

РАЗМЫТЫЙ ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД "АМОРФНАЯ ФАЗА 1 – АМОРФНАЯ ФАЗА 2" В АМОРФНОМ СПЛАВЕ Co-Ni-Fe-B-Si

R.C.Исхаков¹⁾, Е.А.Денисова, А.А.Лепешев

Институт физики СО РАН

660036 Красноярск, Россия

Поступила в редакцию 9 августа 1995 г.

Показано, что релаксационный отжиг аморфных сплавов Co-Ni-Fe-B-Si при определенных условиях приводит к размытому фазовому переходу "аморфная фаза 1 – аморфная фаза 2" на стадии структурной релаксации.

Три типа структурных изменений, вызванных докристаллизационным отжигом аморфных сплавов, относят к структурной релаксации этих материалов. Это уменьшение (перераспределение) свободного объема при отжиге, возникновение геометрического (топологического) ближнего порядка, установление химического (композиционного) ближнего порядка. Частным случаем последнего типа структурных изменений являются процессы расслоения аморфных сплавов, регистрируемые прямыми и косвенными методами (см., например, [1,2]). В нашей работе показана возможность фазового перехода "аморфная фаза 1 – аморфная фаза 2" в докристаллизационной области температур, то есть обнаружен еще один тип структурных изменений аморфных сплавов на стадии структурной релаксации.

Исследовались аморфные сплавы системы $\text{Co}_{58}\text{Ni}_{10}\text{Fe}_5\text{B}_{16}\text{Si}_{11}$ (в дальнейшем CoNiFeBSi), полученные методом плазменного напыления в виде покрытий толщиной до 500 мкм. Контроль структурного состояния покрытий проводился рентгенографическим анализом (ДРОН-3), электронной дифракцией, ДТА-анализом, а также магнитоструктурными методами [3,4]. (Связь морфологических и структурных особенностей аморфных покрытий с основными параметрами режимов напыления подробно изложена в [5]. Здесь же отметим, что дифрактограммы аморфных покрытий, а также такие характеристики, как теплота (ΔQ) и температура (T_{cr}) кристаллизации, намагниченность насыщения (M_s), коэффициент спин-волновой жесткости (D) и температура Кюри (T_C) совпадают с аналогичными характеристиками аморфных фольг CoNiFeBSi, полученных методом спиннингования расплава в ИПС ЦНИИ ЧМ.)

На рис.1 представлены термомагнитные кривые $M_s(T)$ быстрого нагрева аморфного покрытия CoNiFeBSi до температуры 700°C, а также быстрого охлаждения образовавшейся аморфно-кристаллической смеси (скорость 30°C/мин). На кривой нагрева видна T_c аморфного покрытия и проявление температуры его кристаллизации ($T_{cr} \sim 540^\circ\text{C}$) – рост M_s в области $T > T_{cr}$, обусловлен образованием кристаллической фазы с $T_c > T_{cr}$. На кривой охлаждения проявляются T_c трех ферромагнитных фаз – аморфной и двух кристаллических, составляющих дисперсную смесь. Видно, что при разложении кривой охлаждения смеси на парциальные кривые: $M_s(T) = \sum p_i M_{is}(T)$, где p_i – объемная доля i -той фазы, доминирующий вклад в $M_s(T)$ обусловлен кристаллической фазой с $T_c \approx 620^\circ\text{C}$. Известно, что T_c ферромагнитных аморфных сплавов и

¹⁾e-mail: isc@iph.Krasnoyarsk.su.

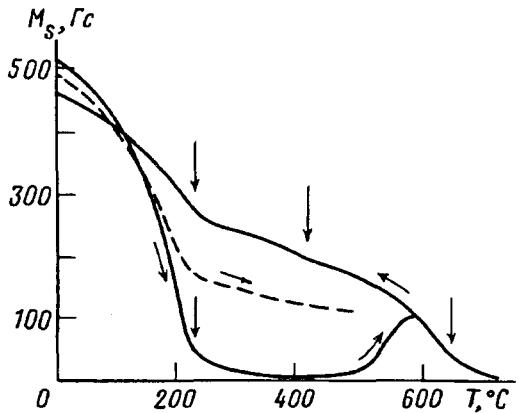


Рис.1. Термомагнитные кривые (нагрева и охлаждения) аморфных покрытий CoNiFeBSi. Отмечены температуры Кюри аморфной и кристаллических фаз. Штриховая кривая – термомагнитная кривая нагрева аморфного покрытия CoNiFeBSi, полученного при температуре подложки 300°С

