

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 539.621:539.213.2

ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛИЗУЮЩЕГО ОТЖИГА НА ДИНАМИЧЕСКИЕ МАГНИТОУПРУГИЕ СВОЙСТВА АМОРФНОГО СПЛАВА $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$

© 2019 г. Н. В. Федорова^{а, *}, С. В. Ленков^а, Г. Н. Коньгин^а, О. М. Немцова^а

^аУдмФИЦ УрО РАН, ул. Кирова, 132, Ижевск, 426000 Россия

*e-mail: fedorovanv@udman.ru

Поступила в редакцию 10.09.2018 г.

После доработки 18.12.2018 г.

Принята к публикации 14.01.2019 г.

Методом двойного электромагнитно-акустического преобразования исследованы динамические магнитоупругие свойства аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ в зависимости от температуры кристаллизующего отжига. Обнаруженные изменения дифференциальной магнитострикции, затухания и скорости звука связаны с релаксацией закалочных напряжений и поверхностной кристаллизацией.

Ключевые слова: электромагнитно-акустическое преобразование, аморфные сплавы, поверхностная кристаллизация

DOI: 10.1134/S0015323019060056

ВВЕДЕНИЕ

Изучение влияния внешних воздействий на быстрозакаленные магнитные сплавы с целью поиска материалов с новыми свойствами показало, что один из способов улучшения магнитных и магнитоупругих свойств аморфных лент, полученных спиннингованием — это их термическая обработка [1–3]. Среди аморфных магнитных сплавов быстрозакаленные сплавы на основе Fe представляют большой практический интерес благодаря сочетанию в них магнитомягких свойств, низких потерь на перемагничивание и низкой себестоимости. Об этом свидетельствует большое количество работ, посвященных исследованию аморфных сплавов на основе Fe. При этом основное внимание уделяется рассмотрению влияния термических обработок на статические и динамические магнитные свойства, и их связи со структурными превращениями в аморфных лентах под влиянием отжига. Динамические магнитоупругие свойства остаются, как правило, вне рассмотрения, при этом они также могут представлять интерес для практического использования [1, 4].

Так ранее в аморфных быстрозакаленных лентах $\text{Fe}_{73.7}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.2}\text{Si}_{12.7}\text{B}_{9.4}$ и $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ после низкотемпературных отжигов (ниже температуры объемной кристаллизации) были обнаружены значительный рост дифференциальной магнитострикции $\partial\lambda/\partial h$ и магнитоупругого затухания Q^{-1}

[5, 6]. В обоих сплавах рост $\partial\lambda/\partial h$ и Q^{-1} авторы объясняли уменьшением закалочных напряжений и появлением кристаллической фазы в приповерхностном слое ленты (поверхностная кристаллизация), что приводит к отклонению магнитных моментов от плоскости ленты и увеличению нормальной к плоскости ленты составляющей M_z . Внешнее магнитное поле, поворачивая магнитные моменты от нормали к плоскости ленты, вызывает увеличение $\partial\lambda/\partial H$ и магнитоупругой составляющей Q^{-1} .

В отличие от сплава типа фанмет $\text{Fe}_{73.7}\text{Cu}_{1.0}\text{Nb}_{3.2}\text{Si}_{12.7}\text{B}_{9.4}$, в сплаве $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ вклад поверхностной кристаллизации в увеличение дифференциальной магнитострикции и магнитоупругого затухания уменьшается, начиная с некоторой температуры отжига, из-за возрастающей магнитной жесткости материала. Известно, что в аморфных сплавах на основе Fe после отжигов, приводящих к частичной кристаллизации, коэрцитивная сила возрастает, что препятствует улучшению магнитоупругих свойств. Можно предположить, что в сплавах с высокой температурой объемной кристаллизации $T_{\text{кр}}$ структурные изменения, происходящие при отжиге при температурах ниже $T_{\text{кр}}$ и соответствующие разным этапам структурной релаксации, будут накладываться друг на друга в меньшей степени. Это может проявиться в характере влияния термических обработок на магнитные и магнитоупругие свойства.

