

Орлова Надежда Николаевна

**Влияние механических напряжений на структуру, фазовые
превращения и свойства аморфных сплавов**

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте физики твердого тела Российской академии наук (ИФТТ РАН)

Научный руководитель: **Аронин Александр Семенович**, доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Калошкин Сергей Дмитриевич**
доктор физико-математических наук, профессор,
директор Института новых материалов и нанотехнологий
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»» (НИТУ «МИСиС»)

Якимов Евгений Борисович
доктор физико-математических наук,
заведующий Лабораторией локальной диагностики полупроводниковых материалов
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН)

Ведущая организация: Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П.Бардина» (ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)

Защита диссертации состоится «__» _____ 2014 г. в _____ ч. на заседании диссертационного совета Д 002. 1000.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт физики твердого тела Российской академии наук по адресу: 142432, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д.2.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <http://www.issp.ac.ru/main/dis-council.html> Института физики твердого тела РАН

Автореферат разослан «__» _____ 2014 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 002. 1000.01
доктор физико-математических наук

Зверев В.Н.

© Орлова Н.Н., 2014
©ИФТТ РАН, 2014
©ИПХФ РАН, 2014

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Аморфные и нанокристаллические сплавы являются относительно новым классом материалов, демонстрирующим высокий комплекс физических свойств. Важной задачей по совершенствованию существующих и созданию новых материалов является определение физических закономерностей получения новых материалов и определение корреляции структуры со свойствами. Структура аморфных сплавов, полученных методом быстрой закалки из жидкого состояния, является неравновесной. При получении в них возникают области, имеющие нарушения ближнего порядка, и механические напряжения. Такие особенности структуры оказывают значительное влияние на их свойства. Так, внутренние напряжения в аморфных ферромагнетиках приводят к образованию локальной магнитной анизотропии и служат стопорами движению границ доменов. Из-за магнитострикции неоднородное распределение внутренних напряжений может приводить к формированию сложной магнитной (доменной) структуры.

Особый интерес для исследования представляют аморфные сплавы, изготовленные в виде микропровода в стеклянной изоляции. Такие композиционные материалы получают методом Улитовского-Тейлора. Суть метода состоит в непрерывном заполнении жидким металлом стеклянного капилляра, который вытягивается из вертикально расположенной стеклянной трубки вместе с заполняющим ее расплавом, а затем быстро охлаждается (закаляется) и сматывается на бобину. Особенностью этих материалов является наличие сравнительно большого неоднородного поля остаточных напряжений внутри металлической сердцевины, возникающего в процессе их получения. Высокий уровень механических напряжений внутри металлической сердцевины микропровода возникает за счет трех основных источников – это закалка, вытягивание и смотка, а также при охлаждении за счет разницы коэффициентов термического расширения металлической сердцевины и стеклянной оболочки.

Большой интерес к аморфным ферромагнитным микропроводам связан с наличием уникальных магнитных свойств, таких как магнитная бистабильность, эффект гигантского магнетосопротивления (ГМИ), естественный ферромагнитный резонанс (ЕФМР). На сегодняшний день исследованию свойств ферромагнитных микропроводов посвящена большая часть работ. Однако работы по исследованию их структуры практически нет, в особенности это касается экспериментальных исследований атомной и магнитной структуры. Это, в первую очередь, связано с методическими трудностями в приготовлении образцов для исследования из-за малых размеров микропроводов, их формы и наличия стеклянной оболочки. Необходимость структурных исследований является очевидной, поскольку свойства материала, в первую очередь, определяются их структурой. Знание

корреляции структуры и свойств дает как понимание известных свойств микропроводов, так и возможность их совершенствования, получения микропроводов с заданными характеристиками, а также создания новых материалов и устройств на их основе. В данной работе исследуются ферромагнитные провода трех составов металлической сердцевины $\text{Fe}_{73.9}\text{V}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{V}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{V}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$. Эти сплавы имеют типичный для аморфных сплавов химический состав, разные значения константы магнитострикции и являются хорошими объектами для установления зависимости структура-свойства.

Таким образом, исследование структуры и свойств ферромагнитных микропроводов в стеклянной изоляции, а также их эволюции в процессе последующей (после получения) обработки является актуальной задачей.

Цель работы – исследование влияния механических напряжений на атомную и магнитную структуру, фазовые превращения и свойства аморфных ферромагнитных микропроводов $\text{Fe}_{73.9}\text{V}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{V}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{V}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$ в стеклянной изоляции:

- установление роли напряжений в формировании структуры, свойств и их изменении в процессе термической обработки.
- определение корреляции между структурой и свойствами.

Для реализации поставленных целей были решены следующие задачи:

1. Создание и отработка методик исследования структуры микропровода с помощью методов рентгеноструктурного анализа и электронной микроскопии, а также магнитной структуры и свойств методами магнито-опических индикаторных пленок (МОИП), магнито-силовой сканирующей микроскопии и вибрационной магнитометрии;

2. Исследование фазовых превращений и морфологических особенностей кристаллизации в металлической сердцевине аморфного микропровода при изотермических отжигах образцов трех составов $\text{Fe}_{73.9}\text{V}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{V}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{V}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$ методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии;

3. Исследование влияния напряжений, наведенных стеклянной оболочкой на фазовые превращения и морфологию структуры металлической сердцевины микропровода;

4. Исследование магнитной структуры микропровода и причин ее формирования с помощью метода вибрационной магнитометрии, метода магнитоопических индикаторных пленок, магнито-силовой сканирующей микроскопии;

5. Исследование изменения магнитной структуры и свойств микропровода при понижении уровня механических напряжений с помощью изотермического отжига и удаления стеклянной оболочки.

Научная новизна

1. На основании полученных данных о фазовых превращениях при нагреве аморфных микропроводов составов $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{B}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$ предложена методика определения доли кристаллической фазы в частично-кристаллических микропроводах по данным рентгенографии. Построена градуировочная кривая для определения доли кристаллической фазы в случае преимущественного образования при кристаллизации одной фазы.

2. Экспериментально установлено влияние уровня напряжений, наведенных стеклянной изоляцией, на структуру и фазовые превращения в аморфных микропроводах $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{B}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$:

- Установлено, что в микропроводах кристаллизация начинается при более низких температурах, чем в аморфных лентах идентичного состава;
- Обнаружено, что понижение уровня напряжений (путем удаления стеклянной оболочки), приводит к замедлению процесса кристаллизации в микропроводах на основе Fe и Co, проявляющееся в образовании меньшего количества кристаллических выделений и их меньшего размера;
- Обнаружено наличие полос сдвига в микроструктуре микропроводов, аналогичных полосам сдвига, возникающим в аморфных сплавах при деформационном воздействии. Образование полос сдвига свидетельствует о деформации аморфного сплава под действием напряжений, наведенных стеклянной оболочкой.

3. Впервые методами магнитооптических индикаторных пленок и магнито-силовой сканирующей микроскопии экспериментально исследована и визуализирована магнитная структура аморфного микропровода на основе Fe с положительной магнитострикцией. Показано, что магнитная (доменная) структура микропровода состоит из протяженных центральных цилиндрических доменов с намагниченностью вдоль оси провода и поверхностного слоя радиально намагниченных кольцевых доменов. Кольцевые домены в поверхностном слое с радиальной намагниченностью по направлению от оси и к оси провода располагаются поочередно. Ширина доменов поверхностного магнитного слоя около 5 мкм. Толщина поверхностного магнитного слоя – 1,5-2 мкм. На основании полученных экспериментальных результатов предложена модель магнитной структуры микропровода с положительной магнитострикцией.

4. Экспериментально установлено влияние напряжений, наведенных стеклянной изоляцией, на магнитные свойства и структуру микропровода с положительной магнитострикцией. Обнаружено, что уменьшение уровня напряжений (при снятии оболочки) приводит к уменьшению коэрцитивной силы в отожженных и неотожженных образцах.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Результаты исследования влияния механических напряжений на термическую стабильность аморфных сплавов, полученных путем изучения кристаллизации аморфных микропроводов в стеклянной оболочке составов $\text{Fe}_{73.9}\text{V}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{V}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{V}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$.
2. Установление фазовых превращений при распаде аморфного состояния в микропроводах, определение температурных интервалов существования фаз и морфологических особенностей образующихся кристаллов.
3. Определение магнитной (доменной) структуры, гистерезисных свойств аморфного микропровода с положительной магнитострикцией и их зависимости от механических напряжений.
4. Модель магнитного (доменного) строения аморфного микропровода с положительной магнитострикцией

Практическая значимость

Полученные в настоящей работе результаты позволяют расширить представление о структуре и свойствах исследованных составов ферромагнитных микропроводов. Проведенные исследования дают понимание причин формирования атомной и магнитной структуры и ее изменения в условиях повышения температуры, действия напряжений, в процессе намагничивания при различных условиях, а также влияния данных факторов на их свойства. Это позволяет в одних случаях улучшить свойства материалов с помощью соответствующе подобранных режимов последующей обработки, в других – получать материалы с заданными характеристиками, либо разработать новые на их основе.

