

На правах рукописи



Фукс Артём Андреевич

**ОБРАЗОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ И ДОМЕННАЯ
СТРУКТУРА В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ С РАЗЛИЧНЫМ
НАПРЯЖЕННЫМ СОСТОЯНИЕМ**

Специальность 1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук» (ИФТТ РАН) и Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики» (НИУ ВШЭ)

Научный руководитель:

Аронин Александр Семенович,
доктор физико-математических наук,
профессор

Официальные оппоненты:

Сундеев Роман Вячеславович,
доктор физико-математических наук, доцент,
профессор кафедры наноэлектроники
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего
образования «МИРЭА – Российский
технологический университет» (ФГБОУ ВО
РТУ МИРЭА)

Морозов Юрий Георгиевич,
доктор физико-математических наук,
ведущий научный сотрудник Федерального
государственного бюджетного учреждения
науки Института структурной макрокинетики
и проблем материаловедения им. А.Г.
Мержанова РАН.

Ведущая организация:

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования «Национальный
исследовательский технологический
университет «МИСИС»

Защита состоится «9» декабря 2025 г. в 14 ч. 30 мин. на заседании диссертационного совета 24.1.136.01 (Д 002.100.02) при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук (ИФТТ РАН) по адресу: 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна д. 2.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФТТ РАН и на сайте организации: <http://www.issp.ac.ru/main/index.php/ru/dis-council.html>

Автореферат разослан «__»_____ 2025 года.

Ученый секретарь диссертационного
совета 24.1.136.01 (Д 002.100.02),
доктор физико-математических наук



Гаврилов Сергей Сергеевич

©Фукс А.А., 2025 г.
©ИФТТ РАН, 2025

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Широкий интерес к получению и исследованию свойств аморфных металлических сплавов возник в 1960 году, когда в группе П. Дювеза методом высокоскоростной закалки расплава был получен аморфный сплав Au-Si. В том же году А.И. Губановым была предложена квазиклассическая теория ферромагнетизма в аморфных телах. Эти два события предвосхитили скорое появление нового класса магнитных материалов – аморфных ферромагнетиков. В настоящее время аморфные ферромагнетики в основном изготавливаются из сплавов на основе Fe или Co в форме лент, микропроводов или объёмных металлических стёкол (BMG).

Нанокристаллические материалы, получаемые путем термообработки аморфных сплавов на основе железа, хорошо известны благодаря своим магнитным свойствам, сочетающим высокие значения магнитной проницаемости и намагниченности насыщения с малой магнитострикцией и низкими потерями на перемагничивание [1].

Весьма перспективными объектами являются аморфные микропровода в стеклянной оболочке, изготовленные методом Улитовского–Тейлора. В процессе изготовления расплав в стеклянной оболочке подвергается резкому охлаждению, что приводит к формированию аморфной структуры. Большой градиент температуры и различие в коэффициентах термического расширения между металлической сердцевиной микропровода и стеклянной оболочкой определяют величину и неоднородный характер распределения внутренних напряжений. Внутренние напряжения определяют локальную магнитоупругую анизотропию, что в сочетании с ненулевой константой магнитострикции определяет характер доменной структуры микропровода, гистерезисные и резистивные свойства.

Широкий набор наблюдаемых свойств в сочетании с малыми размерами, хорошими прочностными характеристиками, а также ярко выраженная зависимость свойств от напряжённого состояния позволяют применять

микропровода в качестве чувствительных элементов различных датчиков. Кроме того, наличие полностью биосовместимой стеклянной оболочки делает возможным различного рода биологические и медицинские приложения.

В последние годы всё большее внимание уделяется поискам путей оптимизации магнитных свойств аморфных микропроводов. Основные усилия сосредоточены на способах улучшения величины эффекта гигантского магнитного импеданса посредством изменения их напряжённого состояния, либо условий термообработки [2]. Активно исследуются возможности контроля скорости доменной стенки при бистабильном перемагничивании, улучшения магнитных свойств путём введения в состав сплава легирующих компонентов, а также изучению в аморфных микропроводах магнетокалорического эффекта. Тем не менее, на данный момент полностью отсутствуют данные о влиянии исходного напряжённого состояния микропровода на последующее формирование нанокристаллической структуры при нагреве. Отсутствуют данные о взаимосвязи данного явления с изменениями магнитных гистерезисных и высокочастотных свойств и доменной структуры.

Цель работы

Определение влияния исходного напряжённого состояния аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа на процесс формирования нанокристаллов и последующие изменения магнитных гистерезисных и высокочастотных свойств и доменной структуры.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи

1. Изучить доменную структуру приповерхностных областей аморфных микропроводов на основе железа методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии.
2. Провести расчеты кинетики нанокристаллизации микропровода с учётом неоднородного по объёму распределения внутренних механических напряжений.
3. Провести эксперименты с использованием термообработки по получению микропровода с градиентной аморфно-нанокристаллической

структурой: аморфной структурой в центральной части микропровода и частично кристаллическим приповерхностным слоем.

4. Изучить магнитные гистерезисные свойства и доменную структуру микропроводов в зависимости от условий термообработки, в том числе приводящей к формированию градиентной наноструктуры, а также влияние подобной наноструктуры и условий термической обработки на эффект гигантского магнитного импеданса.

Методы исследования

Исследования доменной структуры приповерхностных областей микропроводов проводились с использованием магнитно-силовой сканирующей микроскопии. В качестве методов исследований атомной структуры использовались рентгеноструктурный анализ и просвечивающая электронная микроскопия. Морфологические особенности микропроводов контролировались с помощью сканирующей электронной микроскопии. Измерения частотных зависимостей импеданса микропроводов в различных магнитных полях проводились посредством векторного анализатора цепей. Для определения гистерезисных свойств микропроводов применялась вибрационная магнитометрия.

Основные результаты, научная новизна

1. Впервые методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии исследована приповерхностная доменная структура аморфных микропроводов на основе железа с положительной магнитострикцией. В развитие ранее проведенных магнитооптических исследований показано, что формирование в приповерхностном объёме кольцевых доменов с радиальным направлением магнитного момента происходит только под действием внешнего магнитного поля. В отсутствие внешнего магнитного поля в приповерхностном слое микропроводов с положительной магнитострикцией впервые наблюдались лабиринтные и зигзагообразные домены, а также домены, в которых преобладают циркулярная и аксиальная компоненты магнитного момента.

