный процесс продольного перемагничивания ленточного образца. Можно предположить, что в полях до $\sim 2\text{ Oe}$ происходит перемагничивание аморфной матрицы Fe(Nb)-B , затем поворачиваются в направлении приложенного поля магнитные моменты $\alpha\text{-FeSi}$ нанокристаллов. Последние дают больший вклад в индукцию насыщения, в то время как матрица — в коэрцитивную силу. В нулевом поле намагниченность нанокристаллов в основном возвращается к изотропной ориентации.

Изменение петли магнитного гистерезиса при ТМО в постоянном магнитном поле показано на рис. 1. После отжига в магнитном поле в течение 20 min форма петли, если сравнить ее с формой после НКО, начинает приближаться к прямоугольной: индукция B достигает насыщения B_s в меньшем поле ($\sim 3\text{ Oe}$), остаточная индукция, $B_r, \sim 1.24\text{ T}$, что составляет 92% от B_s (1.345 T). Коэрцитивная сила, H_c , увеличивается до 0.85 Oe . Наводится продольная магнитная анизотропия, намагниченность преимущественно ориентируется вдоль ленты образца. Еще больший эффект наведения продольной магнитной анизотропии, связанный с улучшением магнитомягких свойств, наблюдается после ТМО продолжительностью 60 min. Индукция B достигает насыщения B_s в поле $\sim 1\text{ Oe}$, остаточная индукция, $B_r, \sim 1.06\text{ T}$, что составляет 78% от B_s . Коэрцитивная сила, H_c , уменьшается до $\sim 0.2\text{ Oe}$. Гистерезисные потери, которые оцениваются по площади петли, уменьшаются в несколько раз.

Если петлю гистерезиса после ТМО продолжительностью 60 min сравнить с петлей после НКО, то коэрцитивная сила уменьшается в три с половиной раза. Форма петли приближается к прямоугольной, значительно снижаются гистерезисные потери. Остаточная намагниченность увеличивается в три раза. Возможно, что улучшение параметров петли гистерезиса с увеличением длительности ТМО объясняется тем, что для наведения продольной магнитной анизотропии в нанокристаллах достаточно и 20 min, но одновременно с формированием нанокристаллов идет процесс более медленных изменений матрицы. В насыщающем магнитном поле (160 Oe) намагниченность в растущих

нанокристаллах сразу ориентируется вдоль одной из осей легкого намагничивания, которая составляет наименьший угол с направлением внешнего магнитного поля. При ТМО объемных кристаллов Fe–Si-сплава максимальный эффект достигается за несколько минут при температурах около 450°C [7]. По-видимому, более продолжительный отжиг в магнитном поле требуется для получения продольной ориентации намагниченности в более магнитно-жесткой матрице.

Во всех образцах, прошедших НКО или ТМО, деформации решетки нанокристаллов в пределах $|\varepsilon_{hkl}| < 0.5 \cdot 10^{-3}$ не наблюдаются (рис. 2). Поскольку ε_{hkl} вычислялись из уточненных положений пиков (hkl) для недеформированной ОЦК-решетки, то указанные пределы соответствуют точности эксперимента. Понятно, что такая точность не позволяет обнаруживать изменения, вызванные магнитострикцией. В насыщающем магнитном поле величина магнитострикции для железа $\lambda_s = 20 \cdot 10^{-6}$ [23], в сплаве α -FeSi она уменьшается по сравнению с чистым железом и обнуляется примерно при 12 at.% кремния [23,27], а в сплаве фанмет (Fe–Si–Nb–B–Cu) изменяется в зависимости от содержания кремния, но не превышает величины $12 \cdot 10^{-6}$ [34,35]. Следовательно, возможно, что деформации на уровне λ_s железа или сплава с кремнием есть, но не фиксируются экспериментально.

Ранее магнитное и структурное состояние нанокристаллов в сплаве Fe₈₁Si₆Nb₃B₉Cu₁ после термомехани-

