

Received: 29.10.2025

Revised: 27.11.2025


Accepted: 05.12.2025



DOI: 10.17804/2410-9908.2025.6.039-049



ON THE PROBLEMS OF DECIPHERING THE REAL STRUCTURE OF THE $(\text{Sm}_{0.9}\text{Zr}_{0.1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ ALLOY PREPARED BY MELT SPINNING

E. N. Maksimova^a, V. I. Maksimov^{b,*}, and M. A. Semkin^c

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

^a  <http://orcid.org/0000-0002-4532-2033>;

^b  <http://orcid.org/0000-0002-9228-3735>  maximov@imp.uran.ru;

^c  <http://orcid.org/0000-0003-4155-2998>  semkin@imp.uran.ru

Corresponding author. Email: maximov@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia

Tel.: (343) 374-0230; fax: (343) 374-5244

This study discusses the crucial problems arising in deciphering the atomic structure of the $(\text{Sm}_{0.9}\text{Zr}_{0.1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ melt-spun intermetallic alloy. X-ray and neutron diffraction analysis reveal significant data discrepancies attributed to partial material amorphization. It is shown that standard phase analysis methods must be modified to characterize adequately the structural states in ThMn_{12} -type systems after rapid quenching. A model of divacancy formation in a 3D-atom sublattice as a potential destructuring mechanism is proposed. Verification of the structural models will require additional research techniques.

Keywords: amorphization, divacancies, intermetallics, neutron diffraction, spinning, structural defects, ThMn_{12} structure

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment for the IMP UB RAS from the Russian Ministry of Science and Higher Education. The IPM Neutron Materials Science Complex unique research setup was used for the research.

References

1. Saito, T., Miyoshi, H., and Nishio-Hamane, D. Magnetic properties of Sm–Fe–Ti nanocomposite magnets with a ThMn_{12} structure. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, 519, 144–148. DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.12.156.
2. Tozman, P., Sepehri-Amin, H., Takahashi, Y.K., Hirose, S., and Hono, K. Intrinsic magnetic properties of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{11}\text{Ti}$ and Zr-substituted $\text{Sm}_{1-y}\text{Zr}_y(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{11.5}\text{Ti}_{0.5}$ compounds with ThMn_{12} structure toward the development of permanent magnets. *Acta Materialia*, 2018, 153, 354–363. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.05.008.
3. Neznakhin, D.S., Andreev, S.V., Semkin, M.A., Selezneva, N.V., Volochaev, M.N., Bolyachkin, A.S., Kudrevatykh, N.V., and Volegov, A.S. Structure and magnetic properties of $(\text{Sm}_{0.9}\text{Zr}_{0.1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ alloys with ThMn_{12} -type structure. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2019, 484, 212–217. DOI: 10.1016/j.jmmm.2019.04.030.
4. Kurner, W., Krugel, G., and Elsasser, C. Theoretical screening of intermetallic ThMn_{12} -type phases for new hard-magnetic compounds with low rare earth content. *Scientific Reports*, 2016, 6, 24686. DOI: 10.1038/srep24686.
5. Available at: <https://www.ill.eu/sites/fullprof/> (accessed 29.10.2025).


6. Ryzhikhin, I., Andreev, S., Semkin, M., Selezneva, N., Volegov, A., and Kudrevatykh, N. Structure and magnetic properties of $(\text{Sm}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ ($x=0-0.2$) alloys. *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, 1389, 012117–5. DOI: 10.1088/1742-6596/1389/1/012117.
7. Florio, J.V., Rundle, R.E., and Snow, A.I. Compounds of thorium with transition metals. I. The thorium-manganese system. *Acta Crystallographica*, 1952, 5, 449–457. DOI: 10.1107/s0365110x52001337.
8. Krivoglaz, M.A. *Teoriya rasseyaniya rentgenovskikh luchey i teplovykh neytronov realnymi kristallami* [Theory of X-Ray and Thermal-Neutron Scattering by Real Crystals]. Nauka Publ., Moscow, 1967, 336 p. (In Russian).
9. Dubinin, S.F., Vologin, V.G., Sidorov, S.K., Syromyatnikov, V.N., and Teploukhov, S.G. The symmetry linking of magnetic structures during concentration phase transitions in cubic solid solutions. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1982, 53 (3), 465–475. (In Russian).
10. Maksimov, V.I., Maksimova, E.N., Surkova, T.P., and Vokhmyanin, A.P. On possible states of the crystal structure preceding to a phase transition in $\text{Zn}_{1-x}\text{V}_x\text{Se}$ ($0.01 \leq x \leq 0.10$) crystals. *Physics of the Solid State*, 2018, 60 (12), 2424–2435. DOI: 10.1134/S1063783419010177.
11. Maksimov, V.I., Dubinin, S.F., Baranov, A.N., Sokolov, V.I., Sokolov, P.S., and Parkhomenko, V.D. Structural state of metastable cubic compounds $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{O}$ ($0.6 \leq x \leq 0.99$). *The Physics of Metals and Metallography*, 2013, 114, 734–740. DOI: 10.1134/S0031918X13060094.
12. Maksimov, V.I., Maksimova, E.N., Surkova, T.P., and Parkhomenko, V.D. Neutron diffraction characterization of the microstrain fields in the dilute ZnSe:Co magnetic semiconductor crystals. *Physics of the Solid State*, 2021, 63, 1237–1243. DOI: 10.1134/S1063783421080175.



