ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА ИМЕНИ Ю. А. ОСИПЬЯНА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «ВЫСШАЯ ШКОЛА ЭКОНОМИКИ»

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»

Диссертация на соискание учёной степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

Профессор, д. ф.-м. н.

Аронин Александр Семенович

Черноголовка – 2025

Содержание

Введение ... 4
Глава 1. Обзор литературы ... 11
1.1 Изготовление аморфных микропроводов и лент ... 12
1.2 Ферромагнетизм в аморфных металлических сплавах ... 18
1.2.1 Происхождение ферромагнетизма, температура Кюри, намагниченность и коэрцитивная сила ... 18
1.2.2 Магнитная анизотропия ... 20
1.2.3 Магнитострикция ... 21
1.2.4 Доменная структура ... 24
1.3 Нанокристаллизация аморфных сплавов ... 30
1.4 Механические напряжения в аморфных микропроводах и лентах ... 36
1.4.1 Влияние механических напряжений на процесс формирования наноструктуры ... 40
1.5 Эффект гигантского магнитного импеданса ... 42
1.6 Ферромагнитный резонанс ... 45
1.7 Практическое применение аморфных ферромагнитных микропроводов ... 46
Глава 2. Методы эксперимента, материалы и методы их обработки ... 53
2.1 Подготовка и обработка образцов ... 54
2.2 Электронная микроскопия ... 56
2.2.1 Растровая электронная микроскопия (РЭМ) ... 56
2.2.2 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) ... 58
2.2.2.1 Подготовка образцов к ПЭМ ... 60
2.3 Рентгеноструктурный анализ ... 61
2.4 Метод измерения импеданса микропроводов ... 63
2.5 Метод вибрационной магнитометрии ... 65
2.6 Магнитно-силовая сканирующая микроскопия ... 66
Глава 3. Исследование доменной структуры поверхностного слоя аморфных микропроводов на основе Fe методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии ... 70
3.1 Атомная и доменная структура исходных микропроводов ... 72

3.2 Возможные причины возникновения зигзагообразной доменной структуры 79
3.3 Выводы по главе 3 92
Глава 4. Формирование градиентной наноструктуры в аморфных микропроводах на основе Fe 94
4.1 Изменения в кинетике кристаллизации аморфных микропроводов и лент под действием внутренних механических напряжений 95
4.2 Исследование атомной структуры микропроводов с градиентным распределением нанокристаллов 103
4.3 Выводы по главе 4 108
Глава 5. Эффект гигантского магнитного импеданса в микропроводах на основе Fe с частично кристаллическим приповерхностным слоем 109
5.1 Влияние частично кристаллического приповерхностного слоя на величину эффекта гигантского магнитного импеданса 110
5.2 Исследование магнитных свойств и доменной структуры микропровода с нанокристаллизованным приповерхностным слоем 114
5.3 Выводы по главе 5 121
Заключение 122
Благодарности 124
Список цитируемой литературы 126

Введение

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 [1]. В том же году А.И. Губановым была предложена квазиклассическая теория ферромагнетизма в аморфных телах [2]. 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 т.н. объёмных металлических стёкол (BMG, bulk metallic glass).

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 [3]. Наиболее известной своими магнитными свойствами является семейство тройных сплавов системы Fe-Si-B, а также сплавов Fe-Si-B с добавлением других элементов, в частности, Cu и Nb. Наилучшие с точки зрения практического применения магнитные характеристики этих сплавов получаются при достижении двухфазного состояния: нанокристаллы твердого раствора кремния в ОЦК-железе α-Fe(Si) со средним размером 10-20 нм, распределенные в аморфной матрице. Добавление в сплав Cu приводит к выделению медных кластеров, способствующих образованию нанокристаллов и выступающих как центры гетерогенного зарождения. В свою очередь, Nb замедляет рост нанокристаллов и образование боридов железа [4].

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. Доменная структура микропроводов представляет собой совокупность центрального домена с аксиальным направлением магнитого момента и поверхностным доменным слоем, в котором ориентация магнитных моментов зависит от знака константы магнитострикции. В случае микропроводов с положительной магнитострикцией это приводит к появлению эффекта бистабильного перемагничивания, при котором перемагничивание центрального домена происходит одним большим скачком Баркгаузена со скоростью ~1 км/с. Более того, в аморфных ферромагнитных микропроводах наблюдается малая коэрцитивная сила (доли А/м), эффект гигантского магнитного импеданса (увеличение импеданса микропровода во внешнем магнитном поле) и естественный ферромагнитный резонанс (поглощение микроволнового излучения в отсутствие внешнего магнитного поля).

Широкий набор наблюдаемых свойств в сочетании с малыми размерами, хорошими прочностными характеристиками, а также ярко выраженная зависимость свойств от напряжённого состояния позволяют широко 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 способов термообработки [5]. Активно исследуются возможности контроля скорости доменной стенки при бистабильном перемагничивании [6], улучшения магнитных свойств путём введения в состав сплава легирующих компонентов [7], а также изучению в аморфных микропроводах магнетокалорического эффекта [8]. 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.

Таким образом, **целью** работы является 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 реализации поставленной цели были решены следующие **задачи**:

1. Изучить доменную структуру исходных аморфных микропроводов на основе железа методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии.

2. Провести расчёты кинетики нанокристаллизации микропровода с учётом неоднородного по объёму распределения внутренних механических напряжений.

3. Провести эксперименты по получению с использованием термообработки 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 с градиентной наноструктурой, а также влияние подобной наноструктуры на эффект гигантского магнитного импеданса.

Структура диссертации

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

В первой главе приведён обзор литературы, посвященный способам изготовления аморфных ферромагнитных микропроводов и лент, вопросам ферромагнетизма и магнитных свойств аморфных сплавов в целом, нанокристаллизации аморфных сплавов, в том числе под влиянием механических напряжений, а также наблюдаемым в аморфных микропроводах ферромагнитным резонансом и эффектом гигантского магнитного импеданса. Также в первой главе были рассмотрены современные варианты технологического применения аморфных микропроводов.

Во второй главе изложены основные методы исследования, а также подготовки и обработки образцов.

Третья глава посвящена исследованию доменной структуры приповерхностного слоя аморфных микропроводов на основе железа методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии. В данной главе также описано возникновение зигзагообразных поверхностных доменов, рассматриваются возможные причины их возникновения.

В четвёртой главе приведены результаты исследования по изучению влияния внутренних механических напряжений на процесс нанокристаллизации при нагреве аморфных микропроводов на основе железа. Также приведены результаты расчётов кинетики кристаллизации, учитывающие неоднородное по сечению распределение напряжений в микропроводе, а также основные экспериментальные результаты по созданию микропроводов с частично кристаллическим приповерхностным слоем.

Пятая глава содержит в себе результаты экспериментов по исследованию эффекта гигантского магнитного импеданса в микропроводах с частично кристаллическим приповерхностным слоем. Также приведены экспериментальные результаты по магнитным гистерезисным свойствам и доменной структуре, полученные методами вибрационной магнитометрии и магнитно-силовой сканирующей микроскопии.

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 превалируют 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 $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ 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 высокочувствительные 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 $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ 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 α-Fe(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 $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ приводят к значительному усилению эффекта гигантского магнитного импеданса в широком диапазоне частот.

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.

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.

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

Публикации

У автора имеется 13 научных работ в рецензируемых изданиях в области физики конденсированного состояния. Основные результаты диссертационной работы были изложены в семи из них:

1. Fuks, A. The Influence of Internal Stress on the Nanocrystal Formation of Amorphous $Fe_{73.8}Si_{13}B_{9.1}Cu_1Nb_{3.1}$ 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 $Fe_{73.8}Si_{13}B_{9.1}Cu_1Nb_{3.1}$ и $Fe_{77.5}Si_{13.5}B_9$ / А.А. Фукс, Г.Е. Абросимова, О.И. Аксенов, А.С. Аронин // Физика Твердого 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. 624. – P. 173032.

Глава 1. Обзор литературы

Впервые металлический сплав в аморфном состоянии был получен методом высокоскоростной закалки расплава Au-Si в 1960 году в группе Поля Дювеза (P.E. Duwez) [1], однако теоретически получение металлических сплавов в некристаллическом состоянии было обосновано несколько раньше [9]. Металлические сплавы, полученные в новом, ранее недоступном аморфном состоянии, сразу же привлекли внимание исследователей своей необычной структурой и уникальными свойствами, отличающимися от традиционных кристаллических материалов. Необходимая для получения аморфной структуры высокая скорость охлаждения расплава (10^6–10^{10} К/с) привела к появлению различных технологий аморфизации и форм получаемых материалов. В настоящее время интерес исследователей по всему миру сосредоточен на наиболее перспективных группах аморфных сплавов: ленты, микропровода, а также объёмные металлические стёкла (bulk metallic glasses (BMG)).

Свойства аморфных и кристаллических сплавов аналогичного состава различны и существенным образом зависят от условий получения. Известно, что аморфные сплавы на основе железа обладают более высокой прочностью и твёрдостью, а отношение предела текучести к модулю Юнга может быть в десятки раз больше, чем у кристаллических материалов [10]. Большим практическим потенциалом обладают хорошие магнитомягкие свойства аморфных сплавов на основе Fe и Co (малая коэрцитивная сила, высокая индукция насыщения и магнитная проницаемость, низкие потери на перемагничивание, также возможна околонулевая магнитострикция) [10].

Аморфные материалы могут служить основой для создания нанокристаллических материалов. Их магнитные и механические свойства могут значительно отличаться и от свойств полностью кристаллического, и от аморфного состояния. Зависят свойства наноструктуры и от вида внешнего воздействия, с помощью которого она сформирована (температуры, деформации, либо их совокупного влияния); эволюция структуры и свойств при таких воздействиях изложена, например, в обзорах [10-12] и книгах [13, 14].

Вопросы эволюции структуры и свойств аморфных материалов под воздействием температуры, деформации и прочих физических факторов требуют постоянного изучения. Из-за отсутствия дальнего порядка затруднено построение удовлетворительных моделей структуры

аморфных тел и отсутствуют какие-либо теории, однозначно связывающие структуру с наблюдаемыми свойствами. При различных условиях изготовления и обработки в аморфной структуре складывается уникальный химический и топологический ближний порядок. Это привносит статистический характер в наблюдаемые физические и химические свойства аморфных и нанокристаллических материалов, поэтому практическое применение и создание аморфных материалов с требуемым комплексом свойств опирается на экспериментальные исследования.

1.1 Изготовление аморфных микропроводов и лент

История микропроводов в стеклянной изоляции начинается в 1924 году с публикации Г.Ф. Тейлора (G. F. Taylor) [15]. В процессе решения проблемы изготовления термопар и термометров исключительно малых размеров для экспериментов, проводимых в Бюро растениеводства Министерства сельского хозяйства США, был предложен метод изготовления тонких нитей из широкого ряда металлов (Pb, Sb, Bi, Au, Ag, Cu, Fe, Sn, Tl, Cd, Co, Ga, In, Al) и их сплавов. Через отверстия в разогретом медном цилиндре осуществлялось волочение расплава металла в размягчённой кварцевой ампуле, что при изменении скорости волочения и толщины стеклянной ампулы позволяло изготовить микропровода с диаметром металлической части ~1 мкм.

В 1948 году под руководством А.В. Улитовского метод был усовершенствован [16]. Стеклянная ампула с металлом помещается вертикально в пространство высокочастотного плоского индуктора. Расплавленный в индукторе металл размягчает стекло и затем вытягивается под действием собственного веса, формируя микропровод, который затем охлаждается кристаллизационной жидкостью (водой или маслом). Прямой нагрев металла индукционными токами позволил применять более тугоплавкие металлы в качестве металлической сердцевины микропровода. Данный способ изготовления микропроводов получил название «метод Улитовского-Тейлора» и в настоящее время именно он является наиболее распространённым в силу сравнительной простоты технологического процесса. Схема метода Улитовского-Тейлора приведена на рисунке 1.1.

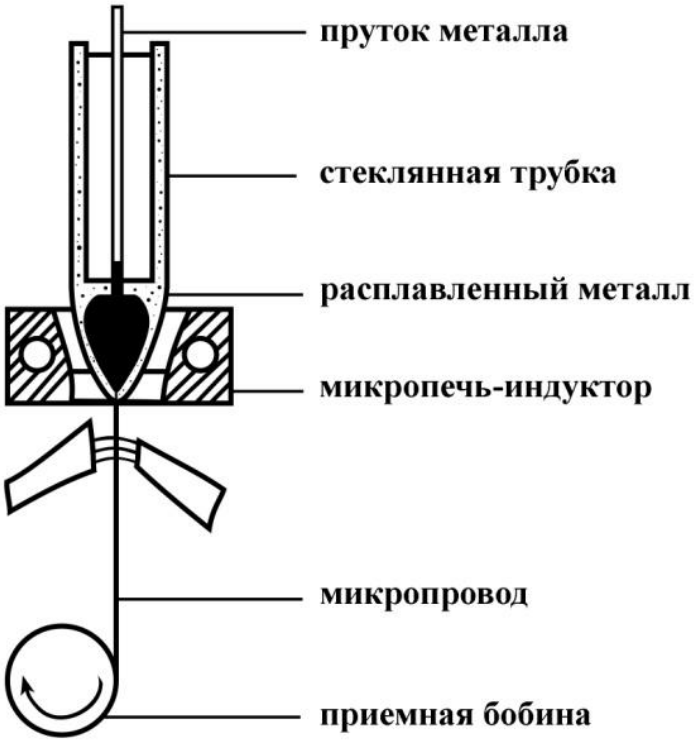

Рисунок 1.1: Схема метода Улитовского-Тейлора.

В 60-70 годы прошлого века метод Улитовского-Тейлора был значительно усовершенствован. Основные усилия были направлены на повышение стабильности и обеспечение непрерывности процесса литья микропровода из капли расплава, подбор составов стеклянной оболочки с необходимой вязкостью, а также обеспечение спайности между вытягиваемым стеклянным капилляром и металлической сердцевиной. Помимо этого, решалась задача о контроле геометрических параметров микропровода.

Для решения некоторых из перечисленных задач авторами патента [17] было предложено использовать трубки из борсиликатного стекла. При этом концы стеклянных трубок изготавливались подобно форме будущей капли расплава. В свою очередь, шихтовый металл подвергался вакуумной термообработке для удаления возможных газовых включений.

Непрерывность процесса была достигнута путём изготовления навески металла в виде прутка, автоматически подаваемого вместе со стеклянной трубкой в область плавления, тем самым компенсируя уже вытянутый в микропровод материал [18] (рисунок 1.2).

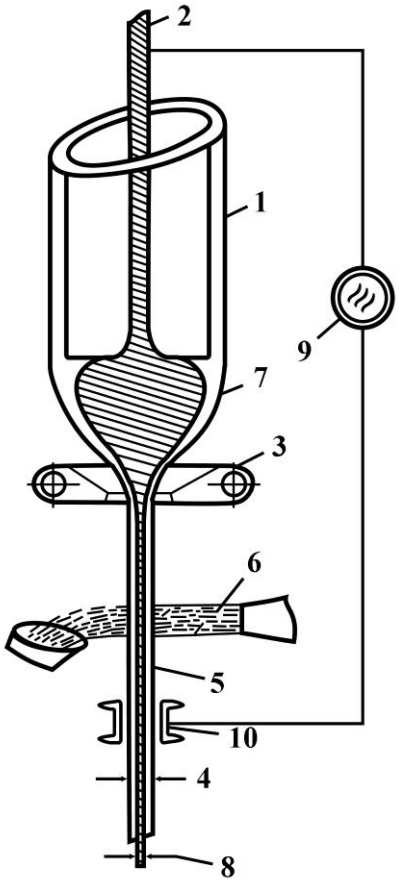

Рисунок 1.2: Схема реализации непрерывной подачи навески металла в методе Улитовского-Тейлора [18]. 1 – стеклянная трубка, 2 – металлический стержень, 3 – индуктор, 4 – готовый провод, 5 – точка кристаллизации металла, 6 – кристаллизатор, 7 – расплавленный металл, 8 – жила микропровода, 9 – высокочастотный генератор, 10 – электрод.

Повысить качество контакта между металлом и стеклом удалось, осуществляя воздействие на микрованну с расплавом ультразвуковыми колебаниями [19] (рисунок 1.3). Колебания от пьезо- или магнитострикционного преобразователя через акустический контакт, либо напрямую через волновод, передаются к расплаву металла, улучшая взаимное смачивание со стеклом. Сочетание данного подхода с изменением скорости подачи стекла и наложением дополнительного постоянного магнитного поля вдоль направления вытяжки позволяет осуществлять контроль диаметра микропровода и толщины стеклянной оболочки. Другим возможным вариантом применения ультразвука является воздействие на зону формирования микропровода через струю охлаждающей жидкости, что и было предложено в патенте [20]. Данный подход предусматривает, что ультразвуковые колебания частотой 25-30 кГц воздействуют на зону расплава через стеклянную трубку, а через струю кристаллизационной жидкости передаются колебания более низкой частоты, 18-20 кГц.

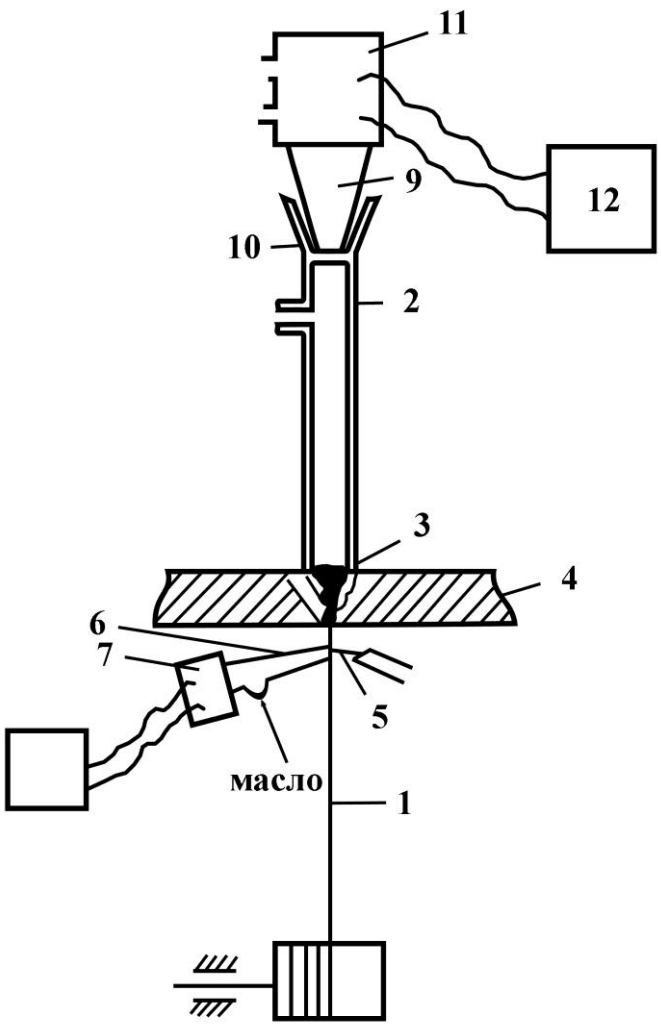

Рисунок 1.3: Схема метода Улитовского-Тейлора с ультразвуковым контролем качества процесса литья [20]. 1 – микропровод, 2 – стеклянная трубка, 3 – расплавленный металл, 4 – индуктор, 5 – кристаллизатор, 6 – излучатель, 7 – источник ультразвуковых колебаний, 8 – генератор ультразвуковых колебаний, 9 – излучатель, 10 – слой масла для обеспечения акустического контакта, 11 – магнитострикционный преобразователь, 12 – генератор ультразвуковых колебаний.

Существует также модификация метода Улитовского-Тейлора, позволяющая изготавливать микропровода с модулированной формой поверхности металлической сердцевины, включая также литьё в стеклянный капилляр отдельных сферических включений без перемычек [21]. При таком подходе происходят вертикальные периодические движения микрованны расплава в области работы индуктора, приводящие к локальным изменениям диаметра металла (рисунок 1.4).

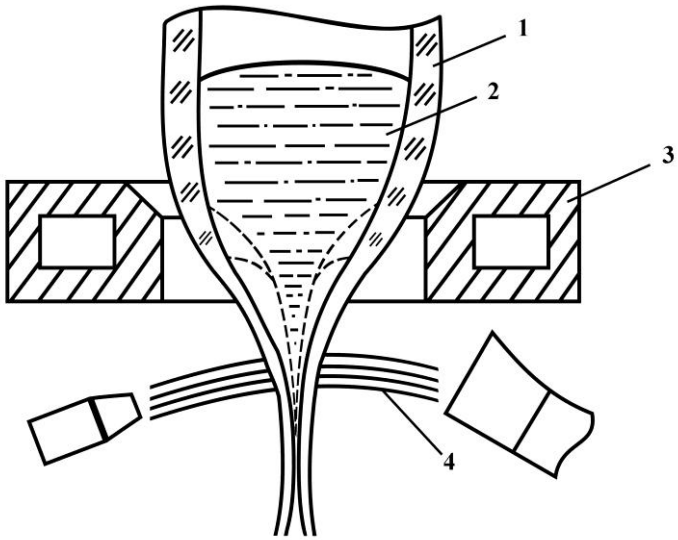

Рисунок 1.4: Схема модификации метода Улитовского-Тейлора для литья микропроводов с модулированной формой поверхности [21]. 1 – стеклянная трубка, 2 – расплавленный металл, 3 – индуктор, 4 – кристаллизатор.

Осуществить такой процесс возможно либо модуляцией напряжения на индукторе, либо изменением степени разряжения при откачке воздуха из стеклянной трубки.

Все перечисленные модификации метода Улитовского-Тейлора позволяют изготавливать микропровода с диаметром металлической сердцевины от 1 до 200 мкм и толщиной стекла до 15 мкм, длина непрерывного литья микропровода при этом ограничена только массой исходной навески металла и может достигать нескольких километров. В настоящее время, при тщательном контроле процесса изготовления методом Улитовского-Тейлора возможно получение микропроводов с диаметром металлической сердцевины вплоть до 90 нм [22].

Помимо метода Улитовского-Тейлора, распространенными также являются метод закалки расплава во вращающемся слое охлаждающей жидкости (in-rotating-water spinning method) [23] и метод экстракции расплава (melt extraction technique) [24]. Эти методы позволяют изготовить микропровода без стеклянной оболочки с диаметром порядка 10-100 мкм, в которых распределение внутренних механических напряжений и магнитные и механические свойства отличаются от микропроводов, изготовленных методом Улитовского-Тейлора. Основным недостатком данных методик является сложность контроля геометрических параметров микропроводов.

Стоит также упомянуть некоторые технологии изготовления аморфных лент, т.к. некоторая часть данной работы посвящена сравнению процессов нанокристаллизации в лентах и микропроводах. Для получения аморфной структуры необходима высокая скорость

охлаждения расплава металла (10^5–10^7 К/с), что подразумевает наличие в любой установке для изготовления аморфных материалов некоторого «блока охлаждения». В случае изготовления микропроводов таким «блоком охлаждения» является вода, либо масло, непрерывно подаваемая на микропровод, вытягиваемый из микрованны. При изготовлении же аморфных лент используется вращающийся массивный медный цилиндр, который быстро и непрерывно отводит тепло от попадающего на него расплава металла. При этом организовать подачу расплава на вращающийся барабан можно различными способами: закалкой на внешней или внутренней поверхности, либо экстракцией из тигля или из капли расплава (рис. 1.5).

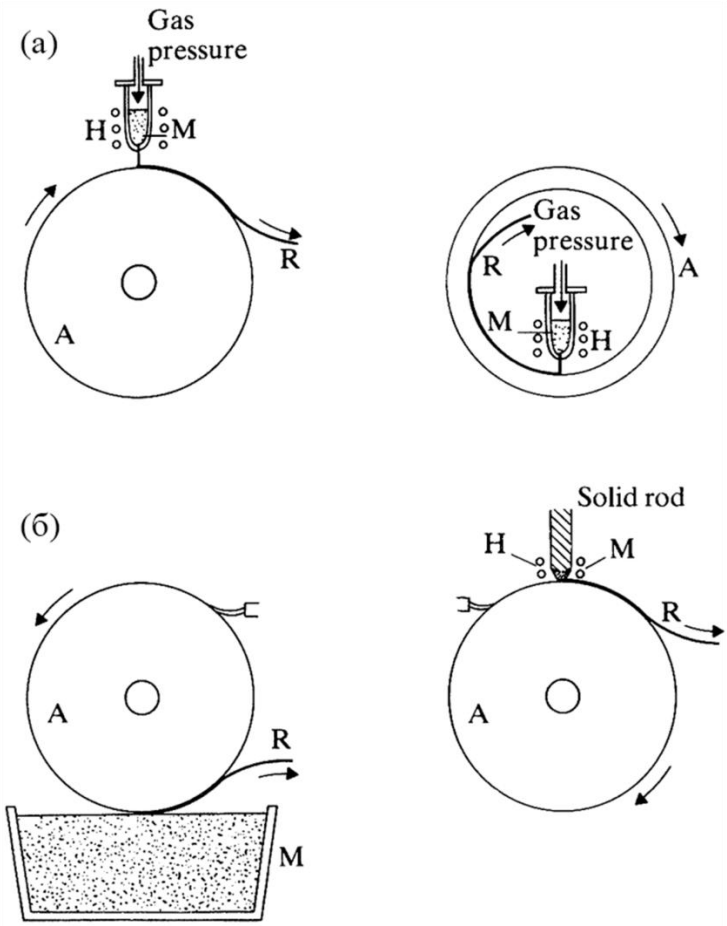

Рисунок 1.5: Схемы, иллюстрирующие различные методы непрерывного получения аморфных лент: (а) – методы спиннингования расплава на внешней и внутренней поверхности, (б) – методы экстракции расплава из тигля или из подвешенной капли.

Получаемые данными методами аморфные ленты имеют толщину порядка десятков микрометров при возможной ширине до 15 см.

Все исследуемые в данной работе аморфные микропровода получены методом Улитовского-Тейлора; ленты получены методом высокоскоростного охлаждения расплава на внешней вращающейся поверхности медного цилиндра.

1.2 Ферромагнетизм в аморфных металлических сплавах

1.2.1 Происхождение ферромагнетизма, температура Кюри, намагниченность и коэрцитивная сила

На первый взгляд может показаться, что из-за отсутствия дальнего порядка в расположении атомов в аморфных материалах невозможно возникновение ферромагнетизма. Однако обменное взаимодействие является короткодействующим и для его возникновения наличие трансляционной симметрии несущественно. Жидких ферромагнетиков не наблюдается, поскольку температуры плавления основных ферромагнитных элементов (Fe, Co, Ni) превышают температуру Кюри. В свою очередь, аморфные твердые тела могут существовать при сколь угодно низких температурах, что и делает возможным существование аморфных ферромагнетиков. Квазиклассическая теория аморфных ферромагнетиков была предложена А. Губановым в работе [2].

Ферромагнетизм может исчезнуть при понижении концентрации атомов из-за увеличения среднего расстояния между магнитными моментами и уменьшения обменного взаимодействия. Например, в бинарных сплавах Fe-B при концентрации бора, близкой к 60% (ат.), температура Кюри быстро понижается и обращается в нуль [25].

Намагниченность аморфных материалов в среднем ниже, чем у кристаллических материалов аналогичного состава. Так, с увеличением концентрации металлоидов в сплавах Fe-M (M – один или комбинация элементов B, Al, Ga, C, Si, Ge, P) от 10% (ат.) до 25% (ат.) средний магнитный момент на один атом Fe уменьшается с 2,2 μ_B до ~2,0 μ_B [25]. Уменьшение магнитного момента на атом связано с гибридизацией *d*-электронов атомов переходного металла с *s*- и *p*-электронами металлоида. Происходит заполнение *3d*-полосы состояний, в которой носителями магнетизма являются магнитные моменты, связанные с вакантными состояниями [25].

Ещё одной важной характеристикой аморфных ферромагнетиков является коэрцитивная сила. В кристаллах основными центрами пиннинга при движении доменных стенок являются дислокации и границы зёрен. Поскольку аморфная структура лишена подобных дефектов, то

отсутствует и основной источник коэрцитивности. Согласно Кронмюллеру [26], существует по меньшей мере пять вкладов в коэрцитивную силу аморфных ферромагнитных сплавов:

1. В результате резкого охлаждения расплава и формирования аморфной структуры в материале складывается некоторое распределение свободного объема. Агломерации свободного объема формируют т.н. квазидислокационные диполи, отражающие распределение внутренних напряжений. На квазидислокационных диполях осуществляется пиннинг доменных стенок в магнитострикционных сплавах. Величина данного вклада составляет 1-10 А/м;

2. Релаксационные эффекты из-за локальных изменений структуры при перемагничивании. Движение свободного объема вызывает переориентацию атомных пар (рисунок 1.6), и перемещение доменной стенки становится зависимым от времени релаксации этого движения, что влияет на её мобильность. Величина в пределах 0,01-1 А/м;

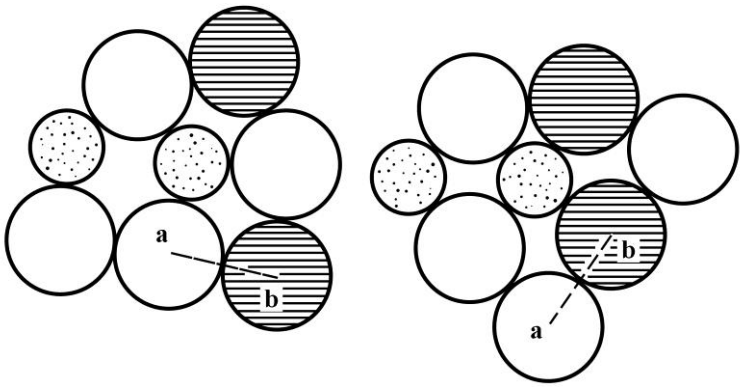

Рисунок 1.6: Структурная переориентация атомных пар за счёт свободного объёма [26].

3. Вклад, связанный с кластерами, имеющими химический ближний порядок – <0,1 А/м;

4. Вклад, обусловленный неровностями поверхности – <0,5 А/м;

5. Флуктуации обменной энергии и локальной анизотропии в аморфной структуре – 10^{-4}-10^{-1} А/м.

1.2.2 Магнитная анизотропия

В отличие от кристаллов, в которых существует магнитокристаллическая анизотропия, структуру аморфных металлов можно считать макроскопически изотропной. Из этого справедливо полагать, что в идеальном изотропном ферромагнетике вектор намагниченности должен быть лишён какой-либо анизотропии и свободно вращаться по всему объёму, а доменные стенки – отсутствовать. Однако на практике в аморфных ферромагнетиках наблюдается и анизотропия намагниченности, и доменные границы. Причин возникновения анизотропии несколько:

1. Поле размагничивающего фактора, связанное с формой материала (анизотропия формы);
2. Внутренние механические напряжения в сплавах с ненулевой магнитострикцией, индуцированные в процессе изготовления (магнитоупругая анизотропия) [25];
3. Возникновение макроскопической анизотропии в результате усреднения по атомным кластерам с локальной анизотропией [27].

Помимо анизотропии, возникающей в процессе изготовления, можно индуцировать анизотропию различными внешними воздействиями, изменяя форму и напряжённое состояние материала, либо влияя на распределение локальной анизотропии. Индуцированная анизотропия возникает при термообработке во внешнем магнитном поле или под действием внешних нагрузок, а также при деформации (например, при прокатке) [25].

При формировании нанокристаллов в аморфном сплаве при термообработке или деформации возникает дополнительный магнитокристаллический вклад в общую анизотропию. При размерах нанокристаллов α-Fe(Si) меньше ферромагнитной обменной длины (35 нм для сплава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$) между ними может возникать обменное взаимодействие, которое из-за случайно ориентации нанокристаллов приводит к уменьшению эффективной магнитокристаллической анизотропии. Для кристалла α-Fe-20% (ат.) Si константа одноосной анизотропии K_1 = 8 кДж/м^3, но когда размер этих кристаллов уменьшается до 10 нм и они формируют в аморфной матрице систему обменно-связанных зёрен, то эффективная магнитокристаллическая анизотропия $\langle K \rangle$ = 4 Дж/м^3, что значительно меньше K_1 [3].

1.2.3 Магнитострикция

Магнитострикция в аморфных ферррромагнетиках возникает в основном из-за зависимости локальной (на масштабе уровня атома и его ближайших соседей) магнитной анизотропии от деформации. Таким образом, магнитострикция чувствительна к любым изменениям в ближнем порядке расположения атомов, которые могут возникать из-за локальных изменений химического состава, термообработки и внешних механических нагрузок. Модель случайной анизотропии [28] предполагает рассмотрение аморфного ферромагнетика как совокупность малых структурных единиц (некоторый выбранный атом и его ближайшие соседи), каждая из которых обладает сильной одноосной анизотропией, при этом направление лёгкой оси в пространстве случайным образом изменяется от места к месту (рисунок 1.7).

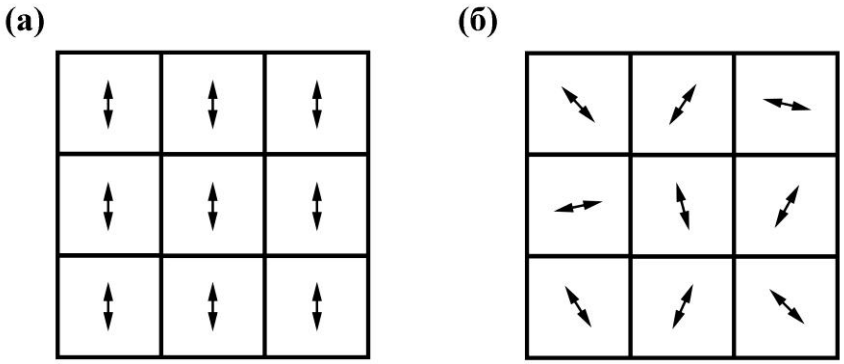

Рисунок 1.7: Схема, иллюстрирующая распределение локальных осей лёгкого намагничивания в монокристаллических (а) и аморфных (б) материалах [28].

Структура аморфных ферромагнетиков считается макроскопически изотропной, что при усреднении локальной анизотропии по объему даёт нулевую макроскопическую магнитную анизотропию, при этом магнитострикция характеризуется одной постоянной – магнитострикцией насыщения λ_s. В рамках модели случайно анизотропии уменьшение энергии локальной магнитной анизотропии, иначе говоря, переориентация лёгкой оси, происходит двумя способами: локальной деформацией структурных блоков, либо их жёстким поворотом. Расчёты методами теории упругости было показано, что в случае аморфных ферромагнетиков происхождение магнитострикции в большей степени связано с локальными деформациями, которые помимо поворота лёгкой оси ответственны и за изменение величины локальной магнитной анизотропии (рисунок 1.8).

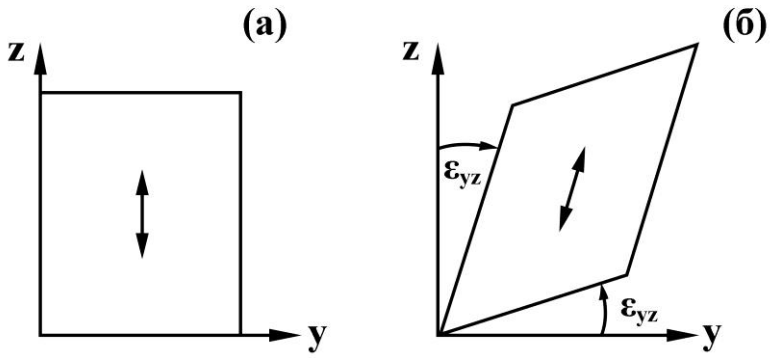

Рисунок 1.8: Схема переориентации локальной лёгкой оси под действием деформации. (а) – до деформации, (б) – после деформации [28].