Личный вклад автора состоит в разработке методик препарирования и подготовке образцов для исследования, получение экспериментальных результатов, их обработка и анализ, участие в обсуждении и интерпретации полученных результатов, написании статей и подготовке докладов на научных конференциях.

Апробация работы

Основные результаты диссертации докладывались на следующих конференциях:

IV Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2008», Москва, МИСиС, 2008 г.;

XXII Российской конференции по электронной микроскопии ЭМ-2008», г. Черногоровка, 2008 г.;

VI Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов, Москва, ИМЕТ, 2009 г. (доклад отмечен дипломом);

XXIII Российской конференции по электронной микроскопии РКЭМ-2010. г. Черногоровка, 2010 г.;

Санкт-Петербургской международной научно-технической конференции «Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ-2010)», г. Санкт-Петербург 2010 г.;

VII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов. «Физико-химия и технология неорганических материалов». Москва, ИМЕТ 2010 г. (доклад отмечен дипломом);

IX Всероссийской конференции «Физико-химия ультрадисперсных (нано-) систем» – ГОУВПО «Удмуртский государственный университет», Ижевск, 2010;

XXIII Российской конференции по электронной микроскопии РКЭМ-2010, г. Черногоровка, 2010 г.;

IV Всероссийской конференции по наноматериалам НАНО 2011, Москва, 2011;

XXIV Российской конференции по электронной микроскопии (РЭКМ-2012) г. Черногоровка, 2012г.;

«Soft Magnetic Materials 19» – Torino, Italy, 2009;

«XXI Conference on Applied Crystallography» - Poland 2009;

11-ой Международной конференции «Высокие давления – 2010. Фундаментальные и прикладные аспекты». г. Судак, Крым, Украина, 2010 г. (доклад отмечен грамотой).

Публикации

По результатам работы опубликовано 5 статей, из них 3 в изданиях из перечня ВАК

Объем и структура диссертации

Диссертация изложена на 133 страницах, состоит из введения, пяти глав, заключения, и содержит 57 рисунков, 15 таблиц, список используемых источников из 101 наименования.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении представлена общая характеристика работы, обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследования, отражена научная новизна и практическая значимость, приведены основные положения, выносимые на защиту, и описана структура диссертации. Также представлены сведения об апробации результатов работы.

В главе 1 представлен обзор литературы посвященной особенностям получения литых аморфных микропроводов в стеклянной изоляции, современным исследованиям магнитных свойств ферромагнитных аморфных микропроводов, обсуждаются причины возникновения высокого уровня механических напряжений в металлической сердцевине микропроводов при получении и наличие анизотропии свойств и структуры. Также в главе

приведены расчетные данные по значениям и распределению механических напряжений в микропроводах после получения, описаны современные представления о магнитной структуре микропроводов с положительной и отрицательной константой магнитострикции. В конце главы представлены выводы и постановка задачи исследования.

В главе 2 описаны исследуемые образцы, методики их обработки и подготовки для исследования, основные методы исследования. Исследование эволюции структуры, фазового состава, морфологии и влияния механических напряжений при термообработке (изотермических отжигах) проводились методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии. Описаны разработанные методики приготовления образцов для исследования. Магнитная структура, магнитные свойства и влияние механических напряжений проводилось методами магнитооптических индикаторных пленок вибрационной магнитометрии и магнито-силовой сканирующей микроскопии. Для контроля подготовленных образцов для исследования использовалась также сканирующая электронная микроскопия.

Главы 3-5 содержат основные результаты.

В главе 3 описаны результаты исследования атомной структуры, фазовых превращений и морфологии структуры микропроводов в процессе термической обработки. Исследованы образцы микропроводов в процессе термической обработки – изотермических отжигов. Отжиги образцов микропроводов проводились в интервале температур 380-600°C. Продолжительность отжигов во всех экспериментах составляла 1 час. На рисунках 1, 2 и 3 представлены рентгенограммы образцов микропроводов исходного и после изотермических отжигов при различных температурах составов $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{B}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$ соответственно. (Рентгенограммы образцов микропроводов, отожженных при 380°C соответствовали рентгенограммам исходных образцов и на рисунках не приводятся) Кристаллизация микропровода на основе Fe начинается при 420°C с образования кристаллов $\alpha\text{-Fe}$ ($\text{Im}\bar{3}\text{m}$) и твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ ($\text{Im}\bar{3}\text{m}$, $a = 2.0092 \text{ \AA}$) При температуре 600°C микропровод становится полностью кристаллическим и многофазным. Преобладающей фазой является фаза Fe(Si). Кристаллизация микропровода на основе Co начинается при температуре 400°C с выделения кристаллов -Co ($\text{P6}_3/\text{mmc}$). При температуре 600°C микропровод также становится полностью кристаллическим и многофазным. Микропровод на основе Ni начинает кристаллизоваться также при температуре 400°C с выделения сразу нескольких фаз: Ni ($\text{Fm}\bar{3}\text{m}$), Ni_3Si_2 ($\text{Cmc}2_1$), Ni_3B (Pnma). При температуре 600°C микропровод становится полностью кристаллическим и многофазным. Обнаружено, что метастабильная кристаллическая фаза Ni_3Si_2 существует в температурном интервале от 450°C и ниже 600°C и не наблюдается в составе полностью кристаллических образцов.

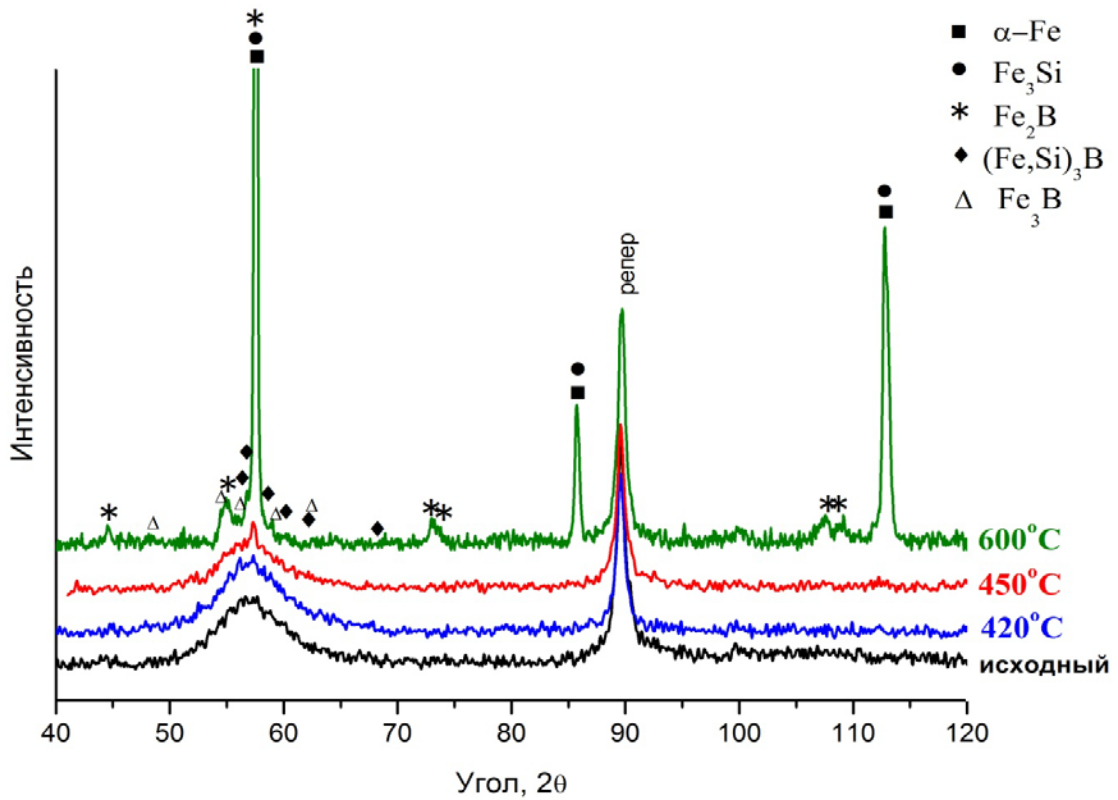


Рисунок 1. Рентгенограммы исходных и отожженных при различных температурах образцов микропровода на основе железа.