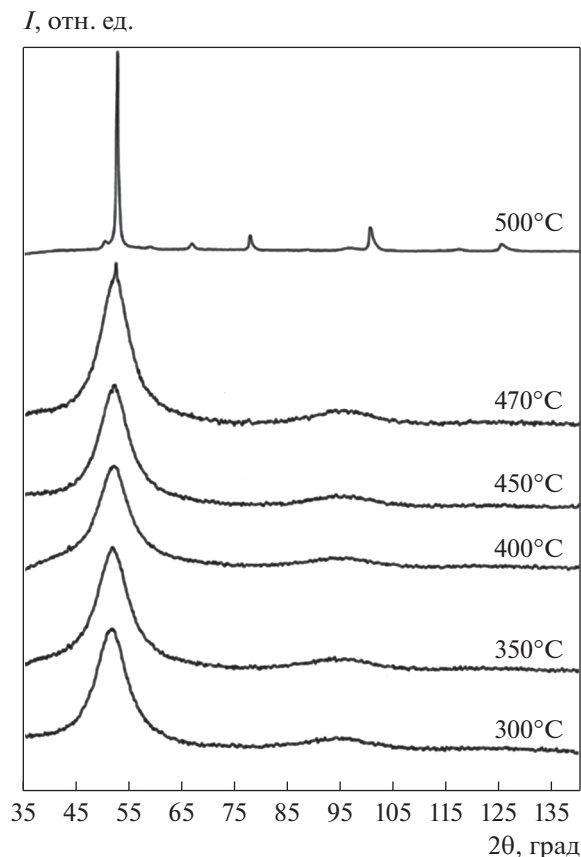


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ для различных температур отжига.

В данной работе представлены результаты исследования динамических магнитоупругих свойств аморфного сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ методом двойного электромагнитно-акустического (ЭМА) преобразования [7, 8] и сравнение с близким по составу сплавом $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$, ранее исследованным в работе [6].

Согласно литературным данным [2], температура кристаллизации сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ ($T_{\text{кр}} = 510^\circ\text{C}$) существенно выше температуры кристаллизации сплава $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ ($T_{\text{кр}} = 453^\circ\text{C}$) [9]. Это позволяет исследовать особенности магнитоупругих свойств при процессах поверхностной кристаллизации при более высоких температурах отжига по сравнению со сплавом $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Образцы для исследования были изготовлены из аморфной ленты толщиной 35 мкм, полученной спиннингованием. Размеры образцов составляли: длина 40 мм, ширина 3 мм. Изотермический отжиг проводили в вакууме 10^{-3} Па в течение 1 ч в интервале температур 300–500°C с целью снятия внутренних закалочных напряжений и получения аморфно-кристаллической

структуры исследуемых лент. Исследования динамических магнитоупругих свойств осуществляли методом двойного электромагнитно-акустического преобразования на частоте собственного резонанса s_o -моды Лэмба в диапазоне частот 50–150 кГц. Намагничивание постоянным магнитным полем и перемагничивание переменным магнитным полем осуществляли в плоскости ленты вдоль ее оси. В ходе эксперимента определяли следующие параметры резонансного ЭМА-преобразования: ЭДС, индуцируемая вторичным электромагнитным полем в приемной катушке U ($U \sim (\partial\lambda/\partial h)^2$); внутреннее трение Q^{-1} (величина, обратная акустической добротности); частота резонанса f ($f \sim \sqrt{E}$), прямо пропорциональная скорости ультразвука. Измерения проводили на динамически размагниченных образцах в точке полевого максимума сигнала, индуцируемого в приемной катушке, $H = H_{\text{макс}}$ (зависимости $U(H)$ имеют характерный для механизма линейной магнитострикции максимум, который обычно наблюдается в области процессов вращения). Внутреннее трение определяли методом свободно затухающих колебаний [10].

Рентгеновские дифрактограммы получены на дифрактометре Miniflex 600. Мессбауэровские измерения выполнены на спектрометре ЯГРС-4М в режиме постоянных ускорений с использованием источника ^{57}Co в матрице Cr .

АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПОСЛЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ ОТЖИГОВ

Рентгеновские дифрактограммы представлены на рис. 1. При отжиге вплоть до 450°C вид дифрактограммы почти не изменяется, показывая характерное для аморфных веществ “гало”. Первые слабые изменения в структуре наблюдаются после отжига при 470°C – на фоне гало появляется структурный рефлекс. Отжиг при 500°C ведет к формированию кристаллического состояния. Структурные рефлексы на дифрактограмме указывают на наличие двух фаз: ОЦК твердого раствора FeSi и структуры типа Fe_2B .