Любые внешние воздействия приводят к изменению локальных тензоров магнитоупругих постоянных B_{klij}, и при наличии внешней механической нагрузки магнитострикция насыщения:

$$\lambda_s(\sigma) = \lambda_s(0) + k\sigma \qquad (1.1),$$

где $k \approx -10^{-10}$ МПа$^{-1}$ [29].

Основным экспериментальным методом определения магнитострикции насыщения является метод малоуглового вращения намагниченности. Предложенный впервые в работе [30] для аморфных лент, данный метод впоследствии был адаптирован и для измерения магнитострикции микропроводов. Схема метода приведена на рисунке (рисунок 1.9). Образец аморфной ленты помещён в пространство измерительной катушки и подвержен растягивающим нагрузкам. Малоугловое вращение намагниченности в плоскости ленты осуществляется внешним переменным полем возбуждения, приложенным перпендикулярно оси ленты. Одновременно с полем возбуждения параллельно к оси ленты приложено поле смещения, в котором лента находится в состоянии магнитного насыщения.

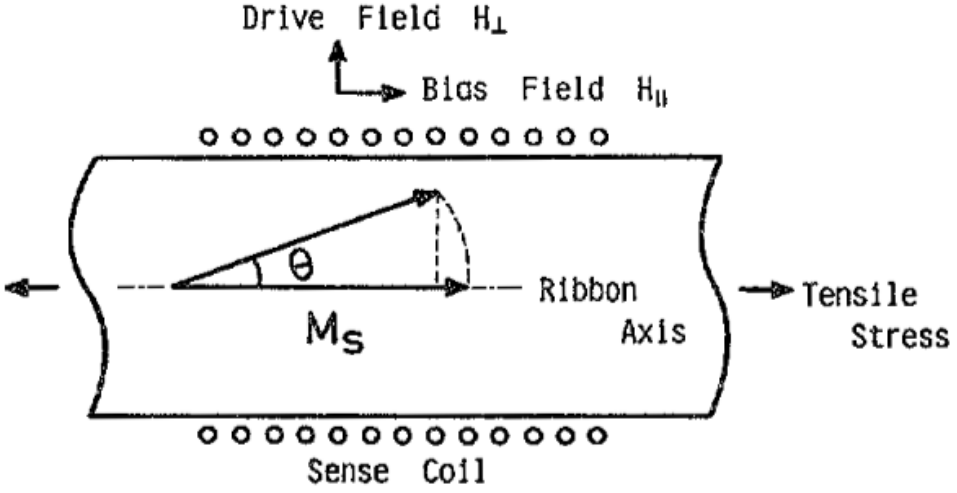

Рисунок 1.9: Схема метода малоуглового вращения намагниченности [30].

Колебания направления намагниченности под действием переменного поля индуцируют в измерительной катушке ЭДС:

$$e_{2f} = -NS\frac{d}{dt}(4\pi M_s \cos\theta) \quad (1.2),$$

где N – число витков измерительной катушки, S – площадь поперечного сечения ленты, M_s – намагниченность насыщения, θ – угол между намагниченностью и осью ленты. Если аморфная лента имеет изотропную магнитострикцию насыщения, то приложенная внешняя нагрузка σ индуцирует одноосную анизотропию, из-за которой уменьшается угол отклонения намагниченности и, следовательно, величина ЭДС в измерительной катушке. Компенсацию этого сигнала осуществляют путём уменьшения поля смещения. Определяя независимыми экспериментами поле анизотропии и намагниченность насыщения, а также измеряя приложенную нагрузку, можно получить значение магнитострикции насыщения:

$$\lambda_s = \frac{1}{3}\frac{H_k}{\sigma}M_s \quad (1.3),$$

где H_k – поле анизотропии, σ – приложенное растягивающее напряжение, M_s – намагниченность насыщения. Максимальная чувствительность данного метода измерений магнитострикции составляет 10^{-7}. Измеренная данным методом магнитострикция аморфных лент из сплавов $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ и $Fe_{80}B_{20}$ составили $12{,}3\times10^{-6}$ и $34{,}6\times10^{-6}$ соответственно [30].

В работе [31] методом малоуглового вращения намагниченности были проведены эксперименты по определению магнитострикции в аморфных микропроводах на основе Fe, FeCo, Co, FeCoNi. Исследуемые микропровода находились в различном напряженном состоянии, поскольку имели различные диаметры металлической сердцевины и толщину стеклянной оболочки. Для микропроводов на основе FeCo установлено, что величина магнитострикции является положительной и составляет $(10\text{-}30)\times10^{-6}$, а также практически не изменяется при изменении напряжённого состояния микропровода. Микропровода на основе FeCoNi имеют околонулевую отрицательную магнитострикцию в диапазоне $-(1{,}05–0{,}39)\times10^{-6}$, которая увеличивается с ростом соотношения $\rho=d/D$, d – диаметр металлической части микропровода, D – полный диаметр микропровода. Магнитострикция насыщения в микропроводах на основе Co и Fe составила $-0{,}52\times10^{-6}$ и 25×10^{-6}, соответственно. Добавление Co в микропровода на основе железа приводит к снижению магнитострикции. Данные по магнитострикции микропроводов на основе Co находятся в согласии с данными, полученными в работе [32]. Кроме того, в данной работе определена магнитострикция микропроводов на основе FeNi, которая составила $16\text{-}18\times10^{-6}$.

В работе [33] показано, что, в сплавах FeSiB и FeSiBCuNb, содержащих более 70% Fe, магнитострикция микропроводов положительна и находится в диапазоне $20\text{-}42{,}2\times10^{-6}$, а также зависит от исходного напряженного состояния.

1.2.4 Доменная структура

В ранних работах [34-37], посвященных процессам перемагничивания микропроводов на основе Fe и Co, на основании данных о больших скачках Баркгаузена и прямом наблюдении поверхностных доменов биттеровским методом были предложены модели магнитной доменной структуры микропроводов с положительной и отрицательной магнитострикцией (рисунок 1.10). В центральной части микропровода существуют домены с аксиальным направлением магнитного момента. В зависимости от знака магнитострикции формируется приповерхностный доменный слой с циркулярным (λ_s < 0), либо радиальным (λ_s > 0) направлением магнитных моментов.

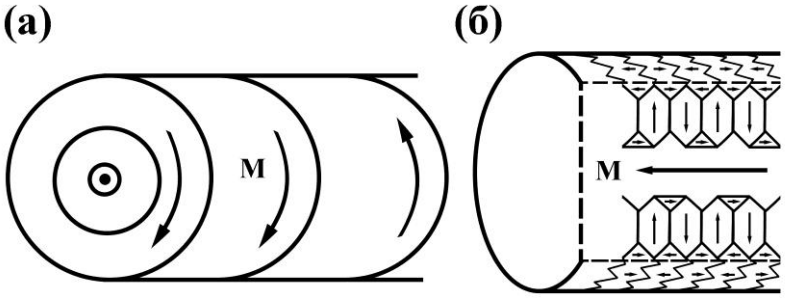

Рисунок 1.10: Схемы предполагаемых доменных структур микропроводов Co-Si-B с отрицательной магнитострикцией (а) и Fe-Si-B с положительной магнитострикцией (б).

Размер центральных доменов R_c можно определить по соотношению между остаточной намагниченностью M_r и намагниченностью насыщения M_s:

$$\frac{R_c}{R_m} = \sqrt{\frac{M_r}{M_s}} \qquad (1.4),$$

где R_m – радиус металлической сердцевины микропровода [38].

Работы в области наблюдения доменной структуры поверхности микропроводов методом порошковых фигур немногочисленны, поскольку из-за большого числа недостатков и требований данного метода затруднена корректная интерпретация результатов. С одной стороны, в работе [39] показано, что на поверхности микропровода $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$ диаметром 32 мкм существуют радиальные кольцевые домены шириной приблизительно 2,7 мкм. Наоборот, в работах [40, 41] поверхностная структура микропроводов на основе Fe хотя и является радиальной, представляет собой совокупность либо зигзагообразных доменов, либо наклонных колец (рисунок 1.11).

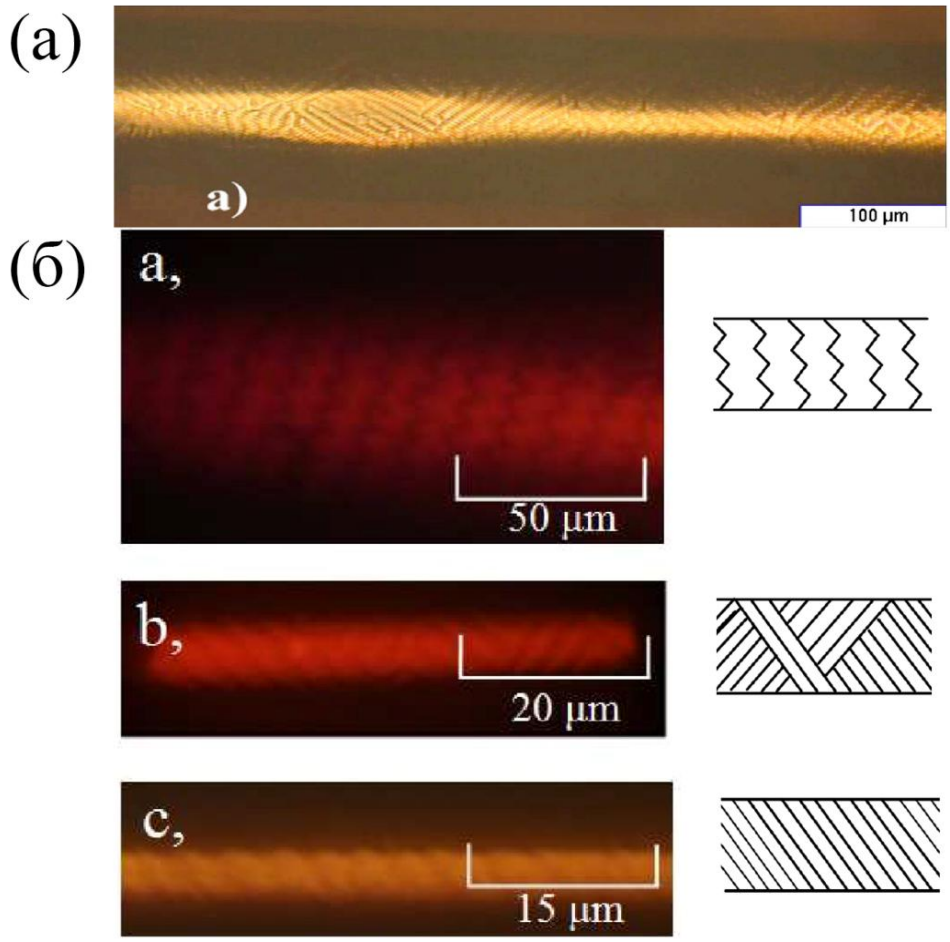

Рисунок 1.11: Изображения доменной структуры поверхности аморфного микропровода $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Nb_3Cu_1$ диаметром 133 мкм (а) [40], аморфных микропроводов $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 125 мкм, 50 мкм и 15 мкм (б) [41], полученные методом Биттера.

Более популярными оказались магнитооптические методы наблюдения поверхностных доменов, основанные на эффектах Керра и Фарадея. Использование эффекта Керра позволило подтвердить основные представления о доменной структуре микропроводов с положительной [42] и отрицательной [43] магнитострикцией. Была также изучена доменная структура на поверхности микропровода с околонулевой магнитострикцией и её эволюция во внешнем поле [44].

Спустя некоторое время начали появляться сведения об отклонениях в наблюдаемой доменной структуре микропроводов. Методом магнитооптических индикаторных плёнок (МОИП) по изменениям доменного контраста при увеличении внешнего магнитного поля в экспериментах, проведённых в работах, показано, что доменная структура аморфных микропроводов на основе Fe ($\lambda_s > 0$) отличается от ранее принятой модели [45, 46]. Магнитные моменты в поверхностных доменах, вероятно, имеют отклонение от строго радиального направления, также и центральный домен имеет некоторую степень геликоидальности (рисунок 1.12).

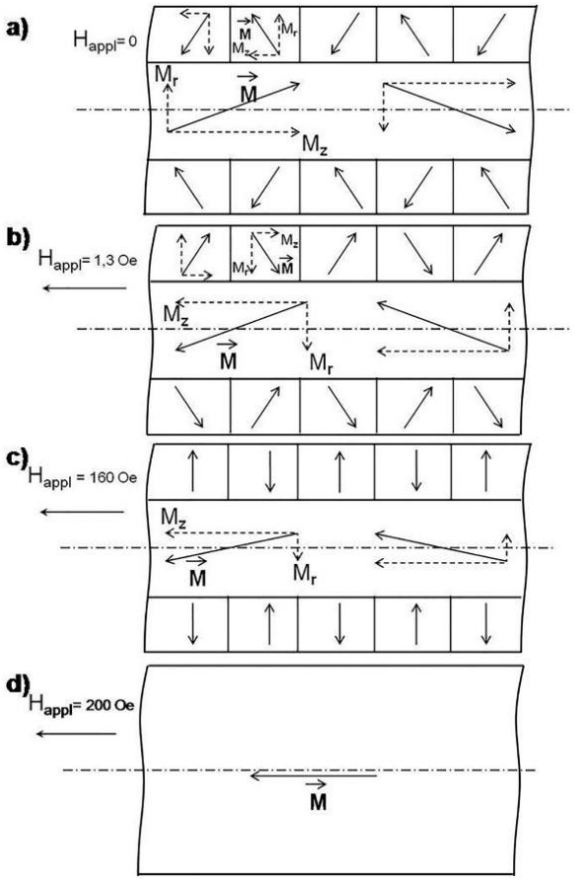

Рисунок 1.12: Изменение ориентации магнитных моментов доменов металлической сердцевины микропровода на основе железа в процессе намагничивания [46].

В микропроводах на основе Fe наблюдалось сосуществование двух типов радиальных доменных структур [47]: системы наклонных колец и треугольных доменов, обладающих высокой мобильностью доменной стенки (рис. 1.13).

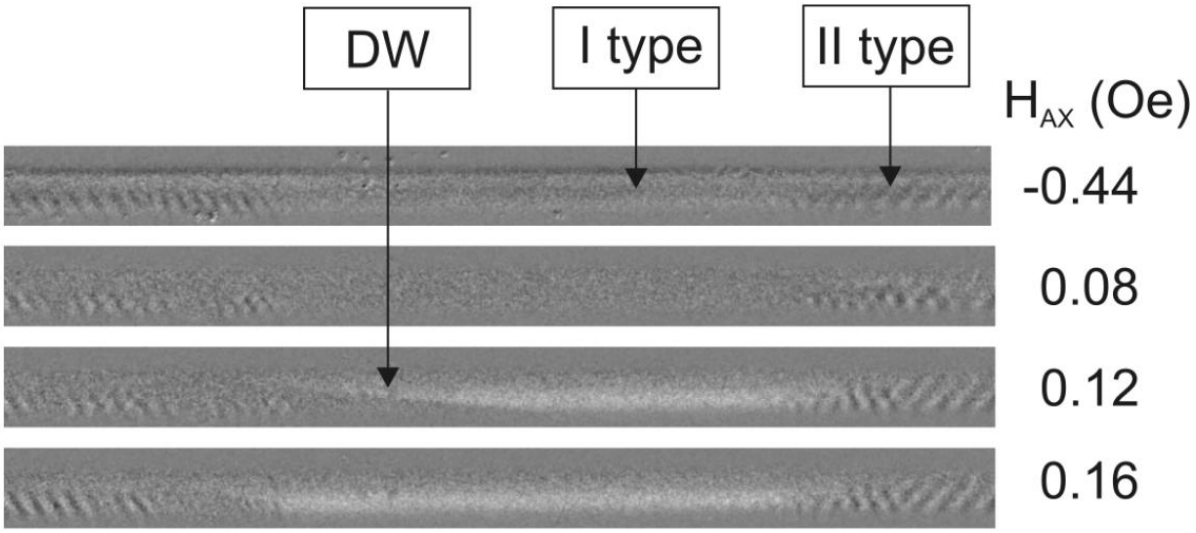

Рисунок 1.13: Изображения двух типов доменной структуры в микропроводе состава $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ в различных магнитных полях, полученные с помощью керровской микроскопии [47].

Было показано [48], что в микропроводах $Fe_{71,7}Si_{11}B_{13,4}Ni_{0,9}Nb_3$ помимо радиальных наклонных колец могут существовать спиральные домены (рисунок 1.14).

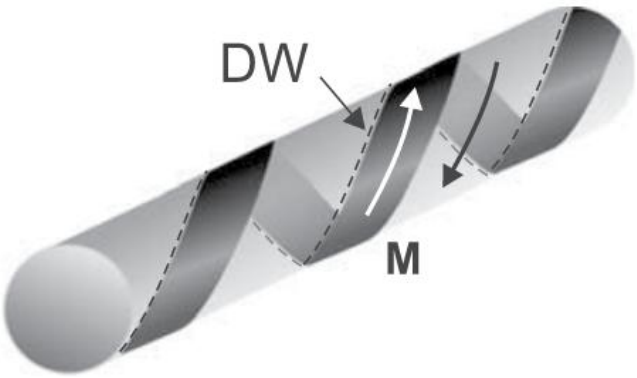

Рисунок 1.14: Схематическое изображение спиральных доменов, взято из работы [48].

При этом результаты микромагнитного моделирования свидетельствуют о том, что возникающий спиральный домен существует не только вблизи поверхности, но и в объёме микропровода. В одной из наиболее современных работ [49] продемонстрировано, что возможно одновременное существование всех трёх типов ранее наблюдаемых радиальных доменных структур на поверхности микропроводов состава $Fe_{71,7}Si_{11}B_{13,4}Ni_{0,9}Nb_3$: прямых и наклонных колец (эллиптические домены) и спиральных доменов (рисунок 1.15).

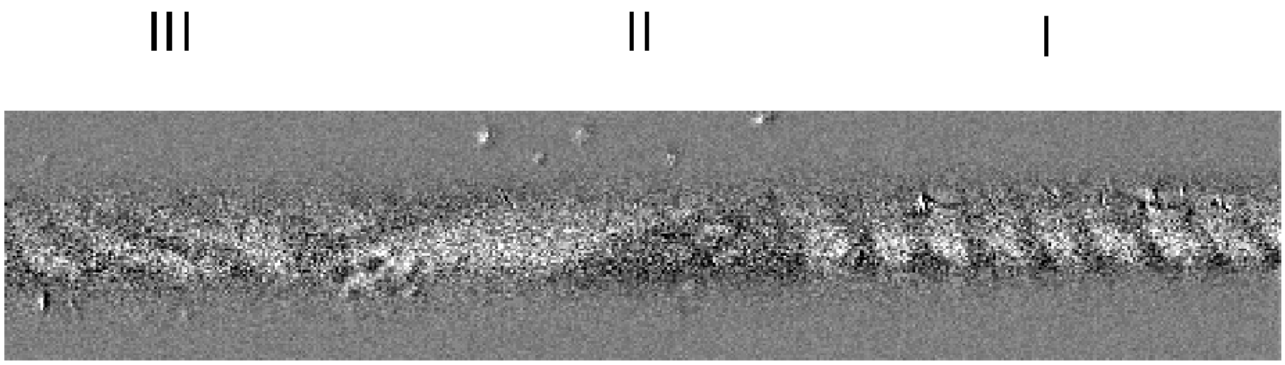

Рисунок 1.15: Керровское изображение доменной структуры поверхности микропровода $Fe_{71,7}B_{13,4}Si_{11}Nb_3Ni_{0,9}$, подтверждающее наличие трёх типов доменов: прямых колец (I), наклонных колец (II) и спиралей (III) [49].

Наиболее серьёзным недостатком упомянутых ранее методов, применявшихся ранее для исследования доменной структуры микропроводов, является низкая разрешающая способность ($\geq$ 1 мкм). Получить больше информации о деталях доменной структуры поверхности микропроводов можно с применением магнитно-силовой микроскопии (МСМ). Существует небольшой ряд работ, посвящённых исследованию доменной структуры поверхности микропроводов данным методом. В одной из работ [50] было подтверждено, что магнитная

структура аморфного микропровода $Fe_{73,9}Si_{10,9}B_{13,2}C_2$ с положительной магнитострикцией из центрального домена и поверхностного доменного слоя с радиальным направлением магнитных моментов. На поверхности микропровода после ионной полировки наблюдались области с различным доменным контрастом в центральной и приповерхностной части микропровода (рисунок 1.16).

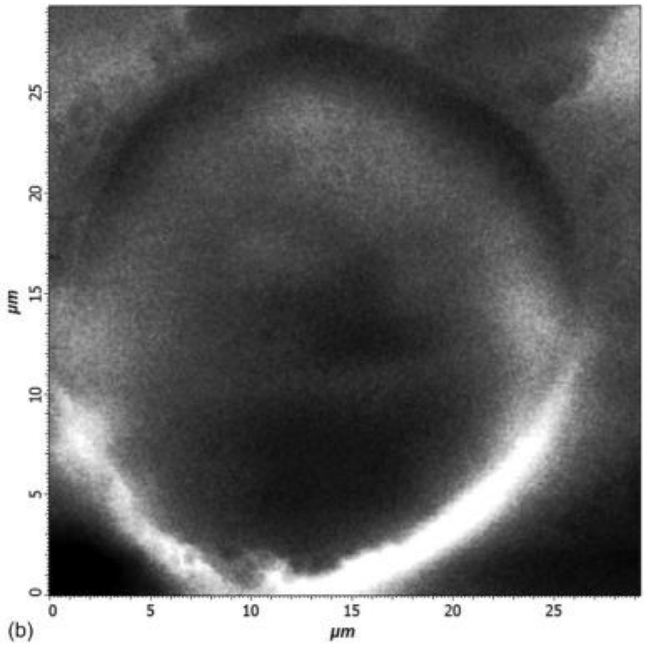

Рисунок 1.16: Доменная структура поверхностного слоя микропровода $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$, полученное с торцевой части микропровода помощью магнитно-силовой микроскопии [50].

Толщина поверхностных доменов при диаметре микропровода 19 мкм составила около 2 мкм, что согласуется с оценкой по петле гистерезиса. В совокупности с методом МОИП удалось установить, что ширина поверхностных доменов составляет около 5 мкм, протяженность центральных доменов при этом не менее 500 мкм.

В аморфных микропроводах с околонулевой отрицательной магнитострикцией состава $Co_{68,15}Fe_{4,35}Si_{12,25}B_{13,25}Cu_1Nb_1$, согласно работам [51, 52], поверхностный доменный слой представляет собой совокупность колец, магнитный момент в которых направлен циркулярно (рисунок 1.17(а)). Приложение внешнего скручивающего напряжения приводит к появлению геликоидальной анизотропии и изменению доменной структуры сначала на зигзагообразную (рисунок 1.17(б)). Затем по мере увеличения нагрузки доменная структура становится геликоидальной (рисунок 1.17(б)).

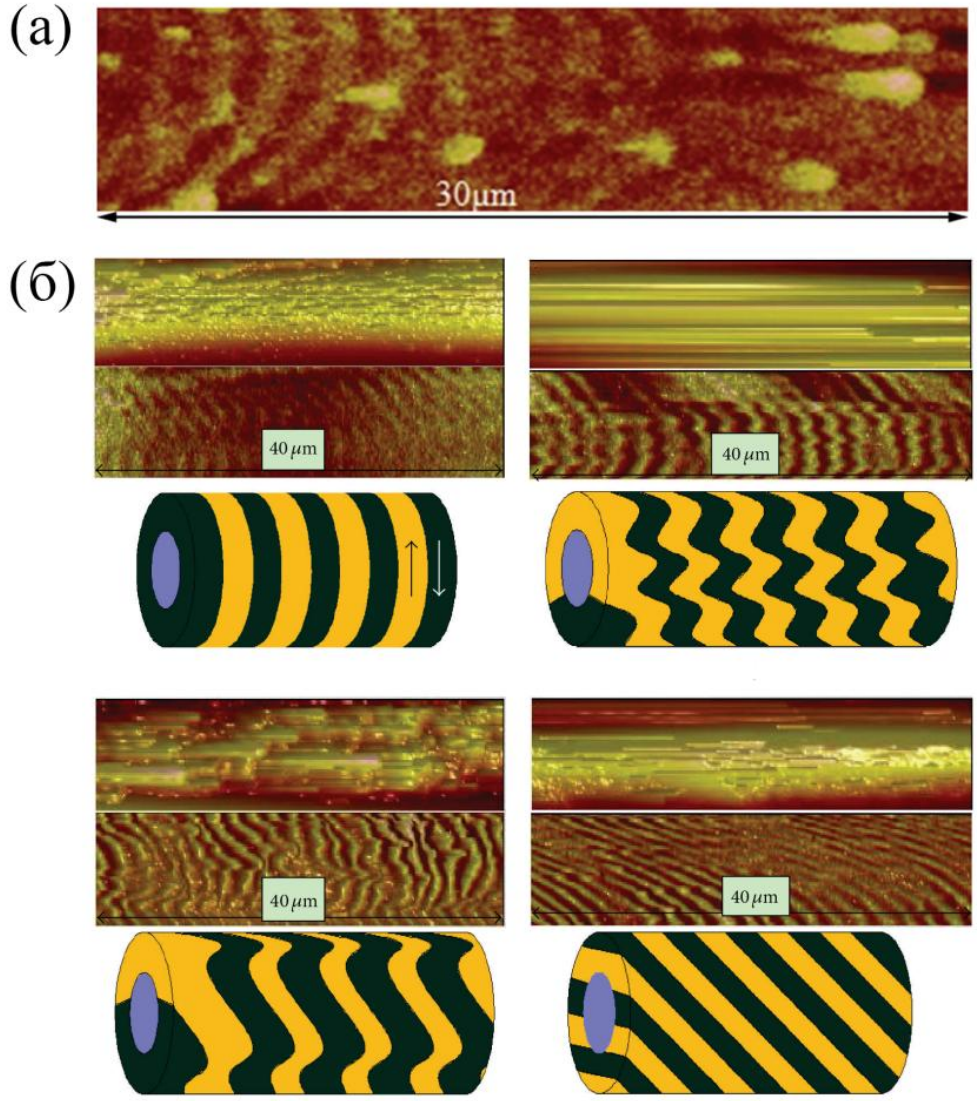

Рисунок 1.17: (а) Доменная структура поверхности исходного аморфного микропровода состава $Co_{68,15}Fe_{4,35}Si_{12,25}B_{13,25}Cu_1Nb_1$ [51], (б) Доменная структура поверхности исходного аморфного микропровода, а также при различных степенях деформации кручения [52].

Все перечисленные методы позволяют определить магнитную структуру поверхности микропроводов, однако прямое экспериментальное наблюдение доменов сердцевины не является возможным. При наличии магнитной бистабильности можно определить объём центрального осевого домена через соотношение $\sqrt{M_r/M_s}$ из петли гистерезиса. Основные работы в области исследований центрального аксиального домена связаны с определением скорости движения доменной стенки в различных модификациях метода Сикстуса-Тонкса [53, 54]. Измеренные данным методом скорости движения одиночных доменных стенок могут достигать величин порядка 10^3 м/с в микропроводах на основе Fe и 10^5 м/с в микропроводах $Co_{68}Mn_7Si_{10}B_{15}$ [6, 55-60]

1.3 Нанокристаллизация аморфных сплавов

Аморфные металлические сплавы, полученные высокоскоростным охлаждением расплава, сохраняют структуру жидкости, но не находятся в состоянии термодинамического равновесия. Независимо от метода изготовления с течением времени или при повышенных температурах происходит структурная релаксация и переход в некоторое метастабильное аморфное состояние. Далее, при более высоких температурах, при которых происходит кристаллизация (иначе расстеклование, либо девитрификация), металлические стёкла могут переходить в более стабильное кристаллическое состояние. Этот процесс перехода в кристаллическое состояние можно рассматривать как затвердевание сильно переохлаждённой жидкости [61].

Процесс кристаллизации имеет стадии зарождения и роста, образование зародышей может быть гомогенным или гетерогенным. Кинетика кристаллизации зависит от механизма кристаллизации, количества «замороженных» центров кристаллизации, энергии активации диффузии и от движущей силы кристаллизации (разности свободных энергий Гиббса аморфной и возможных кристаллических фаз ΔG). На характер кристаллизации также влияет воздействие внешних факторов, таких как излучение, давление или деформация. Рост кристаллов в аморфных металлических сплавах является достаточно медленным для того, чтобы его можно было прервать и добиться измельчения зерна путём гомогенного зарождения. Получающиеся зёрна диаметром порядка 10 нм намного мельче, чем то, чего можно достигнуть при использовании любой другой технологии обработки металла [13, 61]. В этом случае говорят о нанокристаллическом состоянии, физические свойства (например, магнитные или механические) которого могут значительно отличаться как от исходной аморфной структуры, так и от полностью кристаллического состояния.

Общие проблемы термодинамики и кинетики кристаллизации аморфных металлических сплавов, описание процессов зарождения и роста новых фаз, а также основные экспериментальные методы исследования кристаллизации изложены в книгах [13, 25, 62, 63]. В зависимости от концентрации переход из аморфного в кристаллическое состояние происходит по четырём различным механизмам [13, 25, 62, 63]:

1. Полиморфная кристаллизация, при которой состав выделяющейся кристаллической фазы совпадает с составом аморфной матрицы. Этот тип кристаллизации происходит только в чистых элементах и соединениях по бездиффузионному механизму.

Форма кристаллов определяется анизотропией скорости роста в различных кристаллографических направлениях.

2. Эвтектическая кристаллизация, при которой аморфная матрица кристаллизуется с одновременным образованием нескольких фаз, находящихся в тесной структурной взаимосвязи.

3. Первичная кристаллизация, при которой на начальной стадии образуются кристаллы с составом, отличным от состава аморфной матрицы (рисунок 1.18). Скорость роста этих кристаллов контролируется диффузией одного или нескольких компонентов в исходной матрице. Таким путём проходит кристаллизация многих аморфных сплавов, в том числе и исследуемых в данной работе сплавов на основе Fe.

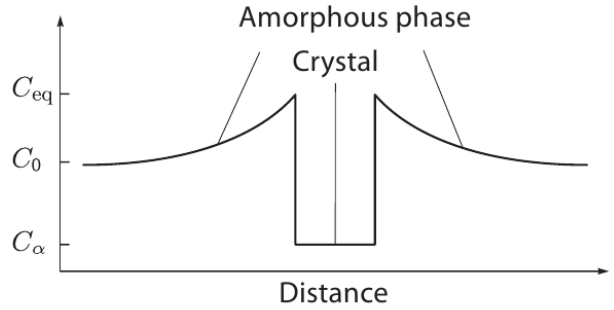

Рисунок 1.18: Концентрационный профиль в присутствии первичного кристалла. C_0 – средняя концентрация элемента в аморфной фазе, C_α – концентрация элемента в первичном кристалле, C_{eq} – концентрация элемента на межфазной границе.

4. Кристаллизация аморфной матрицы после предварительного разделения фаз. Расслоение однородной аморфной фазы и образование в ней областей с разным типом ближнего порядка описано в обзоре [10].

Аморфные сплавы на основе железа выделяются среди прочих благодаря особенным магнитным свойствам, достигаемым при частичной кристаллизации. Для того чтобы управлять процессом кристаллизации и магнитными свойствами, необходима информация о кинетике кристаллизации, а также о составе выделяющихся фаз. С этой точки зрения сплавы на основе железа, например, Fe-Si-B, Fe-Si-B-Cu-Nb, исследованы во многих работах. Основные реакции, по которым протекает кристаллизация сплавов системы Fe-Si-B были установлены, например, в работах [64, 65]. Было установлено, что при термообработке происходит формирование кристаллов твёрдого раствора α-Fe(Si) и борида железа Fe_2B с размерами порядка 0,1 мкм, при этом зарождение кристаллов гомогенное. Добавление нескольких ат. % Cu и Nb в сплав Fe-Si-B позволило формировать частично кристаллическую структуру с размером зерна порядка 10 нм. Данное семейство сплавов с общей формулой $Fe_{74,5-x}Si_{13,5}B_9Cu_xNb_3$ было предложено в 1988

году в работе Й. Йошизавы (Y. Yoshizawa) и обладало наилучшими из сплавов на основе Fe магнитомягкими свойствами, за что получило название «FINEMET» [4].

Рентгеноструктурный анализ показал, что, как и в сплавах Fe-Si-B, происходит образование фазы твёрдого раствора α-Fe, содержащей кремний и бор. Предполагалось, что в ходе термообработки происходит образование двух различных областей, обогащённых железом и медью, поскольку они обладают низкой растворимостью друг в друге. За образование зародышей нанокристаллов отвечали области с более высокой концентрацией железа, рост нанокристаллов блокировался областями, обогащёнными Cu и Nb, поскольку эти элементы приводили к повышению температуры кристаллизации.

Впоследствии ход процесса кристаллизации был уточнён экспериментально. С использованием XAFS-спектроскопии было обнаружено, что на начальном этапе в аморфной матрице происходит формирование кластеров Cu размером около 2,5–5 нм, которые облегчают зарождение нанокристаллов твёрдого раствора α-Fe(Si) диаметром порядка 10 нм, которые по мере увеличения концентрации Si упорядочиваются в DO_3 структуру. [66-68] (рисунок 1.19).

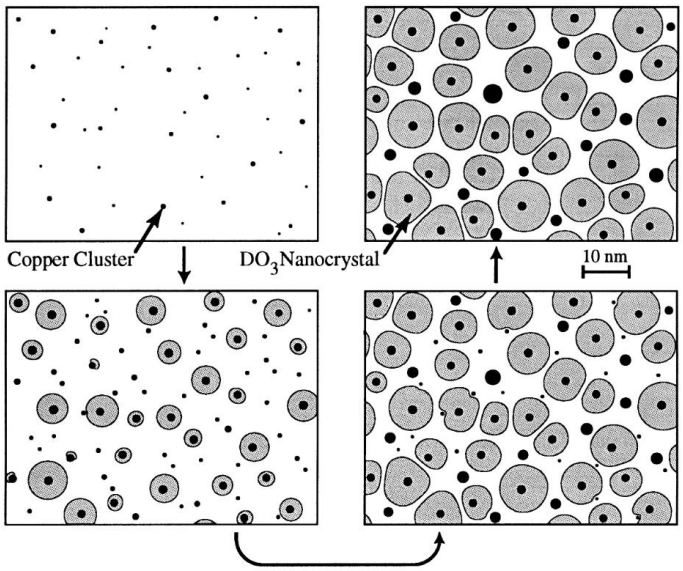

Рисунок 1.19: Модель зарождения и роста нанокристаллов в сплавах системы Fe-Si-B-Cu-Nb [68].

Более поздние эксперименты по определению размеров и поверхностной энергии кластеров Cu при кристаллизации сплава $Fe_{72,89}Si_{16.21}B_{6,90}Nb_3Cu_1$ с применением атомно-зондовой томографии подтверждают предыдущие результаты по диаметру кластеров [69].

Введение в сплав ниобия приводит к повышению температуры кристаллизации, т.к. из-за сравнительно медленной диффузии подавляется рост кластеров меди и образование Fe-Si, а также фаз Fe-B на более поздних этапах кристаллизации [70]. Таким образом, при кристаллизации происходит гетерогенное зарождение нанокристаллов Fe-Si на кластерах Cu, при этом происходит постепенное обогащение оставшейся аморфной матрицы атомами B и Nb.

