

УДК 538.245

ДОМЕННАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СОЕДИНЕНИЙ ЖЕЛЕЗА И БОРА

М.Б. Ляхова, О.В. Жданова

*Тверской государственный университет
кафедра магнетизма*

Проведены исследования доменной структуры и магнитных свойств соединений FeB и Fe₂B. В ромбических монокристаллах FeB обнаружены три взаимно перпендикулярные оси намагничивания: легчайшая, легкая и трудная. Основной объем образцов FeB занимают полосовые домены, границы которых ориентированы вдоль легчайшей оси, структура замыкающих доменов представляет собой «ряды и зигзаги из звездочек», причем замыкающие домены имеют правильную форму ромбов. В медленно охлажденных слитках сплава, содержащего 90 вес.% железа и 10 вес.% бора, формируются столбчатые зерна основной тетрагональной фазы Fe₂B с прямоугольными или квадратными сечениями. На базисной и призматической плоскостях зерен Fe₂B наблюдается доменная структура, характерная для соединений с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость», границы основных доменов ориентированы по диагонали квадратных сечений столбчатых зерен фазы Fe₂B, что свидетельствует о высоких значениях третьей константы анизотропии данного соединения.

Введение. В равновесной диаграмме состояния бинарной системы железа и бора присутствуют два химических соединения: FeB и Fe₂B [1]. Соединение FeB имеет ромбическую, а соединение Fe₂B – тетрагональную кристаллическую решетку [2]. Данных о магнитных свойствах и магнитокристаллической анизотропии этих соединений очень мало, а их доменная структура практически не изучена. В связи с этим в работе было проведено исследование магнитных свойств и доменной структуры соединений FeB и Fe₂B.

Методика эксперимента. Сплавы получали методом высокочастотной индукционной плавки в атмосфере особо чистого аргона. Для получения крупнозернистых слитков применялось медленное охлаждение со средней скоростью 5...10°С/с. Образцы для исследований представляли собой одно зерно сплава, им придавалась сферическая форма диаметром 2...3 мм.

Магнитные измерения проводились в открытой магнитной цепи методом вибрационного магнитометра. Микро- и доменная структура исследовалась на металлографическом микроскопе Neophot-30. Для выявления микроструктуры применялись методы химического и электрохимического травления. Доменная структура исследовалась

методами полярного эффекта Керра и порошковых осадков Акулова-Биттера.

Металлографические шлифы готовились по стандартным методикам с применением алмазных паст различной крупности. Для получения шлифов на ориентированных плоскостях образцы заливались эпоксидной смолой в оправках из алюминия и помещались в магнитное поле до полного затвердевания смолы.

Объектами исследования были два сплава железа и бора. Химический состав шихты первого сплава соответствовал соединению FeB. Согласно металлографическим исследованиям этот сплав являлся однофазным. После медленного охлаждения слиток имел крупные зерна, из которых изготавливались монокристаллы для исследований.

Шихта второго сплава имела химический состав 10 вес.% бора и 90 вес.% железа. По данным металлографического анализа сплав имел двухфазную микроструктуру, причем количество второй фазы не превышало 20 об.%. Согласно равновесной диаграмме состояния системы Fe-B [1] данный сплав должен содержать преимущественно соединение Fe₂B и небольшое количество соединения FeB.

Результаты и их обсуждение. Для контроля фазового состава исследованных сплавов был проведен дифференциальный термический анализ. Температурные зависимости магнитной проницаемости $\chi(T)$ обоих сплавов приведены на рис. 1. На зависимостях $\chi(T)$ первого сплава наблюдается перегиб при температуре порядка 300°C, соответствующей точке Кюри соединения FeB ($T_C = 325^\circ\text{C}$ [3]). Проницаемость второго сплава резко падает при температуре около 750°C, что соответствует $T_C = 742^\circ\text{C}$ основного соединения Fe₂B [3]. Пик на кривой $\chi(T)$ в интервале температур 200...300°C, по всей видимости, связан с присутствием в сплаве фазы FeB.