Мессбауэровские спектры и функции распределения сверхтонких полей $P(H)$ образцов приведены на рис. 2. При нахождении функций $P(H)$ варьируемым параметром была интенсивность 2 и 5 линий мессбауэровского спектра I_2 и I_5 , после чего находили отношение $I_{1,6}/I_{2,5}$. Из рисунка видно, что форма спектра и функций $P(H)$ практически не изменяется, свидетельствуя о неизменности характеристик локального окружения атомов Fe, и соответственно, об отсутствии флуктуаций состава в образцах. Отношение $I_{1,6}/I_{2,5}$ на-

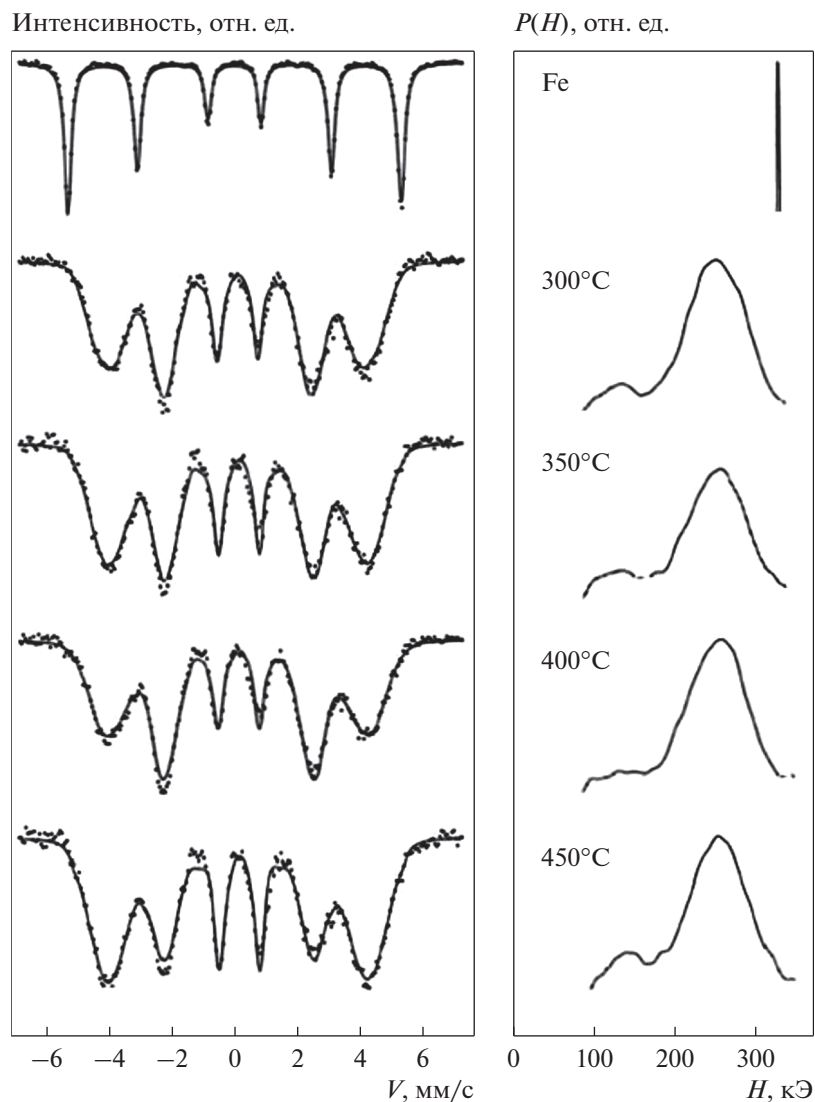


Рис. 2. Мёссбауэровские спектры и функции распределения сверхтонких полей $P(H)$ образцов сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ для различных температур отжига.

ходится в пределах 1.3–1.5 при $T_{\text{отж}} \leq 350^\circ\text{C}$, уменьшается до 1.1 при $T_{\text{отж}} = 400^\circ\text{C}$ и вновь вырастает до 2.3 после отжига при $T_{\text{отж}} = 450^\circ\text{C}$. При слабых изменениях в форме функции $P(H)$ этого образца можно утверждать, согласно [11], что после отжига при $T_{\text{отж}} = 400^\circ\text{C}$ магнитные моменты располагаются в основном в плоскости ленты. Отжиг при $T_{\text{отж}} = 450^\circ\text{C}$ ведет к увеличению нормальной к плоскости ленты составляющей намагниченности (отклонению магнитных моментов от плоскости ленты). Переориентация магнитных моментов в ленте в результате отжигов свидетельствует о процессе поверхностной кристаллизации, первые признаки которой регистрируются по данным обычной рентгеновской

дифракции позднее по сравнению с рентгеновской дифракцией в скользящих пучках [3].