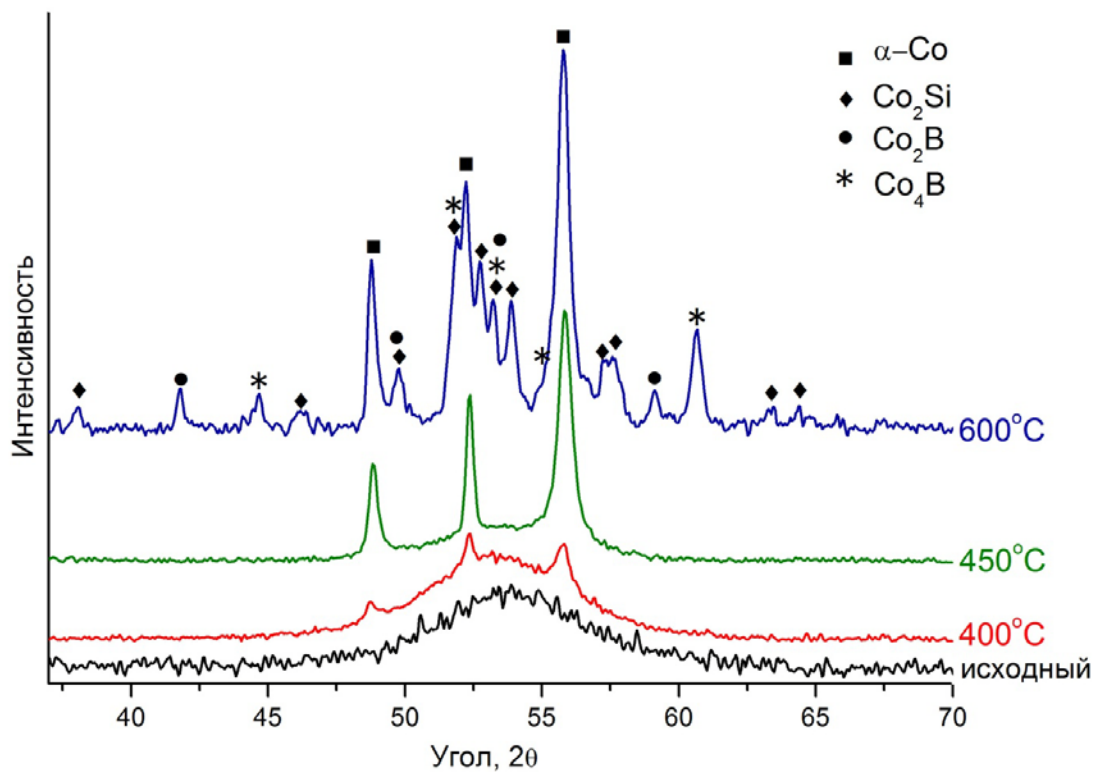


Рисунок 2. Рентгенограммы исходного и отожженного при различных температурах образцов микропровода на основе кобальта.

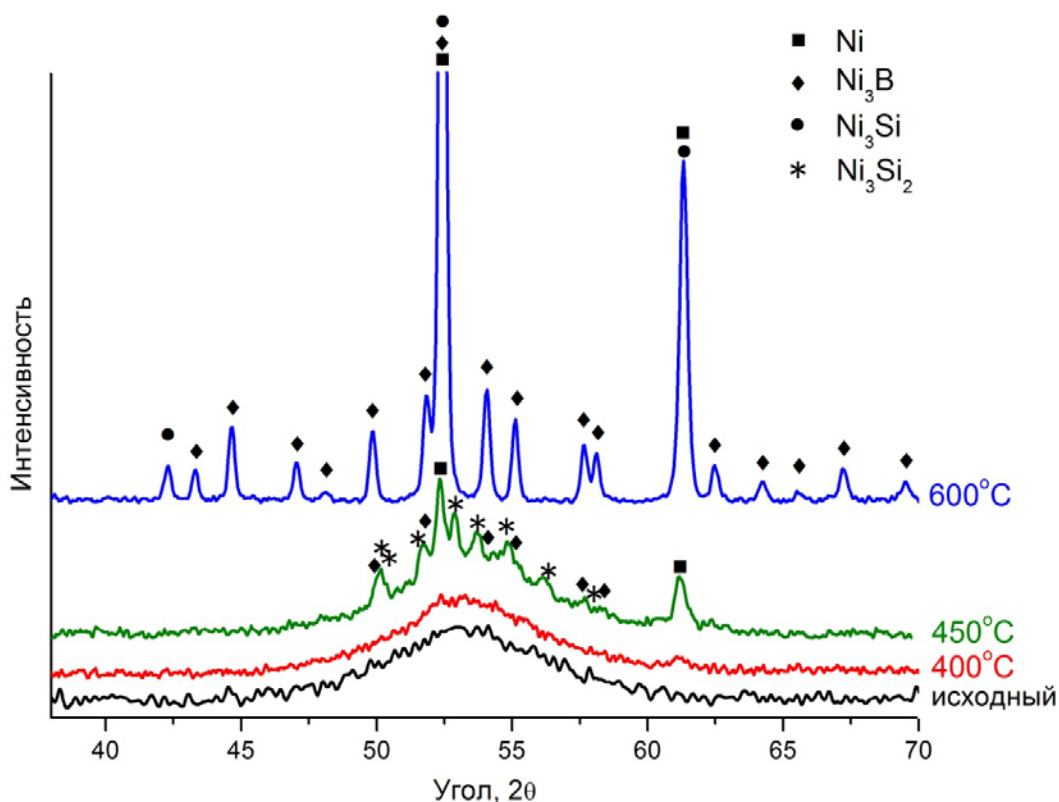
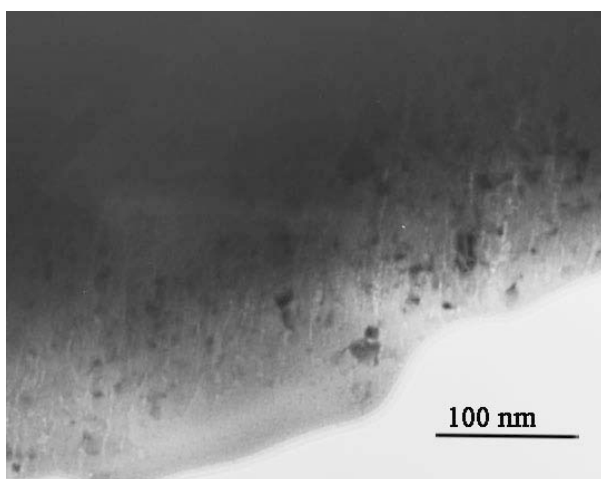


Рисунок 3. Рентгенограммы исходного и отожженных при различных температурах образцов микропровода на основе никеля.

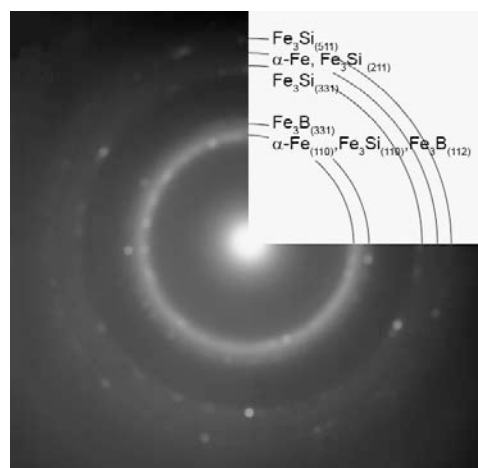
Полученные значения температуры начала кристаллизации в микропроводах меньше известных значений для аморфных лент идентичного состава на 10-100°C. Т.е. в микропроводах кристаллизация начинается раньше, чем в аморфных лентах идентичного состава.

Исследована морфология структуры микропроводов составов $Fe_{73.9}V_{13.2}Si_{10.9}C_2$, $Co_{73.6}V_{11.2}Si_{13}C_2$, $Ni_{73.1}V_{13.5}Si_{11.4}C_2$ на начальной стадии кристаллизации. На рисунках 4, 5, 6 представлены полученные электронно-микроскопические изображения. Показано, что при температурах отжига 400-420°C структура микропроводов аморфно-кристаллическая. Размер кристаллов составляет 5-30 нм. В аморфных лентах на данном этапе нанокристаллы не наблюдаются, а размер кристаллов, после первой стадии кристаллизации, как правило, больше 100 нм (Рисунок 7).

