

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НАМАГНИЧЕННОСТИ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ЖЕЛЕЗОКРЕМНИСТЫХ СПЛАВОВ

© 2024 г. Н. В. Ершов^{a,*}, Н. М. Клейнерман^a, В. А. Лукшина^a, А. В. Тимофеева^a^aИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: nershov@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 29.12.2023 г.

После доработки 02.04.2024 г.

Принята к публикации 14.04.2024 г.

Распределение намагниченности в монокристаллах кремнистого железа после закалки из парамагнитного состояния и после отжига в ферромагнитном состоянии определено методом мёссбауэровской спектроскопии. Образцы, содержащие 5, 6 и 8 ат. % кремния, имели кубическую ($\{100\}\langle 001\rangle$) и госсовскую ($\{011\}\langle 100\rangle$) ориентации кристаллографических осей. Предложен оригинальный способ вычисления относительных долей намагниченности, ориентированной вдоль осей легкого намагничивания, в том числе в плоскости монокристаллического образца или под углом к этой плоскости. Использованы параметры, полученные в результате их дискретной аппроксимации мёссбауэровских спектров. Показано, что после закалки из парамагнитного состояния намагниченность ориентируется примерно равновероятно вдоль трех осей $\langle 100\rangle$, а после ферромагнитного отжига она перераспределяется вдоль направлений $\langle 100\rangle$, лежащих в плоскости образца.

Ключевые слова: железокремнистые сплавы, монокристаллы, эффект Мёссбауэра, распределение намагниченности, оси легкого намагничивания

DOI: 10.31857/S0015323024080011 EDN: JXAZTU

ВВЕДЕНИЕ

Железокремнистые сплавы с высоким содержанием железа являются базовыми для получения электротехнических сталей. Для кристаллических магнитомягких сплавов железа с кремнием характерна магнитокристаллическая анизотропия. В кристаллах железа и магнитомягких сплавов железо–кремний имеются оси легкого намагничивания (ОЛН), которые совпадают с кристаллографическими осями тетрагонального типа $\langle 100\rangle$, вдоль которых работа намагничивания образца до насыщения, производимая внешним магнитным полем, минимальна. Если внешнее поле на образец не действует, то намагниченность в отдельных областях — доменах (размером порядка 10^{-2} см³) направлена вдоль одной из ОЛН (спонтанная намагниченность). Домены разделены доменными стенками, толщина которых оценивается в пределах 10–100 нм.

В отличие от чистого железа, в его сплавах замещения (например, с кремнием или алюминием) имеет место наведенная магнитная анизотропия, которая формируется за счет диффузии примесных атомов при повышенных темпера-

турах в ферромагнитном состоянии [1]. Наведенная при термической обработке магнитная анизотропия накладывается на кристаллографическую анизотропию и существенно меняет характер зависимости магнитных свойств от направления в кристалле. Для объяснения эффекта наведения магнитной анизотропии в твердых растворах замещения в результате термомагнитной обработки около пятидесяти лет назад была предложена гипотеза о направленном упорядочении примесных атомов [2–4]. Предполагалось (Неель [2], Танигучи и Яомото [3]), что анизотропия локальных свойств в твердых растворах замещения с кубической решеткой может быть обусловлена одноосными дефектами, представляющими собой пары однотипных атомов (например, Si–Si), преимущественно ориентированные вдоль одного из кристаллографических направлений $\langle 100\rangle$ [4]. При температурах, достаточных для протекания диффузии, но ниже точки Кюри (T_C) пары атомов будут занимать позиции в решетке, обеспечивающие минимальный угол между осью пары и вектором намагниченности образца. Направленное упорядочение после охлаждения до комнатной температуры

будет «заморожено» ввиду низкой диффузионной подвижности атомов. Возникнет одноосная анизотропия, ось которой совпадает с направлением внешнего магнитного поля, действовавшего при отжиге. Гипотеза Нееля блестяще объяснила возникновение и температурную стабильность наведенной магнитной анизотропии. Кроме того, она имела ряд следствий, которые неоднократно подтверждены экспериментально. Например, то, что парное упорядочение отсутствует в чистых металлах и сплавах с изотропным дальним порядком, а также то, что температура обработки должна быть ниже T_C , но достаточной для диффузии атомов. Быстрая закалка от температуры выше T_C или отжиг во вращающемся магнитном поле должны подавлять направленное упорядочение [4].

Наведенную магнитную анизотропию (НМА) можно формировать, менять ее тип, степень остроты в процессе отжига, например, в магнитном поле. При отжиге и охлаждении кристалла ферромагнитного сплава в постоянном магнитном поле, приложенном вдоль одной из ОЛН, в нем можно получить направление наилегчайшего перемагничивания. Вдоль этого направления перемагничивание облегчается, магнитомягкие свойства улучшаются, в поперечных направлениях перемагничивание затрудняется. В сплаве формируется полосовая доменная структура: магнитные домены вытягиваются (выстраиваются) вдоль оси наилегчайшего перемагничивания.