Помимо нагрева для создания нанокристаллической структуры может применяться пластическая деформация с величиной истинной деформации *e* свыше 1 и достигающая значений 7-8. При таких значениях деформаций пластическую деформацию в литературе часто именуют интенсивной пластической деформацией (ИПД), или мегапластической деформацией (МПД) (англ. – severe plastic deformation (SPD)). Достижение таких деформаций аморфных сплавов осуществляется в основном методами кручения под высоким давлением (КВД) и многократной холодной прокаткой [71]. Однако существуют и другие способы достижения очень больших пластических деформаций: равноканальное угловое прессование (РКУП), аккумулированная прокатка и винтовая экструзия [13].

Известно, что пластическая деформация аморфных сплавов осуществляется посредством образования и распространения полос сдвига [11]. Структура материала в полосах сдвига существенно отличается от структуры аморфной фазы вдали от полос. В работе [72] было показано, что коэффициент диффузии в полосах сдвига при комнатной температуре на 5-6 порядков выше, чем в аморфной матрице. Повышение коэффициента диффузии связывается с локальным кратковременным повышением температуры, а также уменьшением плотности (увеличением концентрации свободного объёма) материала в полосе сдвига. В зависимости от способа деформации расположение возникающих нанокристаллов коррелирует с расположением полос сдвига [73]. Влияние интенсивной пластической деформации методом КВД на формирование нанокристаллической структуры в сплавах Fe-Si-B продемонстрировано в работах [74, 75]. Процесс деформационной нанокристаллизации при КВД аморфных сплавов на основе Fe детально рассмотрен в главе 2 диссертации [76]. Экспериментально установлена взаимосвязь между структурой, получаемой после ИПД, и температурой, при которой происходит деформация. С помощью EXAFS выявлены изменения химического ближнего порядка после деформации при криогенных температурах, а также влияние этих изменений на коэрцитивную силу и намагниченность насыщения.

Образование аморфно-нанокристаллической структуры является причиной улучшения магнитомягких свойств в сплавах Fe-Si-B-Cu-Nb [77]. Основным требованием для улучшения магнитной мягкости материала является понижение величины константы магнитной анизотропии *K*. При выделении нанокристаллов в аморфной матрице происходит снижение магнитоупругого вклада в анизотропию, поскольку с одной стороны происходит релаксация аморфной структуры и снижения уровня внутренних механических напряжений, с другой стороны отрицательная магнитострикция нанокристаллов Fe-Si постепенно компенсирует положительную магнитострикцию аморфной матрицы (рисунок 1.20).

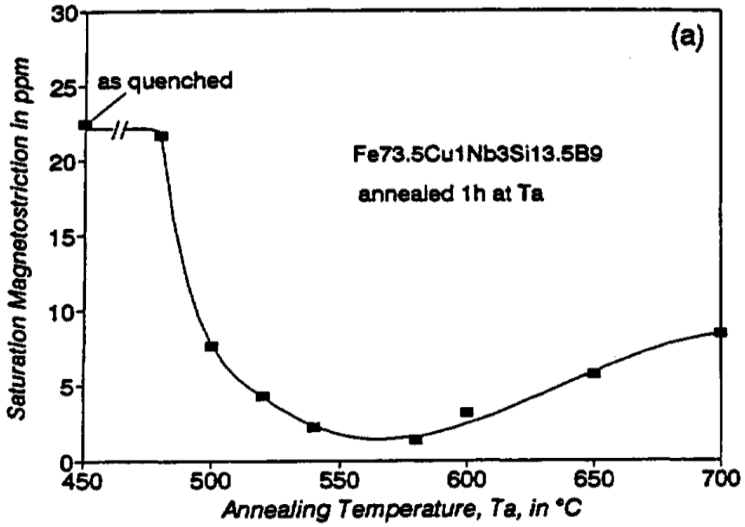

Рисунок 1.20: Влияние температуры термообработки на магнитострикцию насыщения λ_s сплава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ [3].

Таким образом, наиболее важным вкладом в магнитную анизотропию нанокристаллического Fe-Si-B-Cu-Nb является магнитокристаллический вклад. В реальной микроструктуре существует некоторое пространственное распределение осей лёгкого намагничивания на масштабе размера нанокристалла D (длина структурной корреляции). При малых D могут начать доминировать обменные взаимодействия между нанокристаллами, всё больше заставляя магнитные моменты выстраиваться параллельно, препятствуя намагничиванию отдельных структурных единиц по лёгким осям. Это приводит к усреднению магнитной анизотропии на масштабе длины ферромагнитного обмена L_{ex} и уменьшению её величины, в чём и состоит сущность модели случайной анизотропии (рисунок 1.21) [78].

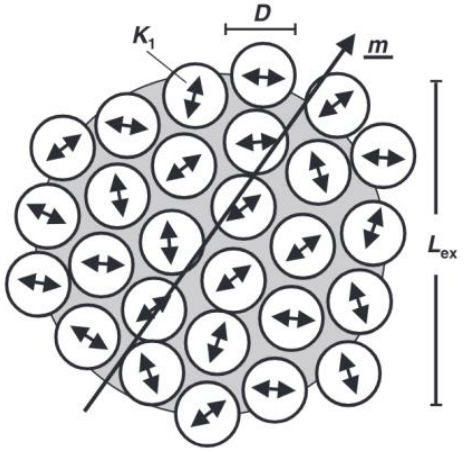

Рисунок 1.21: Схема модели случайной анизотропии в ансамбле обменно-связанных зёрен в магнитомягкой ферромагнитной матрице. Двойными стрелками обозначены направления осей анизотропии. Серым цветом обозначена область ферромагнитной корреляции, определяемая из обменной длины L_{ex}, в пределах области корреляции направление намагниченности m не изменяется [78].

Из модели случайной анизотропии усреднённая магнитокристаллическая анизотропия:

$$\langle K_1 \rangle = K_1 \cdot (D/L_0)^6 \quad (1.5),$$

где K_1 – магнитокристаллическая анизотропия отдельного зерна, D – его диаметр, L_0 – масштаб длины, на котором обменная энергия превосходит магнитную анизотропию. При этом

$$L_0 = \varphi_0 \sqrt{A/K_1} \quad (1.6),$$

где φ_0 – безразмерный параметр порядка единицы, A – константа обменной жёсткости. Типичная длина L_0 в сплавах на основе Co составляет 5-10 нм. В сплавах на основе Fe масштабы длины больше и составляют 20-40 нм. При размере нанокристаллов Fe-Si около 10-15 нм и $K_1 \approx 10^5$ Дж/м3 эффективная магнитная анизотропия $<K_1>$ на несколько порядков меньше, что и приводит к снижению коэрцитивной силы и увеличению магнитной проницаемости:

$$H_c = p_c \frac{\langle K_1 \rangle}{J_s}, \mu_i = p_\mu \frac{J_s^2}{\mu_0 \langle K_1 \rangle} \quad (1.7),$$

где p_c, p_μ– безразмерные множители порядка единицы, J_s– намагниченность насыщения, μ_0 – магнитная постоянная. Зависимость размера нанокристаллов, коэрцитивной силы и магнитной проницаемости от температуры термообработки представлена на рисунке 1.22 [79].

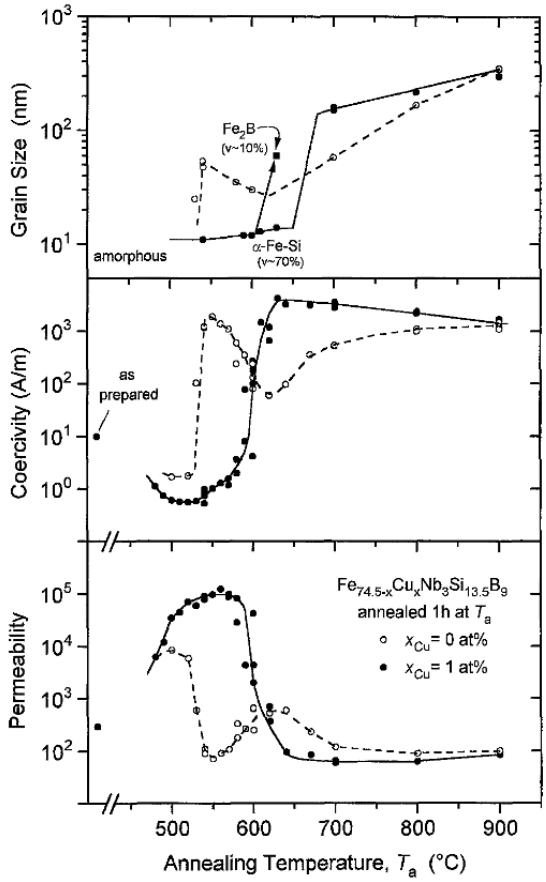

Рисунок 1.22: Средний размер зерна, коэрцитивная сила и начальная магнитная проницаемость сплава $Fe_{74,5-x}Cu_xNb_3Si_{13,5}B_9$ (x = 0 и 1 % (ат.)) как функция температуры термообработки [79].

1.4 Механические напряжения в аморфных микропроводах и лентах

Процессы изготовления как аморфных микропроводов, так и лент характеризуются высокой скоростью охлаждения расплава, что по мере затвердевания приводит к появлению термоупругих (закалочных) напряжений. При изготовлении методом Улитовского-Тейлора на внутренние механические напряжения в микропроводах дополнительно оказывают влияние процессы вытягивания под действием собственного веса и намотки на приёмную бобину, а также напряжения, возникающие в процессе охлаждения стеклянной оболочки и металлической сердцевины с разной скоростью, вследствие разницы в коэффициентах термического расширения.

В работе [80] была проведена одна из первых попыток описать распределение внутренних напряжений в микропроводах, изготовленных методом закалки расплава во вращающемся слое охлаждающей жидкости. Отметим, что при таком способе изготовления отсутствует стеклянная оболочка. Была предложена феноменологическая модель, в рамках которой предусматривалось:

1. Сохранение цилиндрической формы струи расплава во время охлаждения и затвердевания;
2. Теплопередача от расплава металла к воде происходит с учётом цилиндрической симметрии, линии теплового потока строго радиальны;
3. Внешний слой первым контактирует с охлаждающей жидкостью, фронт затвердевания расплава движется в направлении, противоположном движению теплового потока;
4. Неодновременное затвердевание слоёв металла является источником внутренних напряжений.

В рамках такой модели авторам данной работы удалось оценить только распределение радиальных напряжений, которое имеет максимум при $0{,}7R$ (R – радиус микропровода) (рисунок 1.23).

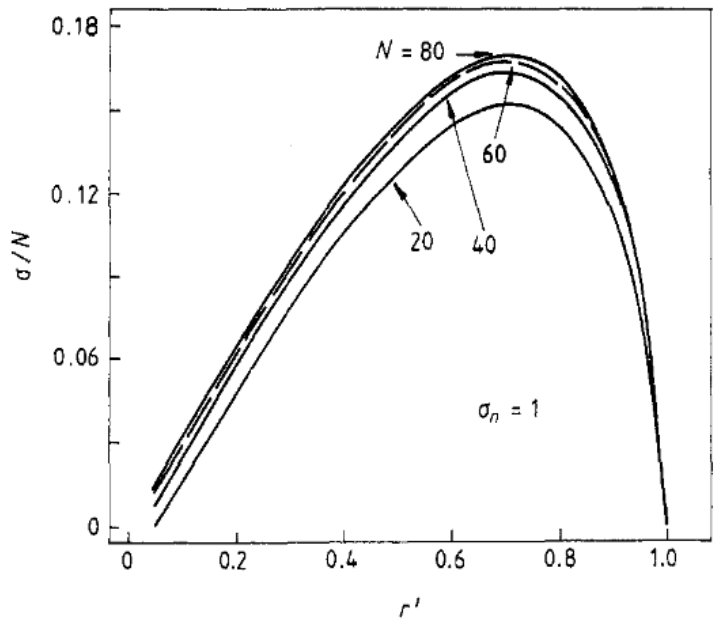

Рисунок 1.23: Распределение радиальных напряжений по сечению микропровода, рассчитанное в работе [80].

При этом в центре и на поверхности микропровода радиальные напряжения полагались равными нулю [80]. Существенным недостатком модели является невозможность оценки других компонент тензора напряжений, для чего, по меньшей мере, необходимо решение уравнения теплопроводности, а также учёт влияния стеклянной оболочки при изготовлении методом Улитовского-Тейлора, что и было проделано в работе [81]. Рассчитанные компоненты тензора напряжений представлены на рисунке (рисунок 1.24).

Внутренние напряжения распределены в микропроводе неоднородно, в центральной части микропровода (до ~85% от радиуса) преобладают положительные (растягивающие) осевые напряжения σ_{zz}, величина которых составляет несколько сот МПа. Приповерхностная часть микропровода находится под действием сильных (до единиц ГПа) сжимающих осевых σ_{zz} и азимутальных $\sigma_{\theta\theta}$ напряжений. Радиальная компонента σ_{rr} по всему сечению микропровода положительна, наиболее однородно стабильна и по величине составляет около нескольких сот МПа. Учёт вклада от охлаждения микропровода в стеклянной оболочке приводит к повышению среднего уровня напряжений в микропроводе, к каждой компоненте тензора напряжений появляется положительное слагаемое. Для радиальной и азимутальной компонент величина этого слагаемого одинакова и меньше, чем для осевой составляющей.

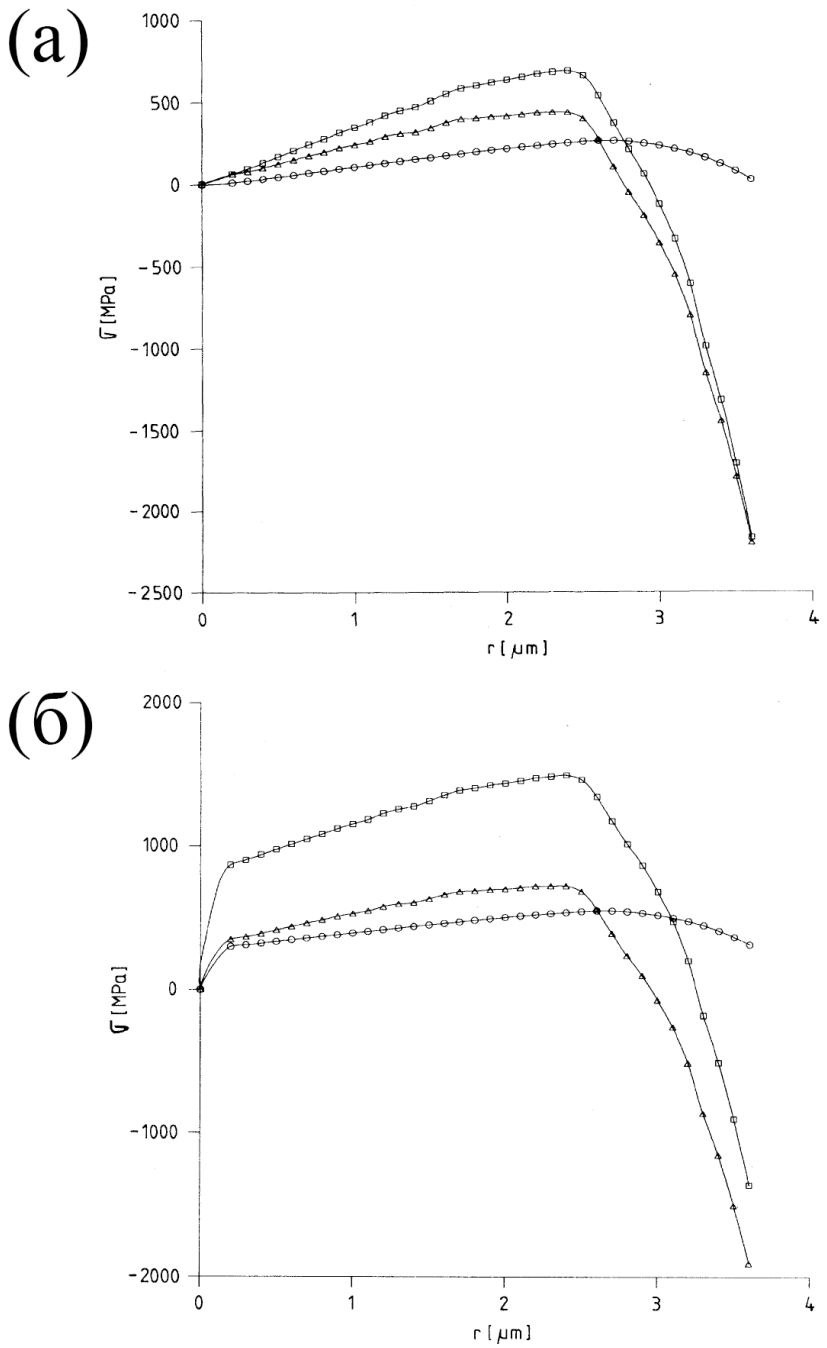

Рисунок 1.24: Распределение компонент тензора напряжений по сечению аморфного микропровода: (а) – напряжения, индуцируемые высокоскоростным охлаждением, (б) – полное распределение напряжений с учётом высокоскоростного охлаждения расплава металла и различий в коэффициентах термического расширения металлической сердцевины и стеклянной оболочки [81].

Важным следствием является также и то, что при постоянной толщине стекла, увеличение радиуса изготавливаемого микропровода приводит к понижению максимальных осевых напряжений (рисунок 1.25(а)). А при постоянной толщине металлической сердцевины,

увеличение толщины стекла приводит к значительному увеличению осевых напряжений (рис. 1.25(б)).

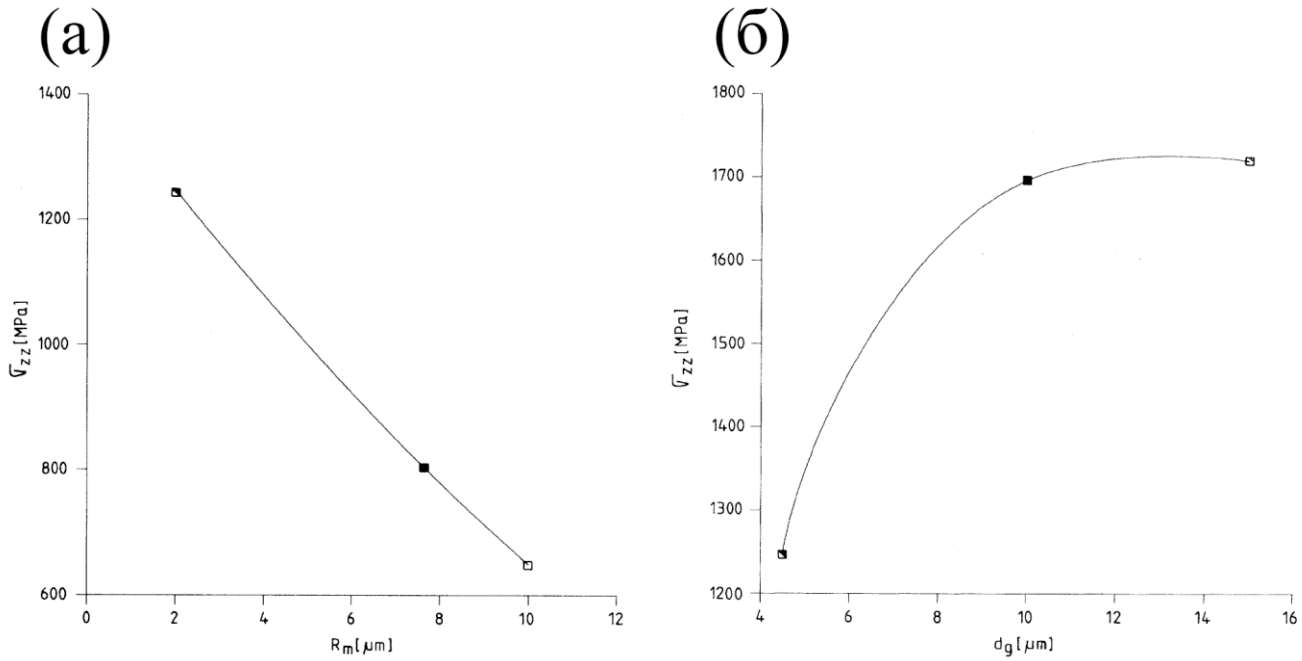

Рисунок 1.25: Максимальное значение осевых напряжений при постоянной толщине стеклянной оболочки как функция радиуса микропровода (а), максимальное значение осевых напряжений при постоянном радиусе сердцевины микропровода как функция толщины стеклянной оболочки (б) [81].

В случае, когда микропровод изготовлен из сплава с положительной магнитострикцией, неоднородное распределение напряжений приводит к формированию областей с различной магнитоупругой анизотропией, энергия которой записывается в виде:

$$E = -\frac{3}{2}\lambda_s \sigma \sin^2\theta \qquad (1.8),$$

где λ_s – магнитострикция насыщения, σ – величина механических напряжений, θ – угол между осью микропровода и направлением намагниченности. В аморфных сплавах из-за отсутствия магнитокристаллической анизотропии основной вклад в величину полной анизотропии вносит именно магнитоупругая анизотропия. Таким образом, в основном действием неоднородных механических напряжений в микропроводе и определяются магнитные свойства и доменная структура.

1.4.1 Влияние механических напряжений на процесс формирования наноструктуры

Из-за различий между процессами изготовления, аморфные микропровода, получаемые методом Улитовского-Тейлора, и аморфные ленты, получаемые методом спиннингования расплава, имеют разное напряженное состояние [82,83]. Величина закалочных напряжений в ленте составляет десятки МПа [82]. Различие в напряженном состоянии между аморфными микропроводами и лентами влияет не только на процесс перемагничивания и форму петли гистерезиса [84,85], но и должно влиять на процессы кристаллообразования на начальных стадиях. Ранее влияние механических напряжений на кристаллизацию и магнитные свойства микропроводов, обогащенных Co, наблюдалось в работах [86-88]. Было установлено, что изотермический отжиг приводит к образованию кристаллитов вытянутой формы, причем существует преимущественная ориентация вдоль оси микропровода [89]. Эта тенденция была сильнее выражена в микропроводах, испытавших направленную кристаллизацию в присутствии магнитного поля [90]. Было показано, что рост кристаллов, ориентированных вдоль оси микропровода, приводит к гигантскому увеличению коэрцитивной силы (на порядок и более). Более того, в [88] было продемонстрировано совокупное влияние напряжений на кристаллизацию и высокочастотные свойства микропроводов.

Внутренние напряжения, определяемые геометрическими параметрами (диаметром микропровода d и соотношением d/D), влияют на тепловые и магнитные свойства исходных и отожженных микропроводов на основе железа. Методом дифференциальной сканирующей калориметрии в ряде работ [91-93] в микропроводах на основе железа отслеживалась разница в теплоёмкости ΔC_p в окрестности температуры Кюри. Было выяснено, что изменение теплоёмкости ΔC_p при температуре Кюри уменьшается вместе с уменьшением соотношения d/D, которое определяет величину внутренних напряжений. Более высокие внутренние напряжения соответствуют более интенсивному пику теплоемкости, что говорит о влиянии исходного напряжённого состояния на процесс нанокристаллизации. Также было установлено, что структурная релаксация аморфных микропроводов во время отжига приводит к смещению калориметрического пика, соответствующего фазовому переходу при температуре Кюри, в область более высоких температур, в то время как кристаллизация приводит к исчезновению пика. Обнаружено, что в аморфных микропроводах энергия активации процессов структурной

релаксации (топологического и химического упорядочения) выше, чем в аморфных лентах аналогичного состава [94].

В работе [95] проводилось сравнение процесса кристаллизации в аморфных микропроводах состава $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_xB_{22,5-x}$ (x =11,5, 13,3 и 16,5) и аморфных лентах состава $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$. Обнаружено, что в микропроводах с низким содержанием Si (x = 11,5 и 13,3) на первом этапе кристаллизации происходит образование немагнитной фазы. Авторы данной публикации предполагают, что при больших внутренних напряжениях, возникающих в микропроводах из-за разных коэффициентов термического расширения металлической сердцевины и стеклянного покрытия, возможно появление в данных сплавах немагнитной фазы γ-Fe.

Известно, что и внешние механические напряжения, возникающие при прокатке [96], изгибе [97], измельчении [98], пластической деформации [99,100] и статической нагрузке [101,102], влияют на процесс образования кристаллов.

В некоторых аморфных сплавах (на основе Pd, La и Pr) сжимающие напряжения могут приводить к замедлению кинетики кристаллизации и повышению температуры кристаллизации [103-105]. В таких сплавах температура стеклования T_g ниже температуры кристаллизации T_x. Это означает, что кристаллизация таких сплавов происходит из состояния переохлаждённой жидкости, а не из аморфного. Вязкость в переохлаждённом жидком состоянии ниже, чем в аморфном состоянии, т.е. релаксация структуры протекает быстрее. Поэтому влияние объёмного эффекта будет более сильным, когда кристаллизация происходит из аморфного состояния при $T_g > T_x$, когда вязкость сплава остаётся высокой, а напряжения не успевают релаксировать. В случае исследуемых в данной работе сплавов на основе железа $T_g > T_x$.

Однако следует отметить, что влияние давления на кристаллизацию сплавов с $T_g < T_x$ неоднозначно. Так, в работе [97] изогнутая лента из аморфного сплава $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ была кристаллизована при температуре 700 К. Было показано, что приложение изгибных напряжений более 1,5 ГПа приводило к тому, что на растянутой стороне (выше нейтральной оси) ленты нанокристаллы не обнаруживались. В то же время в сжатой части ленты были обнаружены нанокристаллы. Поскольку объемный эффект при выделении нанокристаллов Cu_3Pd был отрицательным и составлял -2%, то ожидалось ускорение кристаллизации в сжатых областях ленты, что в дальнейшем было подтверждено экспериментально. Объемный эффект при образовании кристаллов в аморфной матрице в сплаве $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ отрицателен и равен −5,7%. В сплавах на основе железа объемный эффект кристаллизации по величине больше, и его влияние на процесс кристаллизации должно быть более существенным.

1.5 Эффект гигантского магнитного импеданса

Открытие в 1988 году эффекта гигантского магнетосопротивления в плёнках Fe/Cr и поиски материала для использования в качестве магнитных головок подстегнули исследование магнеторезистивных явлений в целом. Это привело к обнаружению [106, 107] в аморфных микропроводах $Fe_{4,3}Co_{68,2}Si_{12,5}B_{15}$ значительного роста импеданса во внешнем магнитном поле, что было названо эффектом гигантского магнитного импеданса (ГМИ).

Из-за наличия скин-эффекта переменный ток концентрируется у поверхности проводника на некоторой глубине скин-слоя δ, изменяя его импеданс Z. В случае магнитомягкого проводника магнитная проницаемость μ чувствительна к изменениям внешнего магнитного поля, что делает импеданс зависимым от толщины скин-слоя. По определению импеданса:

$$Z = \frac{U}{I} = \frac{LE_z(S)}{q\langle j_z\rangle_q} = R_{DC}\frac{j_z(S)}{\langle j_z\rangle_q} \quad (1.9),$$

где L – длина проводника, q – площадь поперечного сечения, $E_z(S)$ и $j_z(S)$ – продольные компоненты электрического поля на поверхности проводника, $\langle j_z\rangle_q$ – среднее по сечению проводника значение плотности тока, R_{DC} – сопротивление постоянному току. Распределение плотности тока в случае цилиндрического проводника, полученное из одновременного решения уравнений Максвелла и Ландау-Лифшица, приводит к следующему выражению для импеданса:

$$Z = R_{DC}kR\frac{J_0(kR)}{2J_1(kR)} \quad (1.10),$$

где R – радиус цилиндрического проводника, $k = \frac{1-i}{\delta}$ – комплексная константа распространения, $\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu_\varphi\mu_0}}$ – классическая глубина скин-слоя, зависящая в случае ферромагнитного проводника от циркулярной компоненты магнитной проницаемости μ_φ. На практике основной характеристикой эффекта гигантского магнитной импеданса обычно служит относительное увеличение импеданса:

$$\frac{\Delta Z}{Z} = 100\% \times \frac{Z(H)-Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \quad (1.11),$$

где $Z(H)$ – импеданс во внешнем магнитном поле, H_{max} – максимальное магнитное поле, которое обычно не меньше поля насыщения. Другой не менее важной характеристикой служит чувствительность к внешнему магнитному полю:

$$\eta = \frac{\partial}{\partial H}\left(\frac{\Delta Z}{Z}\right) \quad (1.12).$$

В зависимости от частоты пропускаемого переменного тока, эффект гигантского магнитного импеданса можно представить в четырёх частотных режимах [108]:

1. Очень низкие частоты (до 10 кГц). Скин-эффект на таких частотах ещё не ярко выражен, в изменения импеданса основной вклад вносит реактивная компонента X. Также может происходить движение доменных границ в циркулярном направлении.

2. Низкие частоты (10 кГц – 1 МГц). В этом диапазоне уже имеется выраженный скин-эффект. Циркулярная магнитная проницаемость определяется движением доменных стенок и вращением намагниченности.

3. Средние частоты (1 МГц – ~100 МГц). Движение доменных стенок в этом режиме подавлено вихревыми токами, и на эффект ГМИ оказывает влияние только вращение намагниченности.

4. Очень высокие частоты (порядка ГГц). Вращение намагниченности на таких частотах определяется гиромагнитным эффектом и ферромагнитной релаксацией. Максимумы импеданса наблюдаются в сильных полях, когда уже достигнуто состояние магнитного насыщения. Механизм изменения глубины скин-слоя тот же, что и при ферромагнитном резонансе.

Для повышения величины эффекта ГМИ и его чувствительности к полю требуется магнитомягкость материала, при этом с точки зрения теории [109] требуется высокая намагниченность насыщения, низкое удельное сопротивление и низкая постоянная магнитной релаксации. Этими параметрами определяется минимальная глубина скин-слоя, названная глубиной магнитной релаксации [109]:

$$\delta_m = \frac{1}{\gamma M_s}\sqrt{\frac{\rho}{\mu_0}\left(\alpha\gamma M_s + \frac{2}{\tau}\right)} \qquad (1.13),$$

где γ – гиромагнитное отношение, α – параметр ферромагнитной релаксации, τ – время релаксации. На минимальной глубине скин-слоя для ферромагнитного проводника толщиной t отношение $\frac{Z}{R_{DC}} \approx \frac{t}{2\delta_m}$, и для аморфных микропроводов CoFeSiB оценка показывает, что относительное увеличение импеданса должно составлять порядка 1000 % [109], что экспериментально не достигалось.

Помимо этого, важным является уменьшение флуктуаций локальной магнитной анизотропии, следовательно, уровень внутренних напряжений, либо величина магнитострикции в скин-слое должны быть как можно более низкими. Также необходимо уменьшить флуктуации намагниченности, поскольку это приводит к наличию случайных магнитостатических полей, ухудшающих ГМИ эффект, это достигается созданием циркулярной доменной структуры. Наконец, поверхность должна быть как можно более гладкой, чтобы избежать полей рассеяния

на шероховатостях, а также не допустить ситуации, когда глубина скин-слоя сопоставима, либо меньше дефектов на поверхности. [108].

За годы экспериментального исследования эффекта ГМИ в аморфных микропроводах определились основные и наиболее доступные способы обработки, приводящие к улучшению эффекта ГМИ. Самым наиболее встречающимся является классическая термообработка в печах, приводящая к релаксации внутренних напряжений и формированию наноструктуры. Существует весьма широкий ряд работ, посвященных эффекту ГМИ в микропроводах на основе Fe [110-117] или Co [5, 118, 119] после термообработок при различных температурах и временных интервалах. Стоит отметить современные работы, в которых достигнут наибольший прирост величины ГМИ эффекта в микропроводах на основе Fe [120] и Co [121], изготовленных методом Улитовского-Тейлора. В микропроводах состава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ (d = 10 мкм) после механического удаления стеклянной оболочки и термообработки при 550 ℃ в течение часа удалось достичь $\Delta Z/Z$ = 190 % (f = 100 МГц) [120], а в микропроводах $Co_{72}Fe_4B_{13}Si_{11}$ (d = 40 мкм) после термообработки при 300 ℃ в течение часа было достигнуто наибольшее из когда-либо опубликованных значений прироста импеданса $\Delta Z/Z$ = 735 % (f = 80 МГц) [121].

Другой разновидностью термообработки является токовая термообработка [122]. С учётом небольшой площади поперечного сечения микропроводов для такой термообработки достаточно токов величиной около 5-20 мА. Проходящий через проводник постоянный ток создаёт внутри себя циркулярное магнитное поле $H = \frac{Ir}{2\pi R^2}$, пропорциональное расстоянию от оси. Таким образом, термообработка происходит под действием циркулярного поля внутри ферромагнетика, что приводит к появлению циркулярной магнитной анизотропии. В микропроводах $Fe_{75}B_9Si_{12}C_4$ был достигнут прирост импеданса $\Delta Z/Z$ = 140 % на частоте 200 МГц при пропускании тока величиной 20 мА в течение 3 минут [123, 124]. Величину пропускаемого тока для увеличения циркулярного магнитного поля можно значительно увеличить при использовании охлаждающей среды. В работе [125] в качестве такой среды использовался жидкий азот, что позволило пропускать через микропровода состава $Co_{68,15}Fe_{4,35}Si_{12,25}B_{11,25}Nb_2Cu_2$ токи величиной до 350 мА. После термообработки током 300 мА величина эффекта ГМИ достигла максимума в 425 % на частоте 8,1 МГц.

Улучшить величину эффекта ГМИ при термообработке можно также путём приложения внешней нагрузки как скручивающей [126], так и растягивающей [5, 119, 127-129]

Влияние на эффект гигантского магнитного импеданса оказывает и непосредственное приложение растягивающих и скручивающих механических напряжений с последующей термообработкой, либо без неё [130]. Как показано в работе [131], приложенная внешняя нагрузка приводит к асимметрии эффекта ГМИ по магнитному полю, хотя изменения в

приросте импеданса невелики и составляют несколько процентов. Нагрузка приводит к изменению поля анизотропии, что приводит к сдвигу максимумов эффекта по полю в экспериментальных зависимостях *ΔZ/Z(H)*.

1.6 Ферромагнитный резонанс

Теория ферромагнитного резонанса в аксиально намагниченном цилиндре, предложенная Л. Краусом (Luděk Kraus) [132], показывает, что существует ряд резонансных мод различной аксиальной симметрии. Однако в обычной экспериментальной конфигурации, при воздействии микроволновым излучением на образец в резонансной полости возбуждается только вращательно-симметричная мода ($n = 0$). Поглощение микроволнового излучения сложным образом зависит от комплексного поверхностного импеданса Z_0 и радиуса цилиндра R. Поглощение пропорционально действительной части поверхностного импеданса Z_0' только в случае, если длина образца мала по сравнению с размерами измерительного волновода или резонансной полости, Z_0' также зависит от радиуса цилиндра R. Существуют также некоторые размерные эффекты, наблюдаемые, когда эффективная глубина проникновения соответствующей волновой ветви сравнима или больше радиуса R.

В работе [133] показано, что полный импеданс проводника пропорционален поверхностному, что делает теорию ферромагнитного резонанса в металлах, а также теорию спин-волнового резонанса [134, 135], пригодными для описания эффекта ГМИ.