Также на электронно-микроскопических изображениях всех трех составов микропроводов обнаружены полосы деформации, свидетельствующие о том, что кристаллизация проходит в условиях высокого уровня механических напряжений в микропроводе.

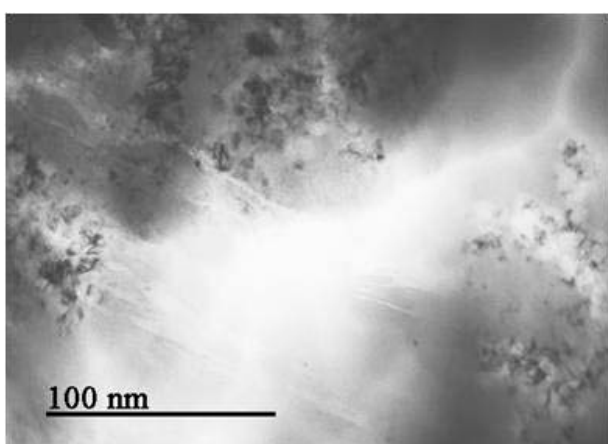


а)

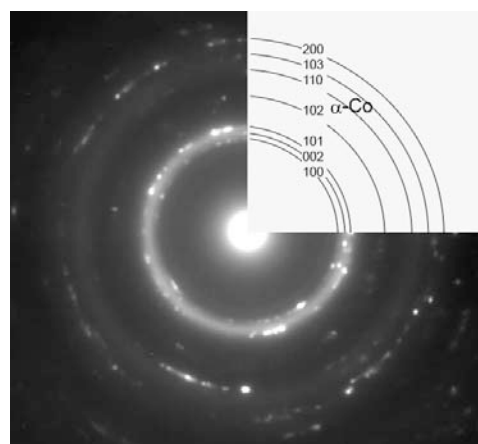


б)

Рисунок 4. Электронно-микроскопические изображения структуры микропровода на основе Fe: **а)** микропровод, отожженный при температуре 420°C в течение 1 часа – светлопольное изображение и дифракция (во врезке); **б)** электронограмма и ее индексация.

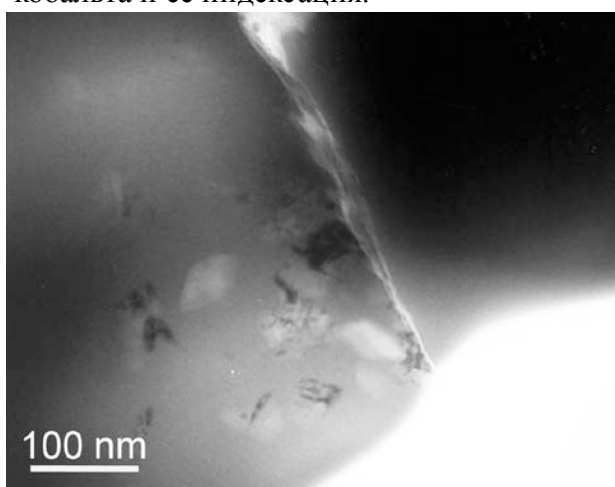


а)

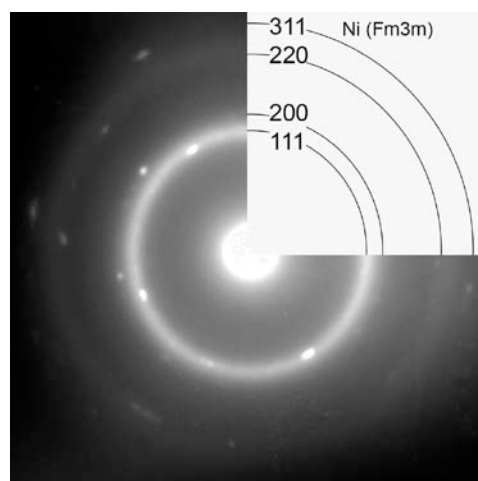


б)

Рисунок 5. Электронно-микроскопическое изображение микропровода на основе кобальта: **а)** отожженный при 400°C микропровод на основе кобальта – светлопольное изображение; **б)** электронограмма отожженного при 400°C микропровода на основе кобальта и ее индексация.



а)



б)

Рисунок 6. Электронно-микроскопическое изображение структуры микропровода на основе никеля: **а)** светлопольное изображение и электронограмма (во врезке), **б)** электронограмма и ее индексация.

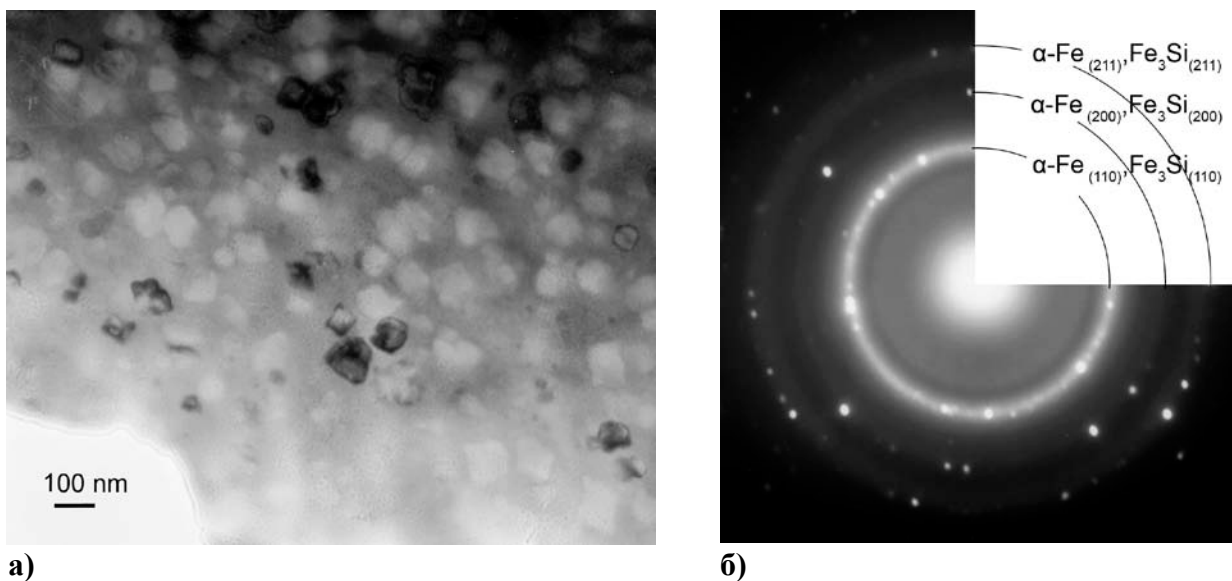
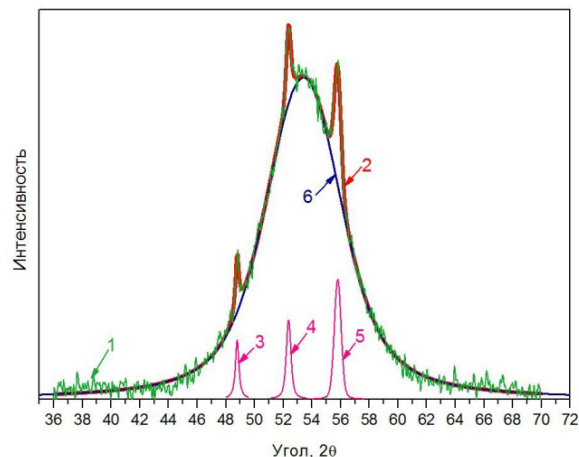
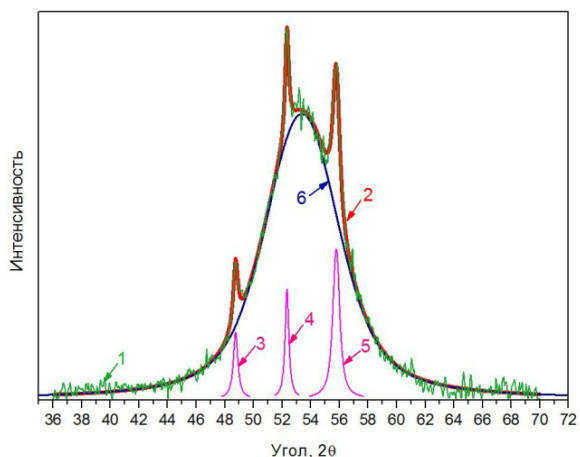


Рисунок 7. Микроструктура сплава $\text{Fe}_{74,9}\text{B}_{9,5}\text{Si}_{10,6}\text{C}_5$, отожженного при температуре 450°C в течение 1 часа: а) светлопольное электронно-микроскопическое изображение б) электронная дифракция с расшифровкой.

