

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА МЕТАСТАБИЛЬНЫХ
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК СПЛАВА Ni-Fe-C

Р.С. Исхаков, Д.Е. Прокофьев, В.С. Жигалов*

В работе приводятся результаты исследования структурных и фазовых превращений в пленках нанокристаллических метастабильных сплавов Ni-Fe-C. Анализ закономерностей переходов проводился на основе данных, полученных из прямых структурных измерений, а также измерений статических и динамических магнитных свойств. На основе косвенных магнитных измерений показано, что атомы углерода содержатся в решетке Ni-Fe в виде твердого раствора, соответственно уменьшая магнитный момент и экранируя обменное взаимодействие спинов d-металлов. Высокое содержание углерода (~20 ат%) является следствием особенностей технологии Импульсно-плазменного испарения (ИПИ). Еще одной особенностью исследуемых сплавов является повышенное содержание атомов углерода в межзеренных границах, что проявляется в отсутствии обменных корреляций между нанокристаллитами в этих пленках.

В последнее время внимание многих исследователей обращено к изучению физических свойств аморфных и нанокристаллических материалов. Основная особенность этих материалов заключается в том, что они являются неравновесными метастабильными системами, обладающими избыточными внутренней энергией и термодинамическим потенциалом DG. Данная неравновесность обусловлена прежде всего их структурной либо химической неупорядоченностью, которая модифицирует все физические и, в частности, магнитные свойства.

Ранее новым технологическим методом, который получил название импульсно-плазменное испарение в вакууме с лазерным поджигом, были получены пленочные конденсаты сплава Ni-C (по оценкам, содержание C ~25 ат%) [1]. Пленки данного сплава обладали гексагональной плотноупакованной (ГПУ) структурой (установлено электронной дифракцией) и рядом необычных магнитных и электрических свойств. Например парамагнитным состоянием при комнатной температуре. После отжига ($T_0=300^\circ\text{C}$) метастабильный сплав ГПУ Ni-C переходил в стабильное состояние, характеризующееся гранецентрированной структурой (ГЦК), а магнитные и электрические параметры приближались к параметрам, характерным для пленок ГЦК Ni [1].

Хорошо изученные к настоящему времени сплавы Ni-Fe (область пермаллоевой концентрации) представляют собой растворы замещения матрицы ГЦК Ni атомами Fe. Поскольку методом ИПИ оказалось возможным получение сплава Ni-C в метастабильном состоянии с ГПУ структурой, представляет немалый интерес получение этим методом и исследование метастабильных сплавов Ni-Fe-C. Образование новых метастабильных структурных состояний, несомненно, должно отразиться на свойствах указанных сплавов. Цель настоящей работы – получение метастабильных сплавов Ni-Fe-C, исследование особенностей их структурных состояний и релаксации к равновесному состоянию, а также исследование магнитных свойств.

Пленки Ni-Fe толщиной ~1500 Å осаждали на диэлектрические подложки (покровное стекло). Исследуемые образцы были получены путем распыления мишеней сплавов $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ и $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35}$. Чистота мишеней 99,9%. Давление в вакуумной камере в процессе напыления составляло $P=2 \cdot 10^{-5}$ Торр. Время напыления $t=10$ мин, частота следования импульсов длительностью 200 мкс составляла $f=5$ Гц. Конденсация при данной технологии (ИПИ) идет с высокой скоростью (по оценке ~ $10^4 \text{Å}/\text{с}$ за импульс), а затвердевание конденсата протекает по схеме пар → жидкость → кристалл [2]. Как было установлено в этой работе, данная технология позволяет получать пленки переходного металла с повышенным содержанием углерода (~20 ат.%) в метастабильном нанокристаллическом состоянии.

Атомная структура нанокристаллических пленок Ni-Fe, изготовленных методом ИПИ, определялась рентгеновской дифракцией. Запись рентгенограмм проводилась, на рентгеновском аппарате ДРОН-3 (в данной работе использовалось излучение линии K_α меди с $\lambda = 1,54178 \text{Å}$). Химическая структура этих пленок определялась из исследований Оже-спектров на фотоэлектронном спектрометре фирмы “RIBER” в ИФП СО РАН. (Ионное травление при послойном анализе осуществлялось пучком ионов аргона энергией 3 кэВ при токе ионного пучка 60 нА. Расчетная скорость распыления 5Å/мин).

Динамические магнитные свойства нанокристаллических пленок сплавов Ni-Fe-C, определяющие параметры ферромагнитного (ФМР) и и спин-волнового (СВР) резонансов, изучались на стандартном спектрометре x-band с частотой накачки проходного резонатора $f=9.2$ ГГц.

Статические магнитные измерения проводили на автоматизированном вибрационном магнетометре в интервале полей до 30 кЭ и температур от 4,2 до 250К. Измерение кривых намагничивания $M(H)$ проводилось при температуре $T=4\text{К}$. Кривые $M(H)$ снимались в полях до 30кЭ. Низкотемпературная зависимость намагниченности насыщения $M_s(T)$ детально измерялась при величине внешнего поля $H=20\text{кЭ}$, в области температур 70 - 210К.