Атомная структура и свойства магнитомягких сплавов на основе железа интенсивно исследовали на протяжении многих лет [5–17]. Однако не было экспериментальных работ, которые подтверждали или опровергали теорию направленного упорядочения. Поэтому прямые структурные исследования с целью подтвердить или опровергнуть существование одноосных анизотропных дефектов в ОЦК-монокристаллах магнитомягкого сплава железо–кремний, имеющих в результате обработки наведенную магнитную анизотропию, были актуальными [18]. Результаты таких исследований, выполненных методами рентгеновской дифракции и мёссбауэровской спектроскопии на монокристаллических образцах сплавов железа с кремнием, опубликованы в работах [19–26].

Методом рентгеновской дифракции было обнаружено ближнее упорядочение атомов в виде кластеров $B2$ -фазы, состоящих из двух состыкованных гранями $B2$ -ячеек (структура $CsCl$),

окруженных растянутыми ячейками α -железа [19–23]. С помощью дискретной аппроксимации мёссбауэровских спектров сплавов несколькими секстетами было показано [25, 26], что в ближайшем окружении части атомов железа имеются пары атомов кремния, оси которых направлены вдоль одной из осей $\langle 100 \rangle$. Атомы пары являются вторыми ближайшими соседями, что соответствует ближнему порядку $B2$ -типа. Было установлено, что доля атомов кремния, образующих $B2$ -пары, увеличивается от $\sim 2/3$ при 5 ат. % до $\sim 9/10$ при 8 ат. % кремния [26]. Локальное упорядочение $B2$ -типа формируется при высоких температурах и сохраняется после охлаждения, при отжиге в ферромагнитном состоянии сплава, содержащего 8 ат. % Si, появляются области $D0_3$ -фазы [27]. Они увеличиваются в размерах и объемной доле при отжиге и при увеличении концентрации кремния до 10 ат. % [24].

С помощью прямых методов наблюдения доменных структур установлено [28], что в монокристаллических образцах с «госсовской» ориентацией (GO — Goss orientation, $\{011\}\langle 100 \rangle$) кристаллических осей намагниченность преимущественно направлена вдоль одной легкой оси $\langle 100 \rangle$, лежащей в плоскости образца. Наблюдается полосовая доменная структура, параллельная этой оси, разделяемая 180-градусными границами. В образцах с кубической текстурой (CO — cubic orientation, $\{100\}\langle 001 \rangle$ — две оси $\langle 100 \rangle$ лежат в плоскости диска образца) домены примерно в равном количестве ориентированы взаимно-перпендикулярно вдоль легких осей и разделены между собой 180- и 90-градусными границами. Эффект «формы образца» приводит к тому, что намагниченность в большей своей доле лежит в плоскости образца и вращается в тонких доменных границах, имеющих весьма незначительную долю в объеме. Отклонения от плоскости или ориентация намагниченности вдоль других осей имеют место в замыкающих доменах.

Параметры мёссбауэровских подспектров содержат информацию об ориентации намагниченности относительно направления распространения γ -лучей. Поэтому для монокристаллических образцов Fe–Si-сплава дополнительно к результатам анализа ближнего порядка в расположении атомов предполагается установить, какая доля намагниченности ориентируется преимущественно вдоль ОЛН, лежащих в плоскости образца, и как на нее влияют условия

предварительных термических обработок. Предполагается выделить отношение относительных площадей линий секстета A_2/A_1 (или A_5/A_6). Рассчитать распределение намагниченности в направлении ОЛН $\langle 100 \rangle$ в монокристаллических образцах сплавов и объяснить полученные результаты в соответствии с современными представлениями о формировании структуры и свойств железокремнистых сплавов.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В настоящем исследовании объектами служили монокристаллические образцы сплавов α -FeSi ($C_{Si} = 0.05, 0.06$ и 0.08), которые использовали для проведения рентгеноструктурного анализа [19, 20, 23, 24, 27] и мёссбауэровских исследований ближнего порядка в расположении атомов кремния в решетке α -Fe [25, 26]. Монокристаллические образцы в виде тонких дисков (толщина 0.3 мм, диаметр 8–9 мм) с СО-плоскости (100) вырезали из монокристаллов (5 и 8 ат.% Si), выращенных по методу Бриджмена, а образцы (толщина 0.35 мм, диаметр 10 мм) с ГО-плоскости (110) вырезали из зерен рекристаллизации листовой промышленной стали (6 ат.% Si). Для рафинирования и снятия напряжений все образцы проходили отжиг в вакууме 5×10^{-6} мм рт. ст. при температуре 1050°C в течение 6 ч, после которого содержание углерода не превышало 0.005 вес.% [30].

Затем монокристаллические образцы FeSi-сплавов были подвергнуты термическим обработкам табл. 1. Три образца с разным содержанием кремния закаливали в воду после 10-минутной выдержки в парамагнитном состоянии при температуре 850°C ($T_{an} > T_C$) со скоростью охлаждения около $400^\circ\text{C}/\text{с}$. Два образца: один с ГО и 6 ат.% Si и один с СО и 8 ат.% Si отжигали в течение часа в ферромагнитном состоянии при температуре 450°C ($T_{an} < T_C$), после чего медленно охлаждали в печи.