2. Предложена модель доменной структуры поверхностного слоя микропровода, учитывающая асимметрию в распределении внутренних напряжений, возникающую в результате неоднородного охлаждения микропровода в процессе изготовления.

3. Проведены расчёты кинетики нанокристаллизации с учётом неоднородного распределения внутренних механических напряжений по сечению микропровода и экспериментально продемонстрировано, что при нагреве аморфных микропроводов возможно формирование градиентной аморфно-нанокристаллической структуры, состоящей из аморфной центральной части и нанокристаллизованного приповерхностного слоя.

4. В микропроводах состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ с градиентной наноструктурой был достигнут прирост импеданса $\Delta Z/Z = 150\%$ на частоте тока 200 МГц, что является одним из рекордных значений эффекта ГМИ, полученных в микропроводах на основе железа.

Научная и практическая значимость

Полученные сведения о доменной структуре поверхностного слоя микропроводов важны для более глубокого понимания распределения внутренних напряжений вблизи поверхности микропровода и, следовательно, магнитоупругих и высокочастотных эффектов. Установленная взаимосвязь кинетики нанокристаллизации и напряжённого состояния микропроводов позволяет формировать новый тип аморфно-нанокристаллических материалов: микропровода с градиентной наноструктурой. Сочетание частично кристаллического приповерхностного слоя, обладающего улучшенными магнитомягкими свойствами, с аморфной центральной частью, выдерживающей значительные механические нагрузки (~ 1 ГПа), может потенциально расширить область применения микропроводов, разрешая проблему хрупкости, присущей нанокристаллическим материалам. Более того, обнаруженный в диссертационной работе в микропроводах с градиентной наноструктурой значительный прирост величины эффекта ГМИ позволяет проектировать на их основе

высококчувствительные датчики напряжённости магнитного поля, в том числе реагирующие на изменение механического напряжённого состояния.

На защиту выносятся следующие положения

1. Магнитная доменная структура аморфных микропроводов в стеклянной оболочке на основе железа зависит от механических напряжений, возникающих при их формировании и охлаждении. В отсутствие магнитного поля доменная структура приповерхностного объёма микропроводов $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ является лабиринтной и с ростом напряжённости магнитного поля трансформируется в зигзагообразную. Возникновение указанных доменных структур происходит по причине асимметрии в распределении внутренних механических напряжений, которая возникает в результате неоднородной закалки в процессе изготовления.

2. Неоднородное по сечению распределение внутренних механических напряжений, возникающих в процессе изготовления аморфных микропроводов, оказывает существенное влияние на кинетику нанокристаллизации. Благодаря отрицательному объемному эффекту формирование нанокристаллов $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ в аморфных микропроводах на основе железа ускоряется под действием сжимающих напряжений, т.е. в приповерхностных областях микропровода.

3. Одновременное формирование градиентной аморфно-нанокристаллической структуры и релаксация внутренних механических напряжений в микропроводах состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ приводят к значительному усилению эффекта гигантского магнитного импеданса в широком диапазоне частот.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием комплекса современного экспериментального оборудования и аттестованных методик исследований, значительным набором экспериментальных данных и использованием статистических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Апробация работы

Основные результаты, представленные в данной работе, были представлены на следующих конференциях и школах:

1. 8th Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» (EASTMAG-2022), Казань, 2022
2. 29-я Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов» (РКЭМ-2022), Москва, 2022
3. 12-я Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (ФППК-2022), Черноголовка, 2022
4. Курчатовская междисциплинарная молодёжная научная школа, Москва, 2023
5. 3-я Международная конференция, посвященная 60-летию ИФТТ РАН «Физика конденсированных состояний», Черноголовка, 2023
6. 8-я Всероссийская конференция по наноматериалам (НАНО-2023), Москва, 2023
7. 31-я Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов», Москва, 2024
8. 25-я Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-2024), Москва, 2024
9. Международная конференция «Физическая мезомеханика. Материалы с многоуровневой иерархически организованной структурой и интеллектуальные производственные технологии» (MESO-2024), Томск, 2024

Личный вклад автора

В данной диссертационной работе представлены оригинальные результаты, полученные лично, либо при непосредственном участии автора, принимавшего активное участие в подготовке образцов, последующем проведении экспериментов, обработке и анализе полученных результатов и последующей подготовке научных статей и докладов на конференциях.

Публикации

По результатам диссертационной работы опубликовано 7 статей в рецензируемых научных журналах.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения по основным результатам исследования и списка литературы. Полный объем диссертационной работы составляет 146 страниц и включает в себя 78 рисунков и 3 таблицы. Список литературы состоит из 228 наименований.

Основное содержание работы

Во **введении** отражена общая характеристика работы, обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цель и задачи исследований. Также изложена новизна и научно-практическая значимость, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** приведён обзор литературы, посвященный способам изготовления аморфных ферромагнитных микропроводов и лент (**раздел 1.1**), вопросам ферромагнетизма и магнитных свойств аморфных сплавов в целом (**раздел 1.2**), нанокристаллизации аморфных сплавов (**раздел 1.3**) и механическим напряжениям в аморфных сплавах (**раздел 1.4**). Рассмотрено влияние механических напряжений на формирование наноструктуры (**пункт 1.4.1**). Описаны исследования эффекта гигантского магнитного импеданса (**раздел 1.5**) и ферромагнитного резонанса (**раздел 1.6**), наблюдаемых в аморфных микропроводах. Также в первой главе были рассмотрены современные варианты технологического применения аморфных микропроводов (**раздел 1.7**).

Вторая глава посвящена описанию используемых в данной работе материалов, способов их обработки, а также методам экспериментов.

Объектами исследования в данной работе служили аморфные микропровода на основе Fe в стеклянной оболочке следующих составов: $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$, $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$, $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ и $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$, изготовленные методом Улитовского-Тейлора и имеющие различный диаметр металлической сердцевины

и толщину стеклянной оболочки. Помимо микропроводов также была исследована аморфная лента состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$, полученная методом быстрого охлаждения расплава, её толщина составляла 16-18 мкм, ширина – 9 мм.