В главе 4 методами рентгеноструктурного анализа и электронной микроскопии исследованы особенности структуры и фазовых превращений в микропроводах при снижении уровня механических напряжений путем снятия стеклянной оболочки. Количественный анализ рентгенограмм, проведенный с помощью модельного описания экспериментальных кривых, как показано на рисунке 8 на примере микропровода на основе Co , показал, что после часового отжига при 420°C в образце микропровода на основе Fe , отожженном в изоляции, доля кристаллической фазы в 1.5 раза больше, чем в образце, отожженном без изоляции. В случае микропровода на основе Co при отжиге при 400°C в образце, отожженном в изоляции доля кристаллической фазы в 1.7 раза больше, чем в образце, отожженном без изоляции. Это означает, что в микропроводах, отожженных в оболочке, кристаллизация начинается раньше, чем в микропроводах, отожженных без оболочки, т.е. большее значение поля механических напряжений способствует кристаллизации.

Электронно-микроскопические исследования структуры микропроводов, отожженных в оболочке и без оболочки (рисунки 9 а, б, 10 а, б) показывают, что в образце микропровода на основе Fe , отожженном в оболочке, средний размер кристаллических выделений составляет 5 нм в случае микропровода, отожженного без оболочки – 8 нм.



а)

б)

Рисунок 8. Рентгенограмма образца микропровода на основе кобальта, отожженного при 400°C в течение 1 ч. Экспериментальная кривая (1) и рассчитанные кривые: аморфная фаза (6), кристаллическая фаза (3, 4, 5) и суммарная (аморфная + кристаллическая) (2).

(а) микропровод, отожженный в стеклянной оболочке;

(б) микропровод, отожженный без оболочки.

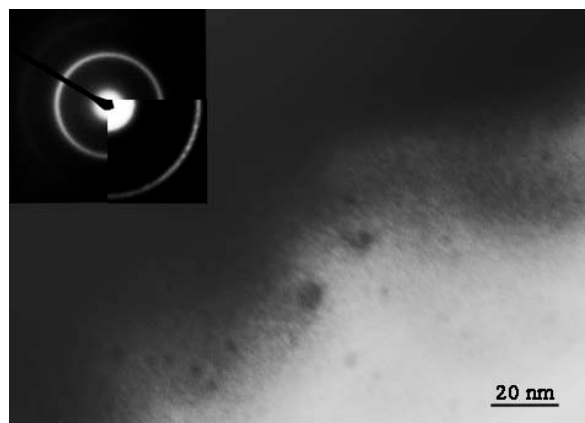
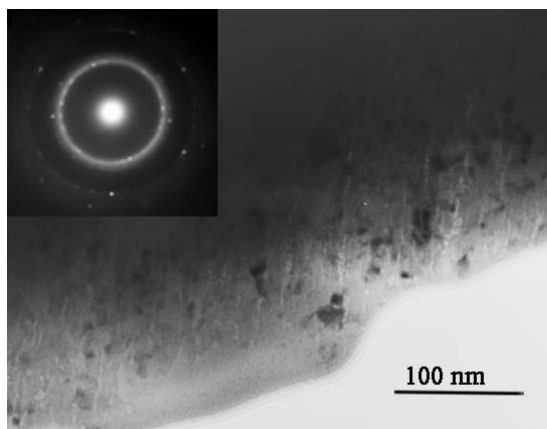


Рисунок 9а. Микропровод на основе Fe, отожженный без оболочки при температуре 420°C.

Рисунок 9б. Микропровод на основе Fe, отожженный в оболочке при температуре 420°C.

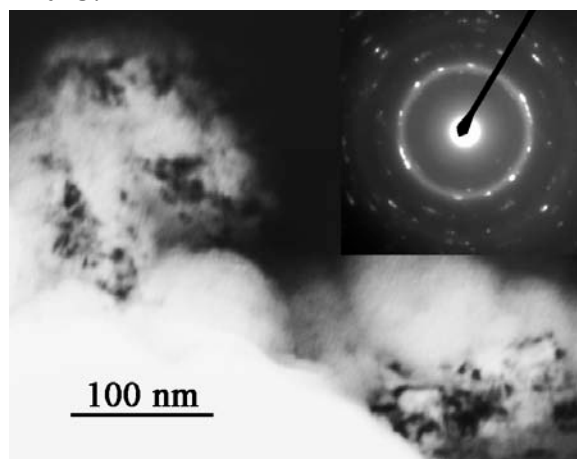
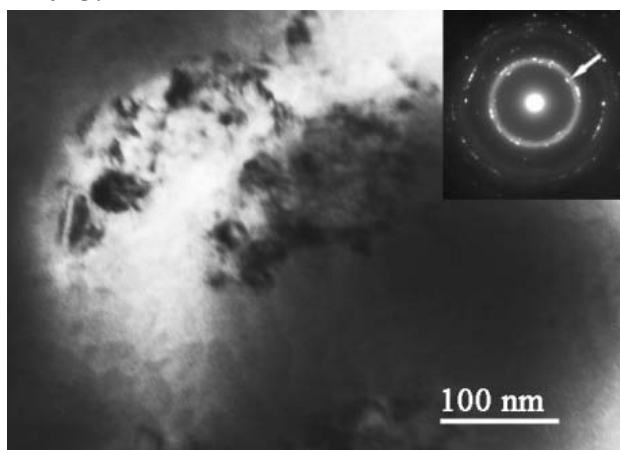


Рисунок 10а. Микропровод на основе Co. Отжиг 400°C, 1 ч., без оболочки.

Рисунок 10б. Микропровод на основе Co. Отжиг 400°C 1 ч., без оболочки.

В случае микропровода на основе Co наблюдается различие в размерах скоплений кристаллической фазы: в образце, отожженном в оболочке, размер скоплений кристаллических включений 150-200 нм., тогда как в микропроводе, отожженном без оболочки – 200-300 нм.

Т.е. в условиях большей величины поля механических напряжений размер кристаллических выделений меньше, чем в образцах с пониженным уровнем поля механических напряжений.

На основании полученных результатов предположено, что ускорение процесса кристаллизации в аморфных микропроводах связано с компенсацией объемного эффекта кристаллизации за счет наличия высокого уровня растягивающих механических напряжений в металлической сердцевине микропроводов.

Таким образом, наличие высокого уровня механических напряжений в микропроводах снижает температуру начала кристаллизации аморфных сплавов и оказывает влияние на морфологию и состав образующихся кристаллов.

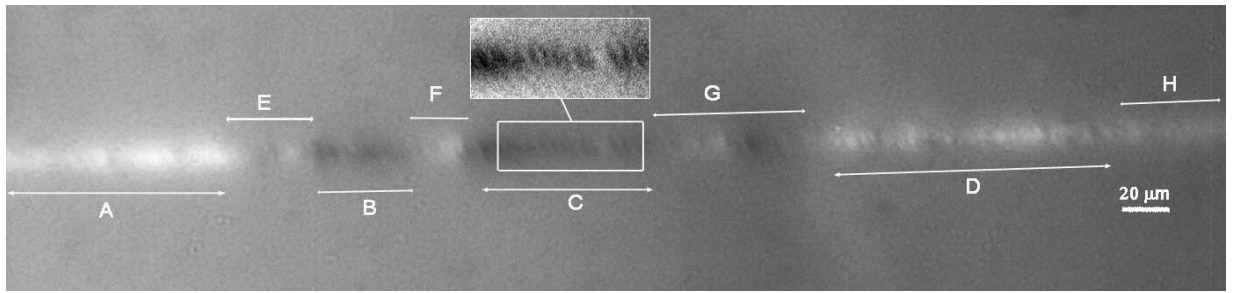
В главе 5 на примере микропровода с положительной магнитострикцией проведены исследования роли напряжений в формировании магнитной структуры и ее изменении при уменьшении поля остаточных напряжений, а также влияния уровня механических напряжений на магнитные свойства. Исследование гистерезисных свойств проводилось методом вибрационной магнитометрии. Магнитная структура микропровода впервые экспериментально исследовалась методами магнитооптических индикаторных пленок и магнито-силовой сканирующей микроскопии.