Подана в журнал: 29.10.2025
УДК 539.27:620.192.4:54-19
DOI: 10.17804/2410-9908.2025.6.039-049



К ВОПРОСУ О ПРОБЛЕМАХ РАСШИФРОВКИ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ СПЛАВА $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ ПОСЛЕ СПИННИНГОВАНИЯ

Е. Н. Максимова^а, В. И. Максимов^{б, *}, М. А. Сёмкин^в

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620137, Россия*

^а  <http://orcid.org/0000-0002-4532-2033>;

^б  <http://orcid.org/0000-0002-9228-3735>  maximov@imp.uran.ru;

^в  <http://orcid.org/0000-0003-4155-2998>  semkin@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: maximov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: (343) 374-02-30; факс (343) 374-52-44

В работе рассмотрены ключевые проблемы, возникающие при расшифровке атомной структуры интерметаллического сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$, подвергнутого спиннинговой обработке. Методами рентгеновской дифракции и нейтронографии выявлены существенные расхождения в данных, связанные с частичной аморфизацией материала. Показано, что стандартные подходы к фазовому анализу требуют модификации для адекватного описания структурных состояний в системах типа ThMn_{12} после быстрой закалки. Предложена модель образования дивакансий в подрешетке 3D-атомов как возможный механизм деструктуризации. Для верификации структурных моделей рекомендовано привлечение дополнительных методов исследования.

Ключевые слова: аморфизация, дефекты структуры, дивакансии, интерметаллиды, нейтронография, спиннингование, структура ThMn_{12}

1. Введение

Интерметаллические соединения типа $\text{RT}_{12-x}\text{M}_x$ (где R – редкоземельный металл, T – 3D-переходный металл, M – легирующий элемент), кристаллизующиеся в структуре типа ThMn_{12} , представляют значительный интерес для разработки постоянных магнитов нового поколения благодаря снижению содержания редкоземельных металлов и использованию относительно недорогого самария [1–4]. Наиболее перспективными для таких магнитов являются соединения с минимальным содержанием легирующего элемента, например титана. Уже при добавлении одного атома Ti формируется фаза $\text{SmFe}_{11}\text{Ti}$ с тетрагональной структурой типа ThMn_{12} , обладающая высокими значениями поля анизотропии, что обеспечивает достижение высоких значений намагниченности в образцах. В работе [3] показано, что сплав $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$, полученный методом отливки на вращающееся медное колесо (спиннинговая обработка), переходит в аморфное состояние. Фазу типа ThMn_{12} из этого аморфного состояния можно сформировать путем последующего термического воздействия. Цель настоящей работы заключается в установлении процессов формирования кристаллической структуры сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ в исходном состоянии (после разлива ленты) и после оптимальной термообработки (для получения наилучших магнитотвердых свойств образца) с учетом методических особенностей и ограничений при расшифровке их структур.

2. Материал и методика

Сплав состава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ был получен методом индукционной плавки в атмосфере аргона марки А (чистотой не менее 99,99 об. %) из химически чистых элементов с чистотой не ниже 99,9 вес. %. Синтезированные сплавы подвергались спиннинговой обработке – разливке на внешнюю поверхность медного диска, вращающегося со скоростью 35 м/с, также в инертной среде Ar.

Для структурных исследований серия образцов подвергалась отжигу в течение одного часа при температуре, варьируемой от 500 °С до 1000 °С [3]. Рентгенограммы образцов получены с помощью порошкового дифрактометра Advance D8 (Bruker) в излучении $\text{Cu } K_{\alpha}$. Нейтронографические измерения были выполнены при комнатной температуре на двух образцах из данной серии: в исходном состоянии после разливки и после оптимальной термообработки при 800 °С в течение 1 ч. Нейтронограммы интерметаллических образцов получены на дифрактометре Д-7Б с постоянной длиной волны падающих нейтронов $\lambda = (1,5680 \pm 0,0005)$ Å (реактор ИВВ-2М, г. Заречный). Анализ дифрактограмм исследуемых образцов выполнен с использованием программного пакета FullProf Suite [5].