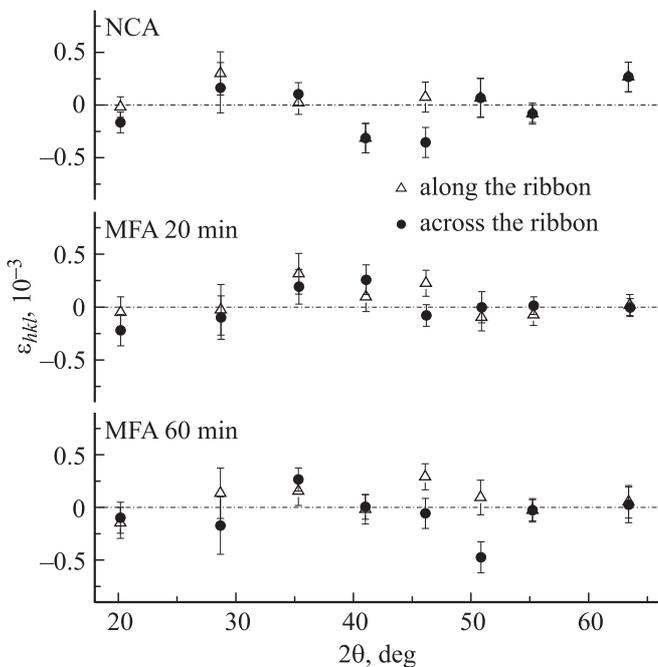


Рис. 2. Относительные отклонения межплоскостных расстояний ε_{hkl} от соответствующих средних значений для шести брэгговских пиков (слева направо): (110), (200), (211), (220), (310), (222), (321) и (330) от образцов, прошедших нанокристаллизующий отжиг (NCA) и ТМО в постоянном магнитном поле (MFA) в зависимости от угла рассеяния 2θ .

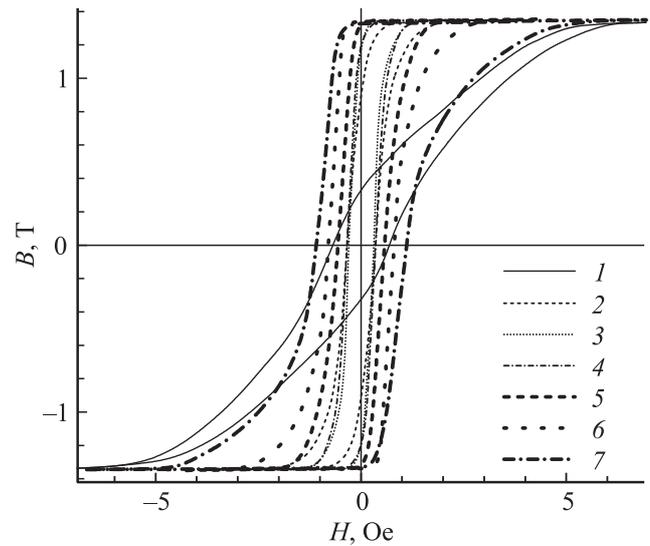


Рис. 3. Петли гистерезиса после нанокристаллизующего отжига — кривая 1 и ТМехО под действием растягивающего напряжения $\sigma_i = 25$ МПа (кривая 2), 50 (3), 100 (4), 200 (5), 400 (6) и 500 МПа (7). Эффективные значения напряжений — σ_a см. в табл. 1.

ческой обработки под действием растягивающей нагрузки, создающей напряжение 400–440 МПа, исследовалось в [25,26]. Было показано, что петля магнитного гистерезиса приобретает форму, близкую к прямоугольной, намагниченность ориентируется вдоль ленточного образца и лежит в его плоскости (по данным ЯГР-спектроскопии [25] отношение $A_2/A_1 = 1.36(5)$, при поперечном относительно пучка γ -квантов распределении должно быть 1.33).

Петли гистерезиса образцов, подвергнутых ТМехО с разными растягивающими напряжениями (25–500 МПа), показаны на рис. 3. Все отожженные под нагрузкой образцы имеют почти прямоугольную петлю гистерезиса, но ее ширина (коэрцитивная сила, H_c) сильно зависит от величины нагрузки, σ . По мере увеличения σ петля сначала сужается, потом расширяется, причем ширина после наибольших нагрузок увеличивается в несколько раз. Наименьшее значение H_c получено после отжига под напряжением 50 МПа. Остаточная индукция быстро нарастает с ростом σ и мало меняется после напряжения $\sigma_1 = 200$ МПа. Графики зависимостей коэрцитивной силы, H_c , и остаточной индукции, B_r , от величины механического напряжения при отжиге показаны на рис. 4. Их характер не зависит от того, какие значения σ использованы в качестве аргумента, что совершенно естественно, поскольку эффективные значения напряжения σ_a пропорциональны расчетным σ_i (табл. 1).