Обнаружено уменьшение значения коэрцитивной силы 1,5-2 раза при уменьшении уровня механических напряжений за счет снятия стеклянной оболочки и низкотемпературного отжига. Согласно теории коэрцитивная сила за счет анизотропии напряжений по порядку величины

$$H_c \sim \frac{\lambda_s \sigma}{I_s} .$$

Видно, что значение коэрцитивной силы прямо пропорционально величине напряжений. Это означает, что уменьшение напряжений при стравливании стеклянной оболочки и релаксационном отжиге действительно должно приводить к уменьшению величины коэрцитивной силы, как и наблюдается в эксперименте.

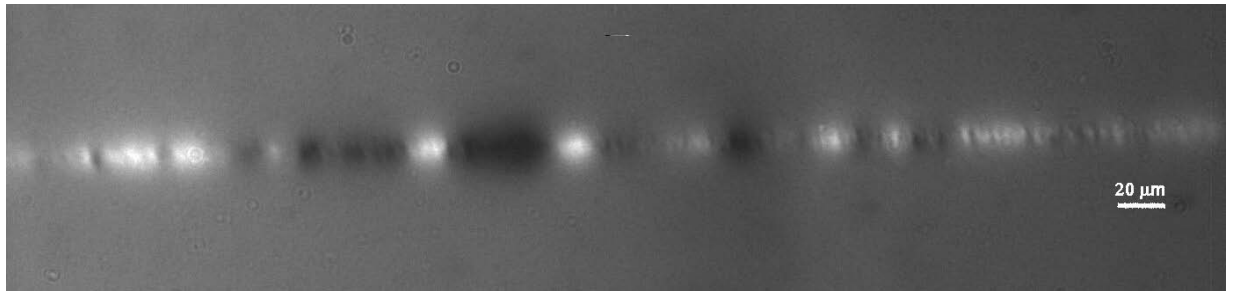
Впервые визуализирована магнитная структура микропровода с положительной магнитострикцией. На рисунке 11 представлены магнитооптические изображения магнитной структуры микропровода с положительной магнитострикцией (вдоль образца микропровода) исходного (Рисунок 11а) и в процессе намагничивания (Рисунок 11 б,в,г,д). На микрофотографии исходного образца микропровода (в центре фотографии) по всей длине отрезка наблюдается мелкий периодический контраст в виде темных и светлых поперечных полос (как видно при увеличении участка фотографии во врезке). Их период составляет около 5 мкм.



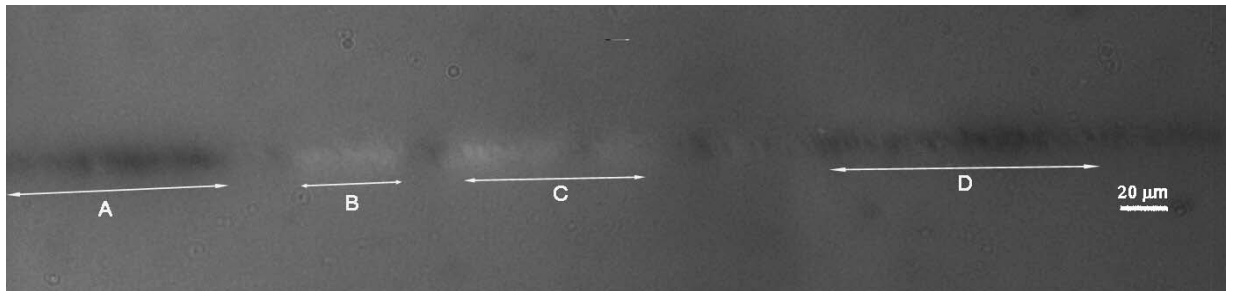
а)



б)



в)



г)

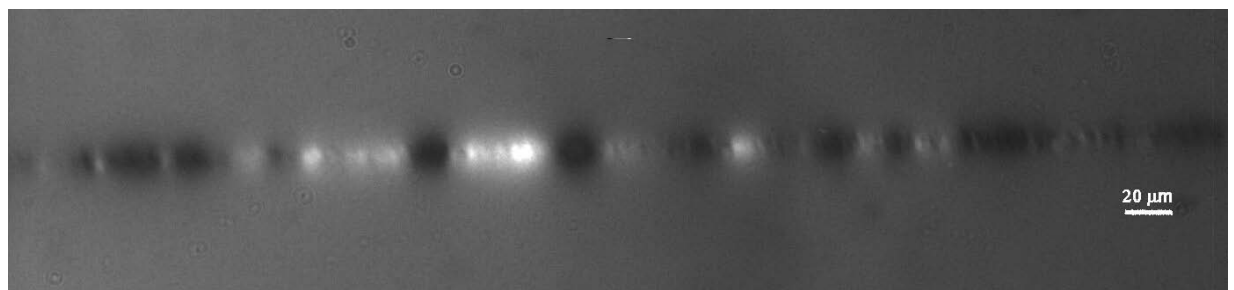


Рисунок 11. Магнитооптическое изображение магнитной структуры исходного микропровода на основе железа: **а)** без приложенного внешнего магнитного поля ($H_{вн} = 0$), **б)** в приложенном внешнем магнитном поле $H_{вн} = 0,5$ Э **в)** в приложенном внешнем магнитном поле $H_{вн} = 76$ Э **г)** в приложенном внешнем магнитном поле $H_{вн} = 1,3$ Э, **д)** в приложенном внешнем магнитном поле $H_{вн} = 110$ Э.

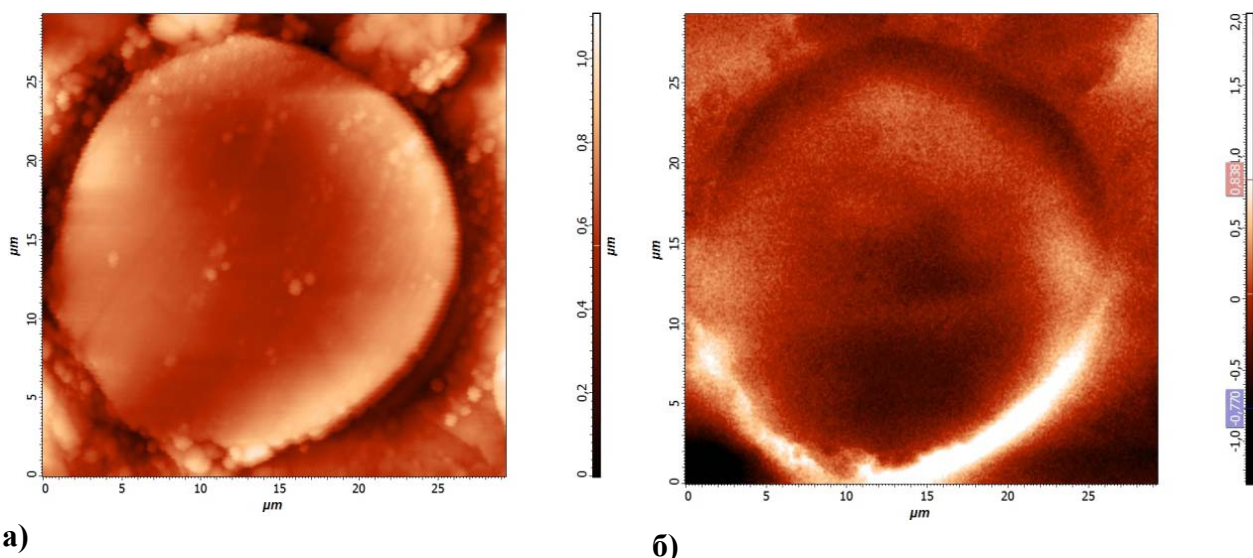
Кроме того, на изображении вдоль микропровода присутствуют также протяженные темные и светлые области размером от 50-ти до 120 мкм, и менее интенсивные переходные области. На рисунке 13а они отмечены стрелками: темные – области В, С, светлые – области А, Д, переходные – области Е, F, G, H.

По результатам анализа полученных изображений исходного микропровода и в процессе намагничивания установлено, что мелкий периодический контраст в виде чередующихся поперечных темных и светлых полос соответствует доменам поверхностного магнитного слоя с радиальным направлением намагниченности, где темные и светлые полосы соответствуют противоположным ориентациям – к о си провода и от оси. Соответственно ширина поверхностных доменов составляет около 5 мкм. Контраст от протяженных областей провода длиной 50 120 мкм также обусловлен радиальными компонентами вектора магнитного момента, но соответствующий доменам магнитной сердцевины, результирующее направление намагниченности которых – вдоль оси провода. Наблюдаемые области с наличием радиальной составляющей вектора магнитного момента связаны с неоднородностью распределения напряжений внутри металлической сердцевины по длине провода. Это приводит к появлению областей с небольшим отклонением от оси направлением намагниченности (т.е. флуктуациям намагниченности) цилиндрических доменов сердцевины вдоль провода.