3. Результаты и обсуждение

Фазовый состав быстрозакаленных сплавов ранее исследовался методом рентгеноструктурного анализа в работе [3]. По результатам рентгенографии можно заключить, что после спиннингования образец находится в аморфном состоянии (рис. 1, вставка 1). Электронограмма того же образца [3] также подтверждает его аморфную структуру. Согласно данным цитируемой работы, процесс кристаллизации фазы ThMn_{12} начинается при температуре около 700 °С и завершается примерно при 900 °С. Размер кристаллитов основной фазы при отжиге в диапазоне 700–850 °С составляет 20–30 нм. При повышении температуры отжига в образце дополнительно образуется фаза $\alpha\text{-Fe}$. Кристаллизация при 900 °С сопровождается увеличением размера зерен до 80–100 нм. Полная кристаллическая структура фазы ThMn_{12} формируется при температуре 1000 °С, что подтверждается данными электронографии. Детальный анализ рентгеновских дифрактограмм образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ представлен в работах [3, 6].

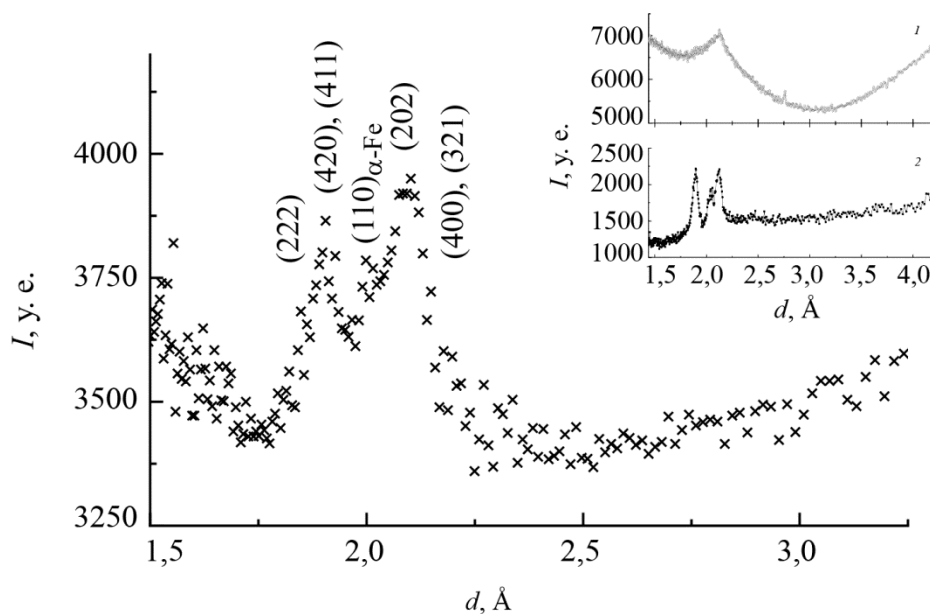


Рис. 1. Нейтронограмма сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования.

Вставка: 1 – рентгенограмма сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования (по данным работы [3]), 2 – нейтронограмма образца того же сплава после отжига при 800 °С

На рис. 1 представлена нейтронограмма образца сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования. В исходном состоянии на нейтронограмме образца, в отличие от рентгенограммы, наблюдаются достаточно отчетливые максимумы. Положения этих максимумов соответствуют области расположения узлов обратного пространства фазы ThMn_{12} , которым отвечают рефлексы на рентгенограммах, полученных после отжига образца при высоких температурах. В сопоставлении с данными работы [3] проявленные на рассматриваемой нейтронограмме рефлексы соответствуют структурообразующим плоскостям (222), (420), (411), (202), (400) и (321). Можно отметить, что на нейтронограмме образца после спиннингования присутствует также вклад от основного рефлекса (110) фазы $\alpha\text{-Fe}$. Из этого следует, что аморфизация образца, признаки которой были обнаружены в рентгено- и электронографии, не является объемным эффектом, вызванным спиннингованием при условиях, реализованных в настоящей работе. Нейтронограмма образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после отжига при $800\text{ }^\circ\text{C}$, полученная при тех же условиях (вставка 2 на рис. 1), характеризуется тем же набором основных рефлексов и их соотношением интенсивности, что и у исходного образца, за исключением того, что максимумы образца после термообработки, по сравнению с исходным состоянием, менее размыты и имеют меньшие полуширины.