После ТМехО при нагрузках, создающих напряжение $\sigma_i = 25$ –100 МПа, коэрцитивная сила уменьшается по сравнению с ее величиной для образца после НКО в 2 раза, а остаточная намагниченность B_r увеличивается

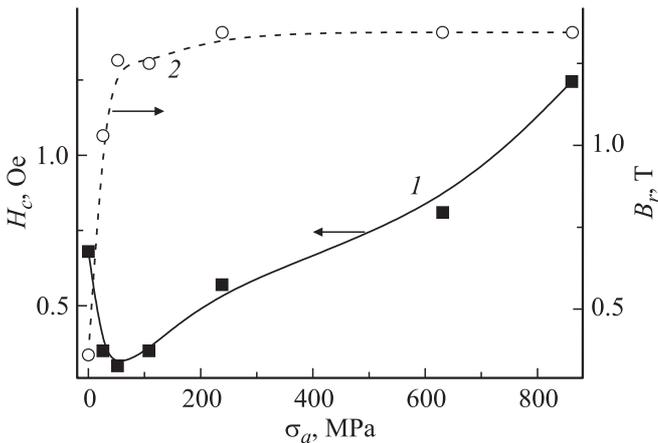


Рис. 4. Зависимости коэрцитивной силы H_c (кривая 1) и остаточной индукции B_r (2) от величины эффективного растягивающего напряжения σ_a , действующего при ТМехО.

в 2.5–3 раза. Если ТМехО проводилась при больших нагрузках, то остаточная намагниченность приближается к намагниченности насыщения (при эффективном напряжении $\sigma_a \approx 240$ МПа), вид петли становится близким к прямоугольному, а коэрцитивная сила растет. При $\sigma_a = 630$ МПа она превосходит H_c для образца в исходном состоянии (после НКО), и продолжает расти с увеличением нагрузки, становясь больше 1 Ое после ТМехО под нагрузкой, создающей эффективное напряжение $\sigma_a = 860$ МПа.

В дифрактограммах образцов, подвергнутых ТМехО, наблюдаются относительные смещения пиков, измеренных при продольном и поперечном сканировании. В работе [26] были приведены как дифрактограммы ленточных образцов сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ после ТМехО ($\sigma_i = 400\text{--}440$ МПа), измеренные в интервале $12^\circ < 2\theta < 62^\circ$, так и профили отдельных брэгговских пиков (200), (211), (220), (310), (222) и (321), которые сравнивались с аналогичными данными для образца сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$. Было показано, что в продольных сканах пики сдвигаются в направлении меньших углов рассеяния, т.е. межплоскостные расстояния вдоль направления приложения нагрузки при ТМехО увеличены. В поперечных сканах пики были сдвинуты в противоположную сторону, следовательно, межплоскостные расстояния поперек ленты уменьшены.

Здесь следует отметить, что в рефлекс (hkl) дают вклад только те нанокристаллы, у которых вектор $[hkl]$ (в пределах углового разрешения дифрактометра) параллелен направлению приложения нагрузки при ТМехО в продольном скане или перпендикулярен этому направлению в поперечном скане. Относительные сдвиги пиков не одинаковы для разных (hkl), что соответствует анизотропии остаточных деформаций относительно направлений в решетке нанокристаллов. Наибольший сдвиг наблюдается для отражений (200) и (310), в то время как в пределах экспериментального разрешения

сдвиги для отражений (222) не наблюдаются. Характер смещений дифракционных пиков в продольном и поперечном сканах не зависит от содержания кремния в сплаве [26].

В сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ после ТМехО решетка растянута вдоль ленты и сжата в поперечном направлении. При этом величина деформаций ε_{hkl} зависит от величины растягивающего напряжения, приложенного при отжиге. На рис. 5 приведены относительные растяжения и сжатия в зависимости от угла Φ между вектором $[hkl]$ и ближайшей осью $\langle 111 \rangle$. На рисунке указаны расчетные значения растягивающих напряжений, σ_i . Соответствующие значения эффективных напряжений приведены в табл. 1. После отжига под напряжением 25 МПа отмечаются отличные от нуля растяжения и сжатия решетки в направлениях [200] и [310], однако деформации небольшие (растяжения 0.0005(2) и 0.0003(2), сжатия $-0.0005(2)$ и $-0.0004(2)$, соответственно). Примерно такие же деформации наблюдаются после ТМехО при $\sigma_i = 50$ МПа. При $\sigma_i = 100$ МПа уже в трех направлениях [200], [310] и [220] наблюдаются заметные искажения решетки. При $\sigma_i = 200$ МПа для всех направлений, кроме [222], отмечаются ненулевые деформации. В пределах погрешности измерений искажения в направлении $\langle 111 \rangle$ не наблюдаются во всех случаях, т.е. в продольных и поперечных сканах для образцов с любым способом обработки. С ростом величины растягивающего напряжения деформации пропорционально увеличиваются и для плоскостей (200) при расчетном напряжении $\sigma_i = 500$ МПа (эффективное напряжение $\sigma_a = 860$ МПа) достигают максимума: растяжение $\varepsilon_{200} = 0.008$, сжатие $\varepsilon_{200} = -0.004$. Как видно из рис. 6, ε_{hkl} практически линейно зависит от напряжения при ТМехО (σ_a), а относительные растяжения по абсолютной величине несколько превосходят сжатия при любых нагрузках. Линейная зависимость величины деформации от напряжения характерна для упругих деформаций. Об их обратимости в данном случае говорить сложно, поскольку нанокристаллы зажаты в окружающей их аморфной матрице. Снять создаваемые матрицей напряжения полностью невозможно [18,30].