В разделе 2.1 описаны основные способы подготовки экспериментальных образцов. Микропровода в процессе изготовления методом Улитовского–Тейлора покрываются стеклянной оболочкой, которая впоследствии удалялась для проведения некоторых экспериментов. Удаление стеклянной оболочки проводилось в 40-45 % водном растворе плавиковой кислоты в рамках подготовки образцов для магнитно-силовой сканирующей микроскопии, термообработки, а также измерений импеданса. Для проведения некоторых экспериментов по рентгенографии и магнитно-силовой сканирующей микроскопии удалялась приповерхностная часть металлической сердцевины микропроводов, что осуществлялось в водном растворе смеси плавиковой и азотной (65 % водный раствор) кислот, а также глицерина.

Необходимые времена травления для удаления стеклянной оболочки и подбирались экспериментально. Удаление оболочки и качество поверхности металлической сердцевины микропровода контролировались при помощи растровой электронной микроскопии с использованием сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP. Для формирования аморфно-нанокристаллической структуры в микропроводах и лентах проводился изотермический отжиг в печи сопротивления с горизонтальной загрузкой, контроль температуры осуществлялся с помощью хромель-алюмелевой термопары.

Раздел 2.2 посвящен электронной микроскопии. В пункте 2.2.1. дано более подробное описание РЭМ, используемого в данной работе.

Для исследования микроструктуры микропроводов с частично кристаллическим приповерхностным слоем применялась просвечивающая электронная микроскопия (см. пункт 2.2.2). Подготовка образцов к ПЭМ осуществлялась путем изготовления ламелей из различных областей

микропровода толщиной около 100 нм при помощи фокусируемого ионного пучка, встроенного в прибор Dual Beam VERSA 3D HighVac (**подпункт 2.2.2.1**).

В **Разделе 2.3** описаны методы определения структуры и фазового состава изучаемых образцов с помощью рентгеноструктурного анализа. Указанные исследования проводились на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием K_{α} -излучения Co (длина волны излучения $\lambda = 1,789 \text{ \AA}$). В случаях, когда образцы содержали аморфную и кристаллическую фазы, проводилось компьютерное разложение экспериментальных кривых на диффузную составляющую, обусловленную рассеянием от аморфной фазы, и дифракционную, обусловленную присутствием кристаллов. Идентификация выделяющихся при термообработке кристаллических фаз проводилась с использованием стандартной методики, основанной на определении характерного для каждой фазы набора дифракционных пиков. Соответствующие межплоскостные расстояния сопоставлялись с известными данными, имеющимися в базе данных PDF-2.

Измерения импеданса микропроводов в данной работе проводились с использованием векторного анализатора цепей, позволяющего проводить измерения в диапазоне частот 100 кГц – 6 ГГц при постоянной мощности –10 дБм, что эквивалентно 0.1 мВт, шаг по частоте в эксперименте составлял около 4 МГц (число точек на всём диапазоне частот – 1501). Внешнее магнитное поле величиной до 12,5 кА/м (около 157 Э) создавалось парой катушек Гельмгольца и прикладывалось вдоль оси микропровода. Детали данного метода описаны в **разделе 2.4**.

Вибрационная магнитометрия в данной работе использовалась для построения петель гистерезиса и определения соотношения между остаточной намагниченностью и намагниченностью насыщения. Измерения проводились на вибрационном магнитометре модели Princeton Applied Research Model 155 Vibrating Sample Magnetometer (**раздел 2.5**).

Раздел 2.6 посвящен методу магнитно-силовой сканирующей микроскопии, с помощью которого была исследована доменная структура боковой поверхности микропроводов. Магнитная доменная структура микропроводов исследовалась с

помощью комплекса Solver ProM. Измерения магнитно-силовых изображений проводились с помощью магнитных кантилеверов, покрытых тонкой плёнкой CoCr. Все измерения выполнялись в полуконтактном режиме по двухпроходной методике. Магнитное поле прикладывалось с помощью системы магнитопроводов, подведенных к образцу.

Глава 3 посвящена исследованию доменной структуры боковой поверхности аморфных микропроводов на основе железа методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии. В данной главе также описано возникновение зигзагообразных поверхностных доменов.

В разделе 3.1 представлены результаты исследования атомной и доменной структуры исходных микропроводов состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$, $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$ и $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$. Структура всех исследуемых в данной главе микропроводов является аморфной, что подтверждается результатами рентгенографии: на рентгенограммах присутствуют только широкие диффузные максимумы, соответствующие аморфной фазе. Полученные РЭМ-изображения свидетельствуют об отсутствии дефектов, пор и остатков стекла после удаления стеклянной оболочки методом химического травления.

На рисунке 1 приведены изображения доменной структуры приповерхностных областей микропровода $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ диаметром 20 мкм, полученные методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии. Данные свидетельствуют о наличии лабиринтной доменной структуры в отсутствие внешнего поля. С увеличением магнитного поля формируются сначала зигзагообразные домены, а затем – кольцевые. Ориентация магнитного момента во всех описанных типах доменов является радиальной. На изображении более темные и более светлые области соответствуют градиенту магнитных полей рассеяния, ориентированных в радиальном направлении наружу и внутрь микропровода.