На рис. 2 представлены наилучшие результаты описания структурного состояния, полученные нами при интерпретации нейтронограммы образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования. Поскольку экспериментальная дифрактограмма содержит значительный вклад от «аморфной составляющей» образца, мы сочли корректным проводить обработку только на участке с явно выраженными рефлексами. Основная сложность анализа заключалась в наложении рефлексов на интересующем участке, что, как видно из наблюдаемой картины рассеяния, в общем случае приводит к неоднозначности моделирования. В рамках данной работы было применено несколько подходов к обработке данных с последовательным наложением ограничений на варьируемые параметры исходя из возможностей программы FullProf Suite. Выяснилось, что все решения имеют примерно одинаковое качество подгонки, но демонстрируют различные тенденции изменений межатомных расстояний по сравнению с аналогичными структурными параметрами, полученными для необработанных образцов того же состава [3, 6]. В итоге для углубленного анализа механизмов возможных изменений структуры мы выбрали решение, признанное «наиболее информативным», основываясь на наложенных в процессе его получения ограничениях.

1. Для наблюдаемых признаков дальнего атомного порядка предполагается полное сохранение структурного типа соединения.
2. Допускается наличие фазы $\alpha\text{-Fe}$ в образце в количестве, обеспечивающем параметры и характеристики рассеяния, аналогичные исходному состоянию.
3. Фоновые значения образца определяются экстраполяцией на основе данных начального и конечного участков картины рассеяния без рефлексов (заданы по точкам).
4. Форму дифракционных пиков описывает нормальное распределение; для рефлексов используется только функция Гаусса.
5. Заселенность атомных позиций устанавливается строго согласно химической формуле соединения с условием ее неизменности.
6. Варьируемыми считаются следующие структурные параметры: параметры элементарной ячейки и координаты атомов.
7. Уширение рефлексов, вызванное разрушением структуры, анализируется исключительно через варьирование параметров U , V и W .
8. Все прочие параметры моделирования, включая масштабный фактор и фактор формы, варьируются по стандартной процедуре.

Выбор данного решения среди всех возможных обоснован прежде всего тем, что деформация исходной структуры носит преимущественно деформационный характер. При неоднозначности решения задачи анализ атомных смещений в структуре после всех проведенных

обработок становится осмысленным благодаря ограничению параметров заселенности структурных позиций в строгом соответствии с номинальной химической формулой сплава. Таким образом, наше решение отражает тенденцию разрушения «идеального» состояния структуры через микродеформации, вызванные технологическим процессом обработки.

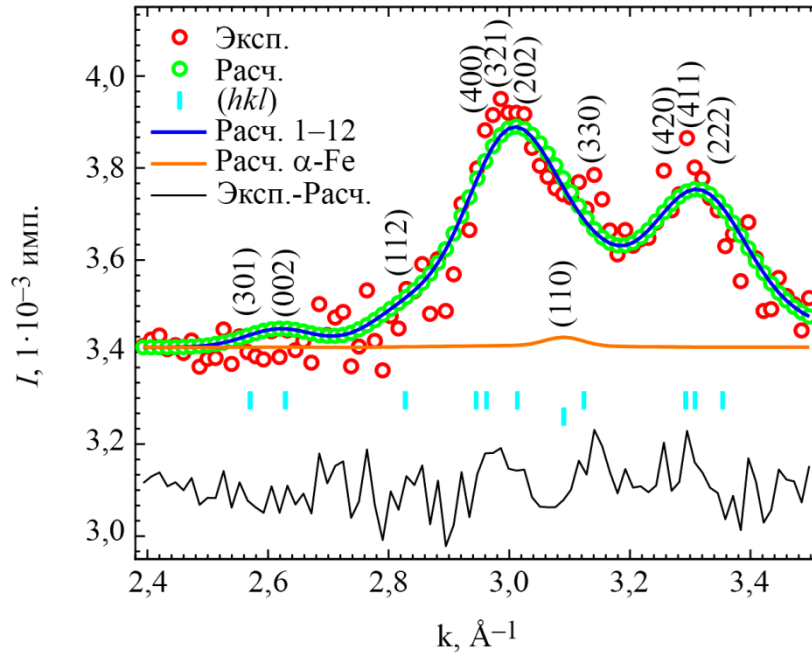


Рис. 2. Наилучший результат обработки полнопрофильным методом Ритвелда нейтронограммы образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования

Таблица 1

Параметры рефлексов, формирующих пики нейтронного рассеяния образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$, их положения и полуширины, определенные с помощью Fullprof Suite

Индекс рефлекса	Кратность	Меж-плоскостное расстояние d , Å	2Θ , °	Полуширина, °	Интенсивность наблюдаемая I_{obs} , усл. ед.	Интенсивность расчетная I_{calc} , усл. ед.	$I_{\text{calc}} - I_{\text{obs}}$, усл. ед.
(301)	8	2,44546	37,398	1,64946	0,0	10,9	-10,9
(002)	2	2,39269	38,254	1,70767	22,1	116,5	-94,3
(112)	8	2,22426	41,278	1,91469	150,6	218,7	-68,1
(400)	4	2,13375	43,114	2,04184	260,1	273,7	-13,6
(321)	16	2,12177	43,370	2,05962	45,0	46,2	-1,2
(202)	8	2,08704	44,129	2,11263	847,7	844,3	3,4
(330)	4	2,01172	45,874	2,23527	538,5	496,0	42,5
(420)	8	1,90848	48,510	2,42313	673,2	671,6	1,6
(411)	16	1,89990	48,743	2,43992	0,1	0,1	0,0
(222)	8	1,87484	49,438	2,49008	376,9	393,1	-16,1