На рис. 3 представлена зависимость коэрцитивной силы от температуры отжига. Коэрцитивная сила определена по динамической петле гистерезиса как $1/2$ от разности полей, при которых намагниченность ленты обращалась в нуль. Величина поля определена по величине тока в намагничивающей катушке, измеренного с погрешностью 0.5%. Динамические петли гистерезиса строили путем цифрового интегрирования ЭДС на выходе измерительной катушки.

Известно, что низкотемпературный отжиг аморфных сплавов, сопровождаемый релаксацией закалочных напряжений, ведет к уменьшению коэрцитивной силы ($H_c \sim \sigma_i$, где σ_i – внутренние

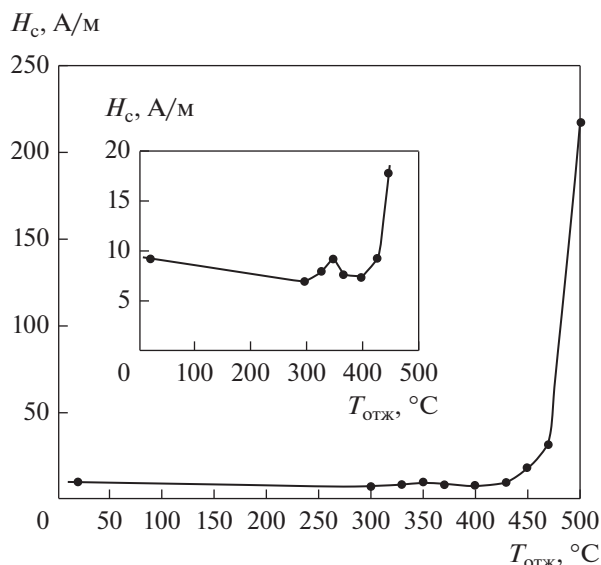


Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ от температуры отжига.

напряжения). Локальный максимум, наблюдаемый в исследуемом сплаве на зависимости коэрцитивной силы при $T_{\text{отж}} = 350^\circ\text{C}$, может быть связан с появлением микрокристаллических образований в приповерхностном слое аморфной ленты, о чем свидетельствует увеличение отношения $I_{1,6}/I_{2,5}$ при $T_{\text{отж}} = 350^\circ\text{C}$. Дальнейшее уменьшение H_c объясняется конкуренцией двух тенденций: снятие “замороженных” при приготовлении ленты напряжений и образование в аморфной матрице микрокристаллических образований. При температурах отжига выше 400°C наблюдается значительный рост коэрцитивной силы. Возможные причины — поверхностная кристаллизация и стабилизация доменных границ, которая может иметь место при медленном охлаждении образцов.

Из анализа рентгеновских дифрактограмм, мессбауэровских спектров и коэрцитивной силы следует, что в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ отжиг при $T_{\text{отж}} \leq 400^\circ\text{C}$ ведет к уменьшению закалочных напряжений, а поверхностная кристаллизация, приводящая к отклонению магнитных моментов от плоскости ленты, наблюдается после отжига при более высоких температурах. Таким образом, в отличие от сплава $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ [6], в исследуемом сплаве имеет место меньшее наложение по температурам отжига этапов релаксации закалочных напряжений и поверхностной кристаллизации.

ДИНАМИЧЕСКИЕ МАГНИТОУПРУГИЕ СВОЙСТВА

На рис. 4 представлены параметры двойного ЭМА-преобразования в зависимости от темпера-

туры изотермического отжига. При измерении по резонансной методике ЭДС двойного ЭМА-преобразования включает акустическую добротность, поэтому зависимость ЭДС от магнитных и магнитоупругих свойств ферромагнетика характеризуется параметром UQ^{-1} (эффективность преобразования). На рис. 4а по оси ординат отложена безразмерная величина $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$ (нижний индекс “0” обозначает исходное аморфное состояние образца). Изменение резонансной частоты (рис. 4в) характеризуется ее приращением ($\Delta f = f - f_0$).