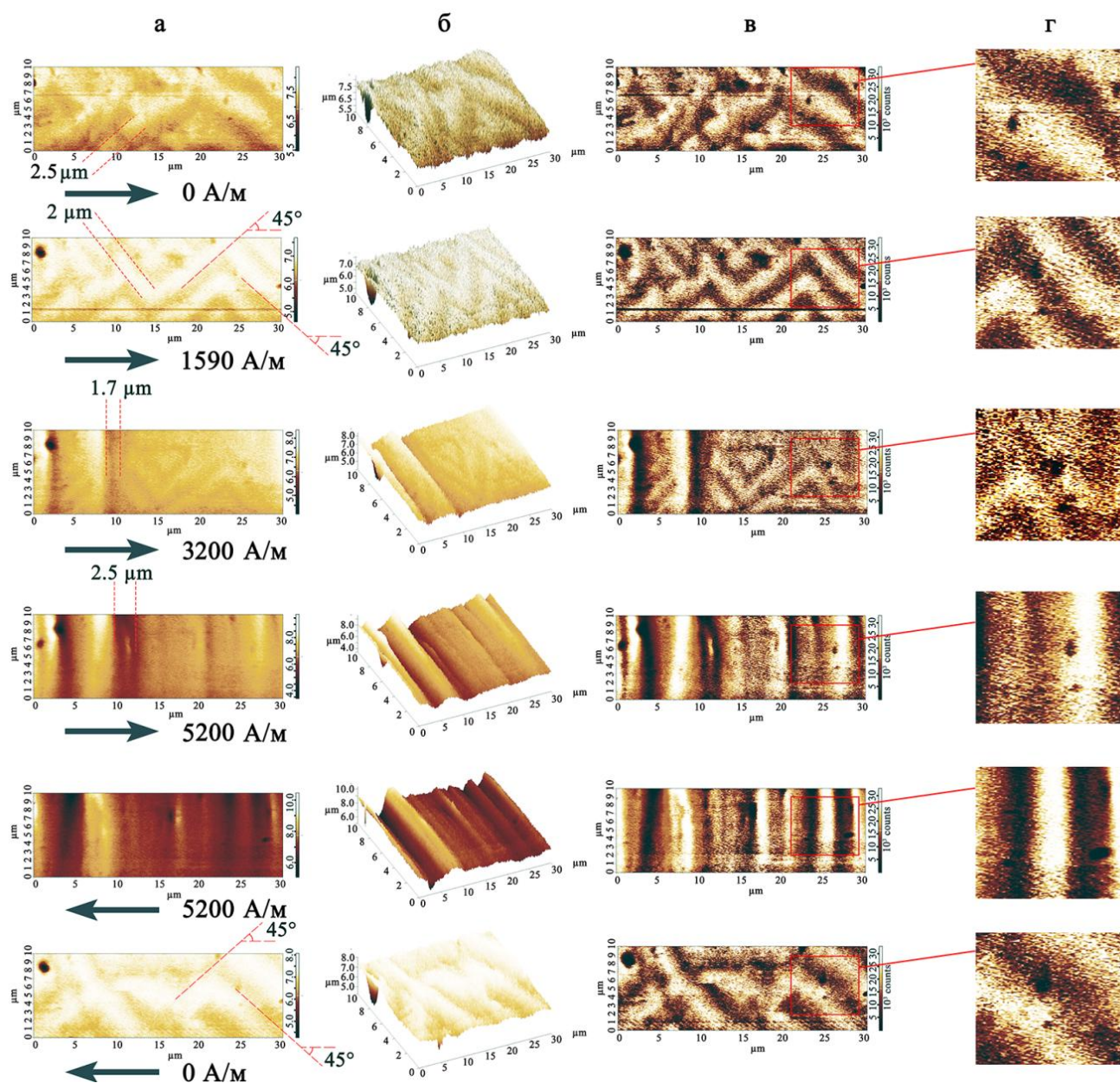


Рисунок 1: МСМ-изображения доменной структуры микропровода состава $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ диаметром 20 мкм в различных магнитных полях (размер участка сканирования: 10 мкм $\times$ 30 мкм): а – фазовый контраст, б – трёхмерное изображение фазового контраста, в – локальная эквализация с центральной части изображения (участок 5 мкм $\times$ 5 мкм), г – увеличение участка доменной структуры, выделенного красной рамкой.

Аналогичные изменения доменной структуры в магнитном поле наблюдались и в микропроводах состава $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$ диаметром 18 мкм.

В микропроводах состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ диаметром 15 мкм в отсутствие магнитного поля, а также в полях ≈ 1200 А/м (15 Э), различия в интенсивности фазового контраста не позволили выделить домены с радиальным направлением магнитного момента. Следовательно, магнитные моменты доменов направлены некоторым образом параллельно боковой поверхности микропровода. Формирование кольцевых доменов с сильной радиальной компонентой магнитного момента наблюдалось только при увеличении внешнего магнитного поля до ≈ 4930 А/м (62 Э).

В разделе 3.2 рассмотрены возможные причины возникновения в микропроводах зигзагообразной доменной структуры.

При контроле поверхности образцов микропроводов различных диаметров методом РЭМ неоднократно наблюдалась области неоднородности поверхности, распространяющиеся вдоль оси микропровода. Нами предположено, что появление неоднородностей связано с особенностью процесса закалки микропроводов, которая заключается в том, что струя охлаждающей жидкости в процессе изготовления подаётся с одной стороны вытягиваемого микропровода. Были проведены исследования доменной структуры микропроводов с подобными отклонениями от цилиндрической формы методом магнитно-силовой микроскопии. На различных сторонах боковой поверхности наблюдались зигзагообразные, а также прямые и наклонные кольцевые домены с радиальным направлением магнитного момента. На основании наблюдений предложена модель доменной структуры боковой поверхности микропровода с положительной магнитострикцией, учитывающая возможные отклонения от цилиндрической формы, возникающие в процессе изготовления.

В главе 4 приведены результаты исследования по изучению влияния внутренних механических напряжений на процесс нанокристаллизации при нагреве аморфных микропроводов на основе железа.

Раздел 4.1 посвящён изучению изменений в кинетике кристаллизации аморфных микропроводов и лент состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$ под действием внутренних механических напряжений. Напряжённое состояние аморфных лент и

микропроводов после изготовления отличается. В работе [3] на основе решения уравнения теплопроводности было построено распределение внутренних механических напряжений по сечению микропровода: вблизи поверхности микропровода действуют преимущественно сжимающие осевые напряжения величиной до единиц ГПа, в центральной части доминируют растягивающие осевые напряжения. Помимо закалочных в распределение внутренних механических напряжений существует дополнительный вклад в несколько сот МПа, связанный с различием в коэффициентах термического расширения между металлической сердцевинкой и стеклянной оболочкой микропровода. В аморфных лентах величина внутренних составляет несколько десятков МПа [4].

Рентгенография образцов аморфных микропроводов и лент состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$, подвергнутых термообработке при одинаковых условиях (1 час при 753 К), показывает, что размеры и объёмная доля выделившихся нанокристаллов твёрдого раствора $\text{Fe}(\text{Si})$ отличаются. Объяснение наблюдаемого эффекта было проведено с использованием расчётов скоростей зарождения (выражение (1)) и роста (выражение (2)), объёмной доли (выражение (3)) нанокристаллов в рамках теории гомогенного зарождения:

$$u_c = \frac{fD}{a_0} \left(1 - \exp \left(\frac{-(\Delta G_{ch} + E_\varepsilon)}{kT} \right) \right) \quad (1),$$

$$I = \frac{DN_V}{a_0^2} \exp \left(\frac{-16\pi\sigma^3}{3kT[\Delta G_{ch} + E_\varepsilon]^2} \right) \quad (2),$$

$$X = 1 - \exp \left(-\frac{\pi}{3} I u_c^3 t^4 \right) \quad (3).$$

Влияние внутренних механических напряжений учитывалось в виде дополнительного слагаемого E_ε к движущей силе кристаллизации – упругой энергии внутренних напряжений. Упругая энергия внутренних напряжений полагалась пропорциональной квадрату деформации:

$$\varepsilon(x) = \frac{\Delta V}{3V} + \gamma \frac{\sigma(x)}{E} \quad (4),$$

где $\sigma(x) = \sum \sigma_{ii}$ – сумма диагональных компонент тензора напряжений, γ – параметр, учитывающий релаксацию внутренних напряжений в процессе термообработки, $\Delta V/V$ – величина объёмного эффекта кристаллизации,