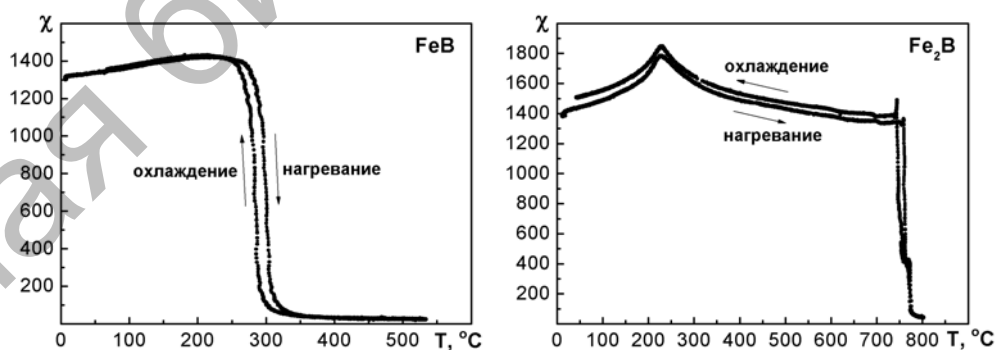


Рис. 1. Температурные зависимости магнитной проницаемости сплавов FeB и Fe₂B

В первой части работы были измерены кривые намагничивания и изучена доменная структура монокристаллов соединения FeV.

Поскольку данных о магнитокристаллической анизотропии соединения FeV в литературе нет, возникла проблема ориентации монокристаллов при их подготовке к магнитным измерениям. Известно [2], что соединение FeV имеет ромбическую кристаллическую структуру, причем все три параметра решетки существенно различны по величине. Опытным путем было установлено, что монокристаллы FeV ориентируются одной из своих осей в направлении магнитного поля, то есть имеют одну легчайшую ось намагничивания.

Первоначально монокристалл FeV ориентировался в магнитном поле так, чтобы вектор I_s лежал в плоскости держателя образца. В магнитометре определялось направление преимущественного намагничивания по максимуму измерительного сигнала. Кривая намагничивания в этом направлении – кривая 1 на рис. 2. Очевидно, что эта ось образца является легчайшей, насыщение образца в этом направлении достигается в полях ~ 160 кА/м.

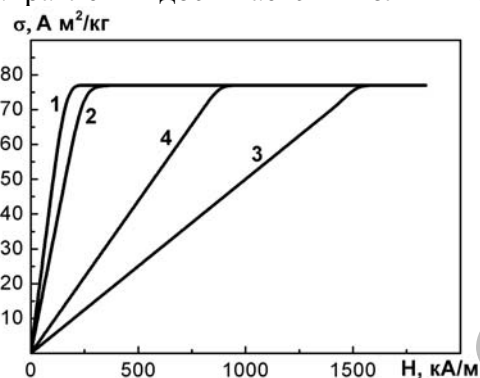


Рис. 2. Кривые намагничивания монокристалла FeV. Легчайшая ось (1), легкая ось (2), трудная ось (3), $\varphi = 45^\circ$ (4)

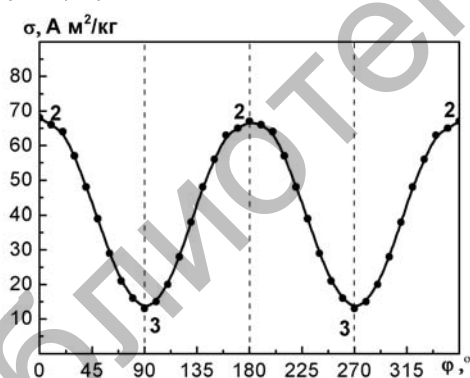


Рис. 3. Угловая зависимость удельной намагниченности монокристалла FeV в поле 240 кА/м в плоскости, перпендикулярной легчайшей оси 1

Далее монокристалл FeV ориентировался в магнитном поле таким образом, чтобы легчайшая ось была перпендикулярна плоскости держателя образца. На рис. 3 приведена угловая зависимость удельной намагниченности монокристалла FeV в поле 240 кА/м в плоскости, перпендикулярной легчайшей оси 1. На зависимости $\sigma(\varphi)$ наблюдаются два максимума при $\varphi = 0^\circ$ и 180° и два минимума при $\varphi = 90^\circ$ и 270° . Кривые намагничивания в этих направлениях приведены на рис. 2: кривая 2 для $\varphi = 0^\circ$ и кривая 3 для $\varphi = 90^\circ$. Очевидно, что кривая 2 соответствует легкой оси намагничивания, она идет ниже кривой 1, но насыщение достигается также в небольших полях ~ 280 кА/м. Кривая 3

имеет самый пологий ход, образец в этом направлении насыщается только в полях порядка 1450 кА/м, то есть ось 3 является трудной осью намагничивания образца. В качестве примера на рис. 2 приведена также кривая намагничивания под углом $\varphi = 45^\circ$ к трудной и легкой оси.