Экспериментальное изучение ФМР в аморфных микропроводах на основе Fe проводилось, например, в работах [136, 137]. Данные, полученные из производных спектров ФМР для микропроводов $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, свидетельствуют о наличии вблизи поверхности микропроводов магнитной анизотропии, направление которой сменяется с аксиальной на радиальную по мере удаления стеклянной оболочки. Было продемонстрировано, что форма пика на полевой зависимости производной поглощения микроволн зависит от процесса изменения намагниченности. Резкие пики в слабых полях соответствуют скачкам Баркгаузена при перемагничивании центрального аксиального домена. В то же время широким пикам в более высоких магнитных полях ставится в соответствие вращение намагниченности в поверхностном доменном слое. Подобная работа была проведена и для микропроводов состава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ [138].

Помимо обычного ферромагнитного резонанса в аморфных микропроводах может наблюдаться естественный ферромагнитный резонанс (ЕФМР), проявляющийся в отсутствие внешнего магнитного поля. Частота ЕФМР зависит от исходного напряжённого состояния микропровода и уменьшается с ростом соотношения $\rho=d/D$ в микропроводах $Fe_{69}B_{15}Si_{10}C_6$ и $Fe_{89}B_1Si_3C_3Mn_4$ [139].

1.7 Практическое применение аморфных ферромагнитных микропроводов

На основе описанных ранее магнитных свойств был разработан широкий спектр применений аморфных микропроводов. В силу своих малых размеров аморфные микропровода наиболее пригодны для использования в качестве сенсорных элементов различного рода датчиков и устройств. Однако возможно использование магнитомягкости микропроводов и в качестве электронных компонент, таких как, например, миниатюрные магнитные сердечники в мультивибраторах, предложенные К. Мори (Kaneo Mohri) [140] для детектирования магнитных полей, токов и крутящих моментов, и плоские элементы индуктивности [141]. Помимо этого, магнитомягкость микропроводов использовалась при создании из них игл для сканирующей туннельной микроскопии со спин-поляризацией [142].

Широко применяется и тот факт, что микропровода с положительной магнитострикцией перемагничиваются большим скачком Баркгаузена при достижении некоторого внешнего поля переключения H_{sw}, т.е. обладают магнитной бистабильностью (рисунок 1.26), и вызывают скачок ЭДС индукции в измерительных катушках.

На основе магнитной бистабильности были предложены датчики угла поворота (поворотные энкодеры) [144] и линейного перемещения [145]. Использование зависимости поля переключения H_{sw} от внешней нагрузки позволило создать датчики деформации, применимые для измерения деформаций фанерных [146], металлических [143], а также бетонных конструкций [147]. Было предложено [148] использовать возникающие при растягивающей нагрузке высшие гармоники электрического сигнала при перемагничивании микропроводов в переменном магнитном поле в качестве принципа регистрации деформации. Параллельная укладка микропроводов с различными значениями H_{sw} приводит к возникновению многоступенчатой петли гистерезиса, пригодной для кодирования информации и создания на этой основе магнитных меток [149, 150].

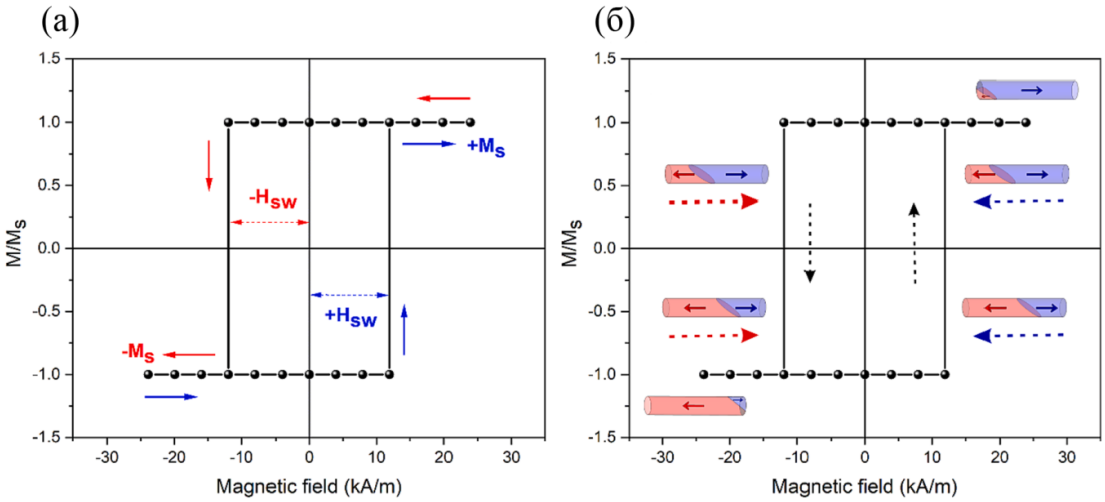

Рисунок 1.26: Типичная петля гистерезиса, характеризующая процесс бистабильного перемагничивания микропровода, H_{sw} – поле переключения (а), схематическое изображение процесса перемагничивания одним скачком Баркгаузена (б) [143].

Другим практически применимым свойством аморфных ферромагнитных микропроводов является эффект гигантского магнитного импеданса. Величина ГМИ эффекта изменяется в зависимости от внешнего постоянного магнитного поля или приложенного постоянного, либо переменного тока, что делает возможным измерение магнитных полей или постоянных/переменных токов. Датчики магнитного поля на основе ГМИ эффекта обладают высокой чувствительностью (~пТ) и диапазоном измерения магнитных полей ~1 мТл (10 Гс) [151]. Такие датчики обладают небольшим временем отклика из-за того, что эффект ГМИ наблюдается на частотах в диапазоне ~100 кГц – 1 ГГц, а также широким температурным диапазоном применения (~100 °С) и высокой температурной стабильностью импеданса (изменения импеданса < 0,02 %/°С) [151]. Встроенный в интегральные схемы КМОП-структур, датчик магнитного поля было предложено использовать в качестве электронного компаса, системы контроля движения беспилотных автомобилей и для измерения биомагнитных полей [151]. Принцип измерения магнитных полей на основе ГМИ эффекта можно использовать и в качестве самостоятельного исследовательского инструмента, например, ГМИ магнетометра [152, 153], с помощью которого можно определять слабые поля рассеяния ферромагнитных материалов, например, самих аморфных микропроводов [154]. Высокая чувствительность при измерении небольших магнитных полей, малые размеры и низкое энергопотребление (< 1 мВт) ГМИ-сенсоров позволяет использовать их при разведке полезных ископаемых и обнаружении магнитных аномалий как на Земле, так и в космическом пространстве [155]. Возможным является применение ГМИ-сенсоров в качестве декодеров в системе магнитного бинарного кодирования, использующей технологию 3D-печати [156].

Кроме того, эффект ГМИ чувствителен к приложению внешней нагрузки, поэтому его можно использовать и для создания датчиков механических напряжений. Одни из первых попыток в направлении создания магнитоупругого сенсора на основе эффекта ГМИ в аморфных микропроводах опубликованы в работах [157, 158].

Одним из возможных применений микропроводов, хотя и не связанным с их магнитными свойствами, является использование их резистивных свойств для микронагрева и для измерения температуры. В работе [159] продемонстрирована возможность использования аморфных микропроводов $Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$ в качестве микронагревателей и термометров сопротивления для измерения теплопроводности бутадиен-нитрильного каучука, заполненного разным количеством гексагонального BN и подвергнутого низкотемпературной карбонизации.

В последние годы развивается направление, связанное с применением в сенсорике эффекта спинового вращения на ГГц частотах (GHz spin rotation, GSR). Сущность эффекта схематически представлена на рисунке (рисунок 1.27).

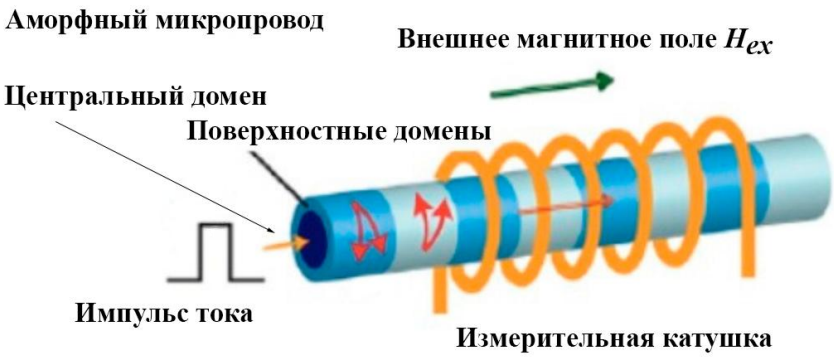

Рисунок 1.27: Принцип эффекта спинового вращения на ГГц частотах. Адаптировано из работы [160].

Аморфный микропровод с околонулевой магнитострикцией, имеющий доменную структуру, которая состоит из поверхностных циркулярных доменов, осевых доменов и 90-градусной доменной стенки между ними, находится во внешнем продольном магнитном поле. Внешнее магнитное поле приводит к наклону спинов в поверхностных доменах в аксиальном направлении, причём угол наклона зависит от напряжённости поля. Осевые магнитные домены индуцируют намагничивание в аксиальном направлении. Импульсный ток с частотой порядка ГГц проходит через провод, создавая сильное круговое магнитное поле, осуществляющее только вращение спинов. Движение доменных стенок подавлено из-за сильного скин-эффекта на столь высоких частотах. Напряжение, возникающее в измерительной катушке, пропорционально продольной намагниченности наклонных спинов $M\sin\theta$ и скорости её

изменения $2\pi f \cos\theta$, f – частота импульса тока, θ – угол отклонения спинов от циркулярного направления.

Используя эффект спинового вращения на ГГц частотах были созданы датчики магнитного поля, встроенные в интегральные схемы специального назначения, имеющие на 1-2 порядка большее соотношение сигнал/шум и большую чувствительность в сравнении с ГМИ-сенсорами [160, 161]. Однако этот эффект в микропроводах с околонулевой магнитострикцией, например, из сплава $Co_{50,7}Fe_{8,1}B_{13,3}Si_{10,3}$ ограничен ферромагнитным резонансом на частотах свыше 3 ГГц, который приводит к уменьшению возникающего напряжения [162]. Высокая чувствительность измерения такими датчиками требует увеличения сопротивления измерительной катушки, что отражается на энергоэффективности [161].

Малые размеры и использование нетоксичных элементов делает аморфные микропровода пригодными и для биомедицинских приложений. Стеклянная оболочка не оказывает влияния на рост живых клеток и полностью биосовместима, а сам микропровод практически не влияет на результаты проводимых рентгеновских исследований, либо МРТ [163]. Нагрев микропровода в процессе перемагничивания переменным магнитным полем применяется в магнитной гипертермии – многообещающем на сегодняшний день методе лечения рака. Локальное повышение температуры до 40-45 °C приводит к необратимому повреждению раковых клеток, окружающие ткани остаются нетронутыми [164]. Гипертермическое исследование микропроводов $Fe_{77}B_{10}Si_{10}C_3$ *in vitro*, проведённое в микрофлюидном устройстве, продемонстрировало уменьшение популяции клеток остеосаркомы на 89 % после 1 часа воздействия [165]. В биологических исследованиях микропровода и их магнитные поля рассеяния могут быть пригодны для манипуляции биологическими объектами, помеченными магнитными наночастицами [166, 167]. Схема методики приведена на рисунке (рисунок 1.28).

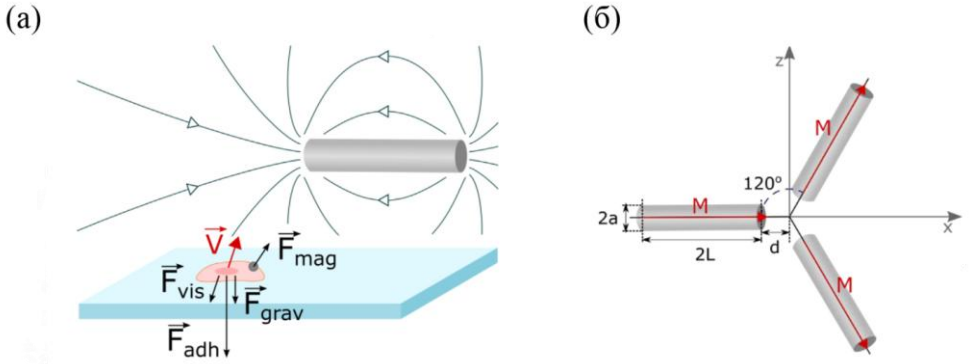

Рисунок 1.28: Иллюстрация двух моделей клеточных манипуляторов: однополюсный пинцетный, направления действующих магнитных (F_{mag}), вязких (F_{vis}), гравитационных (F_{grav}) и адгезионных сил (F_{adh}) показаны стрелками (а), концепция 2D манипулятора на основе трёх ферромагнитных микропроводов под углом 120° с продольным намагничиванием (б) [166].

Помимо использования одиночных аморфных микропроводов в различных сенсорах, существуют исследования, посвященные применению микропроводов в составе композитных материалов. В основном такие композитные материалы представляют собой полимерную матрицу, армированную аморфными микропроводами. В зависимости от состава микропроводов различаются потенциальные применения таких композитов. В работах [168, 169] изучено поведение микропроводов на основе Co в композитной матрице на основе винилэфирной смолы при пропускании микроволнового излучения в диапазоне 1-17 ГГц. Схематически композитный материал с включениями из микропроводов и экспериментальная установка представлены на рисунке 1.29.

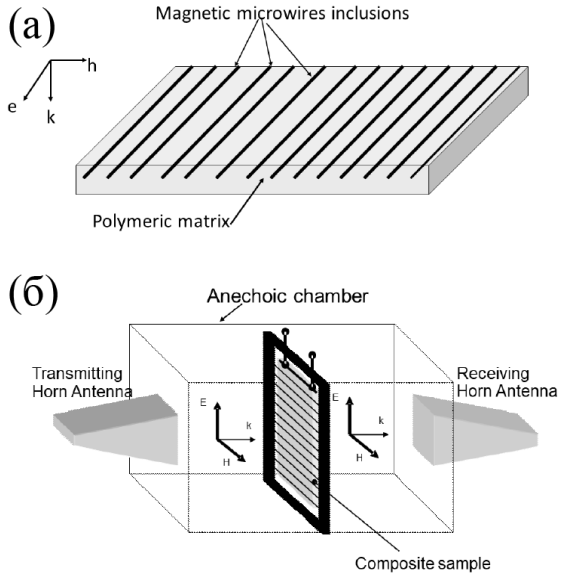

Рисунок 1.29: Эскиз армированного ферромагнитными микропроводами полимерного композита (а), схема экспериментальной установки по измерению поглощения электромагнитного излучения (б) [169].

Таким способом микропровода предполагается использовать в качестве средства неразрушающего и бесконтактного контроля напряжённого состояния композитов. Как показано в работе [170], при использовании микропроводов из сплава $Ni_{48,5}Mn_{22,7}Ga_{22,8}$, из семейства сплавов Гейслера, можно получать полимерные композиты на основе поливинилденфторида (ПВДФ), в которых одновременно присутствует и магнитокалорический, и магнитоэлектрический эффекты.

Отдельно стоит выделить направление исследований микропроводов, обладающее определённым прикладным и исследовательским потенциалом и связанное с нанесением на микропровода различных покрытий. В ранних работах на эту тему [171, 172] предлагается двухэтапный процесс. Сначала осуществляется магнетронное напыление плёнки Ag, Au или Ti (возможны и другие металлы) толщиной до 700 нм на стеклянную оболочку микропровода.

Следующий, необязательный этап, заключается в электрохимическом осаждении Ni, Ag, либо иных металлов на ранее напылённую металлическую плёнку, в этом случае её толщина ограничивалась 30 нм. Схема электрохимической ячейки и многослойного микропровода приведены на рисунке 1.30.

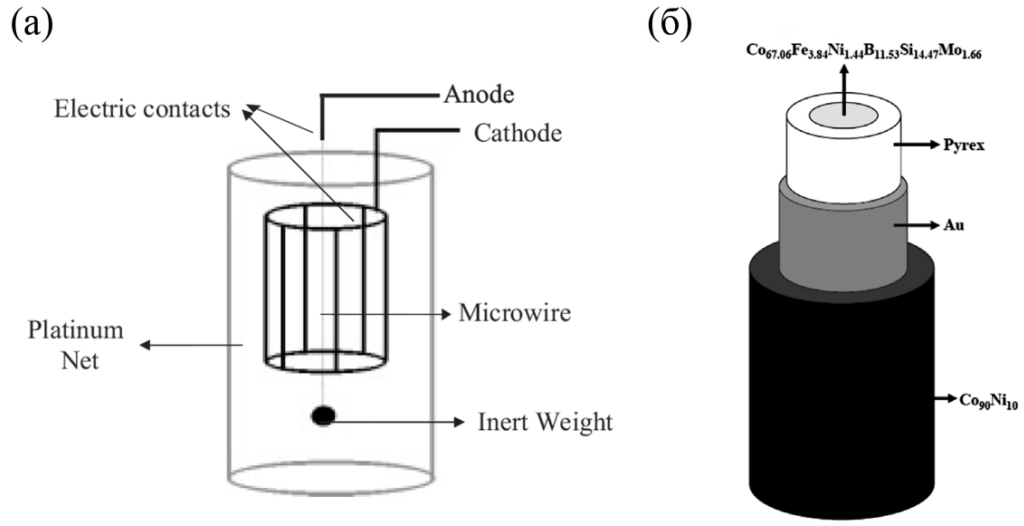

Рисунок 1.30: Электрохимическая ячейка для осаждения металлов (а) [171], схема многослойного ферромагнитного микропровода: магнитомягкая сердцевина (показана светло-серым цветом), стеклянная оболочка (белый цвет), промежуточный слой золота (тёмно-серый), магнитожёсткая внешняя оболочка (чёрный) (б) [172].

Напыляемые металлы значительно изменяют напряжённое состояние аморфного микропровода, что приводит к изменению характера перемагничивания микропроводов. В случае микропроводов $(CoFeNi)_{75}Si_{10}B_{15}$ напыление титана приводит к появлению лёгкой оси (рисунок 1.31(а)). Наоборот, напыление на микропровода $Fe_{72,5}Si_{12,5}B_{15}$ 30 нм слоя золота сохраняет магнитную бистабильность, но приводит к увеличению коэрцитивной силы и поля переключения H_{sw}, а последующее осаждение серебра приводит к изменениям в доменной структуре, при которых отсутствует центральный аксиальный домен (рисунок 1.31(б)).

Конечной целью данных работ являлось создание бимагнитного микропровода с магнитомягкой исходной центральной частью и электрохимически осаждённой магнитожёсткой плёнкой. В работах [173, 174] был продемонстрирован бимагнитный микропровод состава $Co_{67,06}Fe_{3,84}Ni_{1,44}B_{11,53}Si_{14,47}Mo_{1,66}$ с околонулевой отрицательной магнитострикцией $\lambda_s = -3\times10^{-7}$, покрытый магнитожёсткой плёнкой $Co_{90}Ni_{10}$. Полученные бимагнитные микропровода демонстрируют наличие двух частот ФМР, соответствующим разным магнитным фазам [175, 176], а также обладают асимметричным по магнитному полю ГМИ эффектом [176]. Варьирование напыляемых и осаждаемых материалов, их толщины и технологических режимов могут приводить как к улучшению, так и к ухудшению эффекта

ГМИ, помимо этого может возникать гистерезис ГМИ, нежелательный для практического использования [177].

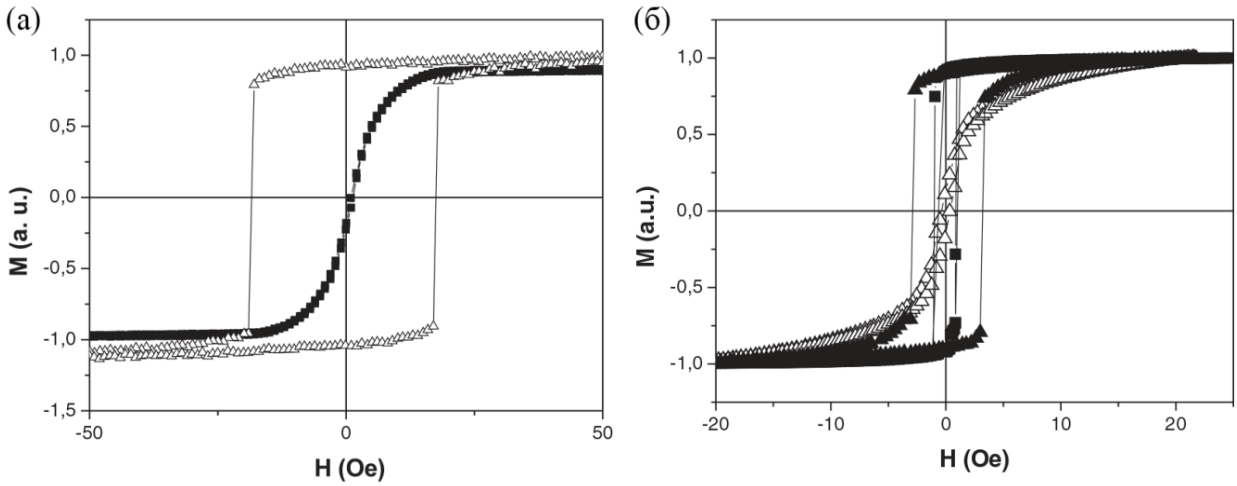

Рисунок 1.31: Петли гистерезиса микропроводов состава $(CoFeNi)_{75}Si_{10}B_{15}$ (d = 8 мкм, D = 30 мкм) до (■) и после (△) напыления 100 нм слоя титана (а), петли гистерезиса микропроводов состава $Fe_{72,5}Si_{12,5}B_{15}$ (d = 21,4 мкм, D = 34 мкм) в исходном аморфном состоянии (■), после напыления 30 нм слоя золота (▲), после дополнительного напыления 14 мкм слоя серебра (△) (б).

Плёнка, напылённая на микропровод с использованием магнетрона, может быть асимметричной. При напылении на микропровод $Fe_{77,5}B_{15}Si_{7,5}$ магнитомягкой плёнки $Ni_{84}Fe_{16}$ только с одной стороны результаты эксперимента по ФМР были такими же, как и при полном покрытии, но асимметричное напыление магнитожёсткой плёнки из кобальта не повлияло на частоту ФМР [178].

Глава 2. Методы эксперимента, материалы и методы их обработки

Объектами исследования в данной работе служили аморфные микропровода в стеклянной оболочке составов $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ и $Fe_{73,9}Si_{10,9}B_{13,2}C_2$, изготовленные методом Улитовского–Тейлора. Основные геометрические параметры исследуемых микропроводов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Полный перечень исследуемых в данной работе микропроводов.

Состав	Диаметр металлической сердцевины, d (мкм)	Полный диаметр микропровода в стеклянной изоляции, *D* (мкм)	Соотношение $\rho=d/D$
Глава 3			
$Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$	20,0	25,0	0,80
$Fe_{73,9}Si_{10,9}B_{13,2}C_2$	18,0	24,0	0,75
$Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$	15,0	30,0	0,50
Глава 4			
$Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$	16,5	23,5	0,70
$Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$	16,5	23,5	0,70
$Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$	15,0	30,0	0,50
Глава 5			
$Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$	15,0	30,0	0,50

Помимо микропроводов также была исследована аморфная лента состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, полученная методом быстрого охлаждения расплава, её толщина составляла 16-18 мкм, ширина – 9 мм. Толщина определялась из измерений микрометром по нескольким участкам ленты.

2.1 Подготовка и обработка образцов

Получение слитков для последующей высокоскоростной закалки осуществлялось методом индукционной плавки исходных компонентов высокой чистоты. Далее из слитков были получены исходные образцы в виде лент методом спиннингования расплава и в виде микропроводов методом Улитовского–Тейлора. Метод Улитовского–Тейлора был ранее в деталях описан в главе 1.

Закалка расплава осуществлялась на медном диске диаметром 300 мм, вращающемся со скоростью 2200-2500 оборотов в минуту. Контроль химического состава и качества изготовления ленты осуществлялся методами растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа.

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 подбирались экспериментально. Удаление оболочки и качество поверхности металлической сердцевины микропровода контролировались при помощи растровой электронной микроскопии.

Для формирования аморфно-нанокристаллической структуры в микропроводах и лентах проводился изотермический отжиг. Данные о температурах термообработки и их длительности приведены в таблице 2.

Все небольшие по длительности серии термообработок микропроводов $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ (50 с – 2 мин 40 с) проводились в конвертах из алюминиевой фольги толщиной 10 мкм, обеспечивающих высокую скорость нагрева образцов. Более длительные серии термообработок всех остальных образцов (20, 30 мин и 1 час) проводились в кварцевых ампулах. В случае,

когда микропровод нагревался с заранее удалённой стеклянной оболочкой, из кварцевой ампулы предварительно откачивался воздух для предотвращения окисления. Термообработка осуществлялась в печи сопротивления с горизонтальной загрузкой, контроль температуры осуществлялся с помощью хромель-алюмелевой термопары.

Таблица 2 – Данные об условиях термообработки, применяемых в данной работе.

Тип объекта и его химический состав	Температура термообработки	Длительность термообработки	Примечания
Микропровод $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$	480 ℃	1 час	Стеклянная оболочка была удалена до термообработки
Лента $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$			Термообработка проводилась одновременно с микропроводами
Лента $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$	480 ℃	≤ 20 минут	Серия термообработок в рамках эксперимента по релаксации механических напряжений
Микропровод $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$	480 ℃	20 минут	Стеклянная оболочка была удалена до термообработки
Микропровод $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$	430 ℃		
Микропровод $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$	550 ℃	50 с – 2 мин 40 с, 30 минут, 1 час	Стеклянная оболочка не удалялась

2.2 Электронная микроскопия

2.2.1 Растровая электронная микроскопия (РЭМ)

С помощью растровой электронной микроскопии в данной диссертационной работе были определены диаметры металлической сердцевины и толщины стеклянной оболочки всех исследуемых микропроводов, осуществлялся контроль состояния поверхности после химического травления стеклянной оболочки и металлической сердцевины микропровода. С использованием дополнительной приставки рентгеноспектрального микроанализа проводился контроль однородности химического состава всех исследуемых микропроводов и лент.

Растровый (сканирующий) электронный микроскоп (РЭМ) представляет собой систему, в которой электромагнитные линзы собирают и фокусируют внутри вакуумной колонны микроскопа пучок электронов (электронный зонд) с типичной энергией в несколько десятков кэВ, испущенных катодом посредством термо- и автоэмиссии.

При взаимодействии сфокусированного луча электронов с атомами исследуемого образца происходит рассеяние электронов пучка, а также генерация различных побочных сигналов. Полный список возникающих сигналов весьма обширен, а использование РЭМ в данной работе основном сфокусировано на получении информации о топографии поверхности и её химическом составе, поэтому стоит отметить лишь основные источники сигналов, участвующих в формировании изображения в РЭМ: обратно рассеянные первичные и вторичные электроны. Схематически методы детектирования этих электронов изображены на рисунке 2.1. При выполнении данной работы изображения формировались во вторичных электронах, выход которых зависит от морфологии исследуемой поверхности и ускоряющего напряжения электронного пучка и происходит с небольшой глубины материала (до 50 нм) Большинство современных инструментов позволяют изменять напряжение во всем доступном диапазоне, что позволяет получать изображения при различных напряжениях.

Исследование поверхности микропроводов в данной работе проводилось с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP. Его пространственное разрешение составляет 1 нм при ускоряющем напряжении 20 кВ и 3,5 нм при 0,2 кВ. Диапазон ускоряющих напряжений 100 В – 30 кВ, увеличений – от 20X до 900000X в режиме вторичных электронов. Микроскоп оборудован несколькими видами детекторов вторичных электронов: детектор Эверхарта-Торнли (SE), детектор вторичных электронов высокого вакуума (VPSE), а также In-lens детектор, встроенный в пушку микроскопа и регистрирующий электроны, которые не отклонились от первичного пучка, что и позволяет увеличить разрешение методики до 1 нм.

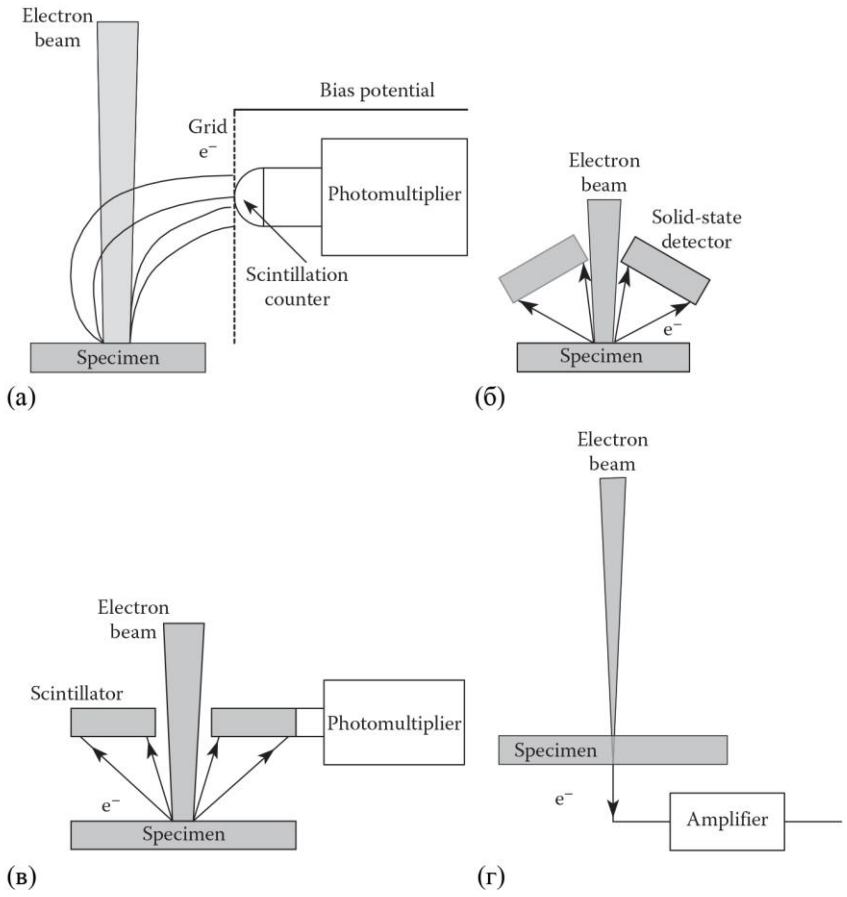

Рисунок 2.1: Методы детектирования электронов в РЭМ: (а) – вторичные электроны, (б) – обратно рассеянные электроны, твердотельный детектор, (в) – обратно рассеянные электроны, сцинтилляционный детектор, (г) – поглощённые электроны [179].

Помимо детекторов вторичных электронов микроскоп оборудован приставкой рентгеноспектрального микроанализа INCAWave, с помощью которой в данной работе осуществлялся контроль химического состава исследуемых образцов. Методика основана на определении длины волны, либо энергии попадающего на кристалл-анализатор характеристического рентгеновского излучения, испущенного атомами материала в результате перехода из возбужденного состояния в основное. Возбуждение происходит путём выбивания электронами первичного пучка электронов с внутренних K-, L- или M-оболочек и последующим заполнением вакансий электронами с более высоких энергетических уровней. По закону Мозли существует зависимость между атомным номером химического элемента и энергией (длиной волны) характеристического излучения:

$$E = A(Z - b)^2 \quad (2.1),$$

где A, b – константы, Z – атомный номер химического элемента. По значениям энергии спектра характеристического излучения можно определить химические элементы, содержащиеся в

образце, а по соотношению интенсивностей между линиями спектра можно провести количественный анализ элементов в материале.

Проникая в образец, первичный пучок расширяется из-за рассеивания электронов и приобретает грушевидную форму (рисунок 2.2). Характеристическое рентгеновское излучение при этом генерируется на глубине 0,2-2 мкм. Боковое расширение электронного пучка при этом может составлять несколько мкм.

Рисунок 2.2: Схема области возникновения сигналов при облучении электронным пучком.

2.2.2 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) позволяет исследовать микроструктуру материалов, достаточно тонких для того, чтобы облегчить прохождение электронного пучка без больших потерь интенсивности. В данной работе ПЭМ применялся для изучения микроструктуры различных областей частично кристаллических микропроводов, образцы которых были подготовлены с использованием сфокусированного ионного пучка. Максимальная толщина зависит от порядкового номера химического элемента и обычно находится в пределах 100 нм. Во многих аспектах внутреннее устройство просвечивающих

электронных микроскопов повторяет сканирующие электронные микроскопы. На рисунке 2.3 представлена схема формирования изображения в ПЭМ.

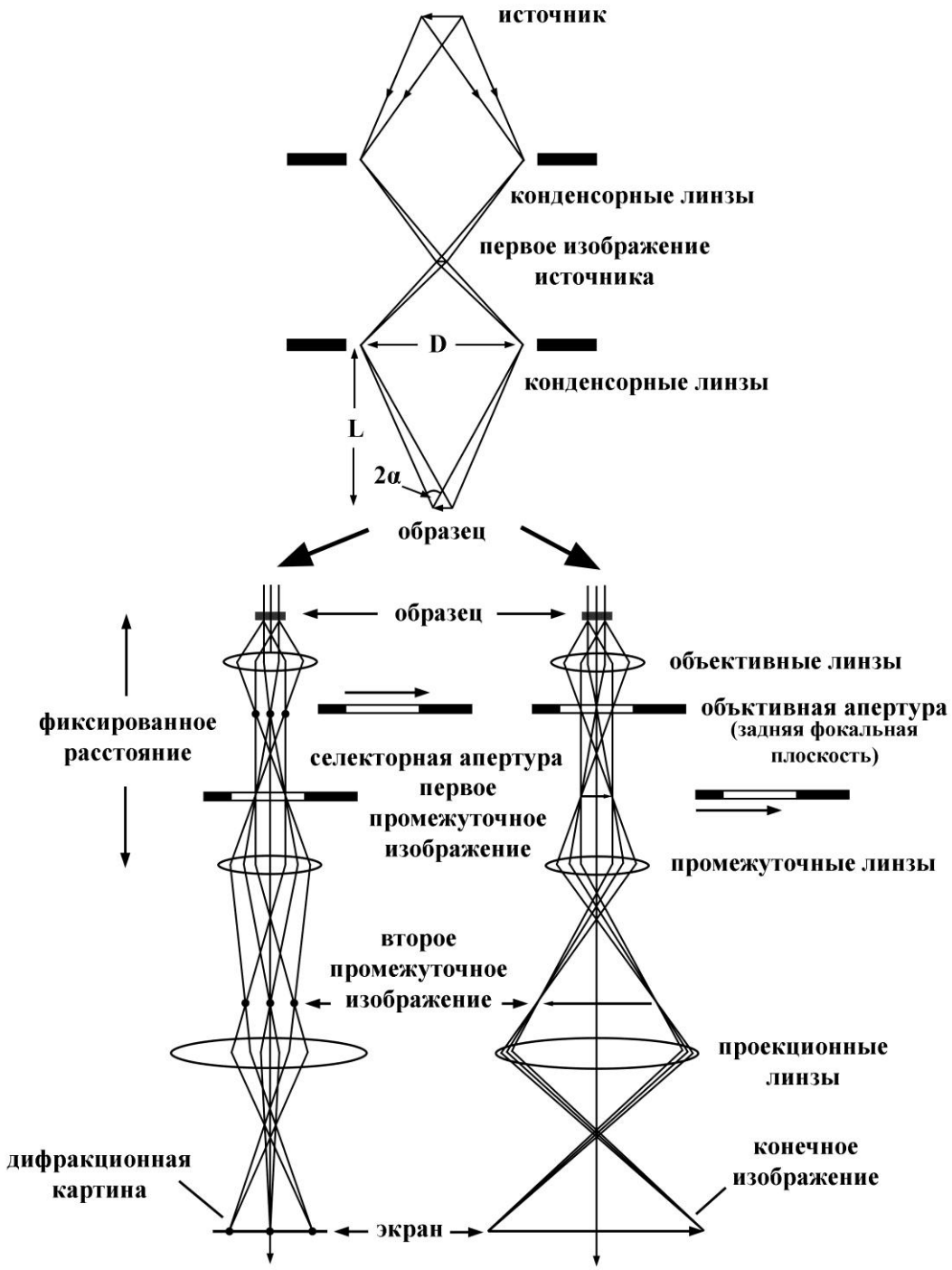

Рисунок 2.3: Схема формирования изображения в просвечивающем электронном микроскопе.