* © Р.С. Исхаков, Д.Е. Прокофьев, В.С. Жигалов, Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, 2003. E-mail: rauf@iph.krasn.ru

Высокотемпературные зависимости намагниченности насыщения $M_s(T)$ измерялись на крутильном анизометре в области температур от 273 до 750К при постоянном поле $H=5,7\text{кЭ}$. Значения температуры Кюри T_c нанокристаллических пленок Ni-Fe-C были определены экстраполяцией температурной зависимости $M_s(T)$ к нулю намагниченности с использованием наблюдаемой для этих материалов линейной зависимости M_s^2 от T вблизи T_c .

В ходе исследований исходные пленки нанокристаллического Ni-Fe подвергались термоотжигу. Отжиг проводился в высоковакуумной камере в течение 1-го часа при температурах 150, 200, 250, 350, 500 °С.

Результаты и их обсуждения

Методом Оже-электронной спектроскопии был восстановлен профиль элементов содержащихся в пленке нанокристаллических сплавов Ni-Fe-C по ее толщине. На рис.1 представлен Оже-профиль основных элементов пленки $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$. Видно, что после распыления приповерхностного окисленного слоя (~50Е) соотношение концентраций атомов металлов ($X_{\text{Ni}}/X_{\text{Fe}}=65/35$) в пленке повторяет (с учетом соответствующих коэффициентов элементной чувствительности) соотношение концентраций этих атомов в использованной мишени для получения этой пленки. Однако в нанокристаллических конденсатах наблюдается (рис. 1) повышенное содержание атомов углерода, концентрация С составляет ~20 ат%. Метод Оже-спектроскопии не отвечает на основной вопрос о характере распределения атомов углерода в материале пленки, а именно: находится ли он как атомный компонент в твердом растворе либо существует в системе как чистая химическая фаза (в виде графита и т.п.). Ответ на указанный вопрос был получен в ходе интерпретации зависимостей электрических и магнитных свойств этих пленок.

На рис.2 приведены температурные зависимости электросопротивления $\rho(T)$ пленок НК сплавов Ni-Fe-C. Существенная немонотонность зависимости $\rho(T)$, возможность выделения на ней различных температурных участков показывает, что сплавы Ni-Fe-C (полученные методом ИПИ) являются метастабильными системами, в которых при отогреве реализуются некие структурные превращения. Изменения удельного электросопротивления от температуры в основном характеризуются пятью участками на зависимости $\rho(T)$ в соответствующих диапазонах температур. В диапазоне от 20 °С до ~100 °С зависимости $\rho(T)$ исследуемых пленок демонстрируют металлический тип проводимости. Ход $\rho(T)$ в интервале от ~150 до 250°С объясняется упорядочением размещения атомов углерода в матрице переходных металлов, приводящим к уменьшению электросопротивления. Действительно, при этих температурах коэффициент диффузии углерода в металле $D_{\text{C in Ni-Fe}} \sim 1.4 \cdot 10^{-16} \text{см}^2/\text{сек} \gg D_{\text{Ni in Fe}} \sim 1.4 \cdot 10^{-58} \text{см}^2/\text{сек}$. В интервале температур (от ~300 до 350 °С) наблюдается резкое падение $\rho(T)$, связанное, по всей видимости, со структурным превращением, после которого нормальный ход $\rho(T)$ восстанавливается. И наконец, в области от ~450 до 550 °С происходит еще один скачок $\rho(T)$ (меньшей интенсивности), после чего величины $\rho(T)$ принимают стандартные для этих сплавов значения.

На рис.3 приведены температурные зависимости намагниченности насыщения $M_s(T)$ сплавов $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$ и $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$. Температурный ход кривых $M_s(T)$ для сплавов обоих составов при нагреве от 0 до 700 °С описывается немонотонной кривой, а при охлаждении от 700 °С до 20 °С - монотонной функцией температуры. Согласно [3], такой вид зависимости $M_s(T)$ может наблюдаться в многофазных композитах, в которых в результате структурных

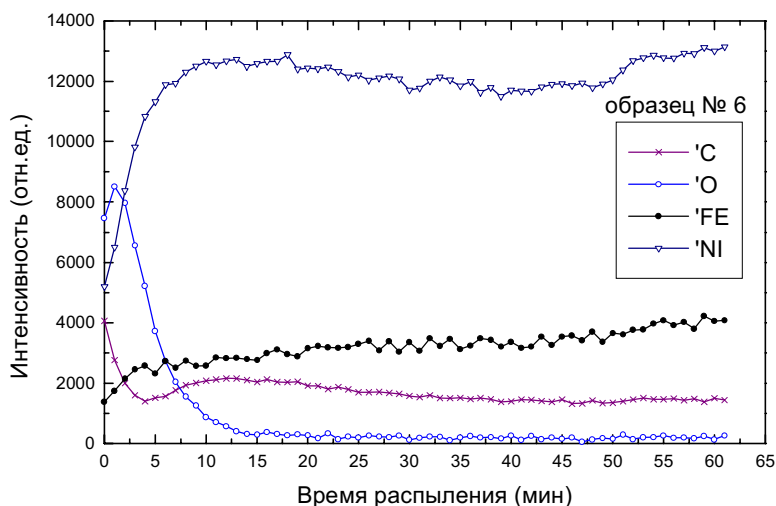


Рис. 1. Оже-профиль распределения основных элементов для образца $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{C}$