Таким образом, в ромбическом монокристалле FeV присутствуют три выделенных оси намагничивания: 1 – легчайшая, 2 – легкая и 3 – трудная. Поскольку эти оси взаимно перпендикулярны, можно полагать, что они совпадают с осями второго порядка ромбической кристаллической решетки.

Исследования доменной структуры соединения FeV были проведены на двух плоскостях, перпендикулярных легчайшей и трудной осям намагничивания монокристаллов.

На рис. 4, *a–b* приведены картины доменной структуры монокристаллов FeV, выявленные при помощи пленки феррита-граната. На плоскости, перпендикулярной трудной оси (рис. 4, *a*), видно, что основной объем образца занимают полосовые домены шириной 80...100 мкм, причем границы основных доменов ориентированы вдоль легчайшей оси. Основные домены на плоскости образца, перпендикулярной легчайшей оси, имеют среднюю ширину 30 мкм и по конфигурации близки к лабиринтной структуре одноосных магнетиков (рис. 4, *b*). Особенностью структуры является замкнутый характер областей, соответствующих доменам одного знака, и наличие выделенного направления в ориентации границ основных доменов.

На рис. 4, *в–е* показана доменная структура монокристалла FeV, выявленная методами порошковых осадков и эффекта Керра. Нужно отметить, что после механической полировки для удаления мелких царапин и снятия напряженного поверхностного слоя образцы подвергались электрохимической полировке в растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте.

На плоскости монокристалла FeV, перпендикулярной трудной оси намагничивания, метод порошковых осадков выявляет доменные границы основных полосовых доменов в основном объеме образца, а также границы широкого слоя клиновидных доменов вблизи поверхности (рис. 4, *в*). Керровский контраст полосовой и клиновидной структуры (рис. 4, *д*) удалось получить только в режиме косоугольного освещения и после глубокой электрохимической полировки. Этот результат свидетельствует о том, что направление векторов намагниченности полосовых доменов совпадает с плоскостью шлифа.

Применение метода порошковых осадков показало, что поверхностная доменная структура на плоскости монокристалла FeV, перпендикулярной легчайшей оси намагничивания, состоит из мелких доменов, которые образуют достаточно широкие ~30 мкм полосы (рис. 4, *з*). В структуре четко видны зигзагообразные конфигурации границ основных доменов. Применение метода эффекта Керра

позволило выявить детали доменной структуры. Оказалось, что структура состоит из полосовых или зигзагообразных (рис. 4, *e*) доменов одного знака, внутри которых расположены более мелкие замыкающие домены другого знака.