Методом магнито-силовой сканирующей микроскопии получены изображения магнитной структуры микропровода с положительной магнитострикцией на торце. Для данного исследования был подготовлен шлиф торца микропровода (длина образца составляла 10 мм). Изображения представлены на рисунке 12 а,б.

Магнито-силовой контраст на изображении 12 б состоит из внутренней области торца провода и опоясывающего кольца или кольцевого слоя по краю (поверхности) провода. При этом половина слоя темная, другая половина – светлая, а также есть небольшая переходная область между темной и светлой частями кольцевого слоя. Толщина наблюдаемого кольцевого слоя находится в интервале 1,5-2 μm . Полученный контраст соответствует кольцевому домену с радиальным направлением намагниченности, например, от оси провода.

Толщина его составляет 1,5-2 мкм. Данный метод позволил экспериментально наблюдать структуру доменов поверхностного магнитного слоя и определить их размер. В соответствие с результатами магнито-оптического исследования и исследования методом магнито-силовой сканирующей микроскопии предложена схема доменной структуры микропровода с положительной магнитострикцией, представленная на рисунке 13.



а) **б)**
Рисунок 12. а) Атомно-силовое изображение торца микропровода (топография поверхности), б) магнитно-силовое изображение (фазовый контраст).

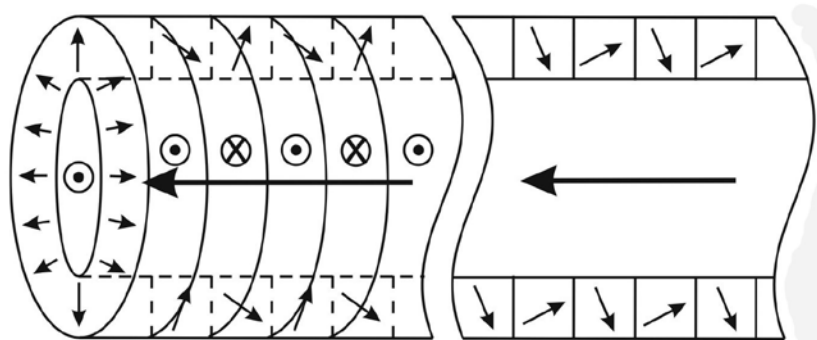


Рисунок 13. Схема предложенной модели магнитной структуры микропровода на основе Fe с положительной магнитострикцией.

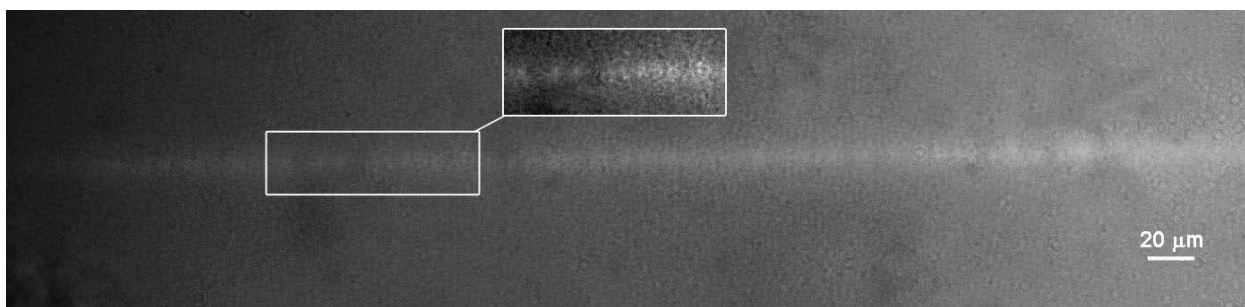
Также в главе 5 описаны исследования влияния низкотемпературного отжига на магнитную структуру микропровода. На рисунке 12 представлено магнитооптическое изображение микропровода с положительной магнитострикцией после отжига при температуре 380°C в течение 1 часа.

На магнитооптическом изображении отожженного образца микропровода не наблюдается контраста от доменов магнитной сердцевины и контраст от поверхностных доменов становится менее интенсивный. Согласно анализу полученных изображений (Рисунок 14 б), различия в ширине поверхностных доменов по сравнению с исходным образцом, не наблюдается.

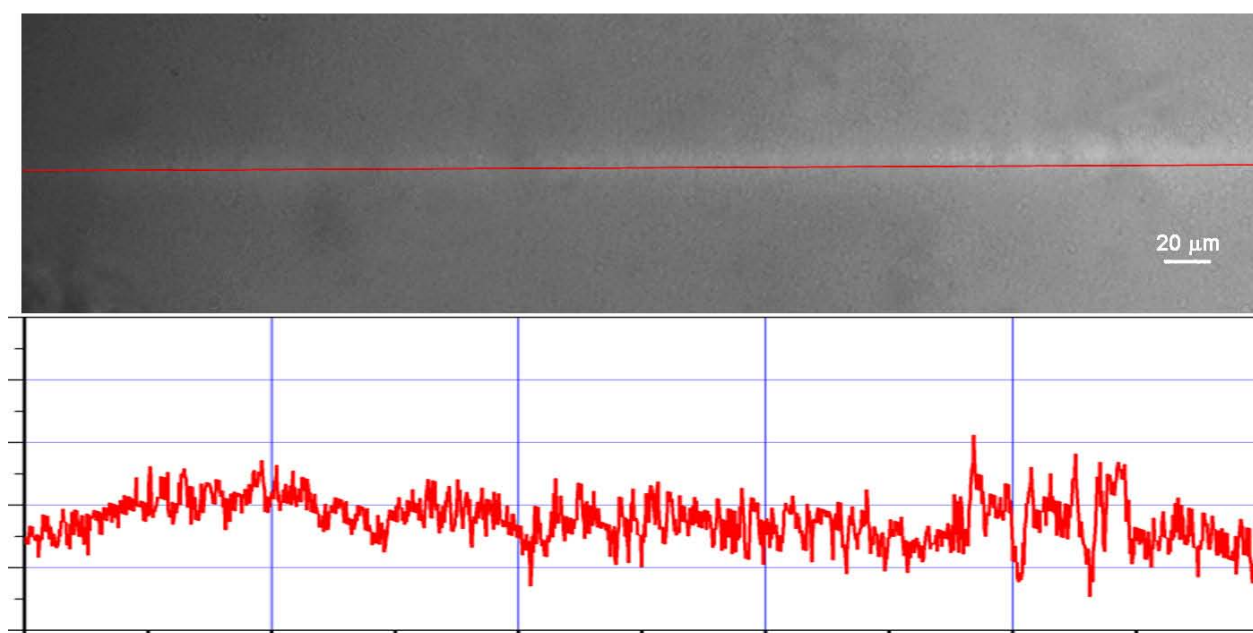
Отсутствие контраста от внутренних цилиндрических доменов на магнитооптическом изображении свидетельствует о том, что после отжига отклонений (флуктуаций) намагниченности от направления оси провода, связанное с неоднородностью поля остаточных напряжений по длине провода, не наблюдается. Т.е. низкотемпературный отжиг микропровода

приводит к релаксации остаточных напряжений и уменьшению величины их радиальной компоненты.

Таким образом, на основании полученных результатов визуализации магнитной структуры микропровода с положительной магнитострикцией получена схема магнитной структуры микропровода, впервые экспериментально определены характерные размеры доменной структуры, а также показано влияние уменьшения уровня остаточных напряжений с помощью низкотемпературного отжига на магнитную структуру микропровода с положительной магнитострикцией.



а)



б)

Рисунок 14. Магнитооптическое изображение магнитной структуры отожженного при 380°C микропровода на основе Fe: **а)** магнитооптическое изображение, **б)** линейный профиль.