Переключение между режимами получения микроскопического изображения и дифракционной картины осуществляется за счет смены апертурных диафрагм (объективная апертура и дифракционная апертура в выбранной области), а также изменения тока в промежуточной линзе. В первом случае предметом изображения для проекционной линзы будет являться образец, во втором – дифракционная картина от него.

При исследовании микроструктуры аморфных веществ диапазон углов диффузного рассеяния электронов связан с толщиной, плотностью и рассеивающей способностью атомов вещества изучаемого образца. При наличии кристаллической структуры, помимо диффузного рассеяния, на контраст изображения оказывает влияние и дифракционное рассеяние. Углы дифракции обычно превышают апертурный угол объектива. Таким образом, при исследовании микроструктуры аморфно-нанокристаллических веществ различают контраст между нанокристаллами, а также различными по плотности и толщине участками аморфной матрицы.

Как и в случае рентгеновских лучей, дифракция электронов описывается уравнением Вульфа-Брегтов, которое из-за малой длины волны и, соответственно, малости углов θ можно записать в виде:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda L}{r} = \frac{C}{r}, \quad (2.2),$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние, λ – длина волны де Бройля, r – расстояние от рефлекса до следа первичного пучка, L – расстояние от образца до фотопластинки, $C = \lambda L$ – постоянная прибора при данной величине ускоряющего напряжения. Процесс калибровки прибора сводится к определению постоянной C, которая в данной работе определялась по эталонному образцу из золота. При этом фиксируется значение тока объективной линзы, обеспечивающее неизменное расстояние между источником и образцом.

Исследования микроструктуры микропроводов проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEOL-100CX II при ускоряющем напряжении 100 кВ (длина волны λ = 0,037 Å). Съемка дифракции образцов проводилась при постоянном токе объективной линзы I = 3,1 мА.

2.2.2.1 Подготовка образцов к ПЭМ

Подготовка образцов к исследованию микроструктуры методом просвечивающей электронной микроскопии проводилась при помощи фокусируемого ионного пучка (Focused Ion Beam, FIB), встроенного в прибор Dual Beam VERSA 3D HighVac производства компании FIE. Источником ионов является жидкометаллический галлиевый источник, ионизация осуществляется электрическим полем. Под действием ускоряющего напряжения в интервале энергий 5–30 кэВ ионы галлия ускоряются и фокусируются в пятно размером в несколько нанометров. Пространственное разрешение в ионном пучке используемого в данной работе прибора составляет 7 нм при напряжении 30 кВ. Достигаемой кинетической энергии ионов

достаточно, чтобы выбивать атомы материала из образца, формируя поперечные канавки и тонкую пластинку необходимого для исследования места. После чего осуществляется полировка, обрезка ламели и её закрепление для последующих экспериментов. В данной работе первоначально изготавливался срез торца микропровода, после чего в направлении оси микропровода вырезалась ламель для просвечивающей микроскопии толщиной около 100 нм. Образцы готовились с приповерхностной и центральной части микропровода.

2.3 Рентгеноструктурный анализ

Структура и фазовый состав изучаемых образцов исследовались на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием K_α-излучения Co (длина волны излучения λ = 1,789 Å). Для исследования образцы помещались на специальную кремниевую монокристаллическую подложку, у которой не возникает собственных дифракционных отражений. Принцип изготовления такой подложки заключается в ориентации исходного монокристалла таким образом, чтобы у изготавливаемых срезов ориентация максимально отстояла от рациональных кристаллографических направлений [180]. Затем образцы закреплялись специальным клеем, также не имеющим собственных отражений. Использовалась схема фокусировки по Бреггу-Брентано (рисунок 2.4)

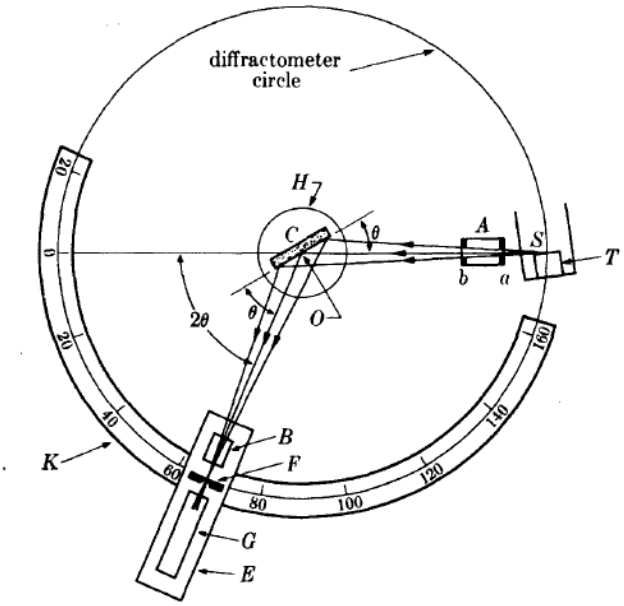

Рисунок 2.4 – Схема фокусировки рентгеновского дифрактометра по Бреггу-Брентано.

Образец C закреплен на гониометрическом столике H, который может вращаться вокруг оси O, перпендикулярной плоскости рисунка. S – источник рентгеновского излучения, T – мишень рентгеновской трубки S. Рентгеновские лучи дифрагируют на образце и фокусируются на щели F, а затем входят в счетчик G. A и B представляют собой специальные щели, которые коллимируют падающий и дифрагированный лучи. Приемные щели и счетчик поддерживаются на каретке E, которая может вращаться вокруг оси O и угловое положение 2θ которой можно считать по градуированной шкале K. Опоры E и H соединены так, что при вращении счетчика на 2θ автоматически происходит поворот образца на θ.

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. При разложении учитывались характеристики кривой рассеяния исходной аморфной фазой (полуширина, положение диффузного максимума). Размер нанокристаллов рассчитывался по полуширине дифракционной составляющей спектра с использованием формулы Шеррера [181]:

$$d = \frac{K_{hkl}\lambda}{\beta \cos\theta}. \qquad (2.3),$$

где K_{hkl} – безразмерный коэффициент формы частиц, λ – длина волны рентгеновского излучения, β – ширина пика на полувысоте, θ – угол дифракции.

Методика определения доли кристаллической фазы более подробно изложена в работе [182].

Выделяющиеся при термообработке кристаллические фазы были идентифицированы с использованием стандартной методики, основанной на определении характерного для каждой фазы набора дифракционных пиков. Положение дифракционных пиков на рентгенограммах подчиняется уравнению Вульфа-Бреггов:

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \qquad (2.4),$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние, θ – угол падения первичного пучка, λ – длина волны падающего излучения, $\Delta = n\lambda$ (n = 1, 2, 3 …) – условие конструктивной интерференции [183]. Относительная интенсивность пиков зависит от объёмных долей и структур выделяющихся фаз. Для определения фазового состава по рентгенограммам исследуемого образца определяется набор значений *d/n*, который затем сопоставляется с известными данными. В работе использовалась база данных PDF-2.

2.4 Метод измерения импеданса микропроводов

Измерения импеданса микропроводов в данной работе проводились с использованием векторного анализатора цепей LibreVNA (VNA – Vector Network Analyzer). Устройства данного вида измеряют модуль и фазу комплексных параметров рассеяния сигнала (S-параметры), пропускаемого через исследуемое устройство (DUT – Device Under Test). Векторный анализатор LibreVNA имеет два порта и позволяет измерять параметры пропускания и отражения сигнала при прямых и обратных измерениях, из которых затем программно можно рассчитать сопротивление R, реактанс X, модуль импеданса Z, коэффициент стоячей волны по напряжению (VSWR – Voltage Standing Wave Ration), а также другие величины. Характеристики прибора позволяют проводить измерения в диапазоне частот 100 кГц – 6 ГГц с выходной мощностью −40-0 дБм (эквивалентно 100 нВт – 1 мВт). Существует возможность изменения полосы пропускания промежуточной частоты (ПЧ) в диапазоне от 10 Гц до 50 кГц для изменения уровня шума; установленное по умолчанию значение 1 кГц обеспечивает низкий уровень шума в сигнале. Векторный анализатор может проводить измерения при развёртке по частотам.

В данной работе измерения импеданса проводились при постоянной мощности −10 dBm, что эквивалентно 0.1 мВт, шаг по частоте составлял около 4 МГц (число точек на всём диапазоне частот – 1501). Длина всех исследуемых образцов микропроводов составляла 10 мм, что достаточно для того, чтобы считать электрическое поле постоянным на всей длине микропровода (условие $l < \lambda/4$ [184]). Исследуемый образец помещался в качестве центрального проводника на специально подготовленную стеклотекстолитовую подложку (5 мм × 14 мм) с контактами (рисунок 2.5) и закреплялся с помощью паяльной пасты состава $Sn_{42}Bi_{58}$, температура плавления которой составляет 138 °C. Затем один конец линии был накоротко замкнут, а другой подключался к векторному анализатору посредством коаксиального кабеля и адаптеров, после чего измерялся параметр отражения S_{11}, из которого определялись величины действительной R и мнимой X частей импеданса, а также модуль импеданса Z.

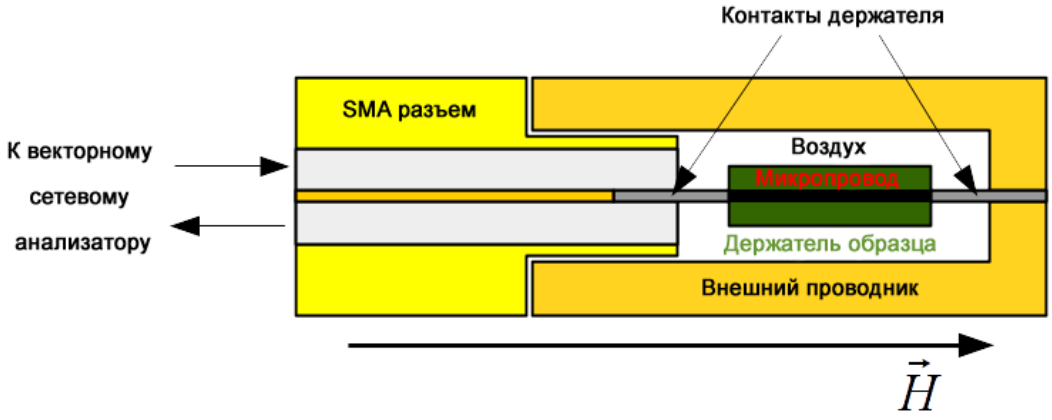

Рисунок 2.5: Ферромагнитный микропровод в качестве внутреннего проводника накоротко замкнутой коаксиальной линии для измерения импеданса.

Данный способ измерения импеданса микропровода с использованием его в качестве центрального проводника коаксиальной линии был предложен и описан в работах [185, 186]. В данной геометрии измеряемые параметры отражения S_{11} соотносятся с импедансом тестируемого устройства Z_{in} следующим образом:

$$Z_{in} = Z_0 \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} \quad (2.5),$$

где Z_0 – волновое сопротивление линии (50 Ом). Подключаемые к векторному анализатору кабель и адаптеры калибровались с использованием классической калибровки механическими стандартами SOL (Short-Open-Load), убиралась электрическая задержка коаксиальной линии. Для улучшения электрического контакта при измерении импеданса стеклянная оболочка вблизи концов микропровода удалялась в водном растворе плавиковой кислоты. Внешнее магнитное поле создавалось парой катушек Гельмгольца и прикладывалось вдоль оси микропровода. Через катушки Гельмгольца пропускался постоянный ток величиной до 3,5 А, шаг изменения тока составлял 0,01 А в интервале сил токов 0-0,1 А, далее – с шагом 0,1 А. Калибровка магнитного поля проводилась с использованием датчика Холла Honeywell SS495A, способного измерять магнитные поля до 67 мТл (670 Гс) с чувствительностью 31,25 мВ/мТл (3,125 мВ/Гс). При максимальном токе 3,5 А величина магнитного поля составила 12,5 кА/м (около 157 Э). Величина эффекта ГМИ рассчитывалась в соответствии с выражением:

$$\Delta Z/\mathrm{Z} = 100\% \times \frac{Z(H)-Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \quad (2.6),$$

где H_{max} = 12,5 кА/м.

2.5 Метод вибрационной магнитометрии

Вибрационная магнитометрия в данной диссертационной работе использовалась для построения петель гистерезиса и определения соотношения между остаточной намагниченностью и намагниченностью насыщения.

Принцип работы вибрационного магнитометра базируется на законе электромагнитной индукции Фарадея, при этом возникающая в измерительных катушках ЭДС индукции пропорциональна намагниченности образца M .и не зависит от величины магнитного поля. Схематическое изображение вибрационного магнитометра представлено на рисунке 2.6.

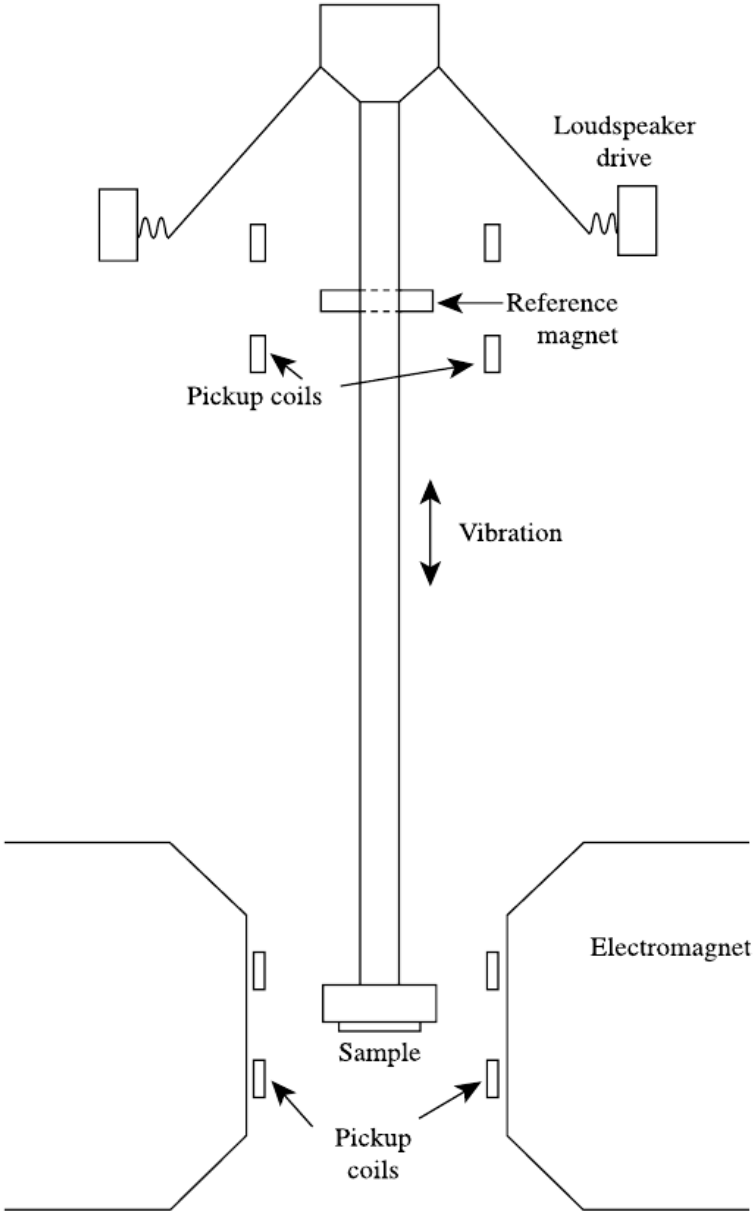

Рисунок 2.6: Принципиальная схема вибрационного магнитометра.

В вибрационном магнитометре закрепленный на специальном держателе образец подвержен синусоидальным колебаниям с частотой ν = 10-100 Гц и амплитудой около 0,1~0,2 мм в однородном внешнем поле, создаваемом электромагнитом. ЭДС индукции при этом возникает в измерительных катушках, частота возникающего сигнала совпадает с частотой колебаний образца, а амплитуда пропорциональна магнитному моменту образца, амплитуде и частоте колебаний образца, а также фактору, связанному с геометрией расположения измерительных катушек. Для устранения погрешностей в выходном сигнале, связанном с изменениями амплитуды и частоты колебаний образца, применяются различные компенсаторные схемы, задействующие в качестве генераторов опорного сигнала конденсаторы, либо эталонные магниты.

В данной работе измерения проводились на вибрационном магнитометре модели Princeton Applied Research Model 155 Vibrating Sample Magnetometer.

2.6 Магнитно-силовая сканирующая микроскопия

Исследования доменной структуры поверхностного слоя микропроводов проводились с использованием магнитно-силовой сканирующей микроскопии (МСМ).

В общем случае, атомно-силовая сканирующая микроскопия (АСМ) основывается на силовом взаимодействии между поверхностью и сканирующим зондом, который представляет собой упругую консоль – кантилевер, на одном из концов расположено сканирующее острие. Под действием силы, действующей со стороны поверхности, зонд изгибается, что приводит к изменению положения отраженного луча лазера оптической системы АСМ. Изменение положения считывается позиционно-чувствительным четырехсекционным фотодиодом [187]. Магнитно-силовая микроскопия представляет собой атомно-силовую микроскопию с одним дополнением: острие кантилевера покрыто слоем ферромагнитного материала. В таком случае сканирующий зонд реагирует не только на изменения в силе межатомного взаимодействия, но и на градиент полей рассеяния доменной структуры (рисунок 2.7). Разрешение данного метода составляет около 100 нм [188], хотя существуют свидетельства и более высокого разрешения величиной около 25 нм [189]. Разрешение МСМ многократно превышает типичное разрешение магнитооптических методов (МОИП и микроскопия Керра) – 1 мкм.

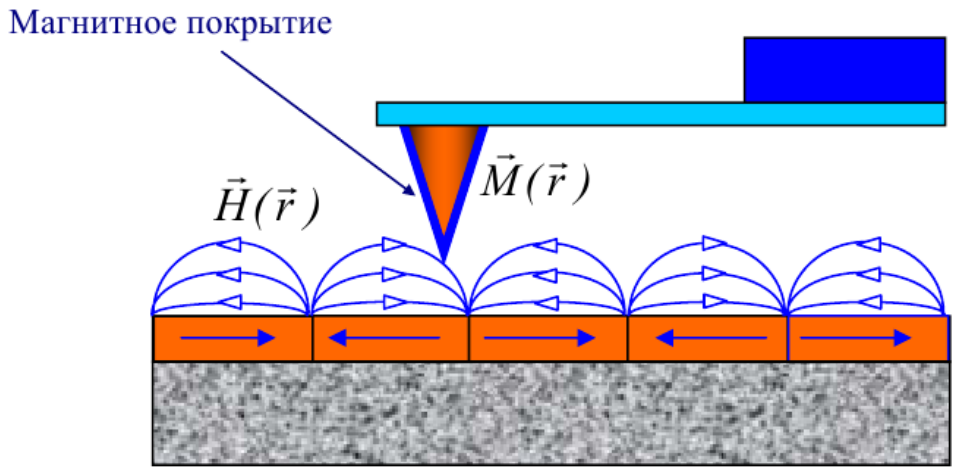

Рисунок 2.7: Зонд магнитно-силового микроскопа в магнитном поле образца.

Магнитная доменная структура микропроводов исследовалась с помощью комплекса Solver ProM. Измерения магнитно-силовых изображений проводились с помощью магнитных кантилеверов, покрытых тонкой плёнкой CoCr (параметры балки кантилевера: длина 225 мкм, ширина 7.5 мкм, толщина 3 мкм, резонансная частота 70 кГц). Все измерения выполнялись в полуконтактном режиме по двухпроходной методике [190] (рисунок 2.8). В данном режиме возможна регистрация изменений амплитуды, либо фазы колебаний кантилевера, связанные с наличием изменений в градиенте силы. Градиент силы, действующей на кантилевер, возникает с одной стороны от магнитных полей рассеяния доменной структуры исследуемого образца, с другой – от ван-дер-ваальсового взаимодействия между образцом и кантилевером.

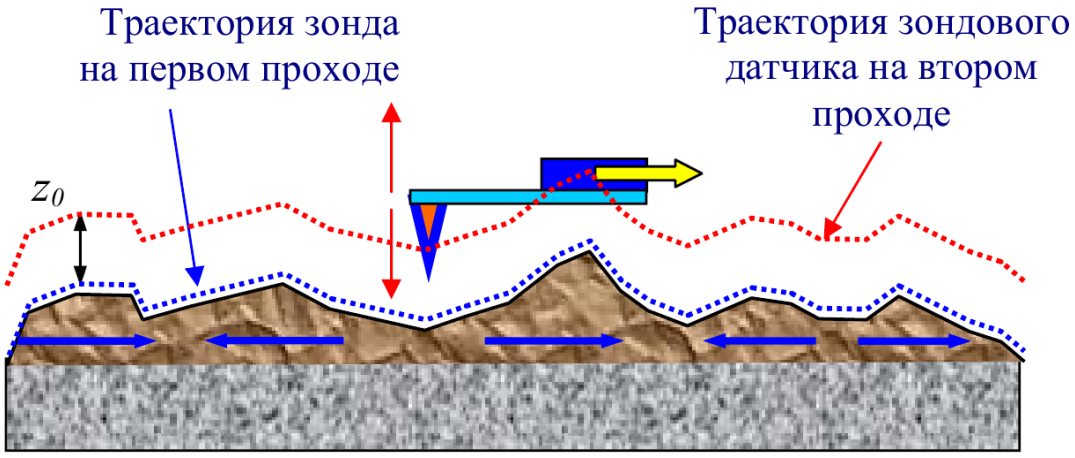

Рисунок 2.8: Двухпроходная методика получения МСМ изображения.

В данной работе проводились измерения фазового контраста, пример получаемого фазового контраста от доменов с различной ориентацией магнитного момента приведён на рисунке 2.9.

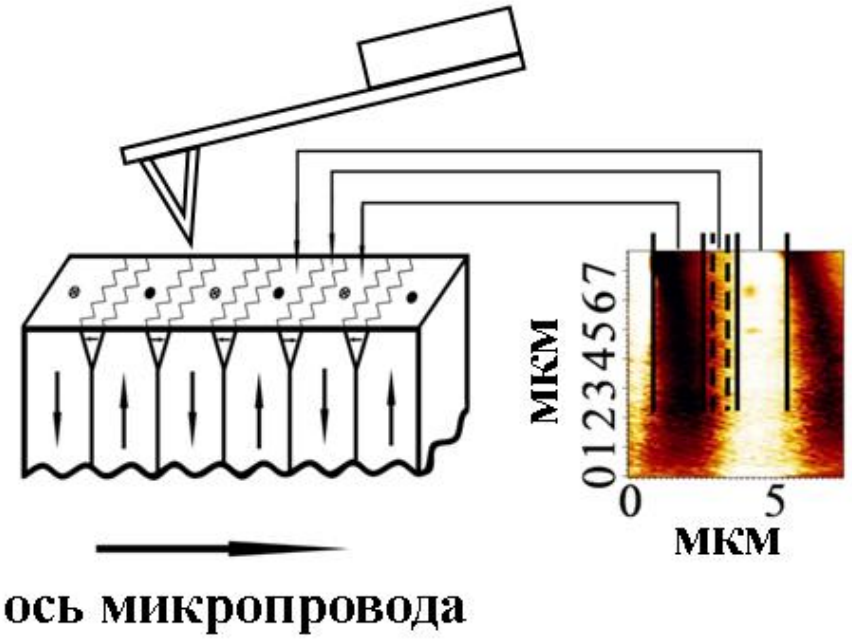

Рисунок 2.9: Пример получаемого фазового контраста при измерении доменной структуры микропровода.

Расстояние зонда до образца составляло не менее 200 нм для исключения влияния полей рассеяния магнитного кантилевера на доменную структуру микропровода. Сканирование осуществлялось вдоль длины микропровода слева направо, сверху вниз и на различной высоте подвода зонда для проверки воспроизводимости результатов, влияния магнитного кантилевера на доменную структуру образцов не наблюдалось. Из-за цилиндрической формы микропровода затруднено сканирование доменной структуры по всему диаметру микропровода. Тем не менее, сканирование возможно при не слишком большом диаметре микропровода, при небольшом перепаде высот от края к центру микропровода. На краю наблюдаемой области глубиной 10–15 % от диаметра могут наблюдаться небольшие искажения магнитного контраста (в основном по интенсивности), которые, однако, не приводят к существенным различиям в получаемых изображениях доменной структуру у края и в центре исследуемой области микропровода.

Каждый микропровод размещался на алюминиевой подложке и заклеивался с двух сторон каплями цапонлака так, чтобы размещенный микропровод не испытывал внешних механических напряжений. Магнитное поле прикладывалось с помощью системы магнитопроводов, подведенных к образцу. Измерение напряжённости магнитного поля *H,* приложенного к микропроводу, осуществлялось с помощью датчика Холла с точностью 10 А/м и гауссметра AlphaLab Gaussmeter Model GM2 с точностью 4 А/м. Схема измерительной установки представлена на рисунке 2.10.

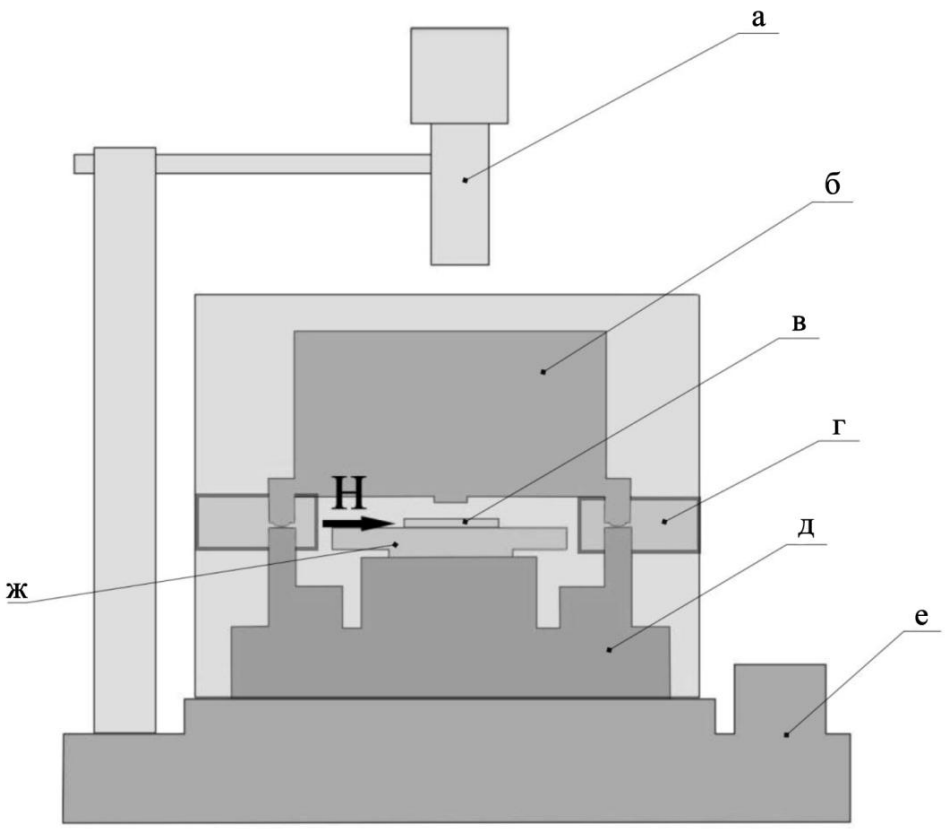

Рисунок 2.10: Схема измерительной установки: а – видеомикроскоп, б – измерительная головка, в – микропровод, г – магнитопроводы, д – сменное основание, е – базовый блок, ж – держатель образца.

Глава 3. Исследование доменной структуры поверхностного слоя аморфных микропроводов на основе Fe методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии

Вид доменной структуры аморфных микропроводов определяется одновременно их напряжённо-деформированным состоянием (магнитоупругий вклад) и магнитостатическим вкладом. Как известно, напряжённое состояние аморфных микропроводов, изготовленных методом Улитовского-Тейлора является неоднородным [81]. В центральной части микропровода сосредоточено действие растягивающих напряжений величиной порядка сотен МПа; вблизи поверхности действуют в основном сжимающие осевые и азимутальные напряжения величиной до нескольких ГПа. Такое распределение напряжений приводит к формированию неоднородной доменной структуры. Центральная часть микропровода представляет собой протяжённый домен, магнитный момент в котором ориентирован вдоль оси микропровода. В зависимости от знака магнитострикции поверхностная часть микропровода состоит из доменов с радиальной ($\lambda_s > 0$) или циркулярной ($\lambda_s < 0$) ориентацией магнитного момента [191]. Общепринятая на сегодняшний день модель доменной структуры микропровода с положительной магнитострикцией ($\lambda_s > 0$) представлена на рисунке 3.1.

На рисунке 3.1 показано, что доменная структура объёма вблизи поверхности микропровода состоит из чередующихся кольцевых доменов с преимущественно радиальной ориентацией магнитных моментов. В работе [46] было показано, что для минимизации полей рассеяния магнитные моменты приповерхностных доменов отклоняются от нормального к поверхности направления. Такая доменная структура обусловливает наблюдаемые в аморфных микропроводах физические эффекты. Структура центрального домена обеспечивает бистабильное перемагничивание в слабых магнитных полях, конфигурация и объём

поверхностных доменов могут влиять на процесс перемагничивания и величину эффекта гигантского магнитного импеданса.

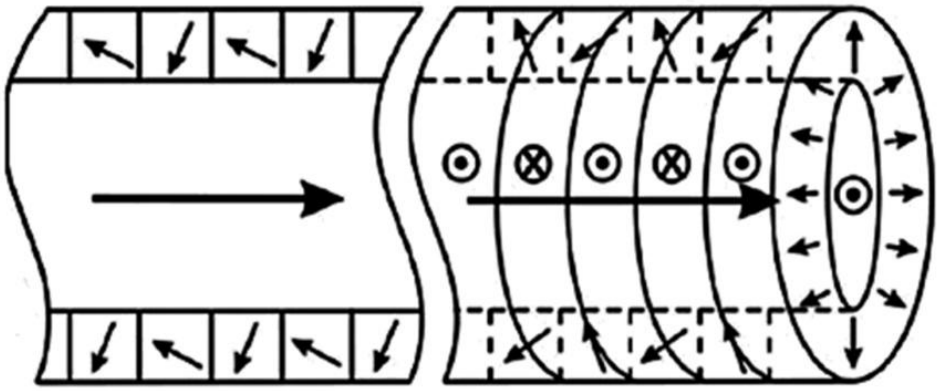

Рисунок 3.1: Модель магнитной доменной структуры микропровода с положительной магнитострикцией.

Ранее в обзоре литературы были приведены многочисленные исследования доменной структуры аморфных микропроводов на основе железа и кобальта с помощью метода порошковых фигур, магнитооптических индикаторных плёнок, метода Керра и магнитно-силовой микроскопии. Некоторые из этих работ подтверждают существующие представления о доменной структуре, хотя и существует ряд свидетельств в пользу существования более сложных типов доменных структур в приповерхностном объёме микропроводов, в том числе и на основе железа. Разрешающая способность экспериментальных методов, в основном магнитооптических (МОИП и керровская микроскопия) составляет около 1 мкм – недостаточна и ограничивает интерпретацию получаемых результатов. Более подробные данные о конфигурации доменной структуры и об её изменениях во внешнем магнитном поле можно получить более чувствительным методом магнитно-силовой микроскопии. Данный метод ранее позволил подтвердить циркулярную ориентацию магнитного момента в поверхностных доменах в микропроводах на основе Co с отрицательной магнитострикцией [192, 193], однако подобная работа в микропроводах с положительной магнитострикцией ранее не проводилась.

3.1 Атомная и доменная структура исходных микропроводов

На рисунке 3.2 представлены рентгенограммы микропроводов состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ в угловом интервале 20–120°. На рентгенограммах присутствуют только широкие диффузные максимумы, соответствующие аморфной фазе; во вставке на рисунке 43 в большем масштабе показана область первого диффузного максимума. Дифракционные отражения от кристаллических фаз отсутствуют. Структура всех исследуемых микропроводов является аморфной.

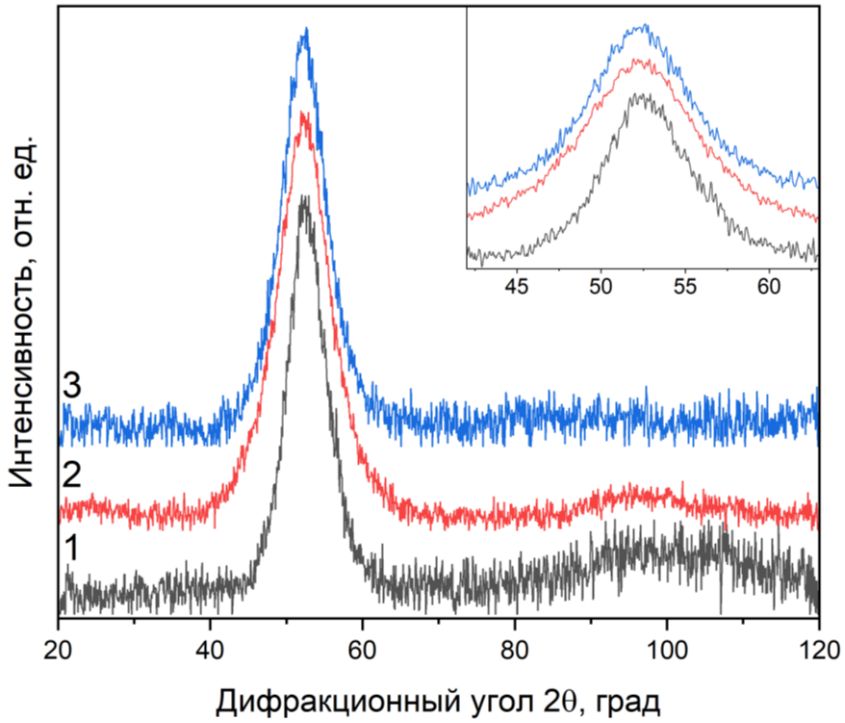

Рисунок 3.2: Рентгенограммы микропроводов: 1 – микропровод состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм, 2 – микропровод состава $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ диаметром 18 мкм, 3 – микропровод состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ диаметром 15 мкм. Во вставке отображена область первого диффузного максимума.

Изображения поверхности исследуемых микропроводов, полученные с помощью сканирующей электронной микроскопии, представленные на рисунке 3.3, свидетельствуют об отсутствии дефектов, пор и остатков стекла после удаления стеклянной оболочки методом химического травления.

Все описанные в данной главе микропровода имеют разные диаметры и близкие величины магнитострикции насыщения (при этом $\lambda_s > 0$), а также имеют схожий вид кривых перемагничивания [33]. Как известно из работы [81], с увеличением диаметра металлической сердцевины микропровода снижается величина сжимающих напряжений в его поверхностной части. Увеличение диаметра микропровода с 15 мкм до 20 мкм приводит к снижению сжимающих напряжений примерно на 200 МПа. Таким образом, магнитоупругий вклад в энергию магнетика, определяющий магнитную доменную структуру, во всех исследуемых микропроводах отличается.