вычисленная из разности плотностей аморфного материала ρ_{am} и образовавшихся нанокристаллов ρ_{cr} :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\rho_{am} - \rho_{cr}}{\rho_{am}} \quad (5).$$

Плотность аморфного сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ составляет $7,14 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$, плотность нанокристаллов твердого раствора 25% Si в Fe, Fe_3Si , составляет $7,39 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$, а плотность Fe составляет $7,87 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$. Предполагая, что плотность изменяется линейно с изменением концентрации Si, плотность нанокристаллов была принята равной $7,55 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$ при концентрации кремния в нанокристаллах, равной 16,5 %. Следовательно, величина объёмного эффекта при образовании кристаллов в аморфной матрице в сплаве $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$, вычисленная по выражению (5), отрицательная и составляет $-5,7\%$.

Используя распределение компонент тензора внутренних механических напряжений по сечению микропровода из работы [3], было рассчитано распределение доли нанокристаллической фазы по сечению микропровода.

График распределения показан на рисунке 2. Из полученных данных следует, что сжимающие напряжения в приповерхностном объёме аморфного микропровода приводят к ускорению процесса нанокристаллизации.

В разделе 4.2 представлены основные экспериментальные результаты по созданию в результате термообработки микропроводов с частично кристаллическим приповерхностным слоем.

Используя представления об ускорении нанокристаллизации в приповерхностном объёме микропроводов, были определены условия термообработки, при которых центральная часть микропровода остаётся аморфной, а в приповерхностном объёме будет сформирована наноструктура. На примере микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ после термообработки в течение 20 минут при 753 К и 703 К, соответственно, были проведены рентгенографические эксперименты до и после химического удаления приповерхностных областей. До травления на рентгенограммах исследуемых микропроводов наблюдались дифракционные отражения, соответствующие фазе с

ОЦК решеткой твердого раствора Fe(Si). После химического травления указанные дифракционные отражения отсутствовали, на рентгенограммах наблюдались только широкие диффузные максимумы, соответствующие аморфной фазе.

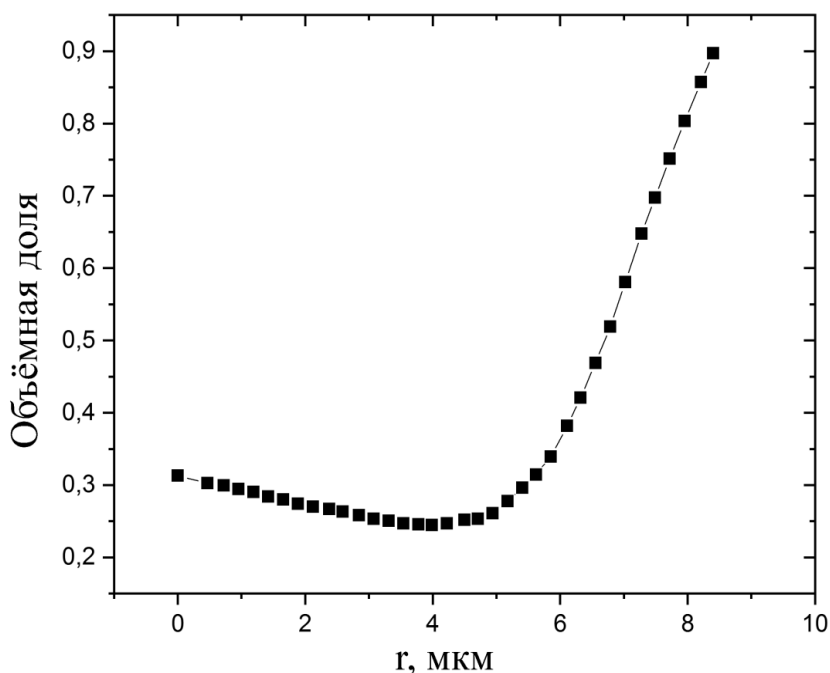


Рисунок 2: Объемная доля нанокристаллической фазы в зависимости от расстояния от оси микропровода.

Также было показано, что сохранение аморфной центральной части микропровода возможно и при более высоких температурах. На рисунке 3 представлены электронно-микроскопические изображения микроструктуры из поверхностной и центральной частей микропровода состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ после термообработки при 823 К в течение 1 мин 50 с.

Глава 5 посвящена изучению эффекта гигантского магнитного импеданса (ГМИ), магнитных свойств и доменной структуры на основе Fe с частично кристаллическим приповерхностным слоем.

Раздел 5.1 содержит в себе результаты экспериментов по исследованию эффекта гигантского магнитного импеданса в микропроводах состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ с частично кристаллическим приповерхностным слоем, атомная структура которых рассматривалась ранее в **разделе 4.2**. С использованием векторного анализатора цепей в диапазоне частот 1 МГц – 2 ГГц были измерены

спектры импеданса микропроводов состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ после термообработки при 823 К, длительность термообработки лежала в диапазоне 50 с – 2 мин 40 с.