Как видно из рисунка, параметр $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$ в рассматриваемом интервале температур отжига имеет два максимума: при $T_{\text{отж}} = 350^\circ\text{C}$ и при $T_{\text{отж}} = 430^\circ\text{C}$, равные 6 и 4 соответственно. Наибольшее значение внутреннего трения ($Q^{-1} = 0.08$) и минимум приращения резонансной частоты наблюдаются при другой температуре отжига ($T_{\text{отж}} = 400^\circ\text{C}$). Такое поведение параметров в зависимости от температуры отжига отличается от зависимости аналогичных величин в сплаве $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ [6]: экстремум на зависимостях $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$, Q^{-1} , $\Delta f = f - f_0$ от $T_{\text{отж}}$ наблюдали после отжига при одной и той же температуре. Эта температура определяется конкуренцией двух накладывающихся друг на друга процессов [6]: структурной релаксацией, сопровождающейся уменьшением закалочных напряжений с отжигом, и поверхностной кристаллизацией. Уменьшение закалочных напряжений согласно [7] ведет к росту ЭДС. Но напряжения, возникающие в процессе поверхностной кристаллизации и приводящие к резкому увеличению коэрцитивной силы, препятствуют дальнейшему росту ЭДС и эффективности преобразования $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$ соответственно.

В сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, в отличие от $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$, параметры U и Q^{-1} имеют разные по характеру зависимости от температуры отжига: их максимумы наблюдаются при различных температурах отжига. На зависимости $U/U_0(T_{\text{отж}})$ (рис. 5) наибольшие значения наблюдаются при температурах 350 и 470°C , что приводит к появлению двух максимумов на зависимости $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}(T_{\text{отж}})$ при температурах $T_{\text{отж}} = 350^\circ\text{C}$ и $T_{\text{отж}} = 430^\circ\text{C}$. При этом указанные температуры не соответствуют наименьшим значениям поля на зависимости $H_{\text{макс}}(T_{\text{отж}})$ (рис. 6).

Из анализа отношения $I_{1,6}/I_{2,5}$ и коэрцитивной силы можно предположить, что первый максимум параметров $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$ и U обязан уменьшению закалочных напряжений с отжигом. Второй

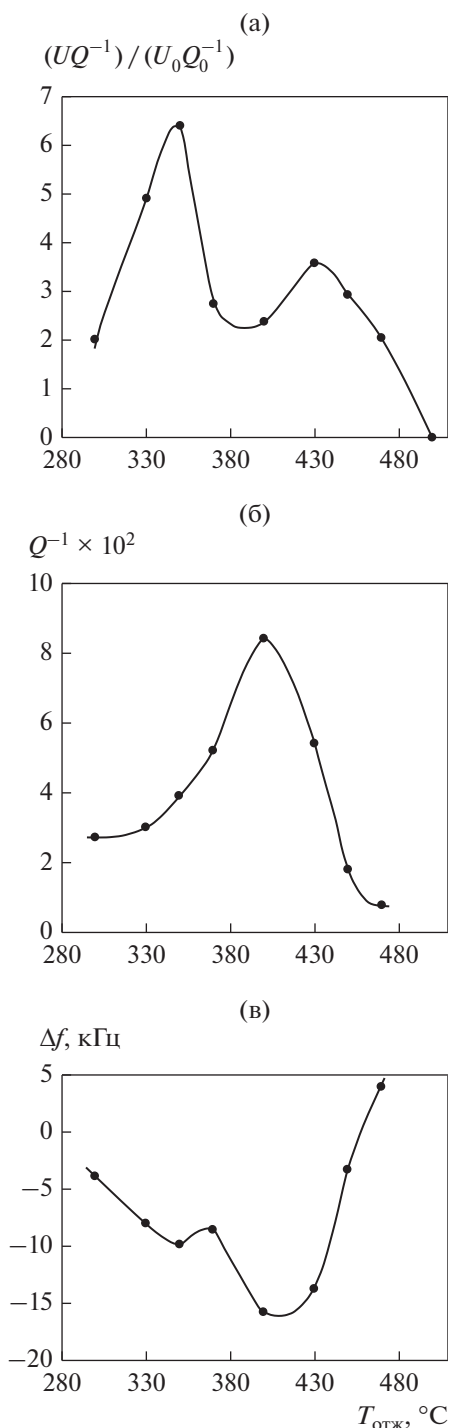


Рис. 4. Зависимость эффективности двойного ЭМАП $UQ^{-1}/U_0Q_0^{-1}$ (а), затухания Q^{-1} (б), изменения резонансной частоты $\Delta f = f - f_0$ от температуры отжига сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ (в).