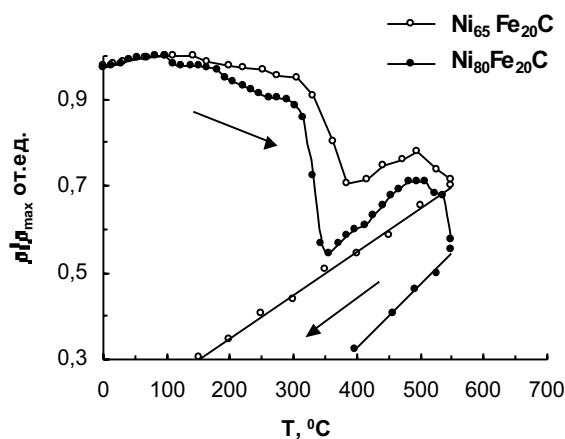


Рис.2. Температурные зависимости электросопротивления пленок НК сплавов $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$ и $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$

превращений происходит образование, магнитной фазы с температурой T_c^k , превышающей T_c^o исходной фазы. На зависимостях $M_s(T)$ для пленок обоих составов можно выделить температурный интервал (от 300 °C до 400 °C), в котором, по-видимому, и происходит структурное превращение в указанную магнитную фазу. Совпадение температурных диапазонов формирования новой магнитной фазы в результате структурного превращения на кривых нагрева $M_s(T)$ и $\rho(T)$ (скачок $\Delta\rho$ на третьем участке $\rho(T)$) свидетельствует в пользу данной версии. При сопоставлении кривых $M_s(T)$ и $\rho(T)$ нужно также отметить еще две особенности: уменьшение величины ρ на интервале 150÷250 °C сопровождается ростом величины M_s , скачок $\Delta\rho$ при 500 °C осуществляется в интервале монотонного (и обратного) уменьшения M_s . Эти данные указывают на справедливость предположения об образовании упорядоченного твердого раствора Ni-Fe-C и на то обстоятельство, что при 500 °C не происходит изменений атомной либо химической структуры сплава.

Отметим также, что обратный температурный ход намагниченности насыщения $M_s(T)$ (направление нагрева и охлаждения на рис.3 показано стрелками) магнитной фазы, сформированной термоотжигом, полученной из того и другого сплава, характеризовался монотонной ферромагнитной зависимостью, без каких либо особенностей, что свидетельствует о необратимости произошедших при отжиге структурных переходов. (Это хорошо согласуется с обратным линейным температурным ходом электросопротивления, рис.2). Укажем, что величины T_c фазы, сформированной термоотжигом, близки к величинам T_c^o , характеризующим поликристаллические пермаллоиды указанных концентраций Ni и Fe [4]. Из кривых $M(T)$ были оценены температуры Кюри исходного состояния и фазы, сформированной термоотжигом (табл. 1).

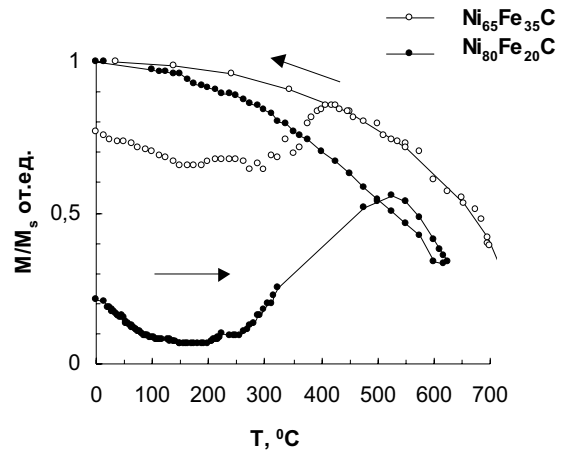


Таблица 1

Величины основных магнитных параметров (T_c , A , M) НК сплавов Ni-Fe-C

	$(Ni_{80}Fe_{20})-C$		$(Ni_{65}Fe_{35})-C$	
	исходный	$T_o=400$ °C	исходный	$T_o=400$ °C
T_c^o , °C	85	630	280	690
$A \cdot 10^{-6}$ эрг/см	0,08	0,8	0,13	0,88
$M_{эф}$ Гс	400	860	570	1155

Низкие значения температуры Кюри исходного состояния разупорядоченных сплавов позволяют предполагать, что магнитные фазы этих разупорядоченных сплавов Ni-Fe-C характеризуются низкими значениями величины обменного взаимодействия. Величины обменного взаимодействия A и намагниченности насыщения (при 0 К) M_o были рассчитаны из низкотемпературных зависимостей $M_s(T)$, ход которых для пленок НК сплавов Ni-Fe-C следовал закону Блоха $\Delta M \sim T^{3/2}$ (табл. 1).