Таблица 1. Содержание кремния, ориентация и термические обработки исследованных монокристаллических образцов сплавов железо–кремний

Содержание Si, ат. %	Ориентация образца	Термическая обработка
6	$\{011\}\langle 100 \rangle$	закалка от 850°C
6	$\{011\}\langle 100 \rangle$	отжиг при 450°C
5	$\{100\}\langle 100 \rangle$	закалка от 850°C
8	$\{100\}\langle 100 \rangle$	закалка от 850°C
8	$\{100\}\langle 100 \rangle$	отжиг при 450°C

После термических обработок толщину образцов уменьшали механической и химической полировкой до оптимальной для мёссбауэровских исследований. Мёссбауэровские спектры измерены на спектрометре ЯГРС-4М в режиме постоянных скоростей. Источником служил ^{57}Co в матрице Cr. Количество каналов на спектр составляло 512.

Спектры всех образцов были приведены ранее в работах [25, 26], для полноты изложения здесь на рис. 1 показаны спектры двух монокристаллических образцов с «госсовской» ориентацией плоскости (ГО), содержащих 6 ат.% Si.

Для получения информации о сверхтонких взаимодействиях на ядрах ^{57}Fe проведена обработка экспериментальных спектров суперпозицией подспектров (компонент спектра) с помощью программы SPECTR, входящей в программный пакет MSTOOLS [46]. В качестве варьируемых параметров выступали: изомерный и квадрупольный сдвиги, сверхтонкое магнитное поле, ширина линии поглощения, относительные площади подспектров. Предполагали равенство вероятностей эффекта Мёссбауэра для всех ядер ^{57}Fe в различных неэквивалентных позициях (окружениях), однородность ближнего порядка в расположении атомов, отсутствие корреляции БП с магнитной текстурой.

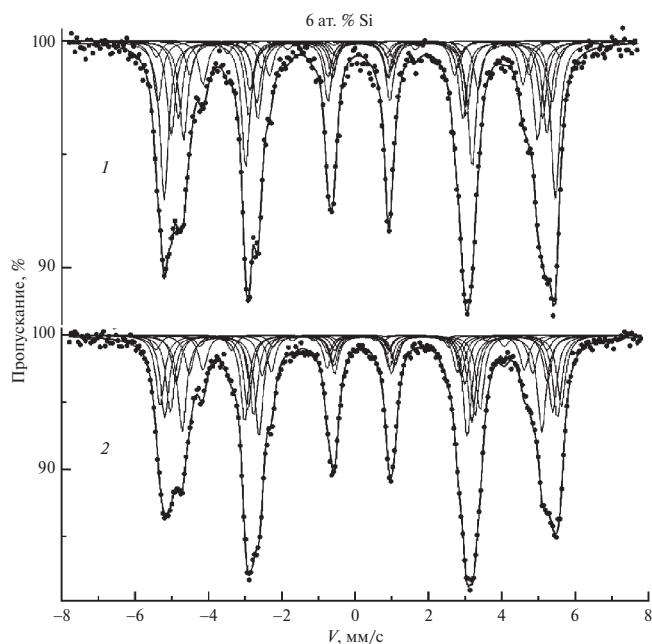


Рис. 1. Мёссбауэровские спектры и их разложение на подспектры закаленного (1) и отожженного (2) монокристаллических образцов сплава железо–кремний, содержащих 6 ат.% кремния.

Результаты математической обработки спектров были представлены в виде гистограмм распределения относительных площадей отдельных подспектров по сверхтонким полям [25, 26]. Интерпретация результатов обосновывается данными о зависимости СТП от количества атомов кремния в ближайших координационных сферах атома железа [31, 32].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Спектры образцов сплавов Fe–Si и определенные из них параметры ближнего порядка в виде вероятностей определенных конфигураций из атомов кремния в первых координационных сферах атома железа приведены в работах [25, 26]. На рис. 1 показаны спектры двух монокристаллических образцов, содержащих 6 ат. % Si (см. табл. 1). Оказалось, что для ближнего порядка во всех сплавах характерна довольно большая доля координации 6:2, которая соответствует двум атомам кремния в первой координационной сфере атома железа. Пару Si–Si составляют атомы кремния, расположенные по ребру ОЦК-ячейки, вдоль ОЛН $\langle 100 \rangle$ и являющиеся вторыми ближайшими соседями, что соответствует ближнему порядку $B2$ -типа.

Перестройка ориентации пар Si–Si не происходит спонтанно, требует термической активации и развивается постепенно в процессе отжига в ферромагнитном состоянии. После термической обработки в монокристаллах железоремнистых сплавов обнаружена анизотропия пространственного распределения областей с локальным упорядочением $B2$ -типа [22]. За счет преимущественной ориентации $B2$ -кластеров протяженность областей $B2$ -фазы вдоль оси НМА больше, а в поперечном направлении меньше, что является прямым доказательством направленного упорядочения пар атомов кремния в Fe–Si-сплавах, объясняющее возникновение и стабильность одноосной магнитной анизотропии [27].