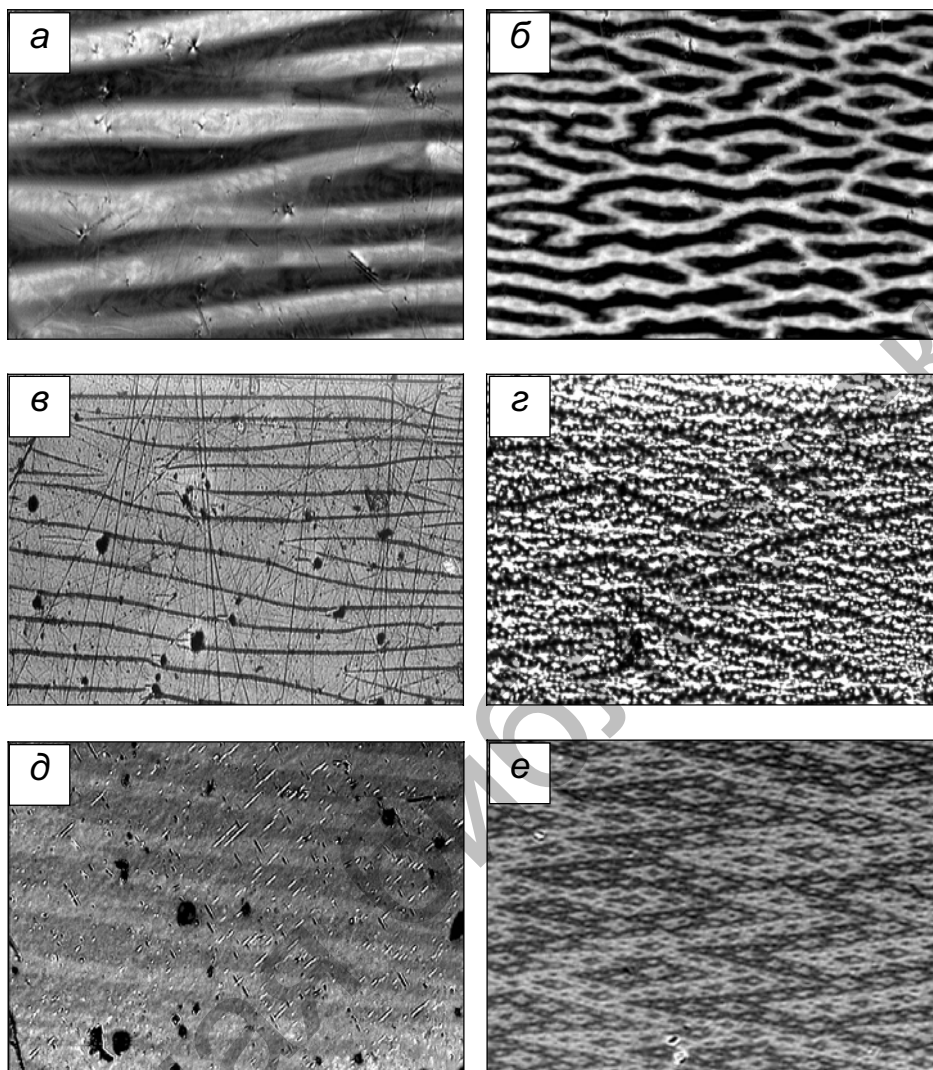


Рис. 4. Доменная структура монокристаллов FeV на плоскостях, перпендикулярных легкой (*б, г, е*) и трудной (*а, в, д*) осям намагничивания, выявленная при помощи пленки феррита-граната (*а, б*), методом порошковых осадков (*в, г*) и с помощью эффекта Керра (*д, е*). $\times 65$ (*а, б, в, д*), $\times 250$ (*г, е*)

Такую конфигурацию структуры можно условно назвать «рядами и зигзагами из звездочек». Необходимо особо подчеркнуть, что во всей структуре существует одно выделенное направление в ориентации границ основных доменов. Кроме того, при больших увеличениях видно, что замыкающие домены имеют правильную форму ромбов.

Во второй части работы была исследована микроструктура и доменная структура поликристаллического слитка Fe_2V , медленно охлажденного в процессе кристаллизации. Сплав имел столбчатую структуру, тонкие слои можно было наблюдать на сколе слитка даже невооруженным глазом. После электрохимического травления в образцах выявляется анизотропная микроструктура, состоящая из двух фаз (рис. 5). На плоскости, параллельной оси текстуры зерен, основная фаза Fe_2V представляет собой пластины толщиной до 0,5 мм (рис. 5, а), а вторая фаза FeV – тонкие прослойки толщиной 5...10 мкм или скопления мелких выделений округлой формы. На плоскости, перпендикулярной оси текстуры (рис. 5, б), тонкие прослойки второй фазы имеют правильную геометрическую форму. Таким образом, зерна основной фазы Fe_2V исследованного сплава имеют форму пластинок с прямоугольным сечением или столбиков с квадратным сечением.

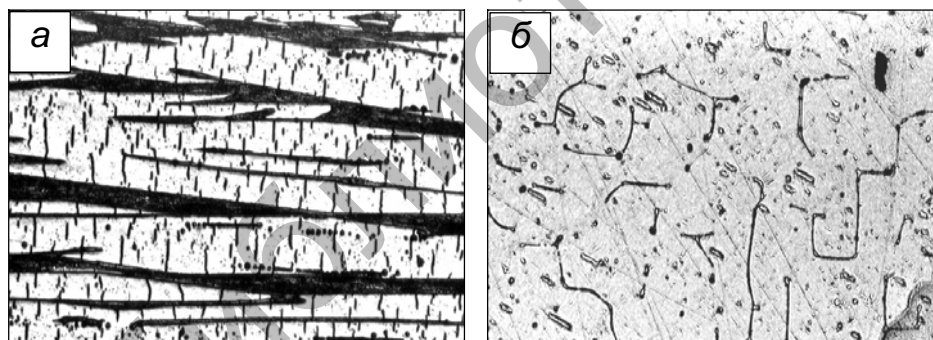


Рис. 5. Микроструктура сплава Fe_2V на плоскостях, параллельных (а) и перпендикулярных оси текстуры (б). Увеличение $\times 35$ (а) и $\times 70$ (б)