ВЫВОДЫ

1. Исследована кристаллизация аморфных ферромагнитных микропроводов составов $\text{Fe}_{73.9}\text{B}_{13.2}\text{Si}_{10.9}\text{C}_2$, $\text{Co}_{73.6}\text{B}_{11.2}\text{Si}_{13}\text{C}_2$, $\text{Ni}_{73.1}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{11.4}\text{C}_2$ в условиях высокого уровня механических напряжений, создаваемых при получении микропроводов в процессе закалка, вытягивания и смотки, а также разница коэффициентов термического расширения металлической сердцевины и стеклянной оболочки. Показано, что напряжения приводят к понижению температуры кристаллизации аморфных микропроводов по сравнению с быстрозакаленными лентами сплавов того же состава, при часовом изотермическом отжиге температура кристаллизации микропроводов составляет 400°C для микропроводов на основе Co и Ni и 420°C – для микропровода на основе Fe. Полученные значения на $10\text{--}100^\circ\text{C}$ ниже по сравнению с известными значениями для аморфных лент идентичного состава.
2. Исследованы фазовые превращения в микропроводах в интервале температур от 400°C (температуры начала кристаллизации) до 600°C . Показано, что микропровод на основе Fe начинает кристаллизоваться при температуре 420°C с выделения кристаллов $\alpha\text{-Fe}$ ($\text{Im}\bar{3}\text{m}$) и твердого раствора $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ ($\text{Im}\bar{3}\text{m}$). При температуре 600°C микропровод становится полностью кристаллическим и многофазным. Преобладающей фазой является фаза Fe(Si). Кристаллизация микропровода на основе Co начинается при температуре 400°C с выделения кристаллов -Co ($\text{P6}_3/\text{mmc}$). При температуре 600°C микропровод становится полностью кристаллическим и многофазным. Микропровод на основе Ni начинает кристаллизоваться при температуре 400°C с выделения нескольких фаз: Ni ($\text{Fm}\bar{3}\text{m}$), Ni_3Si_2 ($\text{Cmc}2_1$), Ni_3B (Pnma). При температуре 600°C микропровод становится полностью кристаллическим и многофазным. Обнаружено, что метастабильная кристаллическая фаза Ni_3Si_2 существует в температурном интервале от 450°C до 600°C .
3. Проведенные исследования структуры микропроводов на начальной стадии кристаллизации показали наличие кристаллов размером $5\text{--}30$ нм., неравномерно распределенных в аморфной матрице. Обнаружены полосы деформации в аморфной фазе, вызванные высоким уровнем напряжений в микропроводе.
4. Исследована зависимость стабильности аморфной фазы от уровня внутренних напряжений. Показано, что напряжения, наведенные стеклянной оболочкой, ускоряют процесс кристаллизации на начальной стадии в случае микропроводов на основе Fe и Co, причем в микропроводе на основе Co ускорение процесса кристаллизации на начальной стадии проявляется более выражено. Обнаружено, что различия в кинетике кристаллизации коррелируют с различными по величине объемными эффектами образования соответствующих кристаллических фаз.

5. Впервые методами магнито-силовой сканирующей микроскопии, магнитооптических индикаторных пленок и вибрационной магнитометрии исследована магнитная структура и свойства микропровода на основе аморфного сплава с положительной константой магнитострикции. Доменная структура микропровода состоит из центральных цилиндрических доменов с намагниченностью вдоль оси провода и поверхностного слоя радиально намагниченных кольцевых доменов. Кольцевые домены в поверхностном слое с радиальной намагниченностью по направлению от оси и к оси провода располагаются поочередно. Ширина доменов поверхностного магнитного слоя составляет 5 мкм. Толщина поверхностного магнитного слоя – 1,5-2 мкм.
6. Исследовано влияние уровня напряжений на магнитную структуру и магнитные свойства микропровода с положительной магнитострикцией. Показано, что коэрцитивная сила исходных аморфных микропроводов при понижении напряжений за счет снятия оболочки и низкотемпературного отжига уменьшается в 1,5-2 раза (с 1,3 Э до 0,9-0,6 Э).

**Основные содержание диссертационной работы представлено в
следующих публикациях**

Статьи в научных рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК

1. Об определении доли кристаллической фазы в аморфно-кристаллических сплавах / Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, **Н.Н. Холстинина** // Физика твердого тела – Том 52, Вып. 3, 2010. – с.417-423.
2. Влияние стеклянной оболочки на кристаллизацию аморфных микропроводов на основе железа и кобальта / Г. Е. Абросимова, А. С. Аронин, **Н. Н. Холстинина** // Физика металлов и металловедение. – Том 110, № 1, 2010. – с. 1–7.
3. Magnetic structure and magnetization process of the glass-coated Fe-based amorphous microwire / **N. N. Orlova**, A. S. Aronin, S. I. Bozhko, Yu. P. Kabanov, and V. S. Gornakov // Journal of Applied Physics. – Vol. 111, 2012. – pp. 073906-1 – 073906-7.

Статьи в сборниках трудов конференций

4. Структура микропроводов на основе Fe и Co и ее эволюция с температурой / **Холстинина Н. Н.** // VI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов. Сборник статей. – 2009, с. 82.
5. Атомная и магнитная структура и свойства ферромагнитных микропроводов / **Орлова Н.Н.** // VII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов. «Физико-химия и технология неорганических материалов». Сборник статей под редакцией академика РАН Ю.В. Цветкова и др. – М: Интерконтакт Наука, 2010, с. 50-52.

Тезисы докладов на конференциях

6. О.Г. Рыбченко, Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, Д.В. Матвеев, **Н.Н. Холстинина**, М. Varisco / Структурная устойчивость и особенности кристаллизации аморфных микропроводов на основе Fe, Co и Ni // IV Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» ПРОСТ-2008: Тезисы докладов. – Москва, МИСиС, 2008. – с.147.
7. О.Г. Рыбченко, Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, Д.В. Матвеев, **Н.Н. Холстинина** / Исследование структурных превращений в микропроводах с помощью электронной микроскопии // XXII Российская конференция по электронной микроскопии ЭМ-2008: Тезисы докладов. – г. Черногоровка, 2008. – с.193.
8. **N.N. Kholstinina**, A.S. Aronin, G.E. Abrosimova, O.G. Rybchenko, D.V. Matveev / Study of glass-coating Fe-, Co- and Ni-based microwires structure and phase transformations at the annealing // «XXI Conference on Applied Crystallography»: Book of Abstracts. – Zakopane, Poland 2009. – p. P42.

9. A.Aronin, G.Abrosimova, **N.Kholstinina** / Fe-based microwire: structure and magnetic structure // “Soft Magnetic Materials 19”: Book of Abstracts. – Torino, Italy, 2009, p. D1-02.
10. **Н.Н. Холстинина**, А.С. Аронин, Г.Е. Абросимова / Исследование структуры и особенностей кристаллизации микропроводов на основе железа и кобальта в стеклянной изоляции // XXIII Российская конференция по электронной микроскопии РКЭМ-2010: Тезисы докладов. – г. Черноголовка, 2010 г. – с. 275.
11. **Орлова Н.Н.**, Абросимова Г.А., Аронин А.С. / Атомная, магнитная структура и фазовые превращения в аморфных микропроводах в стеклянной изоляции на основе Fe, Co и Ni // Санкт-Петербургская международная научно-техническая конференция «Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ-2010)»: Труды международной научно-технической конференции. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та. 2010 г. – с. 252.
12. **Орлова Н.Н.**, Абросимова Г.А., Аронин А.С., Кабанов Ю.П. / Эволюция атомной, магнитной структуры и магнитных свойств аморфных микропроводов в стеклянной изоляции на основе Fe, Co и Ni при отжиге // 11-ая Международная конференция «Высокие давления – 2010. Фундаментальные и прикладные аспекты»: Тезисы докладов. – г. Судак, Крым, Украина, Донецк: ДонФТИ им. А.А. Галкина НАН Украины, 2010 г. – стр. 55.
13. **Орлова Н.Н.**, Кабанов Ю.П., Абросимова Г.Е. Аронин А.С. / Влияние напряжений на структуру, фазовые превращения и свойства аморфных сплавов на основе Fe, Co и Ni // Физико-химия ультрадисперсных (нано-) систем: Материалы IX Всероссийской конференции. – ГОУВПО «Удмуртский государственный университет», г. Ижевск, 2010 г. – с. 94.
14. **Н.Н. Орлова**, А.С. Аронин, Г.Е. Абросимова, Е.А. Першина. / Особенности кристаллизации аморфных магнитомягких сплавов в зависимости от условий обработки и уровня напряжений // IV Всероссийская конференция по наноматериалам НАНО 2011: Сборник материалов. – Москва, 2011. – с. 421.
15. **Н.Н. Орлова**, А.С. Аронин, С.И. Божко, В.С. Горнаков, Ю.С. Кабанов / Магнитная структура и процесс перемагничивания микропровода $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии (РЭКМ-2012): Тезисы докладов. – г. Черноголовка 2012г.