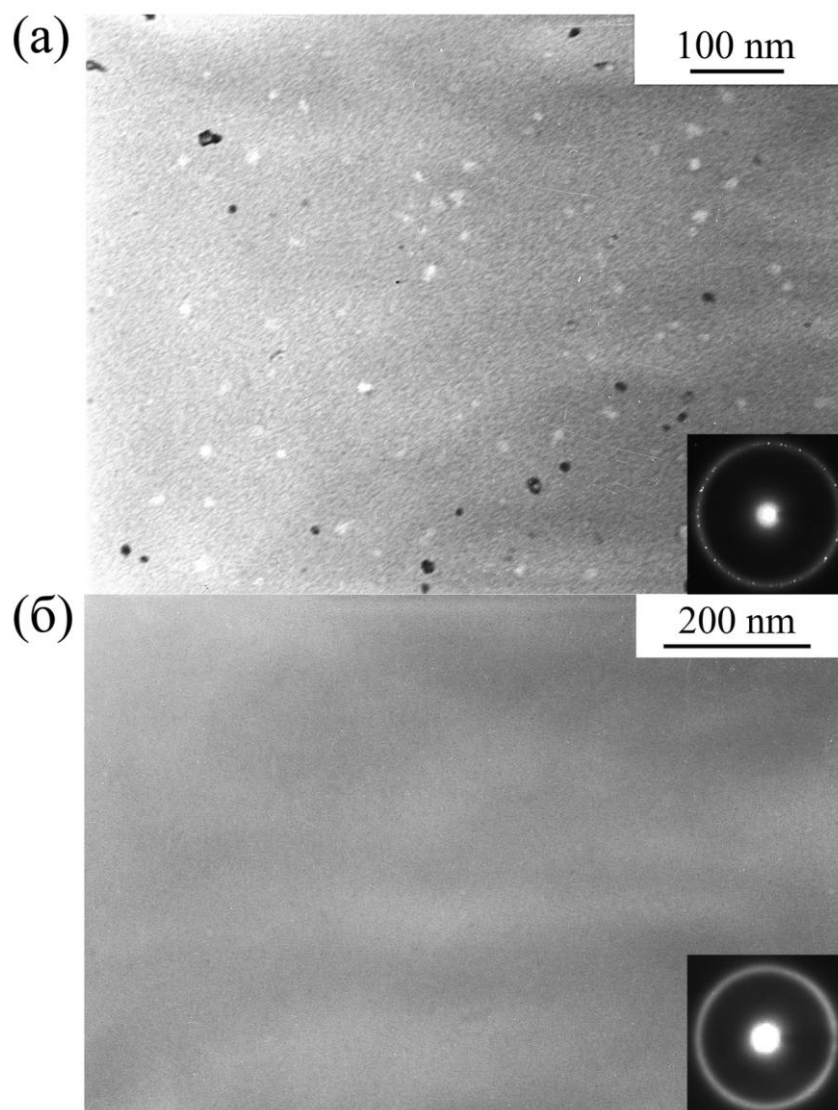


Рисунок 3: Электронно-микроскопические светлопольные изображения и электронограммы микроструктуры микропровода состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ с удалённой стеклянной оболочкой после термообработки при 823 К в течение 1 мин 50 с: а – приповерхностная область, б – центральная часть.

Также проводились измерения импеданса исходного микропровода, после термообработки в течение 30 минут и 1 часа. Затем были рассчитаны относительные изменения импеданса $\Delta Z/Z$, которые приняты мерой величины эффекта ГМИ, и полевые зависимости $\Delta Z/Z(H)$. Все экспериментальные данные приведены на рисунке 4. На рисунке 4(а) приведены спектры максимумов

эффекта ГМИ $\Delta Z/Z(\omega)$, на рисунке 4(б) представлены полевые зависимости эффекта ГМИ всех исследуемых образцов. После термообработок при 823 К в течение 50 с – 2 мин 40 с величина эффекта ГМИ $\Delta Z/Z$ увеличивается на 50–120 % в широком диапазоне частот. Для образца микропровода после термообработки в течение 1 минуты был получен наибольший прирост импеданса $\Delta Z/Z = 150\%$ на частоте тока 200 МГц.

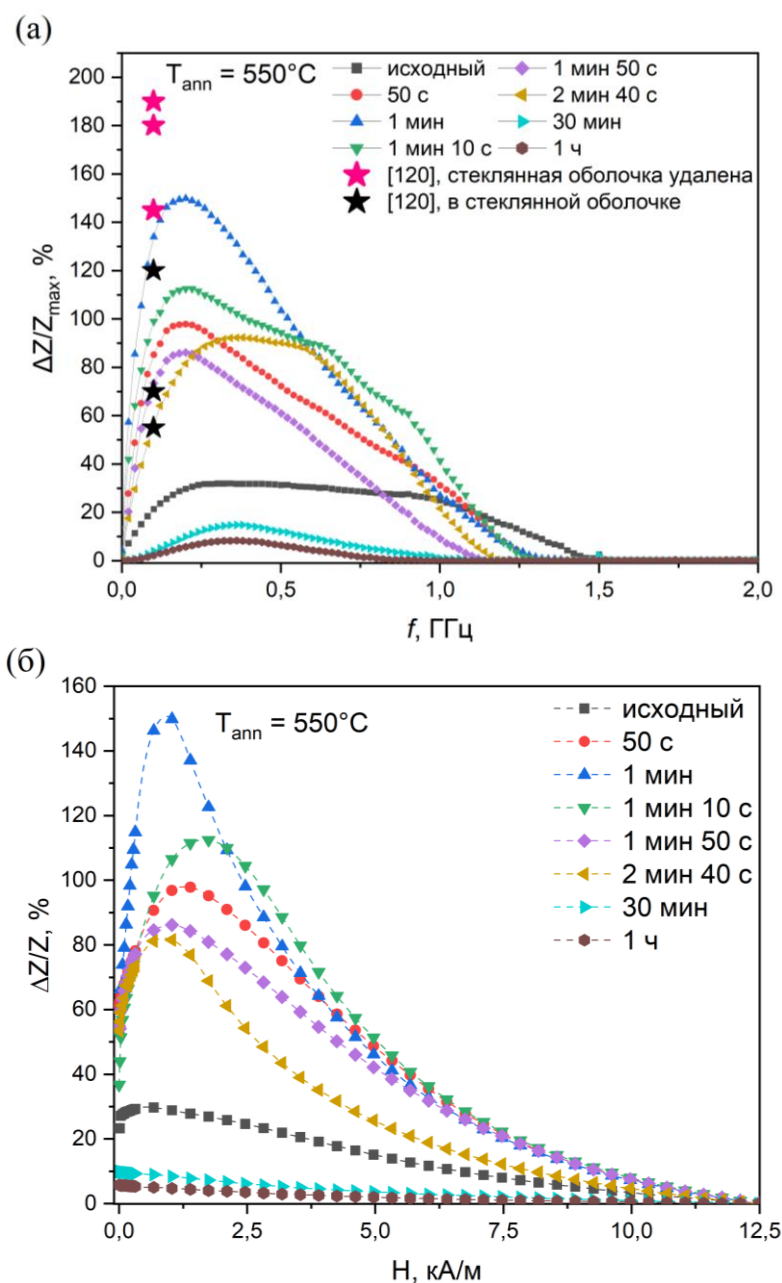


Рисунок 4: (а) – спектры максимумов эффекта ГМИ $\Delta Z/Z(\omega)$. Розовым и чёрным звёздам соответствуют данные, адаптированные из работы [5], (б) – полевые зависимости эффекта ГМИ $\Delta Z/Z(H)$ на частоте 200 МГц.