Таким образом, как и в более ранних работах [19,26], здесь показано, что после ТМехО в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ величина ε_{hkl} растет с увеличением угла Φ , а деформации пропорциональны приложенному при отжиге напряжению (расчетному — σ_i или эффективному — σ_a). Рассчитанные из положений дифракционных пиков деформации приведены в табл. 2. Из таблицы видно, что нанокристаллы, у которых одна из легких осей [100] ориентирована вдоль ленты, т.е. параллельно направлению приложения нагрузки, имеют искажения, близкие к тетрагональным: вытянуты на 0.84% и сжаты на 0.41% по поперечным осям [010] и [001]. При этом объем элементарной ячейки увеличивается незначительно (на 0.015%).

В результате проведенных исследований получены новые данные о влиянии термомагнитной и термоме-

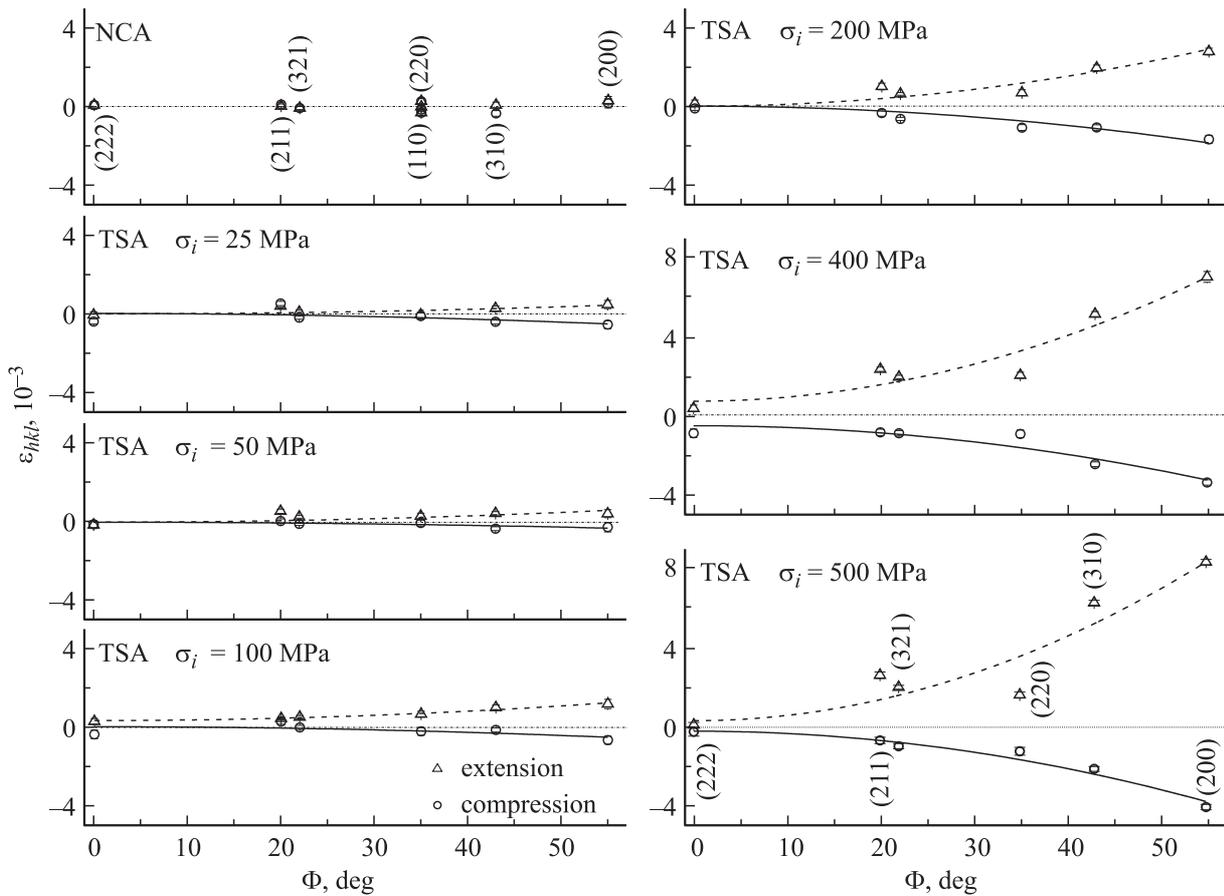


Рис. 5. Зависимости относительного растяжения (треугольники) и сжатия (кружки) решетки ε_{hkl} , вычисленные из смещений пиков (hkl), от угла Φ для образцов сплава после ТМехО под действием растягивающих напряжений $\sigma_i = 25, 50, 100, 200, 400$ и 500 МПа. Значения ε_{hkl} для пиков с одинаковыми индексами (hkl) расположены при одинаковых значениях угла Φ .

Таблица 2. Относительные искажения решетки нанокристаллов ε_{hkl} (%) после ТМехО в зависимости от напряжения σ_i и угла Φ между направлением $[hkl]$ и ближайшей осью $\langle 111 \rangle$