их кристаллических аналогов различаются не более чем на 10÷20% (см., например, [6]). Следовательно, при получении фазы с $T_c \approx 620^\circ\text{C}$ в аморфном состоянии, разность температур T_c этой аморфной фазы (2) и исходной аморфной фазы (1) будет значительной. На этом и основан метод регистрации осуществления фазового перехода "аморфная фаза 1 – аморфная фаза 2", используемый в данной работе.

Возникновение дисперсных включений фазы 2 в фазе 1 было стимулировано подбором технологических режимов напыления. Оказалось, что этому способствует нагрев основы (на которую напыляется покрытие) до температур от 180 до 380°С. В этом случае в аморфном покрытии формируется аморфная фаза, отличная от исходной (см. рис.1). (Отметим, что величины ΔQ , T_{cr} , M_s и D , характеризующие образованную гетерофазную систему, остаются неизменными). Стимулирование же фазового превращения фазы 1 в фазу 2 осуществляется релаксационным отжигом (время отжига 30 мин).

Результаты термомагнитного анализа отожженных покрытий представлены на рис.2. Здесь приведены зависимости T_{ic} от температуры отжига (T_{an}) образовавшихся фаз, а также их парциальный вклад $y_i = p_i M_i / M_s$ в кривую $M_s(T)$ аморфных покрытий. Видно, что исходный аморфный сплав CoNiFeBSi может быть охарактеризован как гетерофазная система, в которой фаза 1 с $T_c \approx 260^\circ\text{C}$ составляет 90% объема, а фаза 2 с $T_c \approx 530^\circ\text{C}$ – 10%. (Различие температур T_c фазы 1 и фазы 2 указывает на различный химический близкий порядок в этих фазах). Указанное соотношение объемных долей фаз сохраняется вплоть до температур отжига $\sim 250^\circ\text{C}$. При $T_{an} \sim 270^\circ\text{C}$ возникает ферромагнитная фаза 3 с $T_c \approx 330 \div 360^\circ\text{C}$, которая остается дополнительной ($y_3 \sim 15 \pm 20\%$) на всем интервале изменения температур отжига. Интересен ход объемных долей y_1 и y_2 . Видно (рис.2б), что с увеличением температуры отжига величина y_1 уменьшается, а величина y_2 растет так, что в области $400 < T_{an} < 450^\circ\text{C}$ $y_1 \approx y_2$, а при $T_{an} \sim 500^\circ\text{C}$ (что на 40°С ниже T_{cr}) величина y_2 существенно больше величины y_1 . Увеличение T_{an} свыше 500°С сначала приводит к исчезновению аморфной фазы 1 и лишь затем – при $T_{an} \sim 530^\circ\text{C}$ – к кристаллизации (структурное состояние покрытий контролировалось рентгеном). Такое поведение зависимостей $y_1(T_{an})$ и $y_2(T_{an})$ указывает на размытый фазовый переход фазы 1 в фазу 2, реализованный в докристаллизационной области температур.

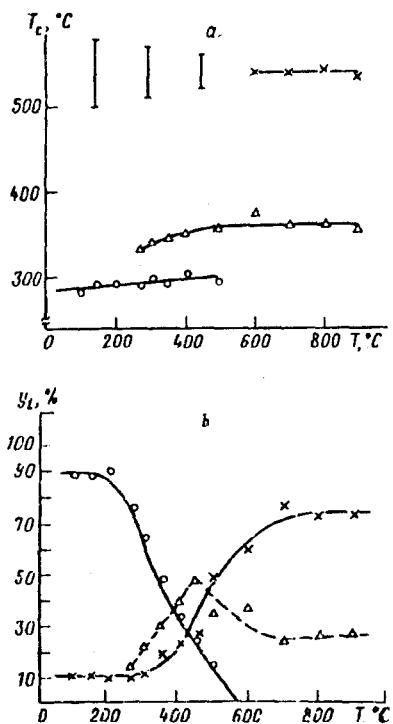


Рис.2. Зависимости температур T_c (а) индивидуальных магнитных фаз и их объемных долей y_t ; (б) от температуры отжига аморфного покрытия (время отжига 30 мин). \circ – аморфная фаза 1; x – аморфная и кристаллическая фаза 2; Δ – аморфная и кристаллическая фаза 3