Таким образом, анализ данных, представленных в табл. 1, позволяет утверждать, что атомы углерода находятся в решетке Ni-Fe в виде твердого раствора внедрения, по крайней мере до $T \approx 400$ °C, соответственно уменьшая магнитный момент и экранируя обменное взаимодействие спинов d-металлов в этих сплавах.

Увеличение величин T_c при отжиге в 2 раза и более, по сравнению с исходным состоянием, а также рост M_s , говорят как о смене симметрии ближайшего окружения в данных пленках, так и о выходе атомов углерода из решетки металла путем формирования чистой химической фазы из углерода (графит и т.п.).

Были проведены исследования ферромагнитного резонанса (ФМР) на исходных и отожженных пленках Ni-Fe-C ($T_o=150, 200, 250, 350, 500$ °C) в перпендикулярной и параллельной ориентации пленки относительно внешнего поля. Температуры отжига выбирались исходя из наличия пяти участков на кривой $\rho(T)$ (рис.2). Оказалось, что при любой геометрии эксперимента спектры ФМР исследуемых пленок $(Ni_{80}Fe_{20})-C$ и $(Ni_{65}Fe_{35})-C$ представлены при комнатной температуре единственной однородной линией ФМР, что указывает на существование в этих пленках при этой температуре одной магнитной фазы. Рассчитанные из величин резонансных полей ФМР значения величины эффективной намагниченности $M_{эф}$ приведены на рис.4. Видно, что с отжигом значения $M_{эф}$ приближаются к значениям, характеризующим поликристаллические сплавы Ni-Fe [7]. Стоит отметить, что при перпендикулярной геометрии эксперимента как в исходном состоянии, так и при последующем отжиге вплоть до температуры 350 °C спектр спин-волнового резонанса (СВР) в указанных пленках отсутствовал. Последнее означает, что микроскопическое распределение элементов Ni, Fe и C в материале конденсата неоднородно, причем

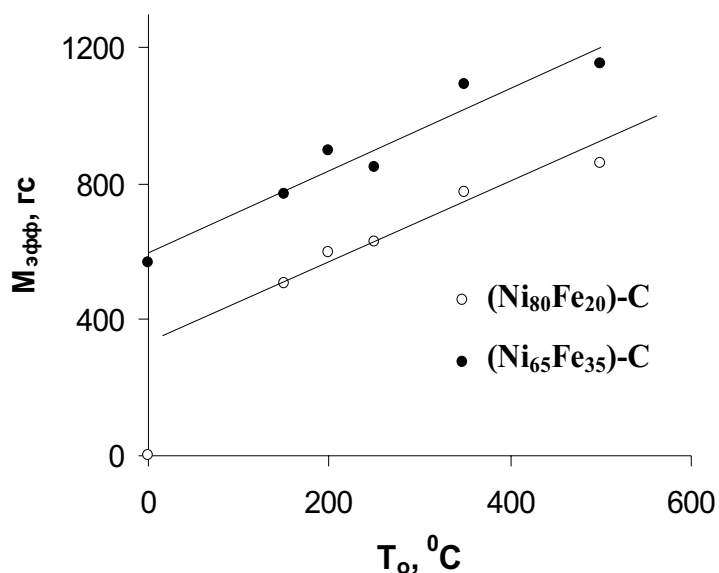


Рис. 4. Зависимости эффективной намагниченности ФМР $\Delta H(T_0)$ температуры отжига для сплавов $(Ni_{65}Fe_{35})-C$ и $(Ni_{80}Fe_{20})-C$

турно-чувствительного магнитного параметра – ширины линии (ΔH) ФМР для сплавов обеих концентраций приведены на рис.5. Очевидно, что в результате структурных переходов либо процессов химического упорядочения (разупорядочения) величина ΔH будет меняться. Для наших целей важным является то обстоятельство, что максимальное значение ΔH будет достигаться не в однофазных состояниях, а в промежуточном, двухфазном – там, где система характеризуется максимальной степенью гетерофазности. Действительно, из представленных зависимостей $\Delta H(T_0)$ (рис.5) видно, что под действием термоотжига ($T_0=150$ °C) происходит резкое увеличение ширины линии для сплавов обоих составов, а именно по отношению к исходному состоянию - в 4 раза. Этот рост величины ΔH мы связываем с началом процесса химического упорядочения углерода в сплаве, что хорошо согласуется с изменением при отжиге величины γ в этом же интервале температур (рис.2). В ходе дальнейшего отжига (200°C) значение величины ΔH для сплавов обеих концентраций уменьшается, что говорит о завершении процесса упорядочения. Затем отжиг при 250 °C приводит к повторному увеличению величины ΔH для сплавов обеих концентраций, которое связано с отмеченным выше структурным переходом (первый скачок $\Delta\rho$). После дальнейшего отжига при температурах 350 и 500 °C значения величины ΔH для обоих сплавов уменьшаются, что указывает на завершение некоего структурного перехода, регистрируемого как зависимостью $\rho(T)$, так и $\Delta H(T_0)$. Отметим, что второй скачок $\Delta\rho$ (рис.2) не отразился на кривых $M_{эфф}$ и ΔH .