При подготовке образцов Fe_2V для исследования доменной структуры необходимой операцией оказалась электрохимическая полировка поверхности. В зернах основной фазы на поверхности, параллельной оси текстуры сплава, удалось выявить доменную структуру методом полярного эффекта Керра (рис. 6, а, б). В некоторых зернах основной фазы формируются полосовые или клиновидные домены, в других – зигзагообразные домены различной ширины (рис. 6, а). Кроме того заметна прерывистая каплевидная структура зигзагообразных доменов (рис. 6, б). На мелких выделениях второй фазы образуется структура замыкающих доменов, как в магнетиках с несколькими осями легкого намагничивания (рис. 6, б). Методом

порошковых осадков также очень четко выявляется извилистый зигзагообразный характер доменных границ (рис. 6, в, з).

Описанные конфигурации доменной структуры характерны для одноосных магнетиков с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» [4; 5].

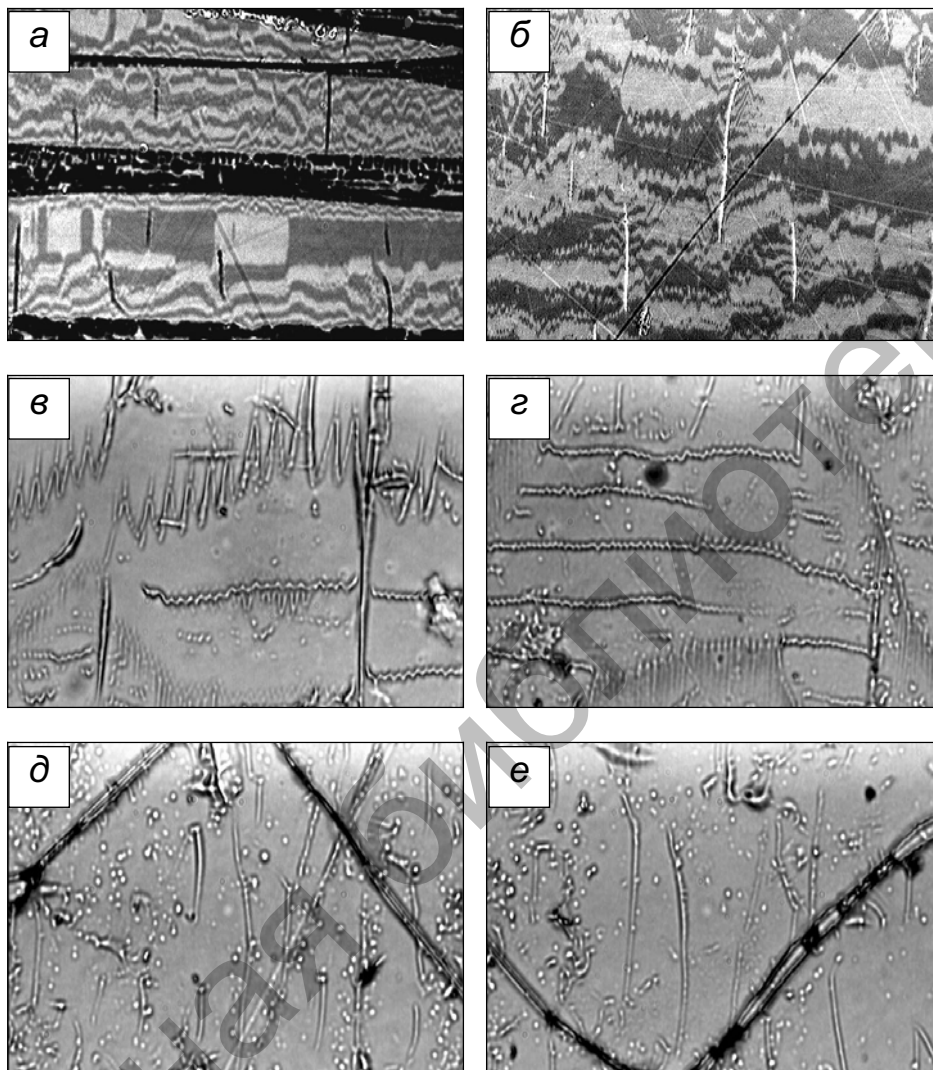


Рис. 6. Доменная структура на плоскостях, параллельных (а-с) и перпендикулярных (д-е) оси текстуры сплава Fe_2V . $\times 250$ (а-б), $\times 500$ (в-е)

Кроме того, поскольку на исследованной поверхности слитка удалось выявить доменную структуру методом полярного эффекта Керра, можно утверждать, что в доменах вектор намагниченности насыщения I_s перпендикулярен поверхности шлифа или его нормальная составляющая не равна нулю. Таким образом, в исследованном слитке с анизотропной полосовой микроструктурой тетрагональные оси c всех зерен фазы Fe_2V ориентированы вдоль общей оси текстуры. Различные конфигурации доменной структуры в зернах свидетельствуют о том, что оси a кристаллической структуры зерен ориентированы произвольным образом относительно друг друга.