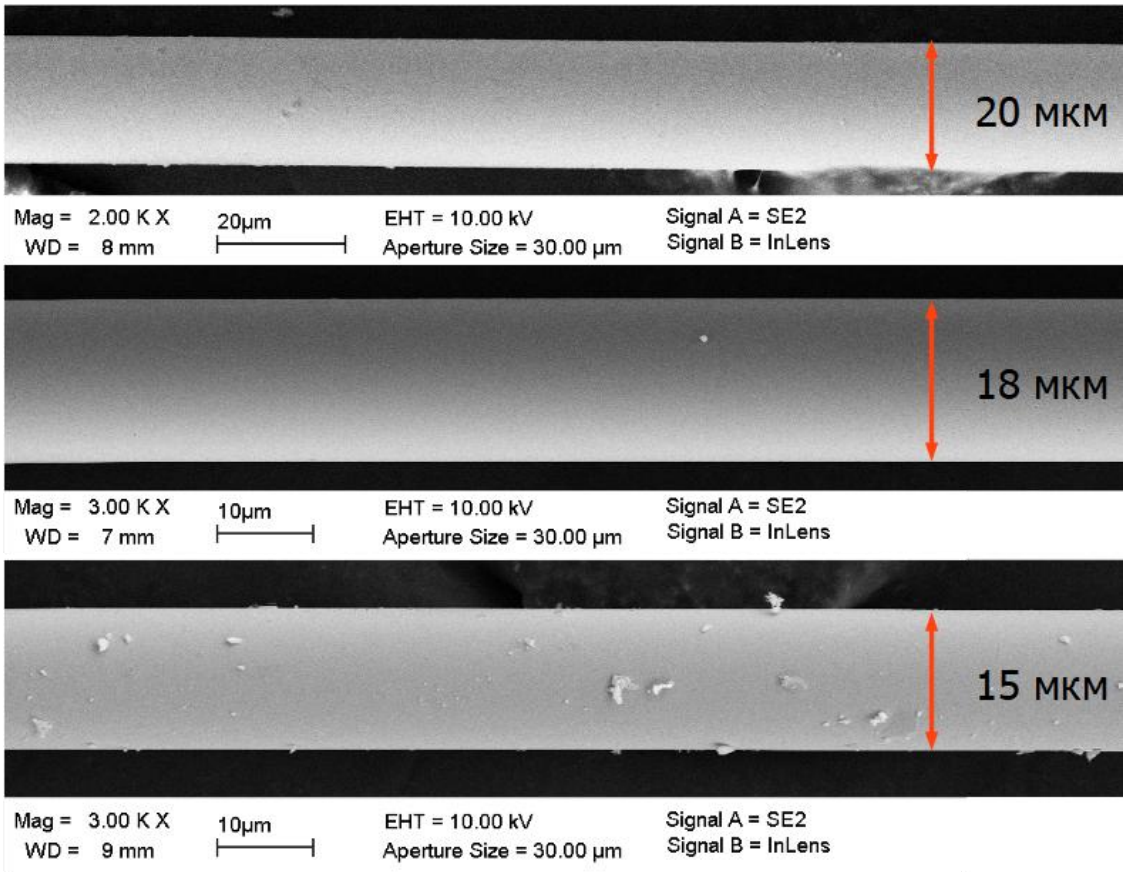

Рисунок 3.3: РЭМ-изображения поверхности исследуемых микропроводов состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$.

На рисунках 3.4-3.7 представлены изображения приповерхностной доменной структуры аморфных микропроводов на основе железа, исследованных в данной работе, полученные методом магнитно-силовой сканирующей микроскопии. Направление приложения поля на всех перечисленных рисунках показано стрелками и совпадает с осью микропровода. Величина приложенного поля отмечена рядом со стрелкой, указывающей направление поля. При этом более темные и более светлые области соответствуют градиенту магнитных полей рассеяния, ориентированных в радиальном направлении наружу и внутрь микропровода. На рисунке 3.4(а, б) приведены двумерные (рис. 3.4(а)) и трёхмерные (рис. 3.4(б)) изображения доменной

структуры приповерхностного объёма аморфного микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, полученные с участка размером 10 мкм × 30 мкм. Для повышения контрастности получаемых изображений применялась локальная эквализация (выравнивание распределения яркостей на изображении относительно выбранного участка) с центральной части изображения. Изображения после эквализации (рис. 3.4(в), рис. 3.5) обладают более высокой контрастностью и позволяют различить более мелкомасштабные детали доменной структуры (рис. 3.4(г), рис. 3.5).

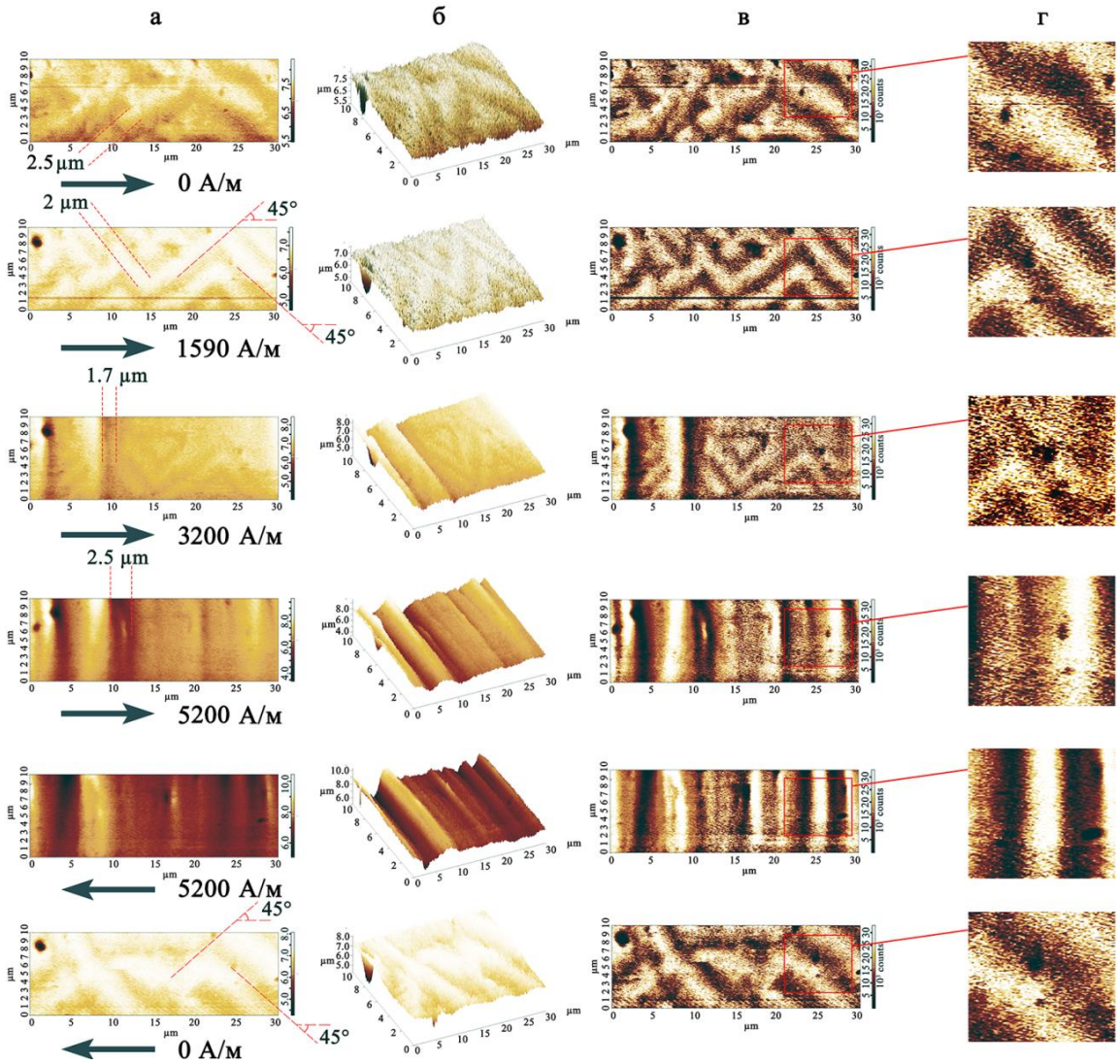

Рисунок 3.4: МСМ-изображения доменной структуры микропровода состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм в различных магнитных полях: а – фазовый контраст, б – трёхмерное изображение фазового контраста, в – локальная эквализация с центральной части изображения (участок 5 мкм × 5 мкм), г – увеличение участка доменной структуры, выделенного красной рамкой.

В отсутствие внешнего магнитного поля доменная структура слоя вблизи поверхности аморфного микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ близка к лабиринтной и состоит в основном из доменов шириной около 2,5 мкм, наклонённых к оси микропровода под углом 45° (рисунок 3.4).

При увеличении внешнего поля до ≈1590 А/м (20 Э) формируется доменная структура, напоминающая зигзагообразную. Ширина доменов во внешнем поле уменьшилась на 0,5 мкм и равна 2 мкм, угол с осью провода также составляет 45°.

Образование первых кольцевых доменов начинает происходить при магнитном поле величиной ≈3200 А/м (40 Э). Полученные изображения не позволяют определить, возникают ли кольцевые домены за счёт наклона зигзагообразных доменов или сосуществуют одновременно с ними.

Доменная структура микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ в поле ≈5200 А/м (65 Э) полностью состоит из кольцевых доменов шириной около 2.5-5 мкм. Смена направления магнитного поля на противоположное приводит к инвертированию доменной структуры. Подобное ранее наблюдалось в работах [45, 50]. Между областями со светлым, либо тёмным контрастом, соответствующими доменам с радиальным направлением магнитного момента, заметны различия в интенсивности контраста. Это свидетельствует о наличии осевой и азимутальной компоненты магнитного момента, т.е. домены могут иметь различный наклон магнитного момента по отношению к поверхности микропровода.

После прекращения действия внешнего магнитного поля вновь образуется лабиринтная доменная структура, наклон отдельных доменов в ней по-прежнему составляет 45°. Однако полного возвращения в исходную доменную структуру после процесса перемагничивания не происходит.

Зигзагообразная доменная структура, но с аксиальным направлением магнитных моментов доменов, ранее наблюдалась в микропроводах Co-Fe-Si-B с околонулевой магнитострикцией [194]. Однако более подробное изучение деталей доменной структуры не было проведено, поскольку изображения были получены методом Керра и имели недостаточное разрешение. Также в работе [194] при приложении магнитного поля вдоль оси микропровода проводились наблюдения доменов и с радиальным направлением магнитного момента. Однако подобных зигзагообразных доменов не наблюдалось.

На рисунке 3.5 приведены изображения доменной структуры микропровода состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм в поле ±3200 А/м (±40 Э) и ±5200 А/м (±65 Э) на другом участке размером 10 мкм × 25 мкм после эквализации. Как и на предыдущем участке микропровода, доменная структура приповерхностного слоя которого была представлена на рисунке 3.4, в полях ±3200 А/м (±40 Э) наблюдается возникновение кольцевых доменов совместно с наличием зигзагообразных доменов. В магнитных полях ±5200 А/м (±65 Э) также наблюдается кольцевая доменная структура.

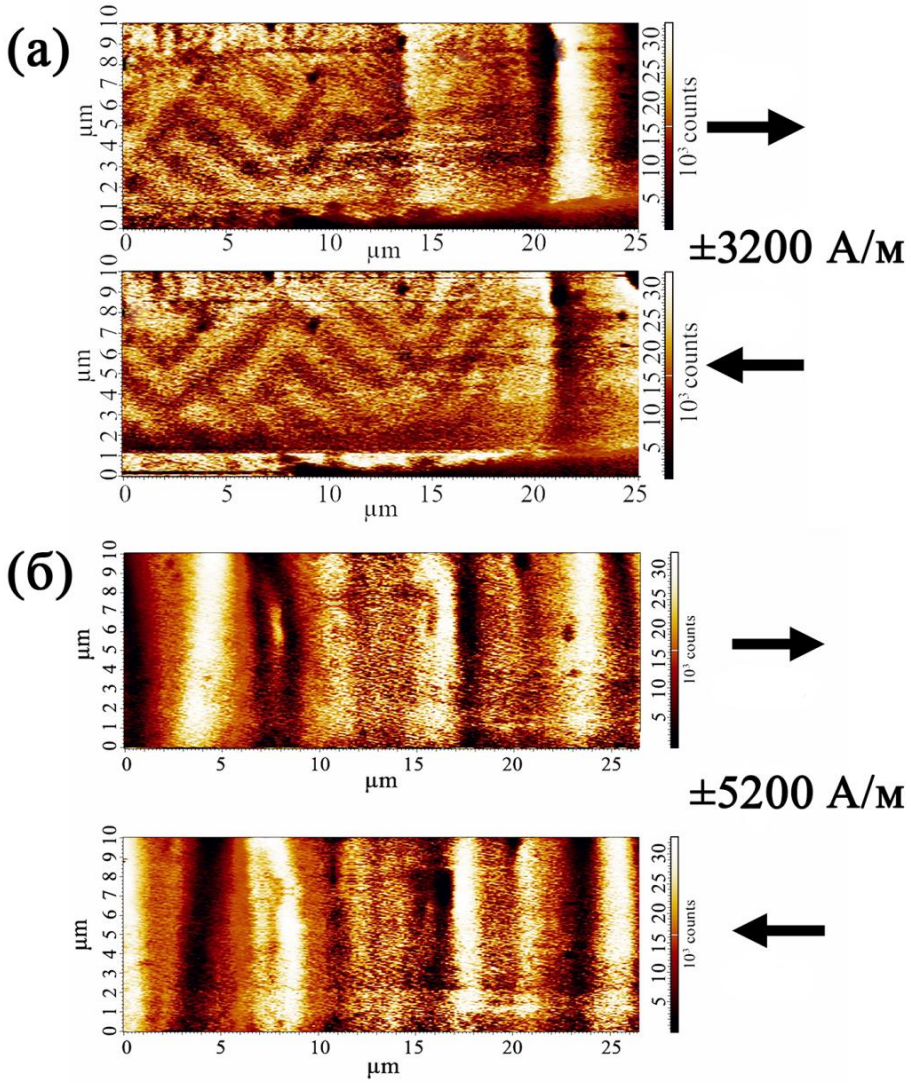

Рисунок 3.5: МСМ-изображения доменной структуры другого участка микропровода состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм в поле ±3200 А/м (±40 Э) (а) и ± 5200 А/м (±65 Э) (б) вдоль оси микропровода после эквализации (стрелками указано направление магнитного поля).

Изменение направления поля приводит к изменению зигзагообразной доменной структуры, но при этом не происходит инвертирования доменов. Кольцевые домены изменяют направление намагниченности на противоположное при смене направления поля как при ±3200 А/м (±40 Э) (рисунок 3.5(а)), так и при ±5200 А/м (±65 Э) (рисунок 3.5(б)). Как было показано в работе [50], изменение ориентации магнитного момента в кольцевых доменах связано с перемагничиванием центральной части микропровода при смене направления поля. Перестройка зигзагообразной структуры в более слабых полях, вероятно, также происходит одновременно с перемагничиванием центрального домена.

На рисунке 3.6 представлены магнитно-силовые изображения доменной структуры приповерхностного слоя микропровода $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ диаметром 18 мкм, полученные на участке размером 10 мкм × 30 мкм. Форму наблюдаемой доменной структуры в отсутствие

магнитного поля можно охарактеризовать как искажённую зигзагообразную с наклоном доменных областей шириной 3–5 мкм на угол 45° или 135° к оси микропровода. Как и ранее, тёмным и светлым областям соответствуют домены с противоположной ориентацией магнитного момента. Отметим, что доменные структуры в отсутствие магнитного поля, наблюдаемые на рисунке 3.6(а, г) не являются идентичными, перемагничивание образца не приводит к возвращению исходной доменной структуры после прекращения действия магнитного поля, так же, как и в ранее рассмотренных микропроводах $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$.

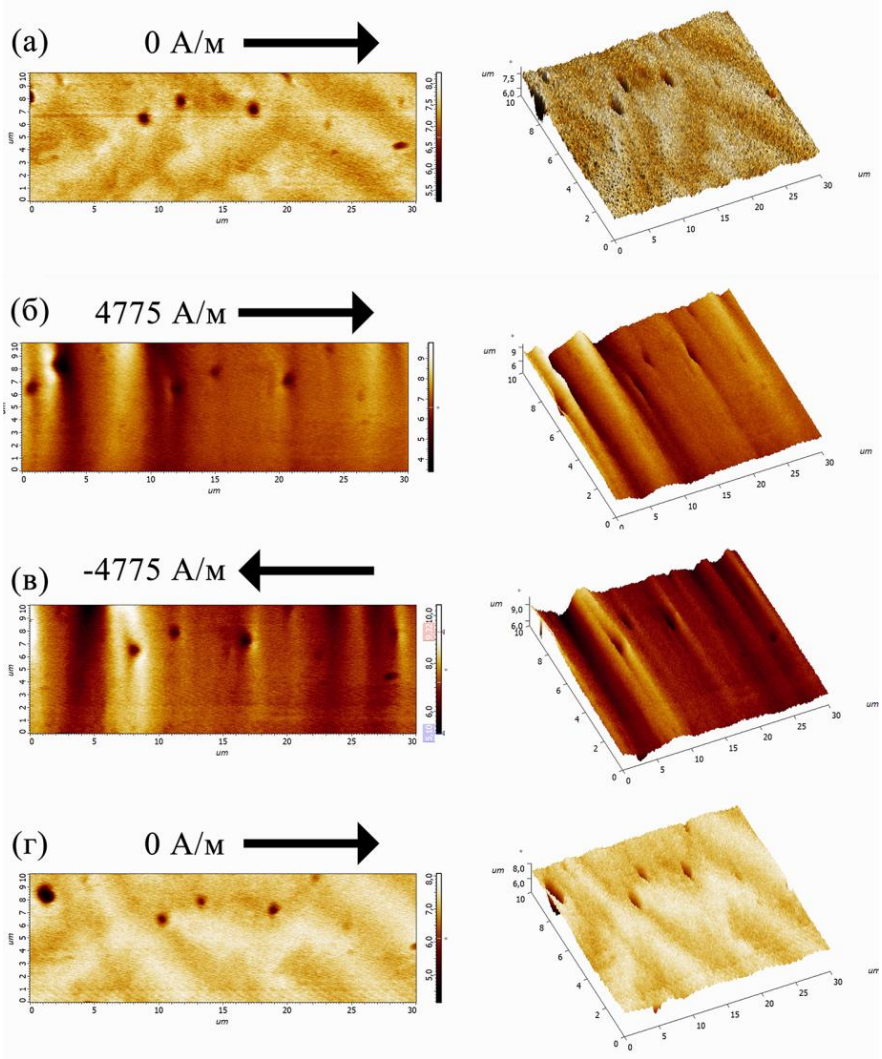

Рисунок 3.6: МСМ-изображения магнитной доменной структуры микропровода состава $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ диаметром 18 мкм: (а) – нулевом в поле, (б) – в поле 4775 А/м (60 Э) вдоль оси, (в) – в поле −4775 А/м (−60 Э) вдоль оси, (г) – после выключения магнитного поля.

Во внешнем поле величиной ≈4775 А/м (60 Э) вдоль оси образуются кольцевые домены шириной 1–5 мкм (рисунок 3.6(б, в)). Контраст отдельных доменов отличается друг от друга, что свидетельствует о различном наклоне магнитного момента. По трем маркерам на рисунке 3.6(б, в) видно, что в процессе сканирования образец сдвинулся на 5 мкм влево в результате инверсии магнитного поля. При этом произошла практически полная инверсия фазового

контраста, которая согласуется с данными магнитооптических экспериментов, полученными ранее в работе [46].

На рисунке 3.7 приведены изображения доменной структуры микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ диаметром 15 мкм в отсутствие магнитного поля, а также в полях ≈1200 А/м (15 Э) и ≈4930 А/м (62 Э) на участке размером приблизительно 6 мкм × 32 мкм после эквализации. В отсутствие магнитного поля анализ приповерхностной доменной структуры микропровода затруднён. Разница в интенсивности контраста между светлыми и тёмными областями невелика, что не позволяет выделить домены с радиальным направлением магнитного момента. Наиболее вероятно, что магнитные моменты доменов направлены параллельно поверхности микропровода. Аналогичное явление наблюдалось и в слабом поле величиной ≈1200 А/м (15 Э).

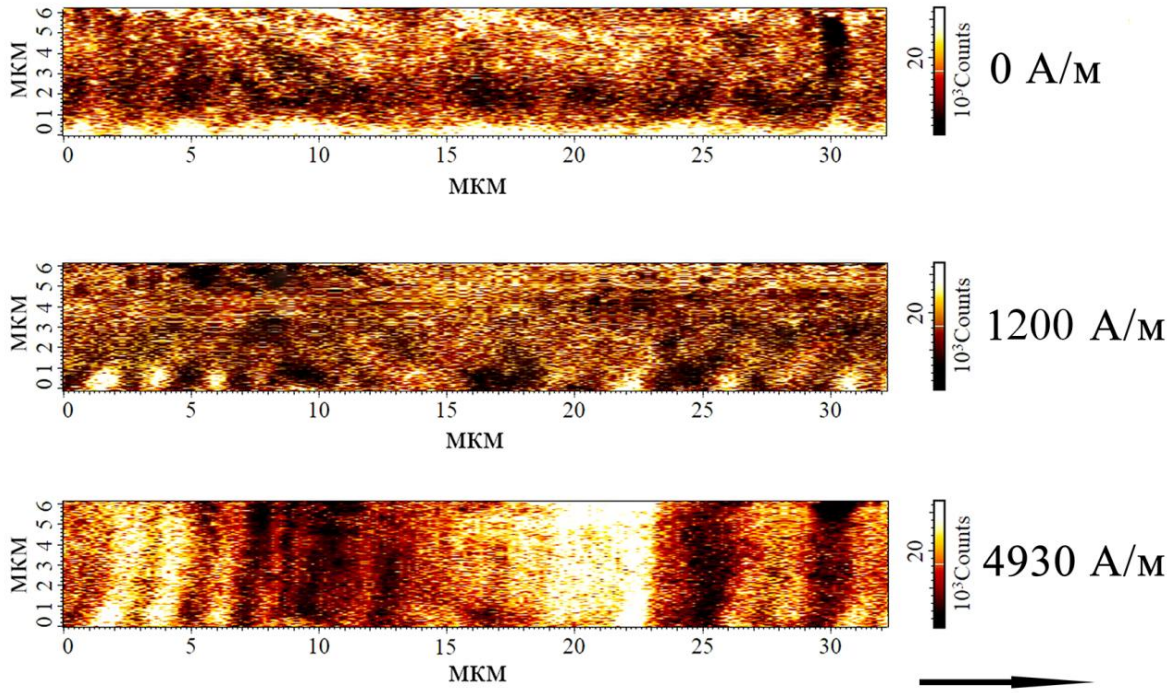

Рисунок 3.7: МСМ-изображения доменной структуры микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ диаметром 15 мкм после эквализации. Чёрной стрелкой указано направление магнитного поля величиной до ≈4930 А/м (62 Э).

Доменная структура приповерхностного слоя микропровода $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, состоящая из колец с радиальным направлением магнитного момента, наблюдается только при достижении поля величиной ≈4930 А/м (62 Э). Ширина доменов в этом случае составляет 1–4,5 мкм.

Таким образом, доменная структура приповерхностного объёма исследуемых образцов аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией в исходном состоянии в

отсутствие магнитного поля существенно отличается от предложенных ранее моделей [45, 49, 50].

В микропроводах состава $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ (d = 18 мкм, d/D = 0,75) и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ (d = 20 мкм, d/D = 0,80) в нулевом магнитном поле приповерхностная доменная структура близка к лабиринтной, в слабых полях переходит в зигзагообразную. В микропроводах состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ (d = 15 мкм, d/D = 0,50) в нулевом магнитном поле доменная структура сформирована доменами, магнитные моменты которых имеют преимущественно аксиальные и азимутальные компоненты. Анализ такой доменной структуры крайне затруднён, поскольку невелики радиальные компоненты магнитных моментов. Следовательно, мал и градиент полей рассеяния, от которого зависит сила взаимодействия магнитного кантилевера с образцом.

Формирование доменной структуры, полностью состоящей из кольцевых доменов с радиальным направлением магнитного момента, во всех исследуемых микропроводах происходит только во внешних магнитных полях величиной 4930–5200 А/м (62 – 65 Э).

3.2 Возможные причины возникновения зигзагообразной доменной структуры

Помимо аморфных микропроводов, зигзагообразная доменная структура ранее наблюдалась в аморфных ферромагнитных лентах $Co_{55}Fe_5Ni_{14}B_{10}Si_{16}$ с околонулевой магнитострикцией, подвергнутых термообработке под действием внешней растягивающей нагрузки [195]. Магнитный момент в доменах зигзагообразной формы лентах был ориентирован в плоскости ленты, наблюдались 180-градусные доменные границы. Наблюдается также неравномерное изменение ширины доменов на поверхности ленты. При уменьшении ширины доменов периоды зигзагов двух соседних блоховских стенок перестают быть независимыми, что приводит к формированию «скошенных» доменов (названные авторами работы [195] «skew domains») (рисунок 3.8). Угол наклона скошенных полосовых доменов в правой части рисунка близок к углу наклона зигзагообразных доменных стенок в левой части. При этом ширина может быть неравномерной по толщине ленты. Как показано в расчётах формы доменных стенок с учётом магнитостатической энергии [196], в глубине ленты ширина зигзагообразных доменов увеличивается.

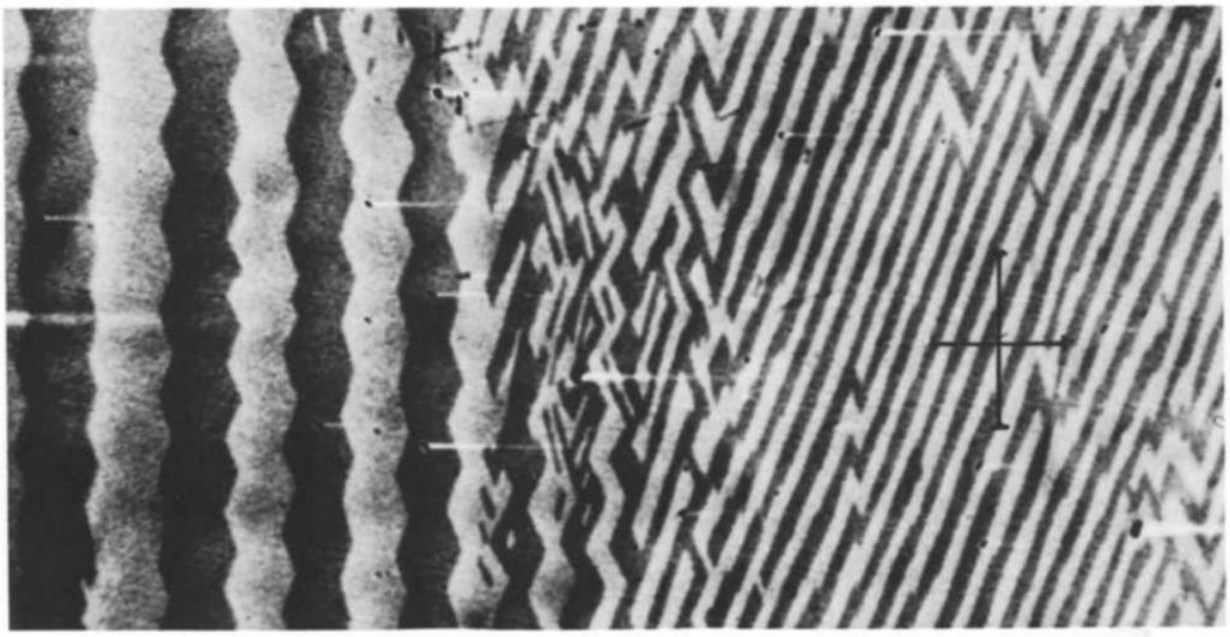

Рисунок 3.8: Переходная область от полосовых доменов в левой части изображения к «скошенным» доменам в правой части. Длина стрелок на изображении составляет 100 мкм [195].

Из работы Штрикмана (S. Shtrikman) и Тревеса (D. Treves) [197] известно, что при наклоне доменной границы или, по крайней мере, ее части вблизи поверхности относительно направления намагниченности в домене может происходить дополнительное уменьшение магнитостатической энергии (рисунок 3.9).

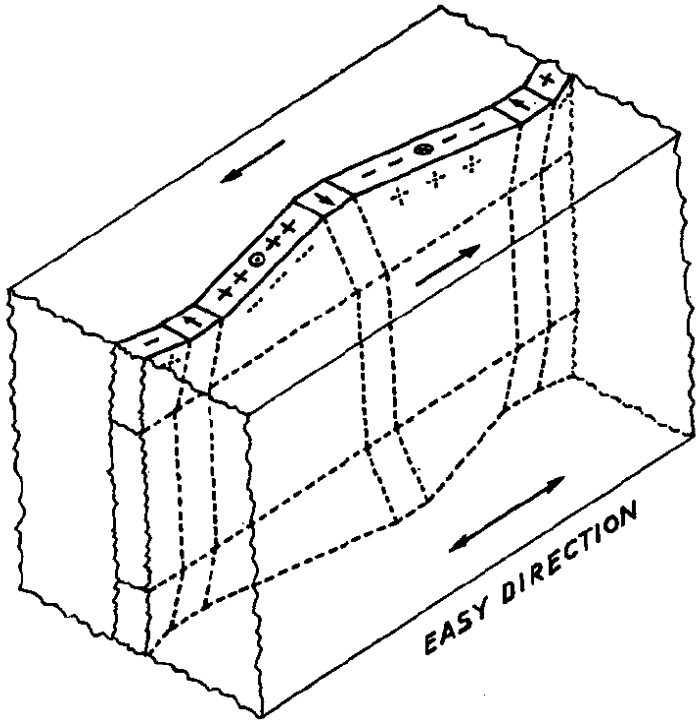

Рисунок 3.9: Схематическое изображение внутренней структуры зигзагообразной блоховской доменной стенки [197].

Дополнительные т.н. «магнитные заряды» моментами, образующиеся при наклоне доменной стенки, частично компенсируют поле магнитных зарядов на поверхности.

Стоит отметить, что в работе [197] и некоторой учебной литературе понятие «магнитного заряда» вводится как магнитный дипольный момент со знаком, соответствующим определённому магнитному полюсу, для удобства расчёта магнитостатического взаимодействия. При такой аналогии закон силы взаимодействия между дипольными магнитными моментами аналогичен закону Кулона в электростатике.

Ещё больше уменьшается магнитостатическая энергия при разделении доменной границы линиями Блоха на части с попеременным правым и левым вращением локальной намагниченности через границу. Считается, что действие этих двух эффектов и является причиной возникновения зигзагообразной доменной структуры. С увеличением поверхностного «заряда» блоховской доменной стенки должен увеличиваться угол между доменной стенкой и магнитным моментом [197].

Подобный механизм компенсации «магнитных зарядов», вероятно, приводит к возникновению зигзагообразной структуры и в аморфных микропроводах. Из распределения компонент тензора внутренних напряжений следует, что магнитные моменты на поверхности должны иметь радиальную ориентацию. Для приповерхностных доменов лёгкая ось намагничивания должна иметь радиальное направление. Однако выявленные с помощью МСМ различия в интенсивности контраста доменов свидетельствуют о наличии отклонений магнитных моментов доменов от строго радиального направления, т.е. соседние домены могут иметь различные азимутальные и осевые составляющие. Это является отражением неоднородности в компонентах тензора напряжений, приводящей к неоднородностям в направлениях лёгких осей доменов поверхности микропровода. Наличие различных направлений лёгких осей у соседних доменов неизбежно приведёт к появлению «магнитных зарядов», компенсация которых происходит путём формирования зигзагообразных доменных стенок по механизму, предложенному Штрикманом и Тревесом [197]. Таким образом, возникающие лабиринтные и зигзагообразные доменные структуры на поверхности аморфных микропроводов на основе железа обусловлены неоднородным распределением компонент тензора внутренних механических напряжений. Возможными причинами возникновения таких неоднородностей могут являться отклонения от цилиндрической формы и неоднородная закалка в процессе изготовления аморфного микропровода методом Улитовского-Тейлора.

Неоднородности поверхности аморфных микропроводов неоднократно наблюдались нами методом сканирующей электронной микроскопии при контроле поверхности образцов микропроводов различного диаметра после химического травления стеклянной оболочки. На

рисунке 3.10 показано изображение поверхности микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм после удаления стеклянной оболочки, полученное с помощью РЭМ.

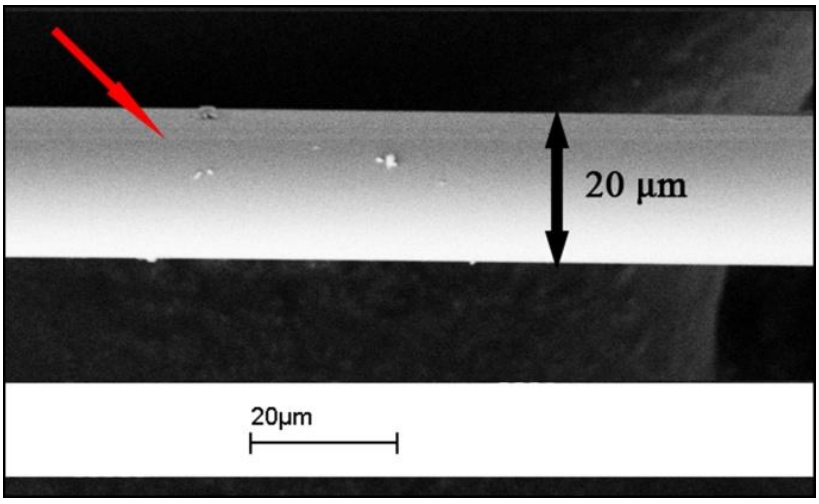

Рисунок 3.10: РЭМ-изображение микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ диаметром 20 мкм после удаления стеклянной оболочки. Красная стрелка указывает на неоднородность на поверхности микропровода.

Поверхность микропровода после химического травления достаточно однородна, ямки травления отсутствуют. Однако наблюдается небольшая неоднородность в виде полосы, распространяющейся вдоль оси микропровода (выделена красной стрелкой на рисунке 3.10).

На рисунке 3.11 изображён рельеф поверхности исследуемого микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, полученный при сканировании зондовым микроскопом.