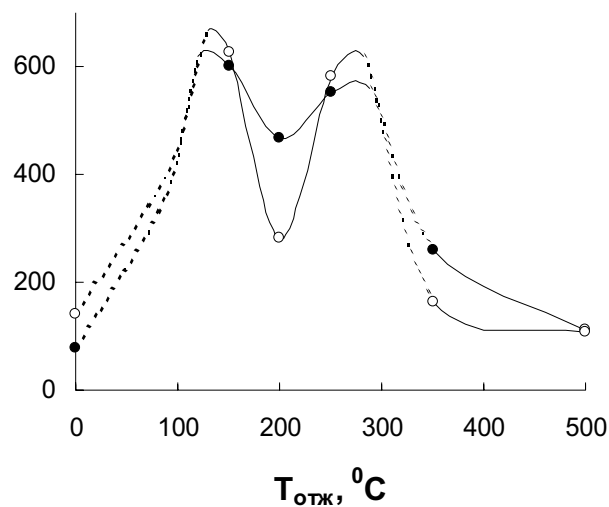


Рис.5. Зависимости величины ширины линии ФМР $\Delta H(T_0)$ от температуры отжига для сплавов $(Ni_{65}Fe_{35})-C$ и $(Ni_{80}Fe_{20})-C$

Таким образом, по результатам магнитных измерений мы предполагаем, что исходное состояние пленок НК сплавов может быть описано системой ферромагнитных кристаллитов, связанных между собой слабым обменом. Изменения с отжигом таких магнитных характеристик, как $M_{эфф}$, A , T_c , указывают как на структурный переход в самих кристаллитах, так и на увеличение межзеренного обмена до величины внутризеренного обмена. Все это хорошо укладывается в следующую схему: исходный разупорядоченный твердый раствор Ni-Fe-C с отжигом превращается в гетерофазную систему Ni-Fe+C.

Результаты рентгеноструктурного анализа, проведенного на пленках сплавов Ni-Fe-C толщиной 1000E, приведены на рис. 6, 7. Дифракционные кривые исходных образцов (рис.6, а, рис.7, а) имеют один сильно уширенный максимум. Ширина этого дифракционного пика для обоих сплавов не превышает $\Delta(2\theta)\sim 6-7^\circ$, что указывает на нанокристаллическую структуру изучаемых материалов с размером зерна $D\sim 30E$. Однако установить характер

эта неоднородность такова, что при комнатной температуре спиновые волны не могут распространяться от одной поверхности пленки до другой. Действительно, если магнитная система представляет собой набор ферромагнитных зерен, разделенных слабомагнитной прослойкой, то в ней возникновение спектра стоячих спиновых волн невозможно. После отжига исследуемых сплавов при температуре $T_0=500$ °C в пленках обоих составов спектр СВР наблюдался [8]. Численные значения полей спин-волновых мод позволили рассчитать величину эффективного обменного взаимодействия $A_{эфф}$ фазы, сформированной термоотжигом (табл.1). Отметим, что вычисленные величины $A_{эфф}$ для сплавов $(Ni_{80}Fe_{20})-C$ и $(Ni_{65}Fe_{35})-C$ близки к величинам эффективного обмена поликристаллических пленок Ni-Fe с исходных составов Ni и Fe: $A_{эфф}=0,96\cdot 10^{-6}$ эрг/см, $A_{эфф}=1,02\cdot 10^{-6}$ эрг/см соответственно [7].

Результаты измерения еще одного струк-

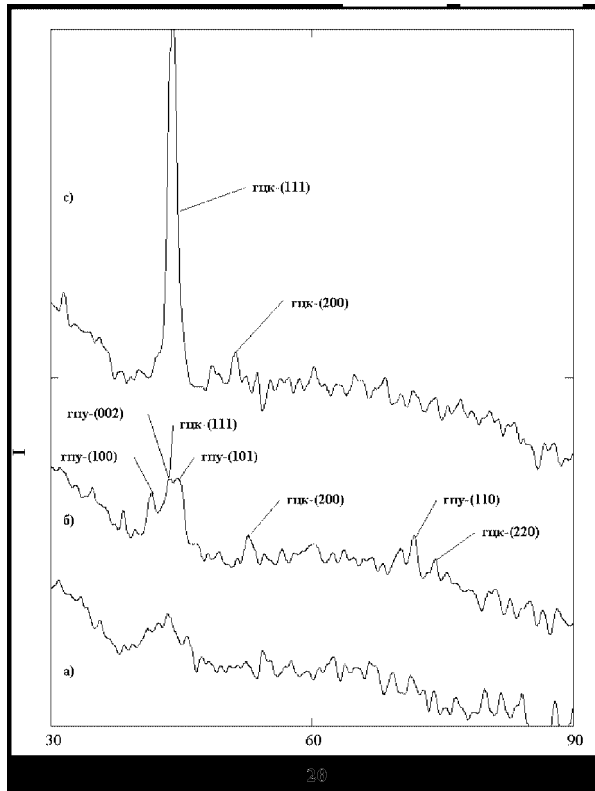


Рис.6. Рентгенограммы исходных а) и отожженных б) $T_0=150^\circ\text{C}$, в) $T_0=400^\circ\text{C}$ пленок НК сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$ и их расшифровка