Требование описывать форму нейтрон-дифракционных пиков функцией Гаусса обусловлено метрологическими характеристиками дифрактометра, так как интенсивности рассеяния на эталонных образцах, задающие функцию разрешения установки, имеют нормальное

распределение. Принятое ограничение позволяет упростить анализ нейтронного рассеяния в случаях, когда применение более сложных моделей для интерпретации результатов нецелесообразно.

В рамках предложенного подхода выбранная модель учитывает конкретный набор рефлексов, формирующих пики нейтронного рассеяния на экспериментальной дифрактограмме (рис. 3). Параметры этих рефлексов, определенные с помощью программы FullProf Suite, приведены в табл. 1. Показатели качества моделирования – χ^2 и брэгговский R -фактор – составили 1,12 и 6,44 % соответственно.

Параметры элементарной ячейки образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$, полученные в наилучшем решении при обработке принятой структурной модели (пр. гр. $I4/mmm$) составили: $a = b = 8,535 \pm 0,005 \text{ \AA}$, $c = 4,785 \pm 0,005 \text{ \AA}$. Характеристики структуры, соответствующие этому решению с учетом наложенных ограничений, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Координаты атомов, полученные в наилучшем решении обработки принятой структурной модели для образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования

Атом	Позиция	x/a	y/b	z/c	Заселенность	Примечание
Fe	$8j$	$0,163 \pm 0,024$	0,5	0	0,22917 (91,7 %)	Параметры: x/a – варьир., заселенность – фикс.
Ti	$8j$	$0,163 \pm 0,024$	0,5	0	0,02083 (8,3 %)	Параметры: x/a – варьир., заселенность – фикс.
Fe	$8i$	$0,357 \pm 0,076$	0	0	0,22917 (91,7 %)	Параметры: x/a – варьир., заселенность – фикс.
Ti	$8i$	$0,357 \pm 0,076$	0	0	0,02083 (8,3 %)	Параметры: x/a – варьир., заселенность – фикс.
Fe	$8f$	0,25	0,25	0,25	0,22917 (91,7 %)	Параметры: неизм. (фикс.)
Ti	$8f$	0,25	0,25	0,25	0,02083 (8,3 %)	Параметры: неизм. (фикс.)
Sm	$2a$	0	0	0	0,05625 (90,0 %)	Параметры: неизм. (фикс.)
Zr	$2a$	0	0	0	0,00625 (10,0 %)	Параметры: неизм. (фикс.)

Как видно из представленной таблицы, варьировались положения атомов только в двух позициях: $8j$ и $8i$, тогда как атомы в остальных двух позициях структуры оставались неизменными. Таким образом, все атомные смещения анализируются относительно неизменного каркаса, основанного на наиболее высокосимметричных позициях структуры.

Характеристики структуры восстановленного образца, полученные из данных рентгеновской дифракции по данным работы [3], приведены в табл. 3.

Таблица 3

Координаты атомов в структуре образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$, отожженного при 800 °С, из данных рентгеновской дифракции [3]

Атом	Позиция	x/a	y/b	z/c	Заселенность
Fe	$8j$	$0,277 \pm 0,005$	0,5	0	0,2500 (100 %)
Fe	$8i$	$0,361 \pm 0,005$	0	0	0,2500 (100 %)
Fe	$8f$	0,25	0,25	0,25	0,2500 (100 %)
Sm	$2a$	0	0	0	0,0625 (100 %)