hkl	Φ , deg	σ_i , МПа						
		0	25	50	100	200	400	500
Вдоль ленты—растяжения								
200	55.0	+0.03(2)	+0.05(2)	0.04(2)	0.12(2)	0.276(15)	0.65(2)	0.840(14)
211	20.0	0.002(11)	+0.040(11)	0.056(11)	0.046(8)	0.10(2)	0.247(11)	0.26(2)
220	35.0	-0.032(14)	+0.00(2)	0.03(2)	0.07(2)	0.068(15)	0.161(15)	0.165(15)
310	43.0	0.007(14)	+0.028(12)	0.040(8)	0.101(12)	0.193(14)	0.430(14)	0.633(12)
222	0.0	0.007(20)	+0.00(2)	-0.01(2)	0.030(15)	0.01(2)	0.05(2)	0.012(13)
321	22.0	-0.008(10)	+0.009(10)	0.027(7)	0.052(8)	0.062(7)	0.174(8)	0.204(10)
Поперек ленты—сжатия								
200	55.0	0.02(2)	-0.05(2)	-0.02(2)	-0.06(2)	-0.17(2)	-0.29(2)	-0.406(14)
211	20.0	0.010(11)	0.053(11)	-0.006(11)	0.030(14)	-0.03(2)	-0.066(11)	-0.07(2)
220	35.0	-0.032(14)	-0.01(2)	-0.00(2)	-0.02(2)	-0.109(15)	-0.070(15)	-0.12(2)
310	43.0	-0.035(14)	-0.040(12)	-0.033(10)	-0.013(10)	-0.108(14)	0.202(12)	-0.212(12)
222	0.0	-0.006(18)	-0.038(13)	-0.01(2)	-0.04(2)	-0.01(1)	-0.02(2)	-0.02(2)
321	22.0	-0.008(8)	-0.019(8)	-0.008(8)	0.000(10)	-0.065(8)	0.080(12)	-0.096(13)

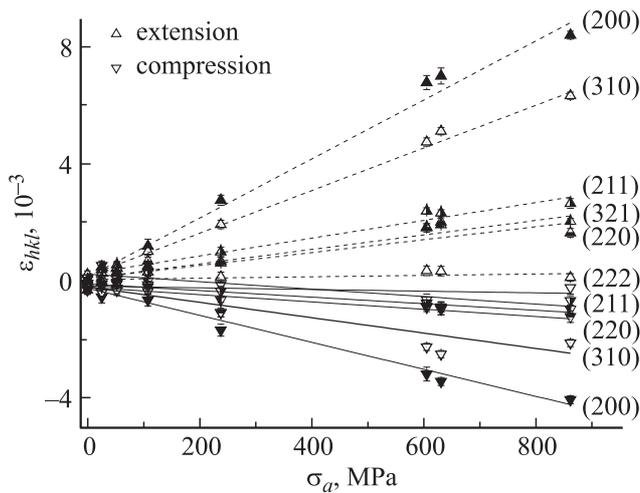


Рис. 6. Растяжения ($\varepsilon_{hkl} \geq 0$, треугольники) и сжатия ($\varepsilon_{hkl} \leq 0$, перевернутые треугольники) решетки в разных направлениях $[hkl]$ в зависимости от эффективной величины растягивающего напряжения при ТМехО. Прямыми линиями показаны результаты линейной аппроксимации зависимостей $\varepsilon_{hkl}(\sigma_a)$.