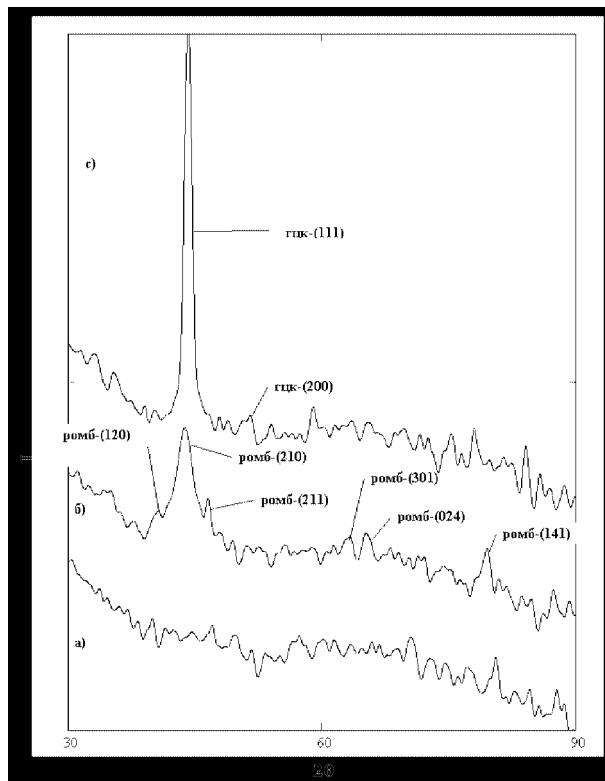


Рис.7. Рентгенограммы исходных а) и отожженных б) $T_0=150^\circ\text{C}$, в) $T_0=400^\circ\text{C}$ пленок НК сплава $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$ и их расшифровка

вов Ni-Fe практически совпадают с объемами равновесных ГЦК сплавов. Это указывает на то, что углерод покинул решетку металла и образовал отдельную химическую фазу. На рис. 8, стрелкой показан процесс перехода

атомного упорядочения (симметрия и тип атомной решетки) в данных нанокристаллических зернах на основе одного рефлекса невозможно.

Расшифровка рентгенограмм исследуемых сплавов, отожженных при $T_0=150^\circ\text{C}$, показала (рис.6, б), что атомная структура пленок сплавов $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$ характеризуется гексагональной плотноупакованной структурой (ГПУ) ($a=2,59\text{E}$, $c=4,3\text{E}$, $c/a=1,65$), в матрице которой присутствуют дисперсные включения гранецентрированной кубической структуры (ГЦК) ($a=3,56\text{E}$). Координаты набора рефлексов рентгенограммы пленки сплава $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$ хорошо соответствуют координатам рефлексов, характеризующих орторомбическую структуру ($a=4,53\text{E}$, $b=5,07\text{E}$, $c=6,69\text{E}$) (рис.7, б).

После отжига $T_0=400^\circ\text{C}$ рентгенограммы пленок сплавов Ni-Fe-C обеих концентраций (рис.6, в, рис.7, в) характеризуются двумя рефлексами, которые соответствуют главным отражениям ГЦК структуры. Параметры решетки для сплава, полученного из $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$, составили $a=3,561\text{E}$, а для сплава, полученного из $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$: $a=3,55\text{E}$.

Таким образом, данные рентгеноструктурного анализа свидетельствуют как о процессах химического упорядочения, с сохранением атомной решетки сплава, так и о структурных переходах, при которых происходит массоперенос углерода и формирования из него отдельной химической фазы. Покажем это.

Согласно классическим представлениям металловедения, в сплавах зависимость параметра решетки либо объема на атом является линейной функцией концентрации компонент (при условии неизменности типа упаковки в некотором концентрационном интервале). Прямая 1 на рис.8, построенная по данным работ [9,10], является отображением изоморфного ряда метастабильных твердых растворов Ni-C и Fe-C, обладающих ГПУ структурой. Объемы на атом исследуемых пленок сплавов Ni-Fe-C также представлены на этой диаграмме. Для сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})\text{-C}$ с ГПУ структурой он составил $12,94\text{E}^3$. Видно, что величина $V_{\text{ат}}$ близка к прямой 1, что свидетельствует о достоверности расшифровки рентгенограммы рис.6.