Для анализа распределения намагниченности в образцах сплавов в виде отношений A_2/A_1 и A_5/A_6 имеет значение угловая зависимость интенсивности ядерных переходов. Так, если θ представляет собой угол между направлением потока гамма-квантов и направлением магнитного поля, то различным переходам соответствуют следующие угловые зависимости интенсивностей – площадей под соответствующими пиками [33]: для крайних линий $A_1 = A_6 = \frac{1}{4}(1 + \cos^2\theta)$; для средних линий $A_2 = A_5 = \sin^2\theta$ и для внутрен-

них линий $A_3 = A_4 = \frac{1}{4}(1 + \cos^2\theta)$. Независимо от величины угла θ отношения внутренних и крайних линий (A_3/A_1 или A_4/A_6) равно $\frac{1}{3}$, а отношения A_2/A_1 и A_5/A_6 меняются с углом: при $\theta = 0^\circ$ $A_2/A_1 = A_5/A_6 = 0$, при $\theta = 90^\circ - 1.33(3)$ и при $\theta = 45^\circ - 0.44(4)$. Здесь перечислены только такие углы θ , которые соответствуют возможным ориентациям осей $\langle 100 \rangle$ изучаемых монокристаллов относительно пучка гамма-квантов.

В любом монокристаллическом образце сплава железа с кремнием, имеющем ОЦК-решетку, имеется три ОЛН $\langle 100 \rangle$, вдоль которых стремится ориентироваться спонтанная намагниченность. Более того, в пределах одного домена намагниченность ориентируется вдоль одной из таких осей. На границах доменов имеются доменные стенки, в пределах которых происходит разворот намагниченности и возможны другие ориентации локальной намагниченности. Но их влиянием на среднюю намагниченность в данном рассмотрении можно пренебречь из-за их относительной тонкости (10–100 нм при ширине домена около 10^6 нм) и, следовательно, из-за их малой доли в общем объеме образца.

Положим, что v_1 , v_2 и v_3 – относительные доли объемов образца, которые намагничены параллельно ОЛН $[100]$, $[010]$ и $[001]$ соответственно. Ориентация образца относительно кристаллографических осей схематически показана на рис. 2.

Естественно, что доли v_1 , v_2 и v_3 подчинены условию – сумма всех трех долей составляет весь объем образца:

$$v_1 + v_2 + v_3 = 1.$$

В случае ГО-кристаллографических осей ОЛН $[001]$ лежит в плоскости образца, две другие оси $[100]$ и $[010]$ составляют углы около 45° с плоскостью образца, имеющего форму тонкого

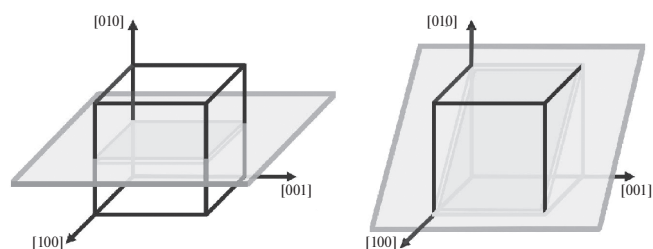


Рис. 2. Ориентация плоскости тонкого монокристаллического образца (показана серой плоскостью) относительно кристаллографических осей $\langle 100 \rangle$ и кубической элементарной ячейки (показана кубом из широких черных линий) в случае СО образцов – слева и в случае ГО – справа.

диска. Распределение намагниченности вдоль осей [100] и [010] является равновероятным, если образец не подвергался специальным обработкам под влиянием внешних воздействий, которые могут привести к асимметрии распределения намагниченности, тогда:

$$v_1 = v_2 \text{ или } v_1 + v_2 = 1 - v_3.$$

Если гамма-излучение при измерении ЯГР-спектра падает на образец нормально к его поверхности, то возможно наблюдать следующие соотношения интегральной интенсивности крайних пиков в секстетах: $\frac{A_2}{A_1}$ или $\frac{A_3}{A_6}$. Если:

1 – намагниченность ориентирована только вдоль оси [001], которая лежит в плоскости образца, тогда

$$\alpha_3 = \frac{A_2}{A_1} = \frac{4}{3} \approx 1.33(3);$$

2 – намагниченность ориентирована только вдоль осей [100] и [010], тогда

$$\alpha_2 = \alpha_1 = \frac{A_2}{A_1} = \frac{4}{9} \approx 0.44(4).$$

Соотношение $\frac{A_2}{A_1}$ или $\frac{A_3}{A_6}$ не может принимать значения, меньше, чем 0.44 (или 4/9), потому что у образцов с ГО нет легких осей, ориентированных перпендикулярно к поверхности образца, вдоль которых можно собрать существенную долю намагниченности. Такие распределения могли бы вносить вклад в отношение

$$\frac{A_2}{A_1} = 0.0.$$

Незначительной долей, которая может быть при разворотах намагниченности в доменных границах, пренебрегаем из-за их относительной тонкости и, следовательно, из-за их малой доли в общем объеме.