максимум наблюдается в образцах, характеризующихся ростом отклонения магнитных моментов от плоскости ленты вследствие поверхностной кристаллизации. Внешнее магнитное поле, парал-

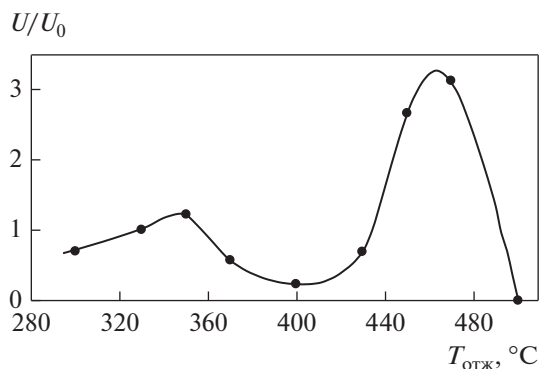


Рис. 5. Зависимость ЭДС (а) и относительной ЭДС (б) двойного ЭМАП от температуры отжига в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$.

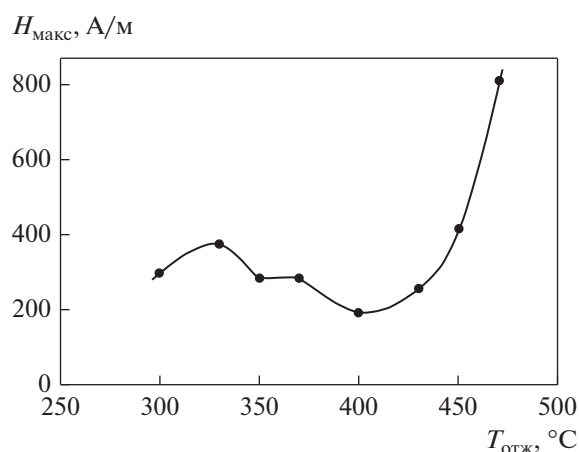


Рис. 6. Зависимость поля максимума сигнала ЭМАП в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ от температуры отжига.

лельное оси ленты, отклоняет магнитные моменты от нормали к плоскости ленты, вызывая увеличение ЭДС двойного ЭМА-преобразования. Рост внутренних напряжений после отжигов при $T_{\text{отж}} \geq 470^\circ\text{C}$, проявляющийся в резком увеличении коэрцитивной силы, препятствует дальнейшему росту ЭДС двойного ЭМА-преобразования [7]: в процессе отжига в отсутствие магнитного поля и последующем медленном охлаждении в ленте наводится локальная магнитная анизотропия, которая затрудняет процессы перемагничивания в ленте и приводит к росту $H_{\text{макс}} \sim K/M_s$.

Изменение магнитоупругих потерь в процессе структурной релаксации происходит на фоне изменения потерь неферромагнитной природы [12]. На частотах порядка 100 кГц магнитоупругие потери могут быть обусловлены магнитоупругим гистерезисом и вихревыми токами. На рис. 7 представлены полевые зависимости внутреннего трения для трех температур отжига. Выраженная

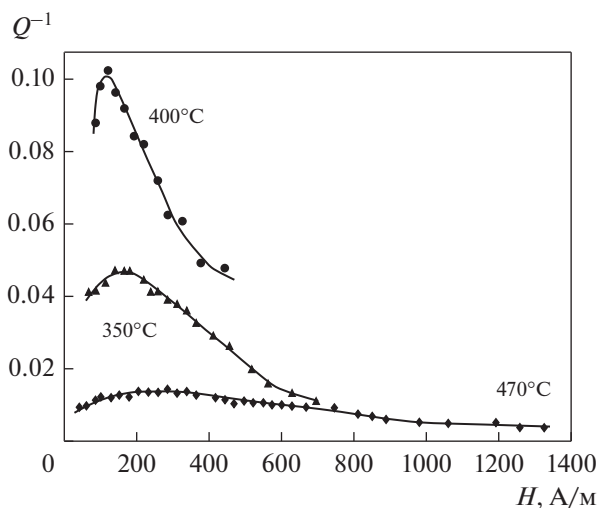


Рис. 7. Зависимость внутреннего трения в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ после изотермических отжигов.