Для метастабильного состояния сплава $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}$ наиболее вероятной является орторомбическая структура. Прямая 2 отображает изоморфный ряд карбидов Fe_3C и Co_3C с этим типом решетки [10] и проведена между двумя точками, которые соответствуют $V_{\text{ат}}$ цементита ($\text{Fe}_3\text{C}-12,9\text{E}^3$) и $V_{\text{ат}}$ метастабильного карбида Co (Co_3C). Точка, соответствующая $V_{\text{ат}}$ для орторомбической структуры сплава $(\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{35})\text{-C}-12,8\text{E}^3$, укладывается на эту прямую.

Равновесные же сплавы Ni-Fe обладают ГЦК структурой. Прямая 3 рис.8 отображает изоморфный ряд равновесных сплавов Ni-Fe (данные взяты из работы [11]). Объемы на атом сплавов Ni-Fe, полученных из исходных пленок при термоотжиге (температура $T_0=400^\circ\text{C}$), также приведены на рис.8. Видно, что эти объемы на атом сплавов практически совпадают с объемами равновесных ГЦК сплавов. Это указывает на то, что углерод покинул решетку металла и образовал отдельную химическую фазу. На рис. 8, стрелкой показан процесс перехода

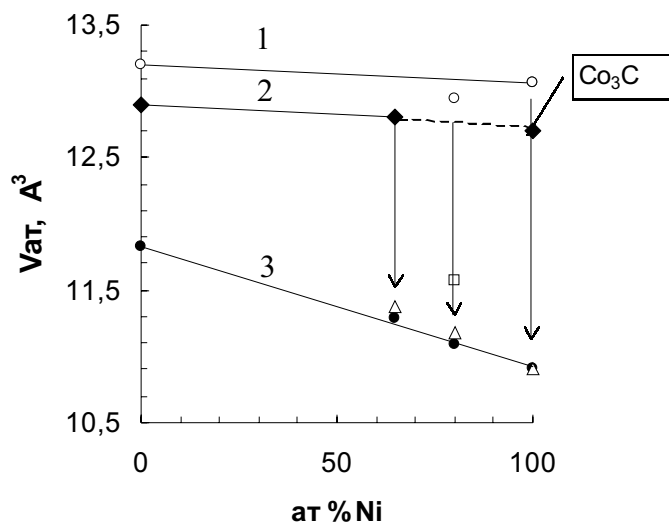


Рис.8. Значения объемов на атом пленок сплавов Ni-Fe-C в зависимости от состава, ○ – ГПУ (ИПИ), ◆ - орторомбическая структура, □ – ГЦК (ИПИ) $T_o=150\text{ }^\circ\text{C}$, ▲ – ГЦК (ИПИ) $T_o=400\text{ }^\circ\text{C}$, ● – ГЦК табличные данные

энергией Гиббса ΔG по отношению к стабильному состоянию – механической смеси ПМ + С (рис.9).

Избыточную внутреннюю энергию ΔG , запасенную системой, можно представить в виде $\Delta G = P\Delta V + S_n E_n$ (где P – внутреннее давление, ΔV – изменение молярного объема, S_n – площадь удельной поверхности зерна, E_n – плотность поверхностной энергии). Степень неравновесности ΔG пленок нанокристаллических сплавов Ni-Fe-C определяется технологическими условиями метода ИПИ. Метод ИПИ позволяет получать пересыщенные твердые растворы ПМ-С [1,2], что увеличивает упругую энергию вследствие увеличения межатомных расстояний. С другой стороны, пленки, полученные методом ИПИ, характеризуются малым размером зерна $\sim 30\text{--}40\text{ \AA}$, а следовательно, большим энергетическим вкладом, обусловленным удельной поверхностью S_n .

Согласно результатам исследований структуры и магнитных свойств, исходное метастабильное состояние нанокристаллических пленок Ni-Fe-C на качественной диаграмме рис.9 занимает место, обозначенное (■). Из диаграммы видно, что при отжиге метастабильных сплавов Ni-Fe-C они должны разлагаться на стабильные фазы, а именно ГЦК Ni-Fe и углерод, так как система всегда стремится к минимуму энергии. На диаграмме этот процесс показан стрелкой.

Таким образом, на основе магнитных и структурных измерений установлено, что нанокристаллические пленки сплавов Ni-Fe-C, полученные методом ИПИ, представляют собой пересыщенные твердые растворы переходной металл-углерод. Стимулированная термоотжигом структура пленок нанокристаллического сплава $(Ni_{65}Fe_{35})\text{-C}$ изоморфна цементиту Fe_3C (орторомбическая решетка), а структура сплава $(Ni_{80}Fe_{20})\text{-C}$ изоморфна метастабильному карбиду Ni_3C (ГПУ решетка).

Термодинамическая релаксация этих сплавов заключается в структурном и химическом упорядочении, а затем в структурном превращении в ГЦК Ni-Fe с выделением углерода в отдельную фазу.

Установлены основные магнитные характеристики: намагниченность насыщения M_o , эффективная намагниченность M_{eff} , температура Кюри T_c , константа обменного взаимодействия A , метастабильных фаз Ni-Fe-C.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Жарков С.М., Жигалов В.С., Фролов Г.И. ГПУ фаза в пленках никеля // ФММ. – 1996. - Т.81 -С.170.