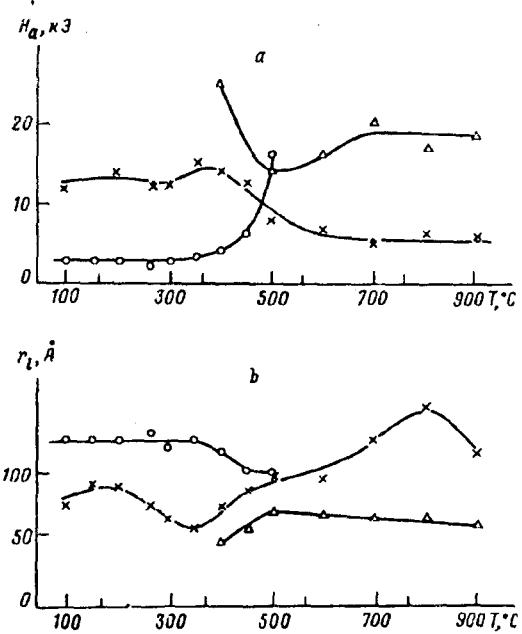


Рис.3. Зависимости величин поля локальной анизотропии H_{ia} индивидуальных магнитных фаз (а) и их корреляционные радиусы r_{ia} (б) (обозначения те же, что и на рис.2)

Отметим, что индивидуальные фазы, составляющие гетерофазную систему аморфного покрытия CoNiFeBSi, обладают одной общей особенностью – они ферромагнитны. Поэтому специальной обработкой кривых намагничивания до насыщения $M(H)$ (метод корреляционной магнитометрии [3], адаптированный к гетерофазным системам в [7]) здесь определяется как величина поля локальной анизотропии H_{ia} индивидуальных фаз, так и размер ориентационных кластеров r_{ia} , составляющих эти магнитные фазы. Величины H_a и r_a формируются характеристиками субмикроструктуры материала (например, H_a содержит вклад внутренних напряжений). На рис.3 представлены зависимости $H_{ia}(T_{an})$ и $r_{ia}(T_{an})$, характеризующие, таким образом, изменения микроструктуры покрытия под действием релаксационного отжига. Видно, что на этих зависимостях проявляется и расслоение аморфного сплава, и размытый фазовый переход. Полученные результаты физически разумны: основная магнитная фаза характеризуется большей величиной r_a и меньшим уровнем внутренних напряжений. В дополнительных фазах уровень внутренних напряжений растет, а размер ориентационного кластера r_{ia} мал.

Таким образом, в настоящей работе показано, что релаксационный отжиг аморфного сплава $\text{Co}_{58}\text{Ni}_{10}\text{Fe}_5\text{B}_{16}\text{Si}_{11}$ приводит, в определенных условиях, к реализации в этом сплаве размытого фазового перехода "аморфная фаза 1 – аморфная фаза 2" в докристаллизационной области температур.

-
1. Е.Н.Власова, Б.В.Молотилов, М.А.Арцишевский, *ФММ* **63**, 490 (1987).
 2. Г.Е.Абросимова, С.К.Крысова, В.И.Крысов и др., *ФММ* **12**, 87 (1991).
 3. В.А.Игнатченко, Р.С.Исхаков, Г.В.Попов, *ЖЭТФ* **82**, 1518 (1982).
 4. Р.С.Исхаков, Г.В.Попов, М.М.Карпенко, *ФММ* **56**, 85 (1983).
 5. А.А.Лепешев, Р.С.Исхаков, Е.А.Денисова, *Письма в ЖТФ* (в печати).
 6. R.C.O'Handley, *J. Appl. Phys.* **62**, R15 (1987).
 7. Р.С.Исхаков, М.М.Бруштунов, А.Г.Нармонев, *ФММ* **79**, 122 (1995).