В сравнении с рентгеновским анализом из работы [3] параметры элементарной ячейки деструктурированного образца, полученные из нейтронографических данных по нашей модели, практически совпадают с параметрами восстановленного образца того же состава. Однако в рентгеноструктурном анализе атомы элементов с близкими порядковыми номерами в сплаве из-за их неразличимости рассматриваются как «серые», поэтому анализ их смещений в структуре теряет смысл. В отличие от этого, нейтронография позволяет различать атомы при моделировании дифракционных картин. Согласно данным нашей модели и в сравнении с результатами работы [3], атомы в позиции $8j$ демонстрируют значительные смещения вдоль оси X к плоскости YOZ по сравнению с восстановленным образцом. Обращаясь к работе [7], посвященной расшифровке структуры типа $ThMn_{12}$, стоит отметить, что выявленная тенденция к смещениям 3D-атомов в идеальной структуре подразумевает почти двукратное уменьшение расстояния между атомом в позиции $8j$ и линией кратчайшего расстояния между двумя атомами позиции $8i$, в то время как варьируемая координата позиции $8i$ остается практически неизменной. Сохранение координат позиции $8i$ в исходной симметрии, согласно данным [7], может свидетельствовать о появлении дивакансий у соседних атомов в этой позиции. Действительно, столь значительное смещение вдоль характерного направления при практически неизменной позиции $8i$ возможно лишь в случае отсутствия одновременно обоих соседних атомов в указанной позиции. Выявленное нами смещение, если оно реально имеет место, должно носить регулярный и систематический характер в областях дальнего порядка деструктурированного образца. При условии справедливости этого предположения можно заключить, что при спиннинговании интерметаллида механизм разрушения его структуры включает образование дивакансий в структурном каркасе 3D-атомов.

Для понимания топологии и пространственной протяженности областей корреляций дальнего порядка, формирующих структуру отражений на нейтронограмме (рис. 3), мы использовали модель диффузного рассеяния на флуктуациях дальнего порядка [8]. Предложенный метод анализа, основанный на соответствующих разработках для экспериментальной практики [9], ранее успешно применялся нами для изучения диффузных эффектов рассеяния в предпереходных состояниях структур твердых растворов, демонстрирующих признаки концентрационных фазовых переходов согласно диаграммам состояний [10–12]. На рис. 4 представлена картина анализа полуширин смоделированных рефлексов при описании нейтронного рассеяния на образце $(Sm_{0,9}Zr_{0,1})Fe_{11}Ti$ после спиннингования. Полуширины были переведены в единицы, выраженные через модули волновых векторов, на основе данных табл. 1. Инструментальный вклад для анализа оценивался двумя способами: 1) на основе нейтронограммы стандартного образца параметров кристаллической структуры CeO_2 , используемого для калибровки наших дифрактометров; 2) по полуширинам рефлексов из экспериментов с идеальными монокристаллами [10], что позволяет более точно задать функцию инструментального разрешения прибора. Интерполяция этих двух наборов данных позволила получить функцию «инструментального разрешения» двумя независимыми способами. Оба результата интерполяции были использованы для последующих оценок.

Исходя из предположения, что при d меньше $1,7 \text{ \AA}$ нейтронное рассеяние на образце $(Sm_{0,9}Zr_{0,1})Fe_{11}Ti$ после спиннингования (рис. 1), является полностью диффузным, для оценки корреляционных длин по данным рис. 3 мы применили известные соотношения [6–10], используемые при описании рефлексов исключительно функцией Гаусса:

$$\Delta k = (\Delta k_{\text{obs}}^2 - \Delta k_{\text{inst}}^2)^{1/2}, \quad (1)$$

$$L = 2\pi/\Delta k, \quad (2)$$

где Δk – истинная полуширина рефлекса, Δk_{obs} и Δk_{inst} – наблюдаемая и инструментальная полуширины соответственно, измеренные в радиальных направлениях, L – корреляционная

длина пространственной области. В данном случае рассчитываемые корреляционные длины (L) принимаются как эквивалентные пространственной протяженности областей сохранения дальнего структурного порядка. На вставке рис. 3 в увеличенном масштабе приведена интересующая область для анализа полученного в работе решения.

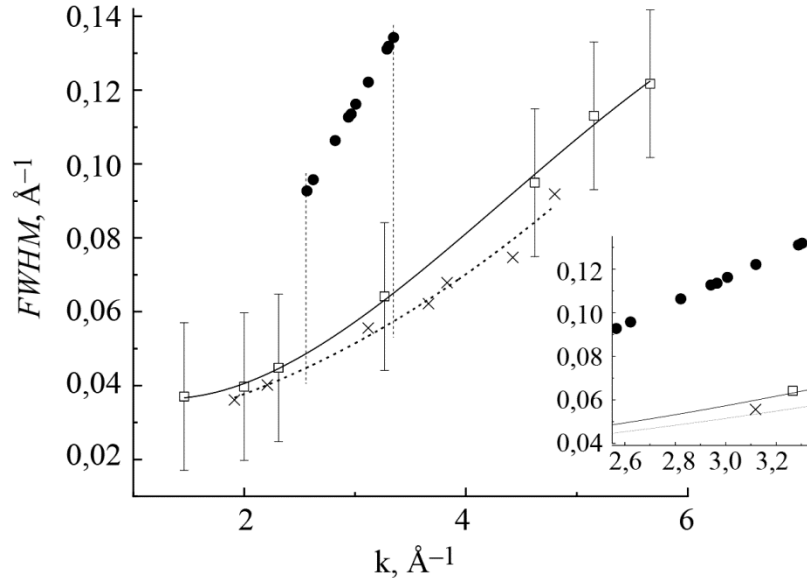


Рис. 3. Полуширины рефлексов нейтронограммы сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования (\bullet) и полуширины инструментального разрешения дифрактометра в пространстве волновых векторов, полученные двумя способами: \square – по данным рассеяния на стандартном образце CeO_2 ; \times – по данным рассеяния на монокристалле ZnSe [11], исследованном в радиальных направлениях

Значения корреляционных длин для образца $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования, рассчитанные по данным 10 смоделированных рефлексов, приведены в табл. 4.