В разделе 5.2 приведены экспериментальные результаты по магнитным гистерезисным свойствам и доменной структуре, полученные методами вибрационной магнитометрии и магнитно-силовой сканирующей микроскопии. Из полученных петель гистерезиса выявлено, что образец микропровода с наилучшим эффектом ГМИ (после термообработки при 823 К в течение 1 минуты) обладает самым тонким поверхностным доменным слоем толщиной около 0,3 мкм. Также в различных магнитных полях с помощью магнитно-силовой микроскопии была определена доменная структура боковой поверхности данного микропровода, соответствующие изображения приведены на рисунке 5.

Как и в случае исходного микропровода состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$, исследованного ранее в главе 3, между светлыми и тёмными областями разница в интенсивности контраста невелика. Таким образом, магнитные моменты приповерхностных доменов в магнитных полях до 2945 А/м (37 Э) распределены параллельно поверхности микропровода. В магнитных полях от 2945 А/м (37 Э) наблюдается формирование кольцевых радиальных доменов. Ширина кольцевых доменов составляет около 2 мкм.

Используя подход, предложенный в работе [6], были проведены расчёты циркулярной компоненты тензора магнитной проницаемости, оценка которой использовалась для определения глубины скин-слоя. Результаты показывают, что из-за изменения магнитной проницаемости материала во внешнем магнитном поле, также происходит изменение глубины скин-слоя, которая может составлять несколько микрон. При частоте тока 200 МГц минимальная глубина скин-слоя, равная 1,7 мкм достигается в поле величиной около 1035 А/м (13 Э), что в несколько раз превышает толщину поверхностного доменного слоя (0,30 мкм).

Поскольку спектры активного и реактивного сопротивления имеют резонансный характер, было проведено исследование поведения резонансной частоты во внешнем магнитном поле для всех исследуемых микропроводов состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$. Обнаружено, что изменение положения резонанса во внешнем магнитном поле не описывается условием Киттеля для ФМР в тонких плёнках с нормальным и касательным направлением намагниченности.

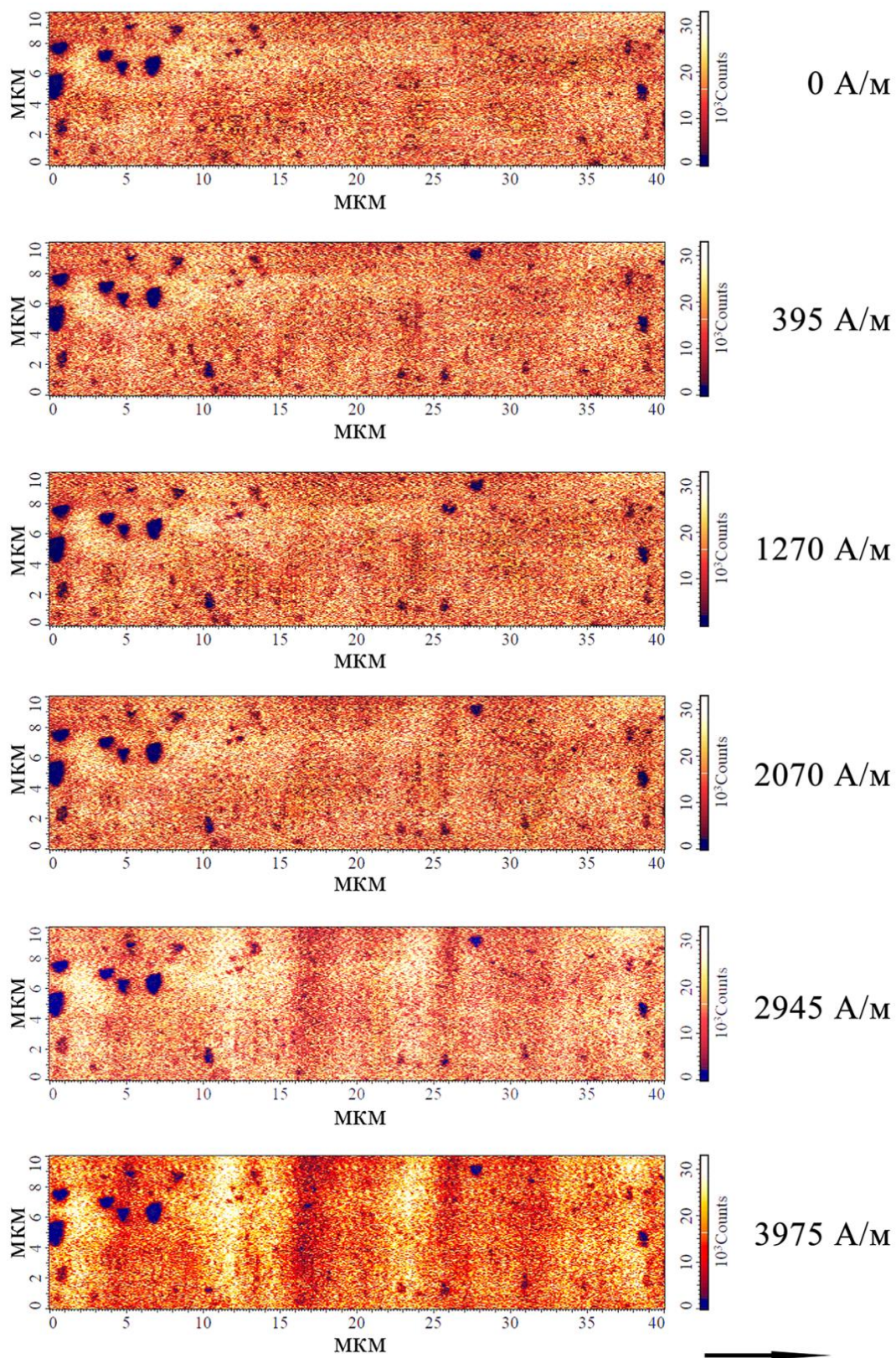


Рисунок 5: MCM-изображения доменной структуры приповерхностного слоя микропровода состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ после термообработки при 550°C в течение 1 минуты. Чёрной стрелкой указано направление магнитного поля величиной до 3975 A/m (50 Э).