ханической обработок на структуру и свойства нанокристаллического сплава $\text{Fe}_{87-X}\text{Si}_X\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ с низким содержанием кремния ($X = 6$). Однако остаются нерешенные вопросы. Например, не удалось однозначно определить, что является основной причиной наведения осевой магнитной анизотропии при ТМО в постоянном поле. В нанокристаллах α -FeSi-фазы при средней концентрации кремния около 8.5 at.% продольная (осевая) магнитная анизотропия может возникать за счет локального упорядочения атомов кремния, подобно случаю Fe–Si-кристаллов [10–13]. Но нельзя полностью исключить и магнитоупругий механизм [26], в основе которого лежит продольный эффект Виллари, поскольку для продольной ориентации намагниченности в нанокристаллах достаточно небольшой относительной деформации. Магнитострикция при ТМО в поле 160 Oe может привести к продольной деформации в решетке нанокристаллов $\sim 20 \cdot 10^{-6}$. После охлаждения сплава деформация нанокристаллов, находящихся в окружении жесткой матрицы, может сохраниться и стать причиной преимущественно продольной ориентации намагниченности (т.е. вдоль направления остаточного растяжения, которое параллельно направлению приложения магнитного поля при ТМО). Возможно и одновременное действие этих двух механизмов.

Механизмы процессов, протекающих при ТМО в аморфной матрице (FeNb)–B, окружающей нанокристаллы, еще более неопределенные. Известно [33], что во время термообработки аморфная матрица стабилизируется благодаря В и Nb. При этом ниобий препятствует образованию соединений железа с бором и увеличивает температуру вторичной кристаллизации. Аморфная матрица ферромагнитна, ее температура Кюри не

превосходит 400°C , а намагниченность насыщения — 1 Т. Процессы нанокристаллизации в Fe–Si–Nb–B–Cu-сплавах в основном завершаются примерно через 20 min при оптимальных температурах $\sim 550^\circ\text{C}$ [2,33], в то время как магнитная анизотропия наводится в кристаллических Fe–Si-сплавах за несколько минут отжига при 450°C [5]. Поэтому влияние продолжительности отжига при ТМО на снижение коэрцитивной силы с 0.85 Oe после 20 min до 0.2 Oe после 60 минут, по-видимому, можно объяснить какими-то медленно текущими процессами в аморфной матрице, в результате которых ее магнитомягкие свойства улучшаются.

При ТМехО ленты нагружаются продольно, поэтому механические напряжения, созданные в материале, имеют осевую анизотропию с осью, ориентированной вдоль ленты. В процессе отжига аморфная матрица деформируется пластически (ленты удлиняются пропорционально величине нагрузки), а кристаллическая решетка нанокристаллов растягивается вдоль направления приложения нагрузки. Поскольку нанокристаллов множество и их ориентация изотропная, то у разных кристаллов разные кристаллографические оси ориентированы вдоль направления растяжения. После отжига лента охлаждается до нормальной температуры под действием нагрузки. Затем нагрузка снимается, а лента остается в напряженном состоянии. В нанокристаллах сохраняются анизотропно распределенные деформации, что обеспечивается жесткостью сжимающей их аморфной матрицы. По всей видимости, матрица передает механическое напряжение сжатия нанокристаллам в поперечном направлении. Тем самым поддерживается осевая анизотропия механических напряжений, но теперь матрица сжимает кристаллы, препятствуя релаксации деформаций в них.

Продольная анизотропия магнитных свойств обеспечивается остаточными деформациями решетки нанокристаллов, для которых при концентрации кремния около 8.5 at.% характерно положительное магнитоупругое взаимодействие. В этом случае локальная намагниченность преимущественно ориентируется вдоль направления растяжения и поперек направления сжатия решетки (продольный эффект Виллари), т.е. вдоль ленты. Свою роль в продольной ориентации намагниченности может играть и направленное упорядочение атомов кремния в нанокристаллах. Под действием растягивающих напряжений в процессе отжига пары атомов кремния (оси пар параллельны $\langle 100 \rangle$) за счет диффузии могут преимущественно ориентироваться вдоль наиболее растянутых осей легкого намагничивания. Аналогично массивным кристаллам Fe–Si в нанокристаллах такие оси становятся осями наведенной магнитной анизотропии. Поскольку деформации растяжения в основном ориентированы вдоль ленты, то и оси магнитной анизотропии в нанокристаллах предпочтительно выстраиваются вдоль ленты, приводя к продольной магнитной анизотропии. Но для подтверждения или отклонения этого предположения требуется проведение дополнительных исследований.