Суммарный эффект формируется аддитивно из вкладов от трех вариантов распределения намагниченности вдоль трех осей легкого намагничивания, а именно:

$$\begin{aligned} \alpha &= \frac{A_2}{A_1} = \alpha_3 v_3 + \alpha_1 v_1 + \alpha_2 v_2 = \\ &= \alpha_3 v_3 + \alpha_1 (v_1 + v_2) \end{aligned}$$

или

$$\alpha = \frac{A_2}{A_1} = \alpha_3 v_3 + \alpha_1 (1 - v_3).$$

Если из экспериментального спектра определить отношение интегральных интенсивностей $\frac{A_2}{A_1}$, то можно легко вычислить относительную долю областей образца, которые намагничены вдоль оси [001], лежащей в плоскости образца с ГО:

$$v_3 = \frac{\frac{A_2}{A_1} - \alpha_1}{\alpha_3 - \alpha_1}$$

или

$$v_3 = \frac{\alpha - \alpha_1}{\alpha_3 - \alpha_1}.$$

Вдоль других осей:

$$v_1 = v_2 = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{(\alpha - \alpha_1)}{(\alpha_3 - \alpha_1)} \right] \text{ или } v_1 = v_2 = \frac{1 - v_3}{2}.$$

В случае «кубической» ориентации осей в образце: ОЛН [100] и [001] лежат в плоскости образца, третья ось [010] является нормальной к плоскости образца, имеющего форму тонкого диска (рис. 2). Определим относительные доли объемов образца v_1 , v_2 и v_3 , которые соответственно намагничены параллельно ОЛН [100], [010] и [001]. Доли v_1 , v_2 и v_3 подчинены следующим условиям:

1. Сумма всех трех долей составляет весь объем образца (если не учитывать разворот намагниченности в доменных стенках):

$$v_1 + v_2 + v_3 = 1.$$

2. Распределение намагниченности вдоль осей [100] и [001] является равновероятным, если образец не подвергался специальным обработкам под влиянием внешних воздействий, которые могут привести к асимметрии распределения намагниченности, то

$$v_1 = v_3 \text{ или } v_1 + v_3 = 1 - v_2.$$

Если гамма-излучение при измерении ЯГР-спектра падает на образец нормально к его поверхности, то возможно наблюдать следующие соотношения интегральной интенсивности крайних пиков в секстетах: $\frac{A_2}{A_1}$ или $\frac{A_3}{A_6}$. В случае, когда:

1 – намагниченность ориентирована только вдоль осей [100] и [001], которые лежат в плоскости образца, тогда

$$\alpha_1 = \frac{A_2}{A_1} = \frac{4}{3} \approx 1.33(3);$$

2 — намагненность ориентирована только вдоль оси [010], тогда

$$\alpha_2 = \frac{A_2}{A_1} = 0.$$

Суммарный эффект формируется аддитивно из вкладов от трех вариантов распределения намагненности вдоль трех ОЛН, а именно:

$$\alpha = \frac{A_2}{A_1} = \alpha_1 v_1 + \alpha_2 v_2 + \alpha_3 v_3$$

или

$$\alpha = \frac{A_2}{A_1} = \alpha_1 (v_1 + v_3) + \alpha_2 v_2.$$

Если из экспериментального спектра определить отношение интегральных интенсивностей $\frac{A_2}{A_1}$, то можно вычислить относительную долю областей образца, которые намагнены вдоль осей [100] и [010], лежащих в плоскости образца с СО:

$$v_1 + v_3 = \frac{A_2}{A_1} \times \frac{1}{\alpha_1}, \text{ а } v_2 = 1 - (v_1 + v_3)$$

или

$$v_1 = v_3 = \frac{1}{2} \times \frac{A_2}{A_1} \times \frac{1}{\alpha_1}; v_2 = 1 - \frac{A_2}{A_1} \times \frac{1}{\alpha_1},$$

где $\alpha_1 = 1.33$.

Сумма $v_1 + v_3$ показывает, какова доля намагненности, лежащая в плоскости образца.

Параметры ЯГР-спектров $A_2/A_1 = A_5/A_6$ исследованных образцов и результаты вычислений долей v_1 , v_2 и v_3 приведены в табл. 2. В закаленном образце с ГО-кристаллографических (легких) осей распределение намагненности по легким осям примерно равновероятное (с уче-

том погрешности 1.6%). При 6 ат.% кремния 32–35% вдоль одной из осей. При 5 ат.% Si и СО кристаллографических (легких) осей от 2×30% в плоскости образца (вдоль двух осей) и до 39% вдоль легкой оси, нормальной к этой плоскости (погрешность 1.3%). При 8 ат.% Si — от 2×33% в плоскости и до 35% для третьей легкой оси — нормальной к плоскости образца (погрешность 1%). Наблюдаемое примерно равновероятное распределение намагненности в образцах сплава после закалки в воду из парамагнитного состояния, по-видимому, объясняется тем, что в парамагнитном состоянии магнитные моменты на атомах железа ориентируются равновероятно по всем направлениям, при закалке такое примерно равновероятное распределение замораживается. При этом формируются домены, намагненность в каждом из которых сворачивается к одной из ОЛН, что дает примерно равновероятное распределение в объеме образца. Имеются наблюдения, которые показывают, что в результате быстрого охлаждения образцов FeSi-сплава, содержащего 3–4 вес.% (6–8 ат.%) Si, улучшаются их мягкие магнитные свойства, что является следствием дестабилизации доменной структуры (ДС) и облегчения последующих процессов намагничивания и перемагничивания [34–35].