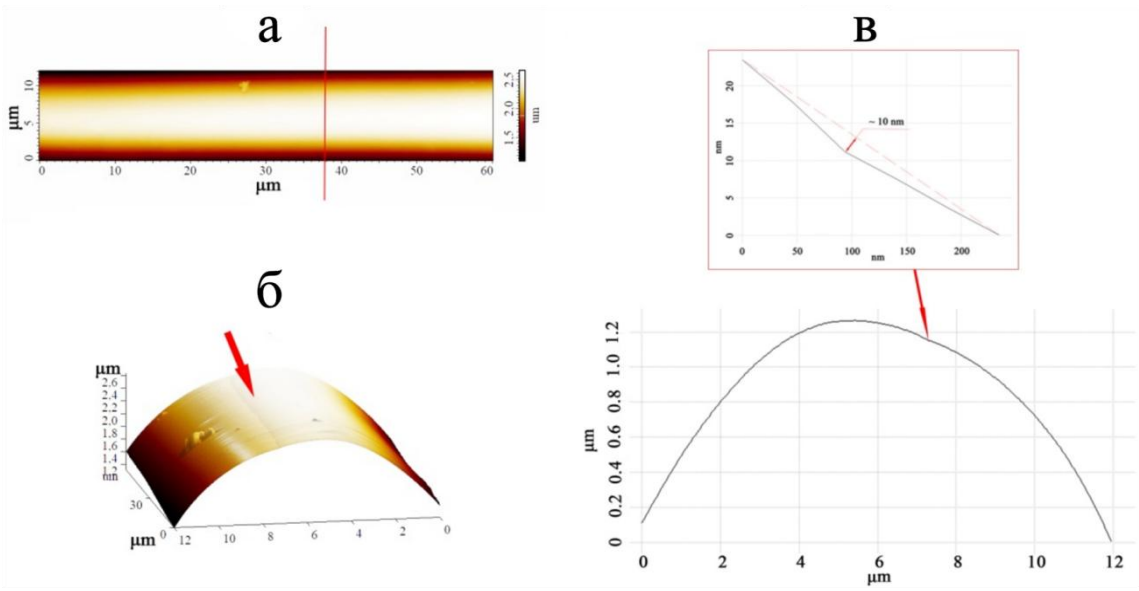

Рисунок 3.11: Топография поверхности исследуемого микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$: а) двумерное изображение; б) трёхмерное изображение; в) линейный профиль вдоль красной линии на рис. 52(а) и врезка при большем увеличении. Красная стрелка указывает на углубление в поверхности микропровода.

На поверхности микропровода действительно наблюдается протяженная полоса с перепадом диаметра микропровода около 10 нм (рисунок 3.11). Подобные неоднородные области часто встречаются в микропроводах различного диаметра с толщиной стеклянной оболочки в несколько мкм. Их появление, вероятно, связано с особенностью процесса закалки микропроводов, которая заключается в том, что охлаждающая жидкость в процессе изготовления подаётся с одной стороны вытягиваемого микропровода. На рисунке 3.12 приведено несколько примеров отклонений от цилиндрической формы поверхности в микропроводах на основе Fe других диаметров.

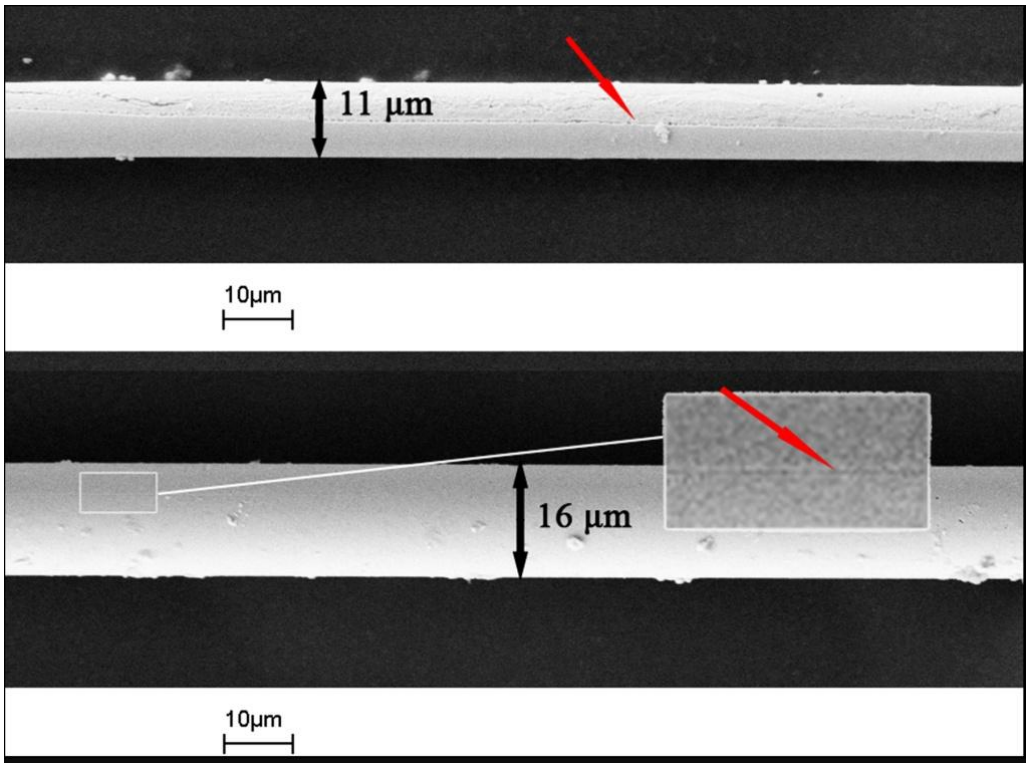

Рисунок 3.12: РЭМ-изображения микропроводов различного диаметра на основе Fe, изготовленных методом Тейлора–Улитовского. На вставке показана область неоднородности поверхности при большем увеличении.

На рисунке 3.12 показаны аналогичные особенности закалки в микропроводах диаметром 11 и 16 мкм, толщина стеклянной оболочки до удаления была не больше 3 мкм. Следовательно, неравномерности диаметра наблюдались в микропроводах с соотношением диаметра металлической части к общему диаметру $d/D > 0{,}6$. Даже незначительные отклонения от цилиндрической формы микропроводов могут существенно повлиять на конфигурацию доменной структуры. Как показано в [198], при изменении цилиндрической формы на эллиптическую с малым эксцентриситетом в приповерхностном слое микропроводов на основе Co может возникать «бамбукообразная» доменная структура – набор чередующихся колец с циркулярным направлением магнитного момента. Формирование подобных доменов может

происходить и при несовпадении положений оси цилиндра и оси лёгкого намагничивания [198]. Наблюдаемые неоднородности закалки на поверхности микропровода очевидно нарушают цилиндрическую симметрию, что отразится на доменной структуре поверхности.

На рисунке 3.13 представлены РЭМ-изображения противоположных частей микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$. На верхнем изображении наблюдается уже не полоса, а широкая область нарушения цилиндрической формы. Ширина этой области может изменяться по длине микропровода. На нижнем изображении изображена противоположная сторона исследуемого микропровода, какие-либо макроскопические дефекты поверхности после химического травления отсутствуют.

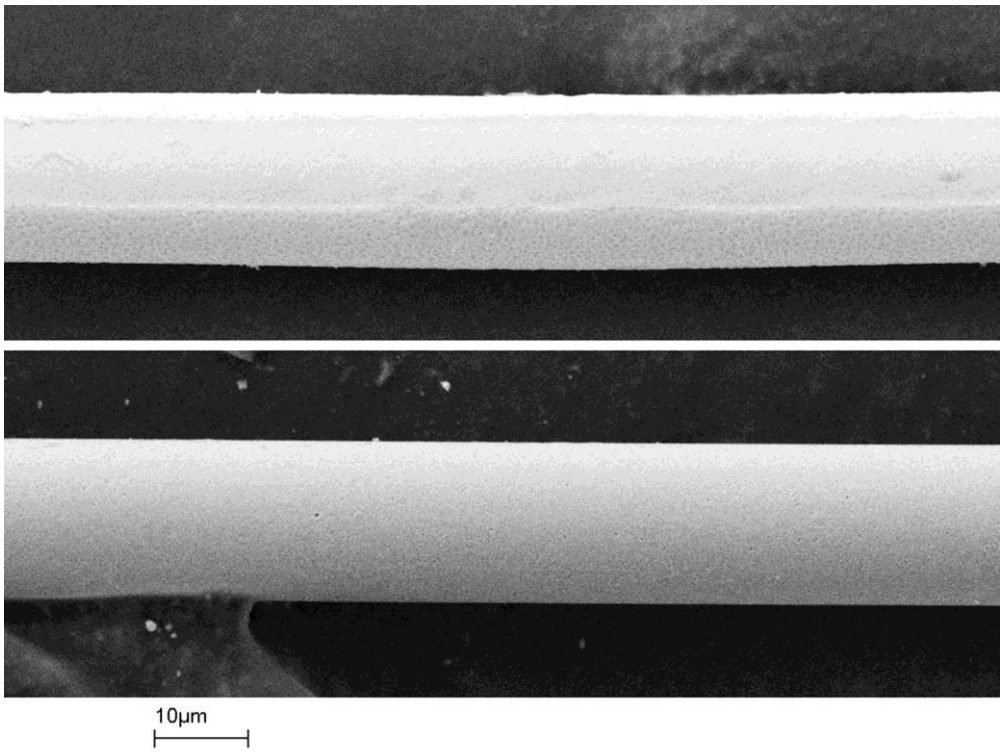

Рисунок 3.13: РЭМ-изображения противоположных сторон микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ после удаления стеклянной оболочки.

На рисунке 3.14 приведены МСМ-изображения доменной структуры микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ в магнитных полях до ≈10350 А/м (130 Э), на поверхности которого имеется область нарушения формы.

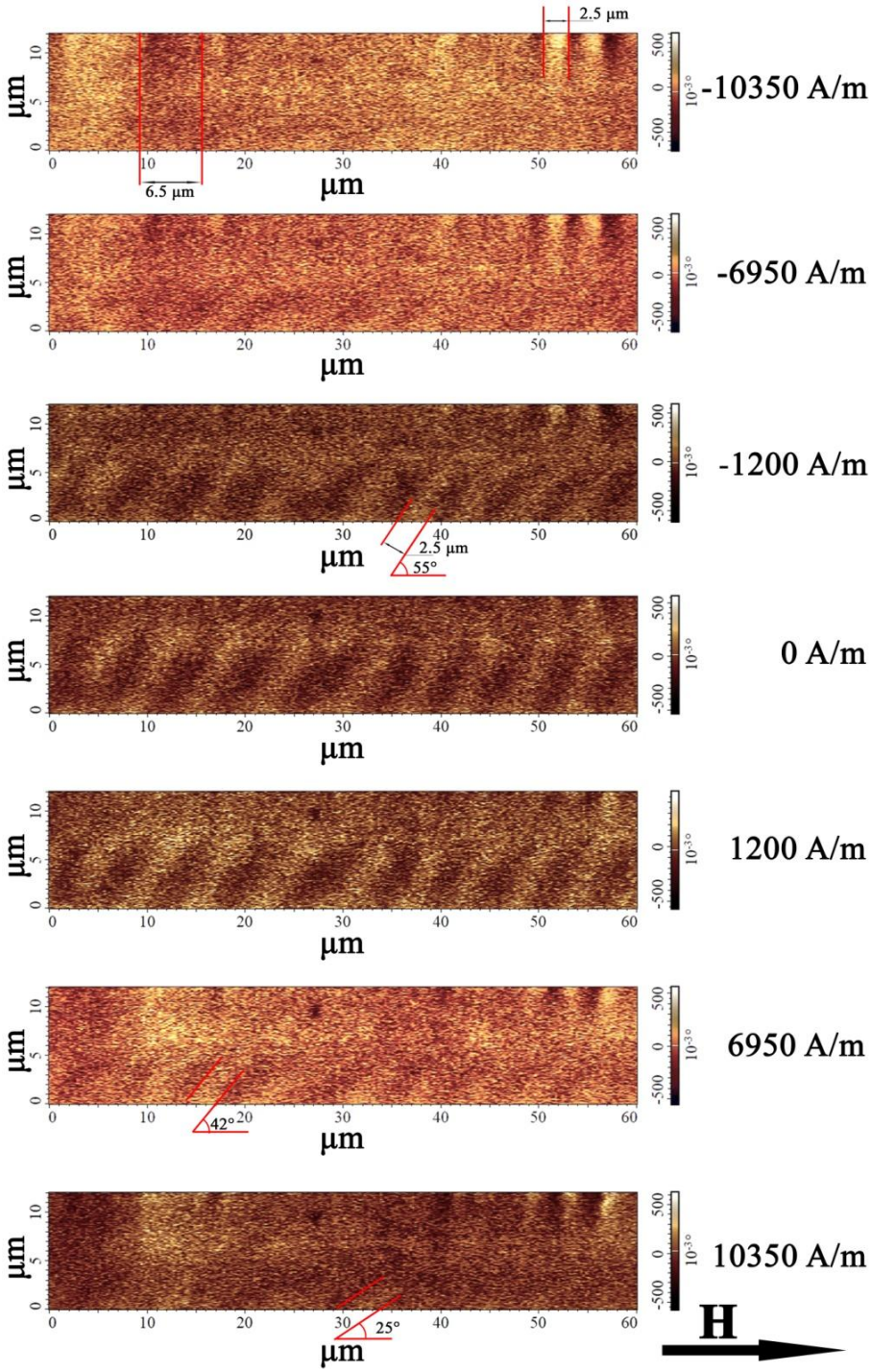

Рисунок 3.14: МСМ-изображения доменной структуры микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ с поверхностной неоднородностью. Черная стрелка указывает положительное направление магнитного поля.

На поверхности микропровода наблюдается два типа доменов (рисунок 3.14). В нижней (0-7 мкм по оси ординат на рисунке 13) части изображений в слабых магнитных полях до ≈1200 А/м (15 Э) наблюдаются наклоненные под 55° к оси микропровода домены средней шириной 2,5 мкм. С увеличением поля наклон доменов к оси уменьшается (из рисунка видно, что наклон изменился с 55° до 25°), уменьшается также интенсивность их фазового контраста.

Ширина доменов с ростом магнитного поля не изменяется. В магнитном поле величиной ≈10350 А/м (130 Э) разница в контрасте соседних наклонных доменов очень мала, что делает их практически неразличимыми. Инверсии контраста наклонных доменов при смене направления магнитного поля на противоположное также не происходит.

Домены в верхней части изображений (7–11 мкм по оси ординат на рисунке 3.14) не имеют наклона к оси микропровода. При увеличении внешнего поля увеличивается и интенсивность их фазового контраста. В максимальном приложенном поле величиной ≈10350 А/м (130 Э) наблюдаются в основном такие домены. Ширина доменов варьируется от 2,5 до 6,5 мкм. При инвертировании магнитного поля фазовый контраст доменов этого типа также инвертируется.

На стороне микропровода, не содержащей поверхностной закалочной особенности (нижнее изображение на рисунке 3.13), как и ранее в микропроводах $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$, наклонные домены не наблюдались. На рисунке 3.15 приведена топография поверхности микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ и его доменная структура в магнитных полях до ≈5200 А/м (65 Э), полученные с помощью магнитно-силовой микроскопии.

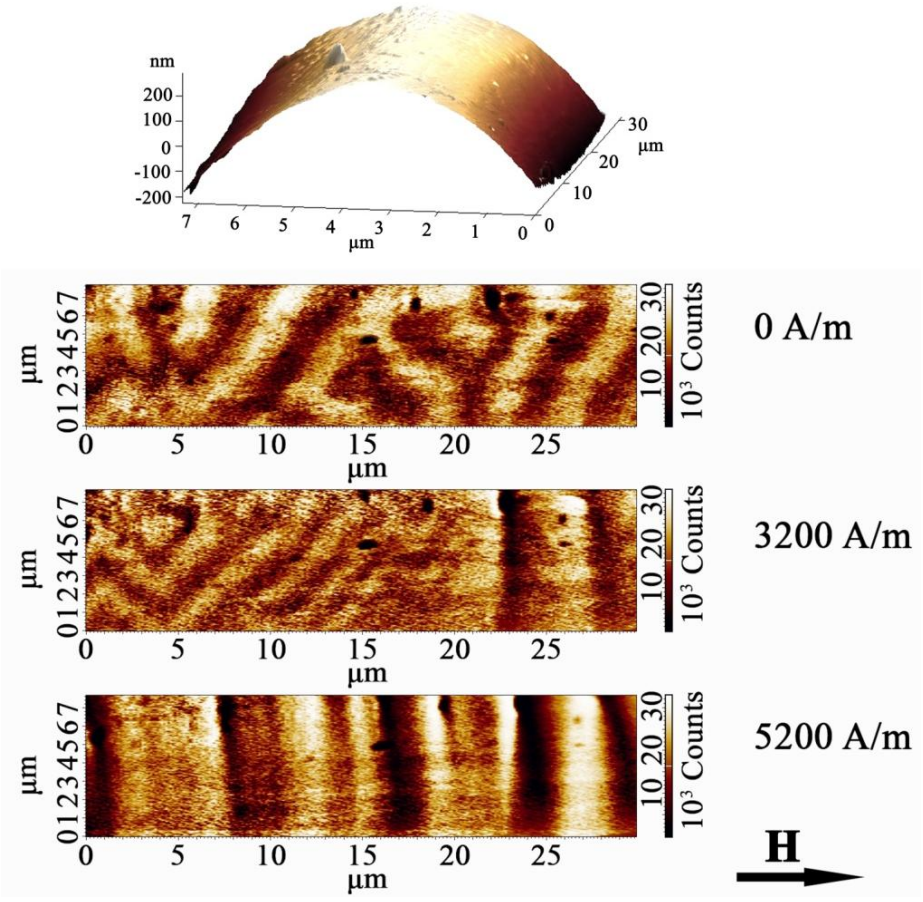

Рисунок 3.15: Топография поверхности и МСМ-изображения доменной структуры поверхности микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ в различных магнитных полях. Черная стрелка показывает направление магнитного поля.

Видно, что в отсутствие магнитного поля доменная структура близка к лабиринтной. Однако с ростом магнитного поля лабиринтная доменная структура переходит в зигзагообразную, которая в ещё большем магнитном поле сменяется кольцевой структурой. Все наблюдаемые домены имеют в основном радиальную компоненту магнитного момента. Ширина зигзагообразных и кольцевых доменов находится в диапазоне 2–2,5 мкм. Увеличение магнитного поля приводит к увеличению интенсивности фазового контраста кольцевых доменов. Зигзагообразные, а также прямые и наклонные кольцевые домены, вероятно, соответствуют областям с различным напряжённо-деформированным состоянием, возникшим при охлаждении микропровода только с одной стороны. Примерно равный наклон и размеры наклонных и зигзагообразных доменов указывают на то, что такие домены отражают схожее напряжённое состояние.

Подобная доменная структура наблюдалась методом порошковых фигур [41]. В микропроводах на основе железа диаметром 20 мкм была обнаружена доменная структура, состоящая из наклонных доменов (угол наклона доменов к оси составлял 41°), а также доменов с формой, близкой к зигзагообразной. Эволюция доменной структуры в магнитном поле не рассматривалась, и дополнительного обсуждения полученных результатов не проводилось по причине низкого разрешения применяемого метода.

О влиянии неравномерной закалки на доменную структуру свидетельствуют результаты эксперимента по исследованию динамики движения доменных стенок в микропроводах методом Сикстуса-Тонкса [199]. Были исследованы микропровода на основе железа, имеющие различный диаметр и толщину стеклянной оболочки. В стандартном эксперименте Сикстуса-Тонкса движение доменной стенки возбуждается полем соленоида, параллельным оси микропровода. Однако помимо этого соленоида специальным образом был также установлен соленоид, позволявший прикладывать магнитное поле перпендикулярно оси микропровода, которое можно было вращать вокруг оси на 360º. В микропроводах с соотношением диаметров $d/D > 0{,}39$ наблюдалась сильная зависимость скорости движения доменной стенки от азимутального угла приложения поперечного магнитного поля. Было сделано предположение, что это является следствием неравномерного распределения радиальной компоненты магнитной анизотропии и внутренних механических напряжений. Неравномерность закалки обусловлена более интенсивным охлаждением одной из сторон микропровода, поскольку в процессе изготовления подача охлаждающей жидкости осуществляется только с одной стороны. Все исследованные микропровода имеют соотношения $d/D>0{,}39$, что позволяет ожидать возникновения аналогичного эффекта.

На рисунке 3.16 приведено РЭМ-изображение микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ после удаления части поверхностного слоя с помощью смеси глицерина, плавиковой и азотной кислот.

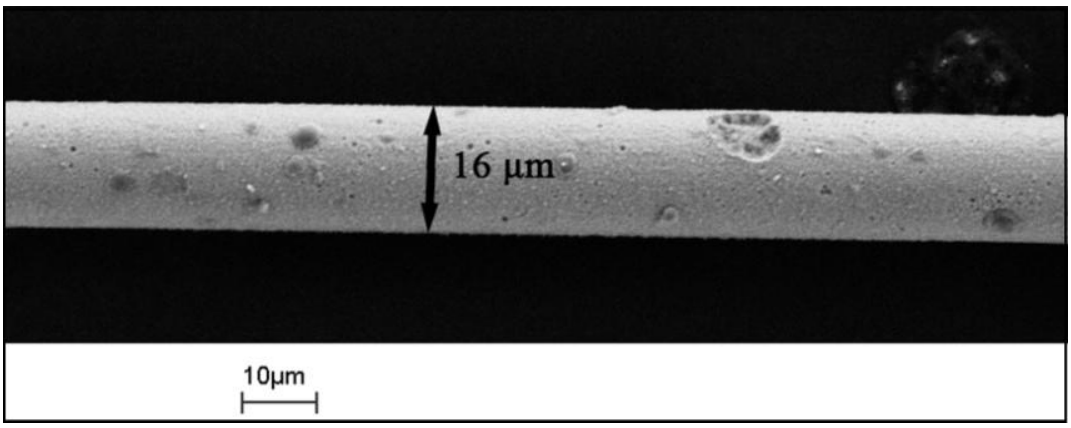

Рисунок 3.16: РЭМ-изображение исследуемого микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ без стеклянной оболочки после химического удаления части поверхностного слоя.

Поверхность микропровода осталась достаточно однородной (рисунок 3.16), хотя и присутствуют отдельные ямки травления. В ходе травления было удалён приповерхностный объём металлической сердцевины микропровода толщиной 2 мкм.

На рисунке 3.17 показана топография поверхности и МСМ-изображения доменной структуры микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ после удаления части поверхностного слоя. Трёхмерное топографическое изображение подтверждает однородность химического травления поверхности микропровода.

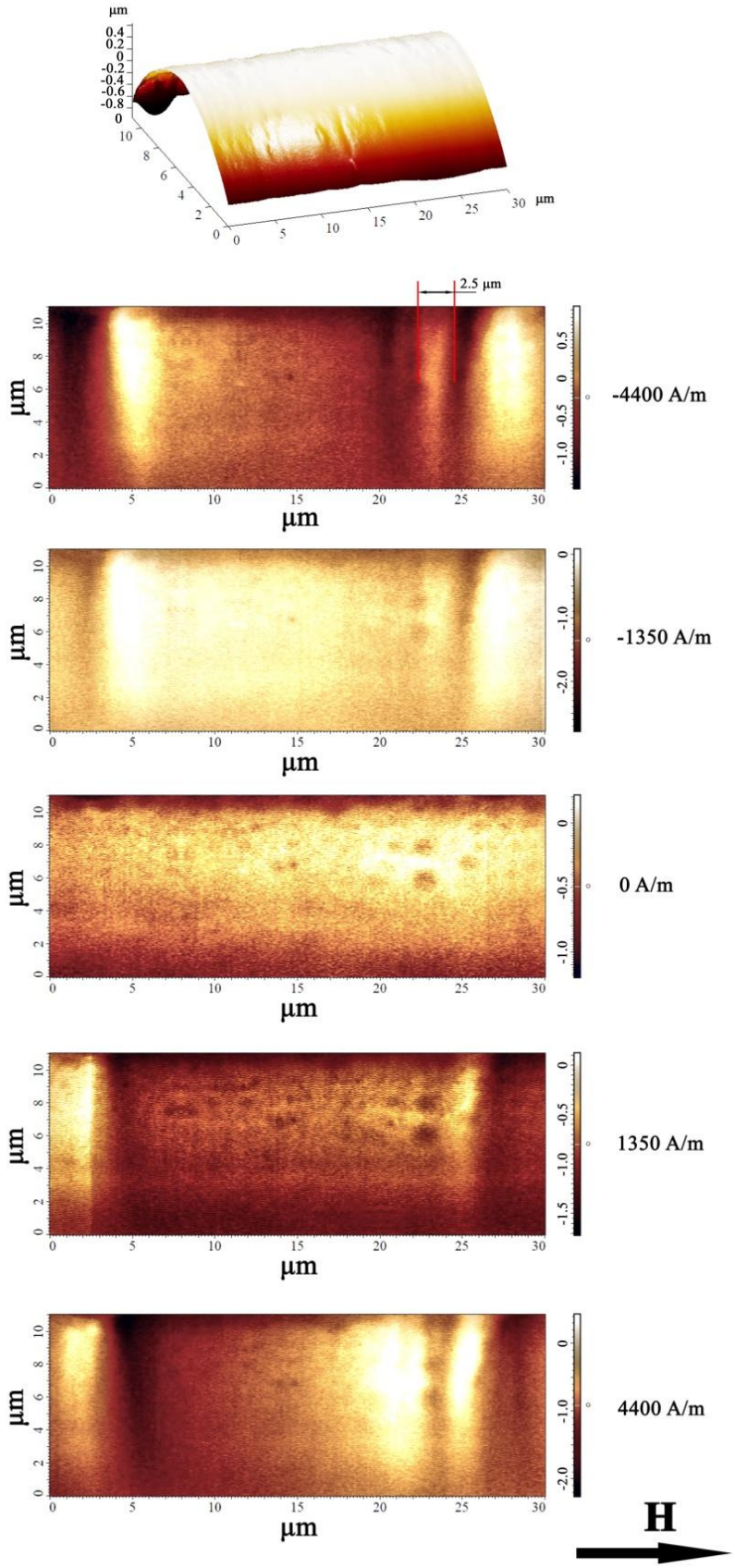

Рисунок 3.17: Топография поверхности и МСМ-изображения доменной структуры поверхности микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ в различных магнитных полях после удаления части поверхностного слоя. Черная стрелка указывает на направление магнитного поля.

В микропроводах с удалённым в результате химического травления поверхностным слоем домены с радиальной ориентацией магнитного момента не наблюдаются. С увеличением магнитного поля до ≈1350 А/м (17 Э), приложенного вдоль оси, образуются кольцевые домены, и их количество увеличивается с ростом величины поля до ≈4400 А/м (55 Э). Ширина доменов также изменяется от 2,5 до 5 мкм, интенсивность фазового контраста также увеличивается при увеличении поля. Рост интенсивности фазового контраста соответствует постепенному увеличению радиальной составляющей магнитного момента в кольцевых доменах поверхностного слоя. Подобный эффект наблюдался и на ранее исследованных микропроводах, а также в микропроводах на основе Fe в [46]. В работе [46] предполагалось, что в отсутствие магнитного поля магнитный момент в кольцевых доменах наклонен к оси микропровода. При намагничивании магнитный момент кольцевых доменов ориентируется перпендикулярно оси микропровода, при этом наблюдается максимальная интенсивность фазового контраста в эксперименте методом МОИП. При дальнейшем увеличении поля интенсивность фазового контраста уменьшается, поскольку радиальная составляющая магнитного момента доменов уменьшается, микропровод приближается к состоянию полного намагничивания вдоль своей оси. В поле насыщения радиальная составляющая равна нулю.

Приповерхностная область микропровода с положительной магнитострикцией должна характеризоваться сильной радиальной анизотропией, что связано с действием сжимающих циркулярных и осевых, а также растягивающих радиальных внутренних механических напряжений [81]. Далее в глубине микропровода аксиальные напряжения постепенно сменяются с сжимающих на растягивающие, в то время как радиальная компонента практически не изменяется [81]. Таким образом, существует неоднородность распределения радиальной магнитной анизотропии по сечению микропровода. Химическое травление приповерхностного слоя микропровода, таким образом, приводит к удалению области микропровода, в которой доминирует радиальная магнитная анизотропия и формируются наклонные и зигзагообразные домены. На глубине 2 мкм от поверхности исследуемого микропровода диаметром 20 мкм значения аксиальной, тангенциальной и радиальной компонент составляют примерно -800, -900 и 100 МПа соответственно [81]. Описанное изменение магнитной структуры поверхностного слоя может быть связано с уменьшением радиальной компоненты тензора напряжений (рисунок 3.17). Хотя данный анализ и не учитывает перераспределение внутренних напряжений в объёме микропровода после химического травления, отсутствие доменов с радиальным направлением магнитного момента в нулевом магнитном поле (рисунок 3.17) свидетельствует об уменьшении радиальной анизотропии.

Согласно работе [81], аксиальная, тангенциальная и радиальная компоненты напряжений на поверхности микропровода составляют -1500, -1600 и 100 МПа соответственно. При этом значение константы радиальной анизотропии при таких напряжениях должно составлять порядка 10 кДж/м^3 [81]. В этом случае могут образовываться открытые кольцевые доменные структуры, не имеющие замыкающих доменов. Результаты наблюдения доменной структуры методом МСМ показывают, что величина компонент тензора напряжений в поверхностном слое, вероятно, существенно отличается от теоретических предположений. Наблюдаемые зигзагообразные и наклонные домены могут свидетельствовать о различном соотношении между аксиальной и тангенциальной компонентами тензора напряжений. Проведенный нами совместный анализ МСМ-изображений на рисунках 3.14, 3.15 и 3.17 позволил построить модель доменной структуры приповерхностной области микропровода, учитывающую неравномерную закалку микропровода (рисунок 3.18).

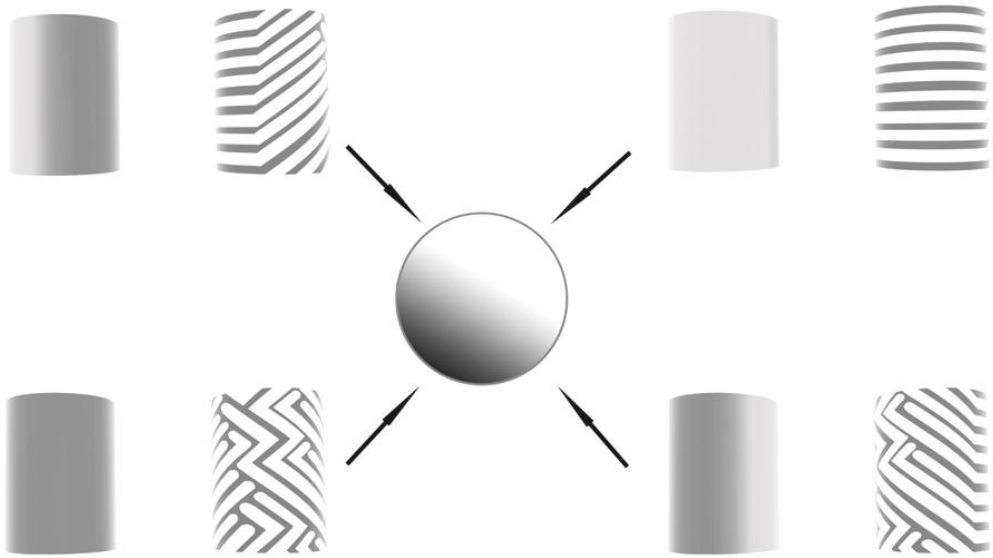

Рисунок 3.18: Модель магнитной доменной структуры поверхностного слоя микропровода $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$. Соответствие магнитной доменной структуры стороне микропровода указано стрелками. Тёмные и светлые области слева от доменной структуры отвечают различным уровням закалочных напряжений.

Аналогично изображениям доменной структуры, полученным с помощью МСМ, темные и светлые области на рисунке 3.18 соответствуют радиальным компонентам магнитных полей рассеяния доменов вблизи поверхности. Более темные и более светлые участки на изображениях модели микропровода (слева от изображений структуры магнитных доменов) соответствуют более высоким и более низким уровням закалочных напряжений. На рисунке 3.18 также отражён переход доменной структуры от области с более высокими закалочными

напряжениями (зигзагообразная доменная структура) к более низким (кольцевые домены) через промежуточные наклонные домены.

Таким образом, микропровода с отношением $d/D > 0,6$, т.е. с относительно тонкой стеклянной оболочкой, могут содержать области в поверхностном слое с асимметричным распределением радиальной составляющей магнитной анизотропии относительно оси. Это может являться причиной возникновения в микропроводах областей различного диаметра, а также приводить к отклонениям от цилиндрической формы.

Увеличение соотношения *d/D*, что эквивалентно уменьшению толщины стеклянной оболочки при постоянном диаметре металлической сердцевины, приводит к уменьшению вклада стеклянной оболочки во все компоненты тензора напряжений. Таким образом, при постоянной толщине стеклянной оболочки величина и распределение механических напряжений при увеличении *d/D* в основном будут определяться диаметром микропровода.

Возникающие неоднородности в распределении механических напряжений в приповерхностном объёме микропровода, приводят к одновременному формированию областей с наклонными/зигзагообразными доменами и кольцевыми доменами. Наклонные домены можно рассматривать как промежуточные между зигзагообразными и кольцевыми доменами, которые соответствуют разным уровням закалочных напряжений. С увеличением магнитного поля, приложенного вдоль оси микропровода, доменная структура становится полностью кольцевой.

3.3 Выводы по главе 3

Методом сканирующей электронной микроскопии, магнитно-силовой микроскопии и рентгенографии исследована доменная структура аморфных микропроводов состава $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$, $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ с положительной магнитострикцией, полученных методом Улитовского-Тейлора. Установлено, что:

1. Структура всех исходных проводов являлась аморфной. В микропроводах с соотношением $d/D > 0,6$ с помощью РЭМ и при сканировании топографии зондовым микроскопом обнаружены нарушения цилиндрической формы микропровода. Отклонения от цилиндрической формы, по-видимому, обусловлены неоднородным охлаждением микропровода в процессе изготовления и приводят к неоднородному распределению внутренних механических напряжений по сечению и длине микропровода.

2. В слабых магнитных полях доменная структура приповерхностного объёма микропроводов $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ (диаметры 18 и 20 мкм, соответственно) представляет собой совокупность зигзагообразных доменов. Угол наклона доменов к оси микропровода составляет 45° (или 135°). Ширина зигзагообразных доменов в микропроводах диаметром 18 мкм составляет 3–5 мкм. В микропроводе диаметром 20 мкм ширина доменов составляет около 2,5 мкм.

3. В микропроводах $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ диаметром 15 мкм домены с радиальным направлением магнитного момента не наблюдаются. Низкая интенсивность фазового контраста и небольшая разница между интенсивностями слабых и тёмных областей на МСМ-изображениях свидетельствуют в пользу наличия доменной структуры, магнитные моменты в которой направлены по касательной к поверхности микропровода.

4. Приложение магнитного поля вдоль оси микропровода приводит к образованию кольцевых доменов различной ширины с преимущественно радиальной ориентацией магнитного момента, при этом угол наклона магнитного момента в соседних доменах может различаться. Ширина кольцевых доменов в микропроводах $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ составила 1–5 мкм, $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ – 2,5–5 мкм, $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ – 1–4,5 мкм.

5. В микропроводах $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ с d/D = 0,80 обнаружены области с различной приповерхностной доменной структурой. Различия в доменной структуре объяснены в предположении о связи между доменной структурой и распределением внутренних напряжений, определяемым геометрией микропровода. Предложена модель доменной структуры приповерхностной области микропровода с положительной магнитострикцией, учитывающая возможные отклонения от цилиндрической формы, возникающие в процессе изготовления. Зигзагообразные домены формируются в области, содержащей отклонение от цилиндрической симметрии, возникающее по причине неоднородного охлаждения и, следовательно, асимметрии в распределении внутренних напряжений. На противоположной стороне возникают кольцевые домены. В области, промежуточной между областями с зигзагообразными и кольцевыми доменами, происходило образование наклонных доменов.

Глава 4. Формирование градиентной наноструктуры в аморфных микропроводах на основе Fe

На основе анализа решения уравнения теплопроводности, проведённого в работе [81], в работе [85] было рассчитано распределение компонент тензора внутренних напряжений по радиусу микропровода диаметром d = 16,8 мкм (d/D = 0,70), которое приведено на рисунке 4.1.