Наилучшие магнитомягкие свойства в нанокристаллическом сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ получаются после ТМехО под действием небольших растягивающих напряжений ($\sigma_a = 26\text{--}108$ МПа). Небольшие остаточные деформации достаточны для формирования осевой магнитной анизотропии, а остаточные напряжения на границах между нанокристаллами и аморфной матрицей еще не настолько велики, чтобы затруднить ее перемагничивание. По мере увеличения напряжения при ТМехО от 52 до 860 МПа пропорционально увеличиваются деформации, остающиеся после охлаждения сплава и снятия нагрузки. В то же время наблюдается почти линейный рост коэрцитивной силы от $H_c = 0.30$ Ое при 52 МПа до $H_c = 1.24$ Ое при 860 МПа. Очевидно, что значительные деформации нанокристаллов (растяжения до 0.65–0.84% и сжатия до 0.29–0.41%), возникающие под действием очень больших растягивающих напряжений (600–860 МПа), удерживаются за счет жесткости аморфной матрицы. В результате в ней создаются огромные локальные напряжения. Эти напряжения по величине пропорциональны остаточной деформации или приложенному при ТМехО напряжению. Предполагается, что именно такие напряжения в ферромагнитной аморфной матрице могут приводить к увеличению ее магнитной жесткости. Магнитные моменты (локальная намагниченность) становятся жестко привязанными относительно полей локальных напряжений. Таким образом, упругие напряжения формируют в матрице локальные области с жесткой ориентацией намагниченности, перемагничивание которых увеличивает H_c .

4. Заключение

Влияние отжига при температуре нанокристаллизации в постоянном магнитном поле или в поле растягивающего механического напряжения на магнитные свойства и структуру нанокристаллического сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_6\text{Nb}_3\text{V}_9\text{Cu}_1$ исследовалось методами магнитометрии (измерение магнитного потока в зависимости от внешнего магнитного поля) и рентгеновской дифракции. Методом рентгеновской дифракции из уточненных позиций основных брэгговских пиков определялись межплоскостные расстояния в решетке нанокристаллов. Увеличение или уменьшение межплоскостных расстояний по сравнению с недеформированной ОЦК-решеткой соответствуют деформациям решетки нанокристаллов. Точность определения относительной величины деформации $\sim 5 \cdot 10^{-4}$.

В результате термомагнитной обработки в постоянном магнитном поле наводится осевая (продольная) магнитная анизотропия. Эффект сильно зависит от продолжительности отжига в магнитном поле. Деформации решетки нанокристаллов после ТМО не обнаружены. Не удалось однозначно определить природу магнитной анизотропии: либо деформации, но меньшие по величине, чем экспериментальная точность, либо имеет

место локальное упорядочение атомов кремния в нанокристаллах.

После термомеханической обработки также наводится продольная магнитная анизотропия, коэрцитивная сила (H_c) и остаточная индукция (B_r) зависят от нагрузки при ТМехО. Их оптимальные значения получаются при растягивающих напряжениях 25–100 МПа, затем H_c линейно растет с увеличением напряжения, B_r почти не меняется. Обнаружена деформация решетки нанокристаллов, величина которой растет пропорционально величине приложенного напряжения. Зависимость величины деформаций от напряжения при ТМехО хорошо описывается линейной функцией (закон Гука), что свидетельствует об упругом характере наблюдаемых деформаций.