Основные результаты и выводы

1. Исследована доменная структура аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$, $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ с положительной магнитострикцией, полученных методом Улитовского-Тейлора. Установлено, что:

– в слабых магнитных полях доменная структура приповерхностного объёма микропроводов $\text{Fe}_{73,9}\text{B}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ представляет собой совокупность зигзагообразных доменов; в микропроводах $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$ домены с радиальным направлением магнитного момента в слабых полях не наблюдаются; магнитные моменты направлены по касательной к поверхности микропровода. Образование кольцевых доменов различной ширины с преимущественно радиальной ориентацией магнитного момента наблюдается только при увеличении внешнего магнитного поля.

– в микропроводах с соотношением $d/D > 0,6$ обнаружены нарушения цилиндрической формы микропровода, приводящие к появлению неоднородной доменной структуры, состоящей из прямых и наклонных кольцевых, а также зигзагообразных доменов с преимущественно радиальной ориентацией магнитного момента.

2. Исследовано влияние внутренних механических напряжений на процесс нанокристаллизации аморфных микропроводов на основе Fe. Установлено, что в микропроводах состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9,1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}$, $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ и $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$, нанокристаллизация протекает интенсивнее в приповерхностной области, где сосредоточены сильные сжимающие напряжения. Экспериментально показано, что при определённых условиях термообработки возможно создание нанокристаллической структуры в приповерхностном слое микропровода при сохранении аморфной структуры в центральной части.

3. Исследовано влияние приповерхностной нанокристаллизации на величину эффекта гигантского магнитного импеданса, магнитные гистерезисные свойства и доменную структуру микропроводов состава $\text{Fe}_{70}\text{Si}_{18}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_2$. Установлено, что величина эффекта ГМИ $\Delta Z/Z$ увеличивается на 50–120 % в широком диапазоне частот. Наибольший прирост импеданса составил $\Delta Z/Z =$

150 % на частоте тока 200 МГц. Нанокристаллизация в приповерхностной области приводит также к уменьшению объёма поверхностного доменного слоя. При этом магнитные моменты приповерхностных доменов направлены касательно к боковой поверхности. Формирование радиальных кольцевых доменов наблюдается только во внешнем магнитном поле.

Список цитированной литературы

1. Herzer, G. Nanocrystalline soft magnetic materials / G. Herzer // Phys. Scr. – 1993. – Vol. 1993, N. T49A. – P. 307-314. – DOI: <https://doi.org/10.1088/0031-8949/1993/T49A/054>.
2. Optimization of Giant Magnetoimpedance Effect of Amorphous Microwires by Postprocessing / V. Zhukova, P. Corte-Leon, A. Talaat [et al.] // Processes. – 2024. – Vol. 12, N. 3. – P. 556. – DOI: <https://doi.org/10.3390/pr12030556>.
3. Chiriac, H. Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires / H. Chiriac, T.A. Óvári, Gh. Pop // Phys. Rev. B. – 1995. – Vol. 52, N. 14. – P. 10104–10113. – DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.52.10104>.
4. Carara, M. Stress level in Finemet materials studied by impedanciometry / M. Carara, M.N. Baibich, R.L. Sommer // J. Appl. Phys. – 2002. – Vol. 91, N. 10. – P. 8441. – DOI: <https://doi.org/10.1063/1.1453948>.
5. Comparative Study of the Magnetic Behavior of FINEMET Thin Magnetic Wires: Glass-Coated, Glass-Removed, and Cold-Drawn / S. Corodeanu, C. Hlenschi, H. Chiriac // Materials. – 2023. – Vol. 16, N. 4. – P. 1340. – DOI: <https://doi.org/10.3390/ma16041340>.
6. Wide-range frequency method to obtain the transverse permeability from impedance measurements / K.D. Sossmeier, G.L. Callegari, L.S. Dorneles, M. Carara // J. Magn. Magn. Mater. – 2008. – Vol. 320, N. 14. – P. e1–e3. – DOI: <https://doi.org/10.1063/1.5129891>.

Основные результаты диссертационной работы представлены в следующих публикациях

1. Fuks, A. The Influence of Internal Stress on the Nanocrystal Formation of Amorphous $\text{Fe}_{73.8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9.1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}$ Microwires and Ribbons / A. Fuks, G. Abrosimova, O. Aksenov [et al.] // Crystals. – 2022. – Vol. 12, N. 10. – P. 1494.
2. Фукс, А.А. Поверхностная кристаллизация аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{73.8}\text{Si}_{13}\text{B}_{9.1}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}$ и $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ / А.А. Фукс, Г.Е. Абросимова, О.И. Аксенов, А.С. Аронин // Физика Твёрдого Тела. – 2023. – Т. 65, № 1. – С. 35–38.
3. Аксенов, О.И. Поверхностная кристаллизация и процессы перемагничивания в аморфных микропроводах / О.И. Аксенов, А.А. Фукс, Г.Е. Абросимова [и др.] // Поверхность. Рентгеновские, Синхротронные и Нейтронные Исследования. – 2023. – № 9. – С. 11–17.
4. Аксенов, О.И. Магнитная доменная структура микропроводов на основе железа после удаления стеклянной оболочки путем скалывания и химического травления / О.И. Аксенов, А.А. Фукс, А.С. Аронин // Поверхность. Рентгеновские, Синхротронные и Нейтронные Исследования. – 2024. – № 1. – С. 11–16.
5. Aksenov, O.I. Observation of zigzag domains in the surface layer of Fe-based microwires by magnetic force microscopy / O.I. Aksenov, S.I. Bozhko, A.A. Fuks, A.S. Aronin // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2024. – Vol. 591, N. 1. – P. 171772.
6. Fuks, A.A. The GMI effect of Fe-based microwires with a partially crystallized near-surface layer / A.A. Fuks, O.I. Aksenov, D.V. Matveev, A.S. Aronin // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2025. – Vol. 614. – P. 172712.
7. Aksenov, O.I. The effect of non-uniform quenching on the surface domain structure of amorphous Fe-based microwires / O.I. Aksenov, S.I. Bozhko, A.A. Fuks, A.S. Aronin // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2025. – Vol. 264. – P. 173032.