Следует отметить, что после перемагничивания ДС может изменять свой вид, и форма образца в виде тонкого плоского диска не склоняет намагненность преимущественно в его плоскость.

Отжиг в ферромагнитном состоянии приводит к перераспределению намагненности в направлении осей легкого намагничивания, лежащих в плоскости образца. В образце сплава, содержащем 6 ат.% Si (ГО), в плоскости сосре-

Таблица 2. Распределение намагненности по направлениям (в процентах). В образцах с ГО v_3 — доля намагненности вдоль ОЛН, лежащей в плоскости образца, v_1 и v_2 — доли намагненности вдоль ОЛН, направленных под углом 45° к плоскости образца. В образцах с СО v_1 и v_3 — доли намагненности вдоль ОЛН, лежащих в плоскости образца, v_2 — доля намагненности вдоль ОЛН, направленных под углом 90° к плоскости образца

Ориентация	C_{Si} , ат.%	Обработка	$\frac{A_2}{A_1}$ или $\frac{A_5}{A_6}$	v_1	v_2	v_3
ГО	6	закалка	0.76(4)	32.5(1.6)	32.5(1.6)	35.0(1.7)
ГО	6	отжиг	0.99(4)	19.1(0.9)	19.1(0.9)	61.9(2.8)
СО	5	закалка	0.81(3)	30.4(1.0)	39.3(1.3)	30.4(1.0)
СО	8	закалка	0.87(2)	32.6(0.9)	34.9(0.9)	32.6(0.9)
СО	8	отжиг	1.05(6)	39.2(2.2)	21.5(1.2)	39.2(2.2)

дотачивается около 62% намагниченности (погрешность 2.8%), вдоль двух других осей по 19% (погрешность 1%). При СО легких осей и содержании кремния 8 ат.% в плоскости вдоль двух осей по 39% (погрешность 2%), в сумме 78%. Вдоль третьей оси, нормальной к плоскости образца, – 22% (погрешность 1.2%). В образце с СО осей доля намагниченности в плоскости образца на 10–20% больше, чем при ГО. В результате ферромагнитного отжига доля намагниченности, лежащей в плоскости образца, увеличивается до 60–80%. Выходящие из этой плоскости легкие оси содержат примерно одинаковую долю намагниченности около 20%. Сформировавшаяся при отжиге доменная структура стабилизирована 90-градусными границами, поэтому после перемагничивания она возвращается к исходному виду [36–37].

В структуре железокремнистых сплавов при 5–10 ат.% Si имеются пары атомов кремния ($B2$ -кластеры), оси которых в кристаллах могут ориентироваться только вдоль ОЛН [19, 22, 24]. Во время отжига в ферромагнитном состоянии под действием спонтанной намагниченности происходит диффузионное перераспределение осей $B2$ -пар вдоль локального магнитного поля. После охлаждения сложившийся направленный ближний порядок сохраняется. Именно направленное упорядочение Si–Si-пар является ответственным за стабилизацию доменной структуры с преимущественной ориентацией намагниченности в плоскости образца [27]. При ГО осей ДС стабилизируется в виде полосовой доменной структуры с 180-градусными границами, при СО – в виде взаимно замыкающих доменов с 90-градусными границами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Используя чувствительность метода мессбауэровской спектроскопии к ориентации намагниченности относительно направления распространения пучка гамма-квантов, наблюдали изменения объемных долей по-разному намагниченных областей Fe–Si-сплавов, которые происходят под влиянием таких термических обработок, как закалка из парамагнитного состояния и отжиг в ферромагнитном состоянии. Для объяснения эффектов термических обработок использованы современные представления о закономерностях формирования структуры и свойств магнитомягких железокремнистых сплавов.

При замещении атомов железа в ОЦК-решетке атомами кремния формируется ближний порядок $B2$ -типа. Независимо от условий обработки в сплавах образуются кластеры, состоящие из двух состыкованных гранями $B2$ -элементарных ячеек. $B2$ -кластеры имеют анизотропную форму – они более вытянутые вдоль одной из ОЛН $\langle 100 \rangle$, и центрированы парой атомов Si–Si, являющихся вторыми соседями. При отжиге в магнитном поле или в поле спонтанной намагниченности $B2$ -кластеры преимущественно ориентируются параллельно локальным магнитным моментам. После охлаждения сложившееся в результате термической обработки упорядочение сохраняется и является ответственным за магнитную доменную структуру и распределение намагниченности в объеме образца.

Во время выдержки в парамагнитном состоянии (при температурах $T_{an} > T_C$) ориентация $B2$ -кластеров становится разупорядоченной (равновероятной) из-за разупорядочения магнитных моментов атомов железа. После быстрого охлаждения с помощью закалки в воду разупорядочение $B2$ -кластеров сохраняется, и локальная намагниченность равновероятно распределяется вдоль трех ОЛН. Доменная структура получается дестабилизированной.

При ферромагнитном отжиге ($T_{an} < T_C$) в каждом домене происходит ТМО в поле спонтанной намагниченности, для которой из-за дисковой формы образцов энергетически выгоднее ориентироваться в их плоскости. А $B2$ -кластеры преимущественно выстраиваются вдоль локального магнитного поля. Поэтому после охлаждения основная доля намагниченности лежит в плоскости образца – при ГО кристаллических осей около 60% и около 80% при СО. Доменная структура стабилизируется.