Список литературы

- [1] Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi. *J. Appl. Phys.* **64**, 6044 (1988).
- [2] Y. Yoshizawa. In: *Handbook of advanced magnetic materials. V. 4. Properties and applications* / Ed. Yi Liu, D.J. Sellmyer, D. Shindopp. Springer, N. Y. (2006). P. 124.
- [3] Y. Yoshizawa, K. Yamauchi. *IEEE Trans. Magn.* **25**, 3324 (1989).
- [4] Y. Yoshizawa, K. Yamauchi. *J. Mag. Soc. Jpn.* **14**, 193 (1990).
- [5] И.Е. Старцева, В.В. Шулика, Я.С. Шур. *Изв. АН СССР, Сер. физ.* **36**, 7, 1597 (1972).
- [6] K. Forsch. *Phys. Status Solidi* **42**, 329 (1970).
- [7] В.А. Лукшина, И.Е. Старцева, Я.С. Шур. *ФММ* **63**, 6, 1121 (1987).
- [8] L. Neel. *J. Phys. Radiat.* **15**, 225 (1954).
- [9] S. Taniguchi, M. Yamamoto. *Sci. Rep. RITU A* **6**, 330 (1954).
- [10] Б.К. Соколов, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров, Н.В. Ершов. *ДАН* **399**, 2, 185 (2004).
- [11] Yu.P. Chernenkov, N.V. Ershov, V.A. Lukshina, V.I. Fedorov, B.K. Sokolov. *Physica B: Cond. Matter* **396**, 1–2, 220 (2007).
- [12] Н.В. Ершов, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров. *ФТТ* **51**, 3, 417 (2009).
- [13] Н.В. Ершов, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров. *ФТТ* **54**, 9, 1813 (2012).
- [14] А.А. Глазер, Н.М. Клейнерман, В.А. Лукшина, А.П. Потапов, В.В. Сериков. *ФММ* **12**, 56 (1991).
- [15] Н.И. Носкова, В.В. Сериков, А.А. Глазер, Н.М. Клейнерман, А.П. Потапов. *ФММ* **7**, 80 (1992).
- [16] G. Herzer, V. Budinsky, C. Polak. *Phys. Status Solidi B* **248**, 10, 2382 (2001).
- [17] M. Ohnuma, K. Hono, T. Yanai, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa. *Appl. Phys. Lett.* **83**, 2859 (2003).
- [18] M. Ohnuma, K. Hono, T. Yanai, M. Nakano, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa. *Appl. Phys. Lett.* **86**, 152 513 (2005).
- [19] Ю.П. Черненко, Н.В. Ершов, В.И. Федоров, В.А. Лукшина, А.П. Потапов. *ФТТ* **52**, 3, 514 (2010).
- [20] M. Ohnuma, T. Yanai, K. Hono, M. Nakano, H. Fukunaga, Y. Yoshizawa, G. Herzer. *J. Appl. Phys.* **108**, 093 927 (2010).
- [21] M.R. Daymond, M.A.M. Bourke, R.B. Von Dreele, B. Clausen, T. Lorentzen. *J. Appl. Phys.* **82**, 4, 1554 (1997).
- [22] Дж. Най. *Физические свойства кристаллов и их описание при помощи тензоров и матриц*. Мир, М. (1967). 386 с.

- [23] R.M. Bozorth. Ferromagnetism. IEEE Press, N. Y. (1993). 986 p.
- [24] V.A. Lukshina, I.V. Gervasyeva, N.M. Kleinerman, V.V. Serikov, N.V. Dmitrieva. Phys. Met. Met. **91**, S1, S147 (2001).
- [25] В.В. Сериков, Н.М. Клейнерман, Е.Г. Волкова, В.А. Лукшина, А.П. Потапов, А.В. Свалов. ФММ **102**, 3, 290 (2006).
- [26] 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. InTech, Rijeka (2011). P. 415.
- [27] G. Bertotti, F. Fiorillo. Ibid / Ed. H.P.J. Wijn. Springer-Verlag, Berlin, Germany (1994). P. 55; <http://www.springermaterials.com>
- [28] G. Herzer. IEEE Trans. Magn. **30**, 6, 4800 (1994).
- [29] O. Kubaschewski. Phase Diagrams of Binary Fe-based Systems. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg and Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf (1982). P. 135.
- [30] Н.В. Ершов, Н.В. Дмитриева, Ю.П. Черненко, В.А. Лукшина, В.И. Федоров, А.П. Потапов. ФТТ **54**, 9, 1705 (2012).
- [31] Yu.A. Babanov, N.V. Ershov, V.R. Shvetsov, A.V. Serikov, A.L. Ageev, V.V. Vasin. J. Non-Cryst. Solids **79**, 1-2, 1 (1986).
- [32] Ю.А. Бабанов, Н.В. Ершов, А.В. Сериков, В.Р. Швецов. ФММ **61**, 4, 779 (1986).
- [33] G. Herzer. Handbook of Magnetic Materials / Ed. K.H.J. Buschow. Elsevier Science, N. Y. (1997). V. 10. Ch. 3. P. 415.
- [34] K. Suzuki, A. Makino, N. Kataoka, A. Inoue, T. Masumoto. J. Appl. Phys. **70**, 6232 (1991).
- [35] K. Suzuki, A. Makino, N. Kataoka, A. Inoue, T. Masumoto. J. Appl. Phys. **74**, 3316 (1993).