Таблица 4

Расчет корреляционных длин для реальной структуры образца $\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования на основе измеренных нейтронографических данных

Индекс рефлекса	$k, \text{Å}^{-1}$	$\Delta k_{\text{Obs}}, \text{Å}^{-1}$	$\Delta k_{\text{inst},1}, \text{Å}^{-1}$	$\Delta k_{\text{inst},2}, \text{Å}^{-1}$	$\Delta k_1, \text{Å}^{-1}$	$\Delta k_2, \text{Å}^{-1}$	$L_1, \text{Å}$	$L_2, \text{Å}$	$\langle L \rangle, \text{Å}$	$\delta L, \text{Å}$
(301)	2,567	0,093	0,049	0,045	0,079	0,081	80	77	79	2,2
(002)	2,623	0,096	0,050	0,046	0,082	0,084	76	75	76	2,2
(112)	2,822	0,106	0,054	0,049	0,092	0,095	68	66	67	2,0
(400)	2,942	0,113	0,056	0,051	0,098	0,101	64	62	63	1,9
(321)	2,966	0,114	0,057	0,051	0,098	0,102	64	62	63	1,9
(202)	3,007	0,116	0,057	0,052	0,101	0,104	62	60	61	1,8
(330)	3,120	0,122	0,060	0,053	0,106	0,110	59	57	58	1,8
(420)	3,289	0,131	0,064	0,056	0,115	0,118	55	53	54	1,7
(411)	3,304	0,132	0,064	0,057	0,115	0,119	54	53	54	1,8
(222)	3,348	0,134	0,065	0,057	0,117	0,121	53	53	53	1,7

Из данных табл. 4 видно, что средние значения корреляционных длин, полученных в нашем моделировании, составляют примерно (50–80) Å, или (5–8) нм. Монотонное снижение

этих значений с увеличением модуля волнового вектора, по нашему мнению, связано исключительно с особенностями числового представления в выбранном методе анализа и не отражает физического смысла. Особое внимание привлекает факт, что разница в корреляционных длинах, связанная с различиями в оценках функции инструментального разрешения, остается примерно одинаковой во всем диапазоне и составляет порядка 2 \AA . Эту величину можно рассматривать как расширенную неопределенность измерений, если бы моделирование нейтронного рассеяния в работе было полностью корректным и с установленной, достоверно подтвержденной точностью. Однако, учитывая примененный подход, мы можем лишь оценивать порядок величин в указанном интервале. Примечательно, что тонкий структурный эффект, выявленный нейтронографией на образце $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$ после спиннингования, не наблюдается в рентгеновском рассеянии, то есть экранируется объемом материала. Это свидетельствует о том, что количество областей с сохраняемым дальним порядком невелико.

4. Заключение

Нейтронографические данные показали, что процесс спиннингования не привел к аморфному состоянию сплава $(\text{Sm}_{0,9}\text{Zr}_{0,1})\text{Fe}_{11}\text{Ti}$. По результатам моделирования средняя протяженность структурных корреляций дальнего порядка в спиннингованном образце оценивается примерно в $(5-8)$ нм. При этом коррелированные области обладают высокой дефектностью. Согласно нашим данным, значительную роль в деструктуризации интерметаллида играет образование дивакансий в высокосимметричной позиции $8i$ подрешетки 3D-атомов.

К сожалению, в используемом подходе к моделированию из полученных дифракционных данных невозможно проанализировать распределение циркония по кристаллической решетке, хотя необходимость такого анализа подтверждается ранее полученными результатами рентгенофазового анализа и магнитных измерений с проведением отжига.

Учитывая ранее доказанное формирование обменно-связанного магнетика с магнитотвердой (основной) и магнитомягкой (альфа-железо) фазами в сплавах исследуемого типа, вызванное выпадением микроструктурной фазы альфа-железа, считаем, что результаты настоящей работы подтверждают возможность усиления деструктуризации этих объектов. Это позволит проверить справедливость предложений из литературы о целенаправленном улучшении магнитных свойств интерметаллических сплавов с соотношением $\text{Sm}:\text{Fe} 1:12$ через аморфизованную составляющую. Для этого необходимы дальнейшие комплексные исследования механизмов формирования дефектности структуры интерметаллида. Особое внимание заслуживает выдвинутое на основе обработки нейтронографических данных предположение о значительном количестве дивакансий в подрешетке 3D-атомов, которые, по всей видимости, образуются в процессе спиннингования. Значимость этого эффекта требует тщательной проверки с использованием дополнительных методов.