Ориентация намагниченности и ее изменения при термических обработках объясняются разупорядочением или, наоборот, направленным упорядочением кластеров $B2$ -типа, центрированных парами атомов кремния (Si–Si пары Нееля), что лежит в основе современных представлений о формировании структуры и свойств железокремнистых сплавов. Предложенный метод определения ориентации магнитных моментов, использующий параметры мессбауэровских секстетов, является весьма перспективным для оценки влияния термических обработок на магнитные свойства монокристаллических образцов сплавов железа.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Магнит», Г. р. № 122021000034-9), с использованием оборудования ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лесник А.Г. Наведенная магнитная анизотропия. Киев: Наукова думка, 1976. 163 с.
2. Néel L. Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation // J. Phys.-Paris. 1954. V. 15. № 4. 225–239.
3. Taniguchi S., Yamamoto M. A note on a theory of the uniaxial ferromagnetic anisotropy induced by cold work or by magnetic annealing in cubic solid solutions // Sci. Rep. Res. Tohoku A. 1954. V. 6. P. 330–332.
4. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами: Учебник для ВУЗов. М.: Металлургия, 1989. 496 с.
5. Бозорт Р. Ферромагнетизм. М.: Иностранная литература, 1956. 784 с.
6. Kubaschewski O. Phase Diagrams of Binary Fe-based Systems. Berlin: Springer-Verlag, Heidelberg, 1982. 185 p.
7. Meinhardt D., Krisement O. Fernordnung in system eisen-silizium // Arch. Eisenhüttenwes. 1965. V. 36. № 4. P. 293–297.
8. Pepperhoff W., Ettwig H.-H. Über die spezifischen Warmen von Eisen-Silizium-Legierungen // Z. Angew. Phys. 1967. V. 22. № 6. P. 496–499.
9. Papadimitriou G., Genin J.M. Mössbauer Effect Evidence of an Ordered Fe₁₅Si Solid Solution and Hyperfine Field Interpretation of Ordered Fe-Si Alloys // Phys. Stat. Solid. A. 1972. V. 9. № 1. P. K19–K23.
10. Haggstrom L., Grånäs L., Wäppling R., Devanarayanan S. Mössbauer Study of Ordering in FeSi Alloys // Phys. Scripta. 1973. V. 7. № 3. P. 125–131.
11. Rixecker G., Schaaf P., Gonser U. On the interpretation of the Mössbauer spectra of ordered Fe-Si alloys // Phys. Stat. Solid. A. 1993. V. 139. № 2. P. 309–320.
12. Ros T., Ruiz D., Houbaert Y., Vandenberghe R.E. Study of ordering phenomena in high silicon electrical steel (up to 12.5 at.%) by Mössbauer spectroscopy // J. Magn. Magn. Mater. 2002. V. 242–245. № 1. P. 208–211.
13. Hilfrich K., Kölker W., Petry W., Scharpf O., Nembach E. The states of order and the phase diagram of Fe_{1-x}Si_x, 0.06 ≤ x ≤ 0.20, investigated by neutron scattering // Acta. Metall. Mater. 1994. V. 42. № 3. P. 743–748.
14. Hilfrich K., Koelker W., Petry W., Scharpf O., Nembach E. Revision of the Fe-Si-phase diagram: No B2-phase for 7.6 at.% ≤ C_{Si} ≤ 10.2 at.% // Scripta. Metall. Mater. 1990. V. 24. № 1. P. 39–44.
15. Nembach E., Hilfrich K., Ebel Th., Scharpf O. Order in commercial grain-oriented iron-silicon sheets // Physica B. 1992. V. 180–181. № 1. P. 49–50.
16. Hilfrich K., Scharpf O., Nembach E. The state of order of grain-oriented iron-silicon transformer sheets investigated by neutron scattering // J. Appl. Phys. 1993. V. 74. № 4. P. 2354–2358.
17. Власова Е.Н., Молотилов Б.В. Влияние примесей внедрения на тонкую структуру железокремниевых твердых растворов / Прецизионные сплавы. М.: Металлургия, 1979. № 5. С. 71–78.
18. Neurath P.W. Magnetic Annealing and Directional Ordering // J. Appl. Phys. 1963. V. 34. № 4. P. 1315–1316.
19. Черненко Ю.П., Федоров В.И., Лушкина В.А., Соколов Б.К., Ершов Н.В. Ближний порядок в монокристаллах α-Fe-Si // ФММ. 2001. Т. 92. № 2. С. 95–100.
20. Chernenkov Yu.P., Fedorov V.I., Lukshina V.A., Sokolov B.K., Ershov N.V. Short-range order in α-Fe-Si single crystals // J. Magn. Magn. Mater. 2003. V. 254–255. P. 346–348.
21. Черненко Ю.П., Федоров В.И., Лушкина В.А., Соколов Б.К., Ершов Н.В. Рентгеновское диффузное рассеяние от монокристаллов α-Fe и α-Fe_{1-x}Si_x // ФММ. 2005. Т. 100. № 3. С. 39–47.
22. Chernenkov Yu.P., Ershov N.V., Lukshina V.A., Fedorov V.I., Sokolov B.K. An X-ray diffraction study of the short-range ordering in the soft-magnetic Fe-Si alloys with induced magnetic anisotropy // Physica B. 2007. V. 396. № 1–2. P. 220–230.
23. Ершов Н.В., Черненко Ю.П., Лушкина В.А., Федоров В.И. Рентгенодифракционные исследования особенностей атомной структуры сплава Fe-Si в α-области фазовой диаграммы // ФТТ. 2009. Т. 51. № 3. С. 417–422.
24. Ершов Н.В., Черненко Ю.П., Лушкина В.А., Федоров В.И. Структура сплавов α-FeSi с 8 и 10 ат.% кремния // ФТТ. 2012. Т. 54. № 9. С. 1813–1819.
25. Ершов Н.В., Клейнерман Н.М., Лушкина В.А., Пилигин В.П., Сериков В.В. Особенности локальной атомной структуры сплава Fe-Si в α-области фазовой диаграммы // ФТТ. 2009. Т. 51. № 6. С. 1165–1171.
26. Сериков В.В., Клейнерман Н.М., Лушкина В.А., Ершов Н.В. Ближний порядок в сплавах Fe_{1-x}Si_x (x=0.05–0.08) с наведенной магнитной анизотропией // ФТТ. 2010. Т. 52. № 2. С. 316–322.