На поверхностях зерен Fe_2V , перпендикулярных оси текстуры, при помощи эффекта Керра наблюдать доменную структуру не удалось, но методом порошковых осадков выявляются границы полосовых доменов, ширина которых составляет 20...30 мкм (рис. 6, *d, e*). Интересно отметить, что границы основных полосовых доменов в большинстве случаев ориентированы по диагонали квадратных сечений зерен. Такая ориентация доменных границ свидетельствует о высоком значении третьей константы магнитокристаллической анизотропии, которая определяет анизотропию в базисной плоскости тетрагонального магнетика Fe_2V .

Выводы. В ромбических монокристаллах FeV присутствуют три взаимно перпендикулярные оси намагничивания: легчайшая, легкая и трудная. Основной объем образцов FeV занимают полосовые домены, границы которых ориентированы вдоль легчайшей оси, структуру замыкающих доменов можно условно обозначить как «ряды и зигзаги из звездочек», в структуре существует выделенное направление в ориентации границ основных доменов, а замыкающие домены имеют правильную форму ромбов. Медленно охлажденный сплав, содержащий 90 вес.% железа и 10 вес.% бора, имеет столбчатую структуру зерен основной тетрагональной фазы Fe_2V . На базисной и призматической плоскостях зерен Fe_2V наблюдается доменная структура, характерная для соединений с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость», границы основных доменов ориентированы по диагонали квадратных сечений столбчатых зерен фазы Fe_2V , что свидетельствует о высоких значениях третьей константы анизотропии соединения.

Работа выполнена в рамках АВЦП «Развитие научного потенциала высшей школы» и при поддержке гранта РФФИ № 09-02-01274.

Список литературы

1. Диаграммы состояния двойных и многокомпонентных систем на основе железа. Справочник. Под ред. О.А. Банных и М.Е. Дрица. М.: Металлургия, 1986. 439 С.

2. Матюшенко Н.Н. Кристаллические структуры двойных соединений. М.: Металлургия, 1969. 303 С.
3. Fruchart R. // *Compt. Rend. Acad. Sci.* 1963. V.256. P.3304.
4. Доменная структура монокристаллов R_2M_{17} ($M = Fe, Co$) с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» / М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, К.П. Скоков, А.В. Петренко, О.В. Маклыгина, Ю.В. Ершова // Горный информационно-аналитический бюллетень. Функциональные металлические материалы. Сырьевая база, магнитные материалы и системы. Отдельный выпуск 1. Москва, МГГУ, 2007. С. 404–413.
5. Доменная структура соединений R_2Fe_{17} и R_2Co_{17} с магнитокристаллической анизотропией типа «легкая плоскость» / М.Б. Ляхова, Е.М. Семенова, А.И. Петренко, О.В. Маклыгина // *Вестник ТвГУ. Серия "Физика". №6(34).* 2007. С. 30–36.

DOMAIN STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF IRON AND BORON COMPOUNDS

M.B. Lyakhova, O.V. Zhdanova

A study is made of the domain structure and magnetic properties of FeB and Fe₂B compounds. Three mutually perpendicular easiest, easy and hard axes of magnetization are found to exist in orthorhombic FeB single crystals. The main volume of FeB samples is occupied by stripe domains having their boundaries oriented along the easiest axis. Closure domain structure is presented by rows and zigzags composed of starlets, and the closure domains have a form of regular rombs. Columnar grain structure of the main Fe₂B with rectangular or square cross sections is formed in slowly cooled ingots of alloy containing 90 wt% Fe and 10 wt% B. Domain structure typical of materials having magnetocrystalline anisotropy of the "easy plane" type is observed on the basal and prismatic planes of Fe₂B grains. The boundaries of main domains are oriented along the diagonals of the square cross sections of columnar Fe₂B grains, thus indicating high values of the third anisotropy constant.