Таким образом, применение нейтронографии для изучения структурного состояния сплавов после спиннингования является весьма перспективным. Следует отметить, что, несмотря на присутствие самария в образце и хотя светосила дифрактометра Д-7Б оценивается как средняя, на этом оборудовании можно получать порошковые нейтронограммы с достаточно высокой интенсивностью рефлексов для проведения количественной обработки, даже в сложных структурных состояниях, таких как рассмотренный в данной работе случай воздействия, направленного на аморфизацию материала.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России для ИФМ УрО РАН на базе уникальной научной установки «Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ».

Литература

1. Saito T., Miyoshi H. and Nishio-Hamane D. Magnetic properties of Sm–Fe–Ti nanocomposite magnets with a ThMn₁₂ structure // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2012. – Vol. 519. – P. 144–148. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.12.156.
2. Intrinsic magnetic properties of Sm(Fe_{1-x}Co_x)₁₁Ti and Zr-substituted Sm_{1-y}Zr_y(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{11.5}Ti_{0.5} compounds with ThMn₁₂ structure toward the development of permanent magnets / P. Tozman, H. Sepehri-Amin, Y. K. Takahashi, S. Hirose, K. Hono // *Acta Materialia*. – 2018. – Vol. 153. – P. 354–363. – DOI: 10.1016/j.actamat.2018.05.008.
3. Structure and magnetic properties of (Sm_{0.9}Zr_{0.1})Fe₁₁Ti alloys with ThMn₁₂-type structure / D. S. Neznakhin, S. V. Andreev, M. A. Semkin, N. V. Selezneva, M. N. Volochaev, A. S. Bolyachkin, N. V. Kudrevatykh, A. S. Volegov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2019. – Vol. 484. – P. 212–217. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2019.04.030.
4. Kurner W., Krugel G., Elsasser C. Theoretical screening of intermetallic ThMn₁₂-type phases for new hard-magnetic compounds with low rare earth content // *Scientific Reports*. – 2016. – Vol. 6. – P. 24686. – DOI: 10.1038/srep24686.
5. URL: <https://www.ill.eu/sites/fullprof/> (дата обращения: 29.10.2025).
6. Structure and magnetic properties of (Sm_{1-x}Zr_x)Fe₁₁Ti (x=0–0.2) alloys / I. Ryzhikhin, S. Andreev, M. Semkin, N. Selezneva, A. Volegov, N. Kudrevatykh // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2019. – Vol. 1389. – P. 012117–5. – DOI: 10.1088/1742-6596/1389/1/012117.
7. Florio J. V., Rundle R. E., Snow A. I. Compounds of thorium with transition metals. I. The thorium-manganese system // *Acta Crystallographica*. – 1952. – Vol. 5 – P. 449–457. – DOI 10.1107/s0365110x52001337.
8. Кривоглаз М. А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. – М. : Наука, 1967. – 336 с.
9. Симметричная связь магнитных структур при концентрационных фазовых переходах в кубических твердых растворах / С. Ф. Дубинин, В. Г. Вологин, С. К. Сидоров, В. Н. Сыромятников, С. Г. Теплоухов // *Физика металлов и металловедение*. – 1982. – Т. 53 (3). – С. 465–475.
10. On possible states of the crystal structure preceding to a phase transition in Zn_{1-x}V_xSe (0.01 ≤ x ≤ 0.10) crystals / V. I. Maksimov, E. N. Maksimova, T. P. Surkova, A. P. Vokhmyanin // *Physics of the Solid State*. – 2018. – Vol. 60 (12). – P. 2424–2435. – DOI: 10.1134/S1063783419010177.
11. Structural state of metastable cubic compounds Ni_{1-x}Zn_xO (0.6 ≤ x ≤ 0.99) / V. I. Maksimov, S. F. Dubinin, A. N. Baranov, V. I. Sokolov, P. S. Sokolov, V. D. Parkhomenko // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2013. – Vol. 114. – P. 734–740. – DOI: 10.1134/S0031918X13060094.
12. Maksimov, V.I., Maksimova, E.N., Surkova, T.P., and Parkhomenko, V.D. Neutron diffraction characterization of the microstrain fields in the dilute ZnSe:Co magnetic semiconductor crystals. *Physics of the Solid State*, 2021, 63, 1237–1243. DOI: 10.1134/S1063783421080175.