27. Горбатов О.И., Кузнецов А.Р., Горностырев Ю.Н., Рубан А.В., Ершов Н.В., Лукишина В.А., Черненко Ю.П., Федоров В.И. Роль магнетизма в формировании ближнего порядка в сплавах железо–кремний // ЖЭТФ. 2011. Т. 139. № 5. С. 969–982.
28. Hubert A., Schäfer R. Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures. Berlin: Springer Heidelberg, 2014. 696 p.
29. Русаков В.С. Мёссбауэровская спектроскопия локально неоднородных систем. Алматы: ОПНИ ИЯФ НЯЦ РК, 2000. 438 с.
30. Старцева Е.В., Шулика В.В. Связь эффективности термомагнитной обработки и формы кривой температурной зависимости начальной проницаемости железокремнистых сплавов // ФММ. 1974. Т. 37. № 1. С. 98–106.
31. Stearns M.B. Internal Magnetic Fields, Isomer Shifts, and Relative Abundances of the Various Fe Sites in FeSi Alloys // Phys. Rev. 1963. V. 129. № 3. P. 1136–1144.
32. Stearns M.B. Spin–Density Oscillations in Ferromagnetic Alloys. I. “Localized” Solute Atoms: Al, Si, Mn, V, and Cr in Fe // Phys. Rev. 1966. V. 147. № 2. P. 439–453.
33. Вертхейм Г. Эффект Мёссбауэра. Принципы и применения. М.: Мир, 1966. 250 с.
34. Шулика В.В., Старцева И.Е., Шур Я.С. Влияние дестабилизации доменной структуры, вызванной быстрым охлаждением на магнитные свойства кремнистого железа // ФММ. 1981. Т. 51. № 5. С. 1073–1076.
35. Startseva I.E., Shulika V.V., Lukshina V.A. Effect of quenching destabilization on domain structure on magnetic properties of silicon iron // J. Magn. Magn. Mater. 1984. V. 41. № 1. P. 292–294.
36. Старцева И.Е., Шур Я.С. Термомагнитная обработка монокристаллов кремнистого железа и ее влияние на доменную структуру // ФММ. 1967. Т. 23. № 5. С. 849–856.
37. Старцева И.Е., Шулика В.В., Шур Я.С. Влияние индуцированной магнитной анизотропии на магнитные свойства и доменную структуру нетекстурованной трансформаторной стали // Изв. АН СССР. 1972. Т. 36. № 7. С. 1597–1601.

MAGNETIZATION DISTRIBUTION IN SINGLE-CRYSTAL OF IRON-SILICON ALLOYS

N. V. Ershov^{1,*}, N. M. Kleinerman¹, V. A. Lukshina¹, and A. V. Timofeeva¹

¹Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia

*e-mail: nershov@imp.uran.ru

The magnetization distribution in a single-crystalline silicon iron following quenching at the paramagnetic state and after annealing in the ferromagnetic state has been determined by Mössbauer spectroscopy. The specimens containing 5, 6, and 8 at % of silicon had cubic ($\{100\}\langle 001 \rangle$) and Goss ($\{011\}\langle 100 \rangle$) orientations of crystallographic axes. An original method of calculating the relative fractions of magnetization oriented along the magnetic easy axes, including in the plane of a single-crystal specimen or at an angle to this plane, was proposed. The parameters obtained as a result of discrete approximation of the Mössbauer spectra were used. It is shown that following quenching at the paramagnetic state the magnetization is oriented approximately equidistantly along the three $\langle 100 \rangle$ axes, while after ferromagnetic annealing it redistributes along the $\langle 100 \rangle$ directions lying in the specimen plane.

Keywords: iron-silicon alloys, single-crystals, Mössbauer effect, magnetization distribution, magnetic easy axes