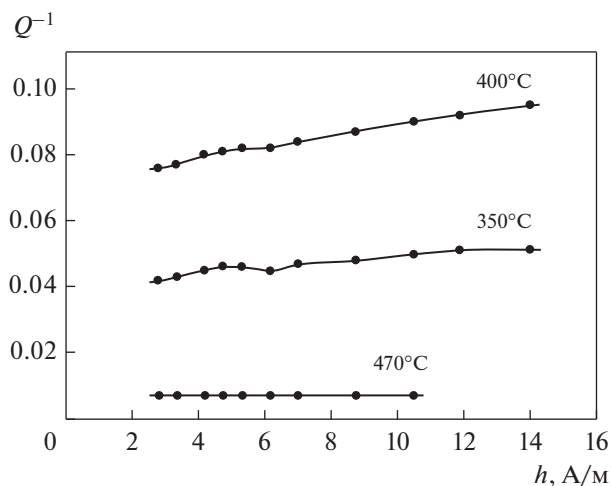


Рис. 8. Зависимость внутреннего трения от поля возбуждения в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ для различных температур отжига.

полевая зависимость свидетельствует о преобладании магнитоупругого затухания в ленте после отжига при температурах 350 и 400°C. Слабая зависимость внутреннего трения от поля в образце после отжига при температуре 470°C предполагает, что упругие и магнитоупругие потери на затухание могут быть сравнимы по величине.

Из зависимостей внутреннего трения от величины поля возбуждения и его частоты (рис. 8 и 9) следует, что и потери на магнитомеханический гистерезис, и потери на микровихревые токи вносят существенный вклад в магнитоупругое затухание в ленте после отжига при $T_{\text{отж}} = 400^\circ\text{C}$ [13].

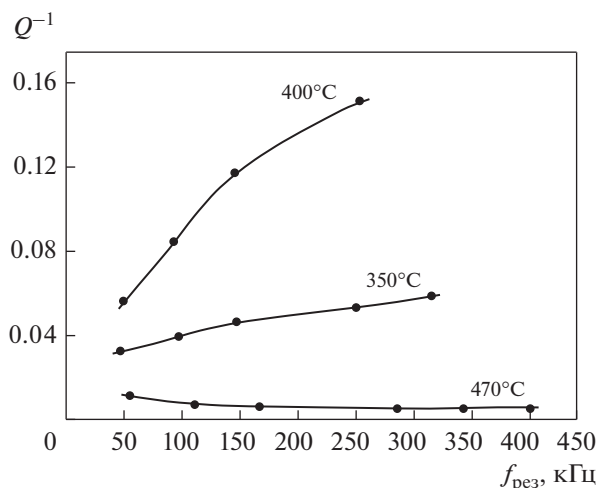


Рис. 9. Зависимость внутреннего трения от частоты поля возбуждения в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ для различных температур отжига.

Влияние внутреннего трения на измеряемую резонансную частоту оценивали с привлечением математической модели, описывающей двойное электромагнитно-акустическое преобразование в тонких лентах [14, 15]. Наибольшую разницу между динамическим и статическим модулем Юнга наблюдали после отжига при $T_{\text{отж}} = 400^\circ\text{C}$, она составляла примерно 2%. В сплаве после отжигов при температурах выше 370°C наблюдается отрицательный ΔE — эффект, при этом наибольшее его значение равно 8%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экспериментально изучены динамические магнитоупругие свойства сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ методом двойного электромагнитно-акустического преобразования в зависимости от температуры изотермического отжига. Показано, что низкотемпературный отжиг приводит к значительным изменениям динамических магнитоупругих свойств на каждом этапе структурной релаксации. Вследствие высокой температуры кристаллизации исследуемого сплава влияние структурных и магнитных изменений на параметры ЭМА-преобразования существенно различается на этапе снятия закалочных напряжений и на этапе поверхностной кристаллизации, что позволяет изучать закономерности влияния низкотемпературного отжига на параметры ЭМАП в аморфных сплавах.