сплава Ni-C из метастабильного состояния в стабильное ГЦК состояние. Видно, что V_{at} сплава Ni-C после отжига также находится на прямой, характеризующей равновесные состояния Ni-Fe, т.е. эта величина V_{at} совпала с величинами V_{at} чистого ГЦК Ni.

Выявленные структурные трансформации хорошо интерпретируются качественной метастабильной фазовой диаграммой переходной металл (ПМ) (Ni-Fe) – углерод. Эта диаграмма состояний показана на рис.9 в координатах $G(C)$, где G – энергия Гиббса ($G=H-TS$: H – энтальпия, S – энтропия), c – содержание углерода.

Дело в том, что металлы группы железа (Fe, Co, Ni) при комнатной температуре и атмосферном давлении могут образовывать метастабильные карбиды [12]. Энтальпия образования таких сплавов является положительной величиной. Так, $\Delta H(Fe_3C)\sim 5.4$ ккал/моль, $\Delta H(Co_3C)\sim 10.4$ ккал/моль, $\Delta H(Ni_3C)\sim 18$ ккал/моль. Это означает, что метастабильные карбиды типа ПМ-С характеризуются избыточной

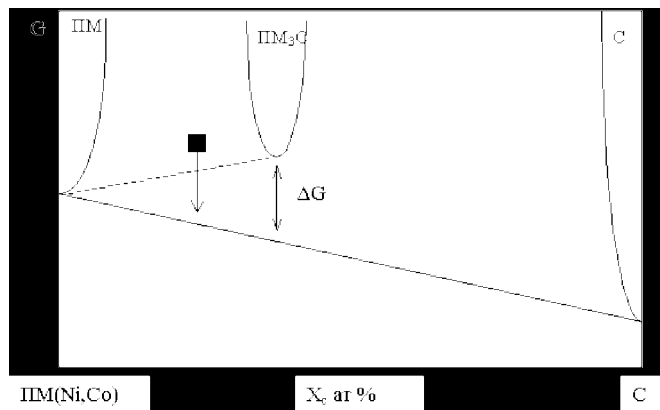


Рис.9. Качественная фазовая диаграмма системы переходной металл – углерод в координатах $G(X_c \text{ ат } \%)$

- Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Столяр С.В., Прокофьев Д.Е., Жигалов В.С. Структура и магнитные свойства нанокристаллических конденсатов Fe, полученных методом импульсно-плазменного испарения // ФММ. - 1999. - Т.88. - Вып.3. - С.56-65.
- Белов К.П. Магнитные превращения. - М: Гос. изд-во физико-математической лит-ры 1959. - 259 с.
- Седов В.Л. Антиферромагнетизм гамма-железа. Проблема инвара // М: Наука, 1987. - 288 с.
- Игнатченко В.А., Исхаков Р.С. Кривая намагничивания ферромагнетиков с низкоммерными неоднородностями // ФММ. - 1992. - Т.8 - С.75-86.
- Исхаков Р.С., Комогорцев С.В., Мороз Ж.М., Шалыгина Е. Е. Характеристики магнитной микроструктуры аморфных и нанокристаллических ферромагнетиков со случайной анизотропией: теоретические оценки и эксперимент // Письма в ЖЭТФ - 2000. - Т.72. - №12. - С. 872-878.
- Русов Г.И. Ферромагнитный и спин-волновой резонанс в тонких магнитных пленках // Дис. ... канд. физ.-мат. наук АН СССР СО Института физики, Красноярск, 1966.
- Исхаков Р.С., Прокофьев Д.Е., Чеканова Л.А., Жигалов В.С. Концентрационные неоднородности, стимулированные нанокристаллическим состоянием пленок сплавов Ni-Fe-P и Ni-Fe-C. Исследование методом СВР // Письма в ЖТФ - 2001. Т.27. - Вып.8. - С.83-89.
- Nakakura S., Study of metallic carbides by electron diffraction. Nickel carbide. // J.Phys. Soc.Jap. - 1957. - V.12, №4. - P.482.
- Nakakura S., Study of metallic carbides by electron diffraction. Cobalt carbides. // J.Phys. Soc.Jap. - 1957. - V.16, №6. - P.1213.
- Dumpich G., Wasserman E.F., Structural and magnetic properties of Ni-Fe evaporated thin films. // JMMM - 1987. - V.67, P.55.
- Вертман А.А., Григорович В.К. Исследование систем Co-C, Ni-C. // ДАН СССР. - 1965. - Т.162. №6. - С.1304.

**FEATURES OF STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES
OF NANOSTRUCTURE METASTABLE FILMS OF NI-FE-C ALLOYS**

R.S. Iskhakov, D.E. Prokof'ev, V.S. Jigalov

The results of investigation structure and phase transformation in nanostructure metastable films of Ni-Fe-C alloys are reported in this paper. Magnetic measurement shown that atoms of carbon form solid solution to atoms of transition metals Ni and Fe. Features of investigated solution is the absence exchange coupling between nanocrystals in this films.