Отличительные особенности сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$: на зависимости эффективности преобразования от температуры отжига наблюдаются два максимума. Первый максимум обусловлен релаксацией закалочных напряжений. Второй максимум связан с появлением нормальной составляющей

магнитных моментов, обусловленным образованием малых количеств кристаллической фазы в поверхностном слое ленты; наблюдается пик магнитомеханического затухания и снижение скорости ультразвука на этапе уменьшения закалочных напряжений; несовпадение максимумов кривых $Q^{-1}(T_{отж})$ и $U(T_{отж})$ по температуре отжига делает исследуемый сплав интересным с точки зрения технического применения. Например, использование сплава как элемента магнитострикционного преобразователя или в качестве демпфирующего материала требует различных температур отжига.

Работа выполнена в рамках государственного задания (номер государственной регистрации АААА-А17-117022250037-0).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. М.: Металлургия, 1987. 328 с.
2. Потапов А.П. Физическое обоснование и реализация методов направленного воздействия на функциональные свойства магнитомягких аморфных и нанокристаллических материалов. Автореф. дисс. ... докт. физ.-мат. наук. 01.04.11. Екатеринбург, 2008. 48 с.
3. Коньгин Г.Н., Елсуков Е.П., Макаров В.А., Ладьянов В.И., Сиротинина Г.А. Низкотемпературные превращения и магнитные свойства аморфной ленты Fe-B-Si // ФММ. 1993. Т. 75. № 2. С. 44–49.
4. Золотухин И.В., Калинин Ю.Е., Стогней О.В. Новые направления физического материаловедения: учебное пособие. Воронеж: Изд-во Воронежского гос. ун-та, 2000. 360 с.
5. Боровкова М.А., Ильясов Р.С., Федорова Н.В., Елсуков Е.П., Коньгин Г.Н., Загайнов А.В., Немцова О.М. Влияние кристаллизационного отжига на динамические магнитоупругие свойства аморфного сплава $Fe_{73.7}Cu_{1.0}Nb_{3.2}Si_{12.7}B_{9.4}$ // ФММ. 2009. Т. 107. № 3. С. 261–269.
6. Федорова Н.В., Ильясов Р.С. Динамические магнитоупругие свойства аморфного сплава $Fe_{80}Si_{10}B_{10}$, подвергнутого кристаллизационному отжигу // ФММ. 2011. Т. 112. № 5. С. 491–494.
7. Комаров В.А. Квазистационарное электромагнитно-акустическое преобразование в металлах. Свердловск: УНЦ АН СССР, 1986. 240 с.
8. Комаров В.А. Оценка физико-механических свойств твердых тел квазистационарным электромагнитным полем. Ижевск: НИЦ “Регулярная и хаотическая динамика”, 2004. 536 с.
9. Новакова А.А., Сиротинина Г.А., Елсуков Е.П., Гендлер Т.С. Исследование процесса кристаллизации аморфного сплава $Fe_{80}Si_{10}B_{10}$ // ФММ. 1993. Т. 76. Вып. 1. С. 114–121.
10. Постников В.С. Внутреннее трение в металлах. М.: Металлургия, 1974. 352 с.
11. Шпинель В.С. Резонанс гамма-лучей в кристаллах. М.: Наука, 1969. 469 с.
12. Золотухин И.В., Калинин Ю.Е. Аморфные металлические сплавы // УФН. 1990. Т. 160. Вып. 9. С. 75–110.
13. Кекало И.Б. Магнитоупругие явления // Итоги науки и техники. Сер. “Металловедение и термическая обработка”. ВИНТИ. 1973. Т. 7. С. 5–88.
14. Леньков С.В., Федорова Н.В. Резонансный электромагнитно-акустический метод измерения вязкоупругих свойств аморфных ферромагнитных лент, подвергнутых низкотемпературному отжигу // ФММ. 2014. Т. 115. № 8. С. 800–806.
15. Мышкин Ю.В., Федорова Н.В. Исследование влияния отжига на модуль Юнга аморфной ленты $Fe_{81}Si_7B_{12}$ с использованием модели электромагнитно-акустического преобразования. Материалы III научно-практической всероссийской конференции (школы-семинара) молодых ученых “Прикладная математика и информатика: современные исследования в области естественных и технических наук.” Тольятти, 24–25 апреля 2017. С. 400–403.