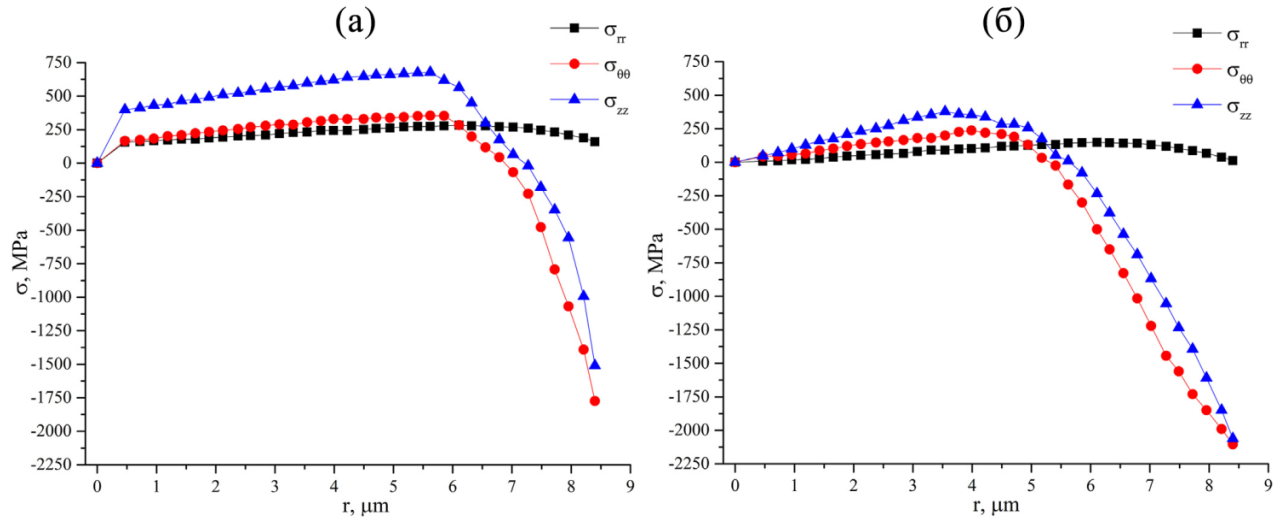

Рисунок 4.1: Распределение компонент тензора внутренних напряжений по радиусу металлической сердцевины аморфного микропровода (d = 16,8 мкм, d/D = 0,70) в стеклянной оболочке (а) и без неё (б).

В центральной части микропровода преобладают растягивающие осевые напряжения, а в приповерхностной области – сильные сжимающие осевые (порядка единиц ГПа). При этом удаление оболочки не изменяет характер распределения напряжений, а только понижает общий уровень напряжений на несколько сотен МПа. Данные распределения будут использованы далее для расчёта скоростей зарождения и роста, а также объёмной доли нанокристаллов.

Плотность близкого по составу аморфного сплава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ составила $7{,}14 \cdot 10^3$ кг/м^3 [200], плотность нанокристаллов Fe_3Si составила $7{,}39 \cdot 10^3$ кг/м^3 [201].

Следовательно, при кристаллизации причиной облегченного образования нанокристаллов будет являться отрицательный объемный эффект. Тогда совокупность имеющихся внутренних напряжений и дополнительных напряжений, возникающих вследствие компенсации эффекта объемной кристаллизации, будет влиять на кинетику кристаллообразования при кристаллизации аморфных сплавов.

При наличии объемного эффекта кристаллизации энергия Гиббса образования критического зародыша нанокристалла зависит от знака внутренних напряжений [202]. Несомненно, это влияет на скорость зародышеобразования, а значит, на размер нанокристаллов и их объемную долю в материале. В приповерхностной области микропровода преобладают сильные сжимающие напряжения. Тогда в приповерхностной области микропровода должно было бы облегчаться образование нанокристаллов при наличии отрицательного эффекта. В то же время в аморфных лентах области с сжимающими напряжениями отсутствуют [82]. Поэтому, сравнивая начальные стадии кристаллизации аморфных лент и микропроводов, можно оценить влияние на них сжимающих напряжений.

4.1 Изменения в кинетике кристаллизации аморфных микропроводов и лент под действием внутренних механических напряжений

После изготовления ленты и микропровода состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ были аморфными. На рентгенограммах исходных образцов (рисунок 4.2) присутствовали только широкие диффузные максимумы, дифракционные отражения от кристаллических фаз не наблюдались.

Дифференциальный термический анализ близкого по составу сплава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$, проведенный в [203], показал, что кристаллизация начинается при 803 К при скорости нагрева 10 К/мин. На основании данных из работ [204, 205] была определена температура (753 К) термообработки, приводящей к началу кристаллизации.

Перед термообработкой стеклянная оболочка микропроводов была удалена химическим травлением в плавиковой кислоте.

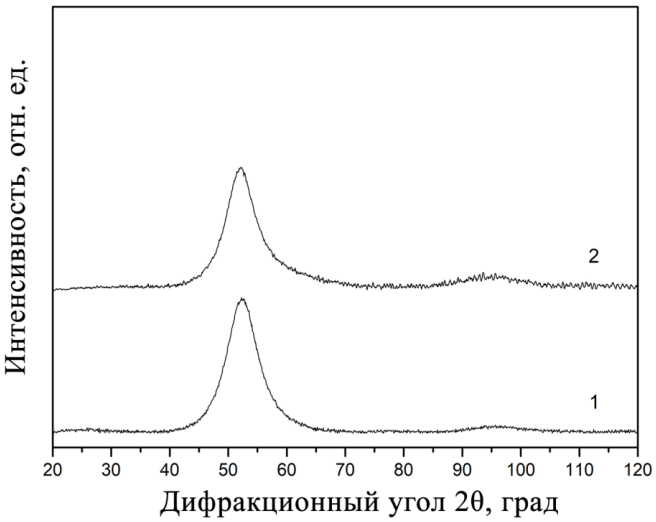

Рисунок 4.2: Рентгенограммы исходных аморфных лент (1) и микропроводов (2) состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$.

На рисунке 4.3 представлены рентгенограммы микропроводов (рис. 4.3(а)) и лент (рис. 4.3(б)), отожженных при 753 К в течение 1 ч. На рисунке 4.3 показаны области основного диффузного максимума в интервале 40-70°, на вставках показаны полные экспериментальные кривые. На рисунках 4.3 кривая 1 соответствует экспериментальной рентгенограмме, кривая 3 соответствует рассеянию на аморфной фазе, кривая 4 описывает дифракционные отражения от нанокристаллов, а кривая 2 является суммой кривых 3 и 4.

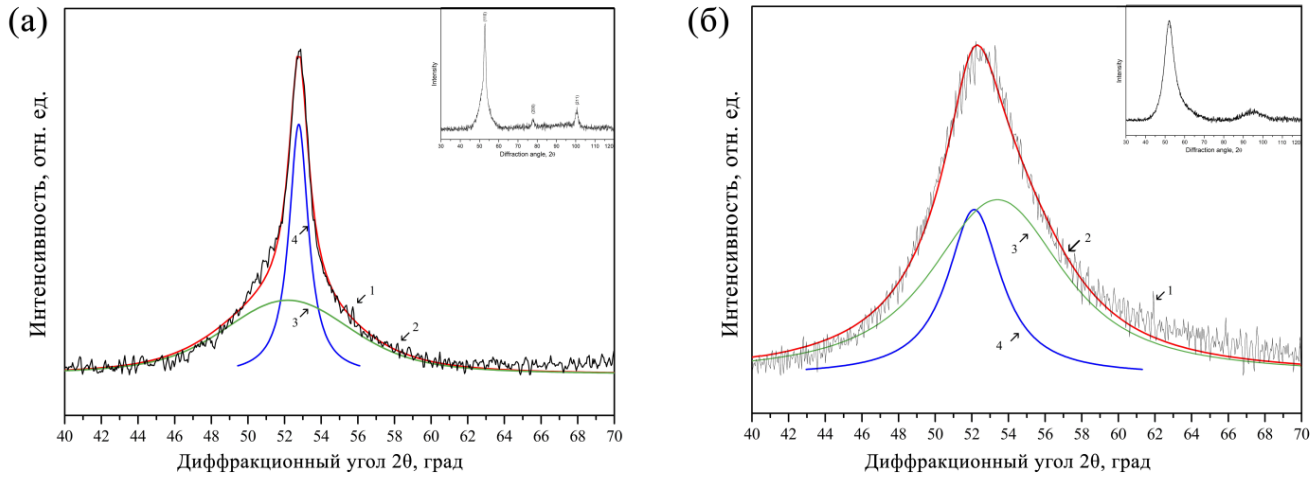

Рисунок 4.3: Рентгенограммы микропроводов (а) и лент (б) состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, отожженных при 753 К в течение 1 ч (1 – экспериментальная кривая, 3 – рассеяние от аморфной фазы, 4 – дифракционные отражения от нанокристаллов, 2 – сумма кривых 3–4). Во вставках приведены рентгенограммы в угловом интервале 20–120°.

На полной рентгенограмме микропроводов (рисунок 4.3(а)) дифракционные отражения были проиндексированы. Они соответствовали ОЦК-фазе твёрдого раствора Fe(Si) с

параметром решётки a = 2,845 Å. Видно, что интенсивность дифракционных отражений (кривая 4) на рисунке 4.3(а) существенно выше, чем на рисунке 4.3(б). Анализ интенсивностей отражений показал, что доля выделившейся нанокристаллической фазы в микропроводах на 20% выше, чем в лентах. Полуширины дифракционных отражений на рисунках 4.3(а, б) также различаются, что свидетельствует о разных размерах нанокристаллов. Размер нанокристаллов в микропроводах определен с использованием уравнения Шеррера и составил 16 нм, а в лентах – 6 нм.

Будем считать, что формирование нанокристаллов происходит путём гомогенного зарождения. Для учёта влияния внутренних напряжений микропровода на скорость зарождения выражение для энергии Гиббса ΔG сферического зародыша радиусом r, предложенное в [96-102], было модифицировано с учётом упругой энергии:

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3(\Delta G_{ch} + E_\varepsilon) + 4\pi r^2\sigma \quad (4.1),$$

где ΔG_{ch} – движущая сила кристаллизации из аморфного состояния, E_ε – упругая энергия, включающая в себя деформационный вклад от внутренних напряжений и появления нанокристалла, отличного от аморфной матрицы плотности, σ – поверхностная энергия.

Запишем упругую энергию более подробно [206], предполагая, что сдвиговая составляющая деформации γ отсутствует:

$$E_\varepsilon = \pi G\frac{[\varepsilon(x)]^2}{4} \quad (4.2),$$

где $G = E/\big(2(1+\nu)\big)$ – модуль сдвига, а E = 139 ГПа — модуль Юнга при 753 К. При нормальных условиях значение модуля Юнга составляет 154 ГПа [207]. При 753 К модуль Юнга уменьшается примерно на 10%, согласно работе [208]. ν – коэффициент Пуассона, который принимается равным 0,3 [209, 210], x – расстояние от оси микропровода, а $\varepsilon(x)$ – нормальная составляющая деформации. Она представлена в виде:

$$\varepsilon(x) = \frac{\Delta V}{3V} + \gamma\frac{\sigma(x)}{E} \quad (4.3),$$

где $\sigma(x) = \sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz}$ – сумма диагональных компонент тензора напряжений металлической сердцевины микропровода по знаку, вычисленная согласно [81,85], γ –параметр релаксации напряжений. $\Delta V/V$ – величина объемного эффекта, вычисленная из разности плотностей аморфного материала и образовавшихся нанокристаллов:

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{\rho_{am}-\rho_{cr}}{\rho_{am}} \quad (4.4),$$

где $\rho_{am,\ cr}$ – плотности аморфного сплава и нанокристаллов соответственно. Согласно [200], плотность аморфного сплава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ составляет $7{,}14\cdot10^3$ кг/м^3, плотность нанокристаллов твердого раствора 25% Si в Fe, Fe_3Si, составляет $7{,}39\cdot10^3$ кг/м^3 [201], а плотность Fe составляет $7{,}87\cdot10^3$ кг/м^3. Предполагая, что плотность изменяется линейно с

изменением концентрации Si, плотность нанокристаллов была принята равной $7{,}55 \cdot 10^3$ кг/м^3 при концентрации кремния в нанокристаллах, равной 16,5 % [211].

В выражении (4.3) полагается, что сжимающие напряжения отрицательны, а растягивающие — положительны. Из (4.1) получаем энергию Гиббса критического зародыша:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3(\Delta G_{ch}+E_\varepsilon)^2} \quad (4.5),$$

Поскольку величина внутренних напряжений в ленте существенно ниже, чем в микропроводе [82]. Поэтому вторым членом в (4.3) можно пренебречь при расчётах упругой энергии в лентах. Разность свободных энергий сплава в аморфном и кристаллическом состояниях рассчитывалась согласно [212]:

$$\Delta G_{ch} = \frac{2T\Delta H_{cr}\Delta T\rho_{am}}{T_m(T_m+T)} \quad (4.6),$$

где ΔH_{cr} = 58 Дж/г — энтальпия кристаллизации [213], T_m — температура плавления, принятая равной 1450 К [214], T — температура термообработки 753 К, а ρ_{am} — плотность аморфной матрицы, равная $7{,}14 \cdot 10^3$ кг/м^3. Здесь мы считаем, что энтальпия кристаллизации для лент и микропроводов одинакова и не зависит от внутренних напряжений. Тогда ΔG_{ch} составляет 0,14 ГДж/м^3.

Поскольку кристаллы образуются при повышенной температуре, необходимо оценить величину напряжений, соответствующих этим условиям. Определение параметра релаксации напряжений γ, введённого в выражение (4.3), осуществлялось экспериментально. Для этого образцы лент, помещались в кварцевую ампулу по ее внутренней окружности. Длина образцов совпадала длиной внутренней окружности ампулы. После этого проводилась термообработка при температуре 753 К. Затем образцы извлекались из ампулы и измерялись их радиусы кривизны. Степень релаксации напряжений определялась параметром:

$$\gamma = 1 - R_0/R \quad (4.7),$$

где R_0 — радиус кварцевой ампулы, R — радиус кривизны ленты после термообработки [215].

На рисунке 4.4 показано изменение параметра γ со временем. Видно, что примерно через 20 мин произошла почти полная релаксация изгибных напряжений. Для облегчения дальнейших расчетов в качестве «эффективного» значения было выбрано значение параметра γ = 0,1.

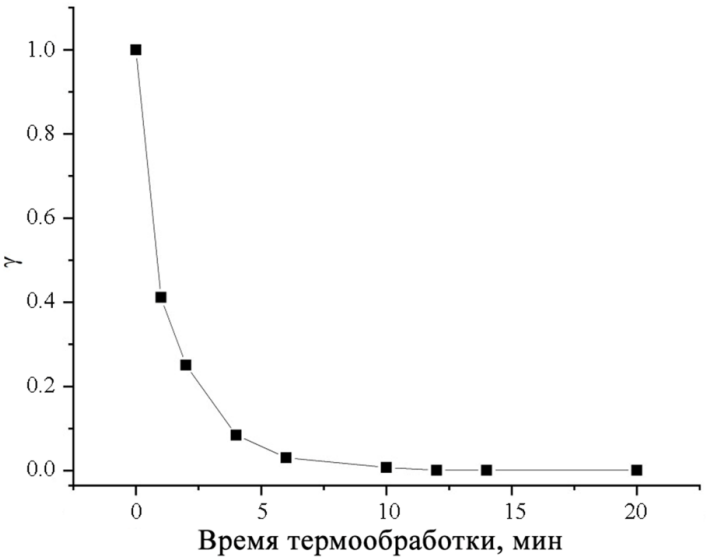

Рисунок 4.4: Кривая релаксации изгибных напряжений для исходных образцов ленты $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ при отжиге при 753 К.

Скорость роста нанокристаллов рассчитывалась по формуле [216, 217]:

$$u_c = \frac{fD}{a_0}\left(1 - exp\left(\frac{-(\Delta G_{ch} + E_\varepsilon)}{kT}\right)\right) \quad (4.8),$$

где $f \approx 1$, а D — эффективный коэффициент диффузии.

Полагая, что эффективный коэффициент диффузии D не зависит от внутренних напряжений, оценим его по известным для лент $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ размеру нанокристаллов и времени термообработки из выражения:

$$r = \alpha\sqrt{Dt} \quad (4.9),$$

где r – размер нанокристаллов, после термообработки составлял 6 нм, t – время термообработки (1 час), α – безразмерный коэффициент, определяемый по формуле [218]:

$$\alpha = \sqrt[3]{\frac{C_M - C_I}{C_P - C_I}} \quad (4.10),$$

где C_M – концентрация Fe в аморфной матрице (73,8 %), C_P – концентрация Fe в нанокристалле (около 83,5 %, если принять, что концентрация Si составляет 16,5 % [211]), C_I – концентрация Fe на границе между нанокристаллом и аморфной матрицей (принята равной 72 % [219]). Оценённый таким образом эффективный коэффициент диффузии оказался равным $3{,}6 \cdot 10^{-20}$ м^2/с при температуре 753 К.

Скорость роста нанокристаллов в ленте составила $2{,}23 \cdot 10^{-11}$ м/с, в предположении, что присутствует только объемный эффект и $\sigma(x) = 0$ в выражении (4.3). Используя рассчитанное согласно [81,85] распределение напряжений $\sigma(x)$ (рисунок 4.1) как функцию расстояния до оси микропровода, а также выражение (4.2), было рассчитано распределение $u_c(x)$ в микропроводе

(рисунок 4.5). Полученные значения скорости роста нанокристаллов находились в диапазоне $2{,}22 \cdot 10^{-11}$–$2{,}30 \cdot 10^{-11}$ м/с.

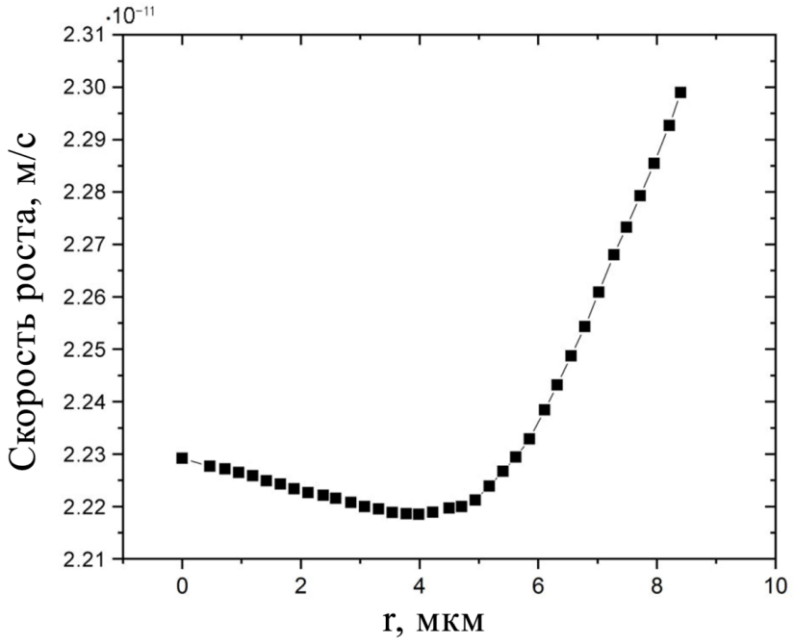

Рисунок 4.5: Распределение скорости роста нанокристаллов по радиусу микропровода, рассчитанное по формуле (4.7).

Из данных рентгеноструктурных исследований следует, что объёмная доля нанокристаллов в микропроводах на 20% выше, чем в ленте. Предполагая, что на начальных стадиях кристаллизации скорость роста и зарождения нанокристаллов не меняются со временем, мы использовали известное выражение для доли закристаллизованного объема $X = 1 - exp\left(-\frac{\pi}{3} I u_c^3 t^4\right)$ [202] и записали соотношение для доли кристаллической фазы в микропроводе и ленте:

$$\frac{X_{wire}}{X_{ribbon}} = \frac{[1 - exp(-\frac{\pi}{3} I u_c^3 t^4)]_{wire}}{[1 - exp(-\frac{\pi}{3} I u_c^3 t^4)]_{ribbon}} \quad (4.11).$$

Левая часть выражения (4.11) — это относительная доля нанокристаллов, определенная экспериментально, при этом усреднённая по всему объёму микропровода. С правой стороны — неизвестные значения скоростей зарождения нанокристаллов, которые, в свою очередь, содержат неизвестное значение поверхностной энергии. Значение σ определялось из условия, чтобы значение в левой части (4.11), определенное экспериментально, соответствовало значению итогового выражения в правой части (4.11) с точностью около 1%. Скорость зарождения определялась согласно [97]:

$$I = \frac{DN_V}{a_0^2} exp\left(\frac{-\Delta G^*}{kT}\right) \quad (4.12),$$

где D — коэффициент диффузии, $N_V = \rho N_A/\overline{M}$ — средняя атомная концентрация, $\overline{M}$ — средняя молярная масса, a_0 — среднее межатомное расстояние. Средняя атомная концентрация N_V составила $8{,}66\cdot10^{28}$ м$^{-3}$. Среднее межатомное расстояние было оценено из уравнения Эренфеста для радиуса первой координационной сферы, a_0 = 0,25 нм. Значения, необходимые для дальнейших расчетов, сведены в таблицу 3.

Таблица 3 – Данные, использованные для расчетов

Параметр	Значение
$\frac{X_{wire}}{X_{ribbon}}$	1,2
u_c^{ribbon}	$2{,}23\cdot10^{-11}$ м/с
ΔG_{ch}	0,14 ГДж/м^3
$E_\varepsilon(\sigma = 0)$	15,3 МДж/м^3
D	$3{,}6\cdot10^{-20}$ м^2/с
N_V	$8{,}66\cdot10^{28}$ м$^{-3}$
a_0	0,25 нм

С учетом выражения (4.5), выражение (4.12) можно переписать в виде:

$$I = \frac{DN_V}{a_0^2} exp\left(\frac{-16\pi\sigma^3}{3kT[\Delta G_{ch}+E_\varepsilon]^2}\right) \quad (4.13).$$

Расчёты с использованием (4.13) показали, что скорость зародышеобразования в ленте составила $1{,}9\cdot10^{17}$ м$^{-3}$с$^{-1}$, при поверхностной энергии 0,072 Дж/м^2. Оцененное в [98] значение поверхностной энергии для кристалла Fe в аморфной среде при комнатной температуре составило 0,13 Дж/м^2. Различие в значениях поверхностной энергии может быть связано с чисто гомогенным механизмом зародышеобразования кристаллов, принятым в данной работе.

Однако в этом сплаве нанокристаллы образуются не только по гомогенному механизму, но и путем образования зародышей на кластерах Cu, которые могут выступать в качестве гетерогенных центров зарождения [220]. Оцененные значения скоростей зародышеобразования оказались по порядку величины довольно близкими к $(10\pm5)\cdot10^{19}$ м$^{-3}$с$^{-1}$, полученным при термообработке при 763 К в работе [205]. Распределение скоростей зародышеобразования по радиусу микропровода, рассчитанное по (4.13), показано на рисунке 4.6.

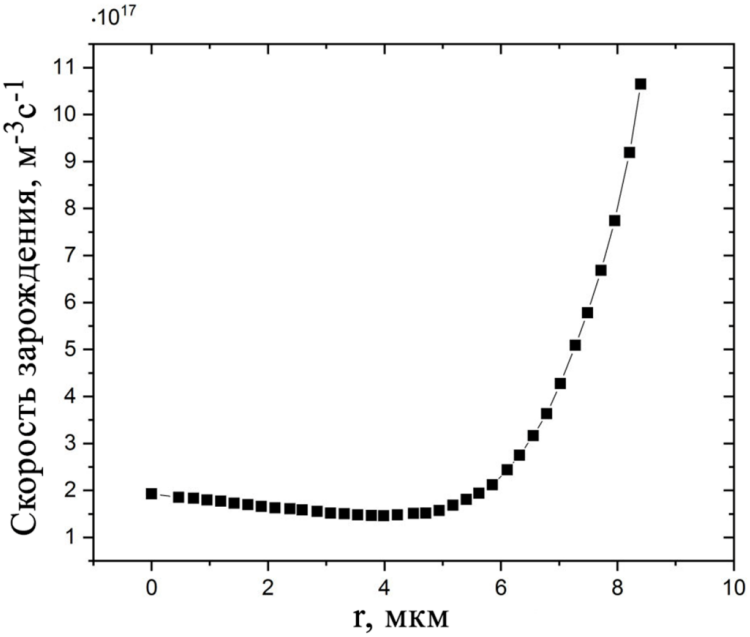

Рисунок 4.6: Распределение скорости зарождения по радиусу микропровода.

Полученные распределения скорости зарождения и скорости роста нанокристаллов позволили рассчитать распределение объёмной доли закристаллизованного вещества *X* по радиусу микропровода (рисунок 4.7). Из данных на рисунке 4.7 следует, что объемная доля образовавшихся нанокристаллов существенно увеличивается в приповерхностной области, где величина сжимающих напряжений может достигать 2 ГПа [81,85]. В этой области средняя объемная доля нанокристаллов в микропроводе, рассчитанная по распределению на рисунке 4.7, составила около 29 %. Для ленты содержание нанокристаллов, рассчитанное с использованием выражения для объёмной доли нанокристаллов *X*, составило 24 %, что примерно на 20 % ниже и соответствует экспериментально выявленным различиям.

Как следует из данных на рисунке 4.3, на начальных стадиях кристаллизации микропровода кристаллизовались быстрее, чем ленты. Полученные оценки свидетельствуют о том, что на ранних стадиях нанокристаллизация в микропроводах происходила преимущественно в той части микропровода, где преобладали сжимающие внутренние напряжения, т.е. в небольшой приповерхностной области, которая для микропровода диаметром 16,5 мкм составляет около 2–2,5 мкм. При этом одной из причин преимущественной кристаллизации поверхностного слоя могли быть не только сжимающие напряжения, но и дефекты на поверхности микропровода.

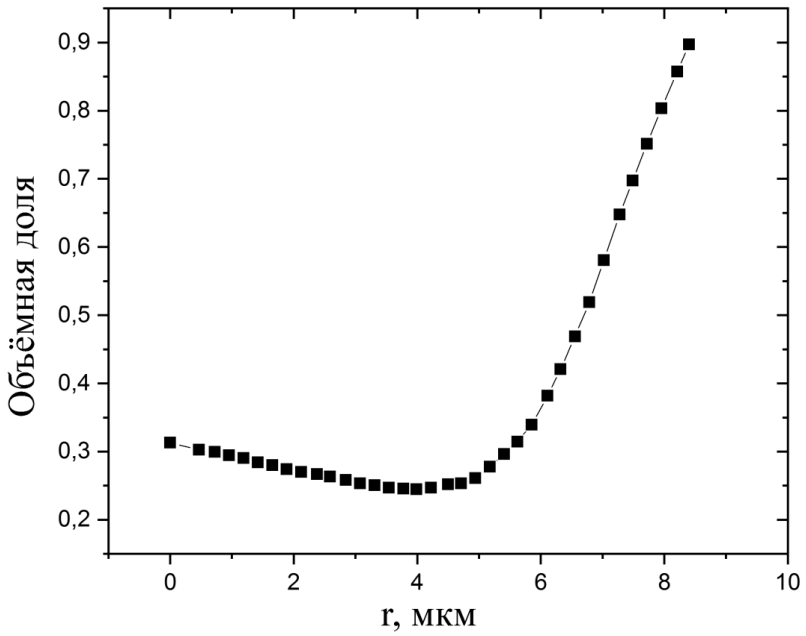

Рисунок 4.7: Объемная доля нанокристаллической фазы в зависимости от расстояния от оси микропровода.

4.2 Исследование атомной структуры микропроводов с градиентным распределением нанокристаллов

Из расчётов доли кристаллической фазы по сечению микропровода, представленных на рисунке 4.7, заметно, что нанокристаллизация ускоряется в приповерхностной области. Напротив, в объёме микропровода, где действуют растягивающие напряжения, нанокристаллизация замедляется. Мы считаем, что можно подобрать такие условия термообработки, при которых центральная часть микропровода останется аморфной, а в приповерхностном объёме будет сформирована наноструктура. В таком случае, в рентгенографическом эксперименте будут наблюдаться дифракционные отражения от нанокристаллов, сформированных в приповерхностном объёме. При удалении приповерхностного объёма, содержащего нанокристаллы, от аморфной центральной части на рентгенографии наблюдалось бы только диффузное рассеяние рентгеновского излучения.

Помимо микропроводов из сплава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, были исследованы микропровода из сплава $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$, в котором, согласно работе [221], кристаллизация

начинается при 703 К. Плотность аморфного сплава $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ составляет $7{,}20 \cdot 10^3$ кг/м^3 [81], следовательно, объёмный эффект, как и ранее, отрицателен и составляет −4,9%.

На рисунках 4.8 и 4.9 приведены рентгенограммы микропроводов состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ и $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ с удаленной оболочкой до (а) и после (б) химического травления металлической поверхности, подвергнутых изотермическому отжигу при температуре 753 К и 703 К в течение 20 минут. На обоих рисунках представлены области основного максимума, кривая 1 представляет собой экспериментальную рентгенограмму, кривая 3 соответствует рассеянию аморфной фазой, кривая 4 описывает дифракционные отражения от нанокристаллов, кривая 2 представляет собой сумму кривых 3 и 4. На рентгенограммах микропроводов обоих составов наблюдаются дифракционные отражения от нанокристаллической фазы, которые соответствуют фазе с ОЦК решеткой твердого раствора Fe(Si). Анализ интенсивностей отражений показал, что объемная доля нанокристаллов в микропроводах обоих составов составляет несколько процентов. На рентгенограммах микропроводов после удаления приповерхностных областей методом химического травления (рисунки 4.8, 4.9(б)) дифракционные отражения отсутствуют, присутствуют лишь широкие диффузные максимумы. Следовательно, кристаллизация при выбранных условиях термообработки происходила в основном у поверхности микропроводов.

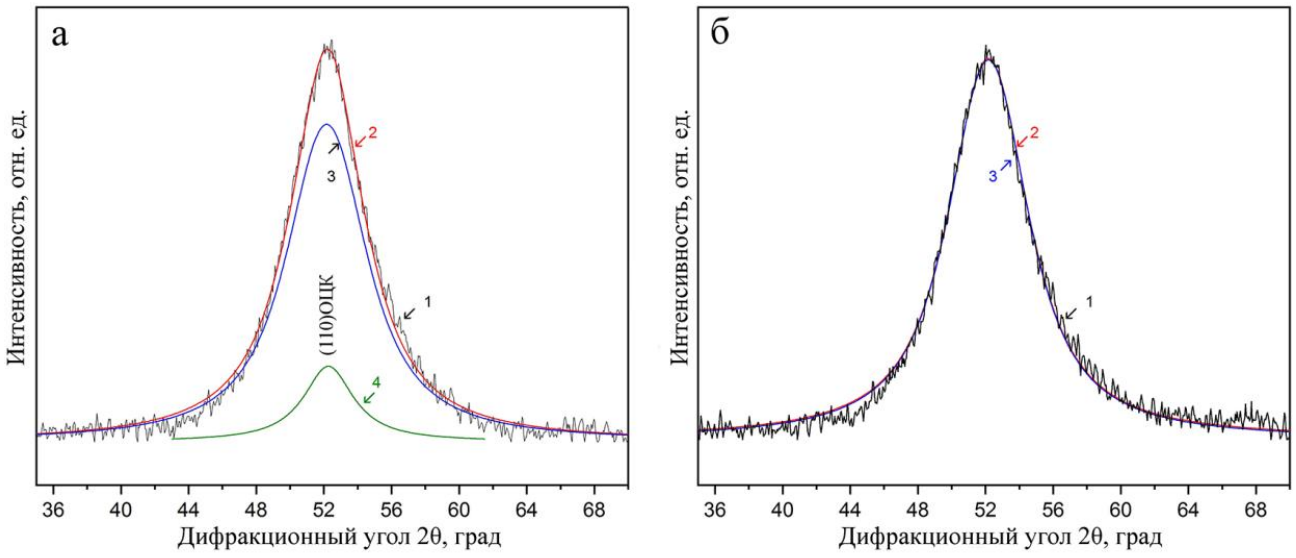

Рисунок 4.8: Рентгенограммы микропроводов состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ с удаленной оболочкой до (а) и после (б) химического травления металлической сердцевины, отожженных при температуре 753 К в течение 20 минут (1- экспериментальная кривая, 2 - суммарная кривая 3 – рассеяние от аморфной фазы, 4 - дифракционные отражения от нанокристаллов).

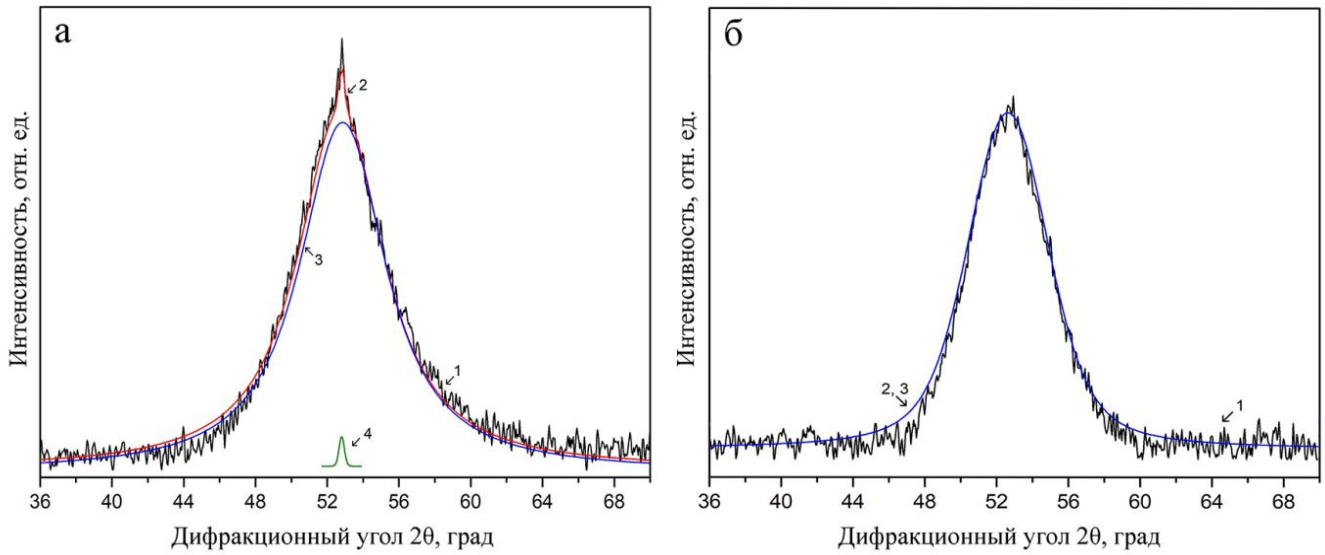

Рисунок 4.9: Рентгенограммы микропроводов состава $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ с удаленной оболочкой до (а) и после (б) химического травления металлической сердцевины, отожженных при температуре 703 К в течение 20 минут (1- экспериментальная кривая, 2 - суммарная кривая 3 – рассеяние от аморфной фазы).

На рисунке 4.10 представлено электронно-микроскопическое изображение микроструктуры приповерхностной области микропровода состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ после термообработки при 753 К в течение 20 мин. Средний размер нанокристаллов, вычисленный по изображению (рисунок 4.10), составляет около 10 нм.

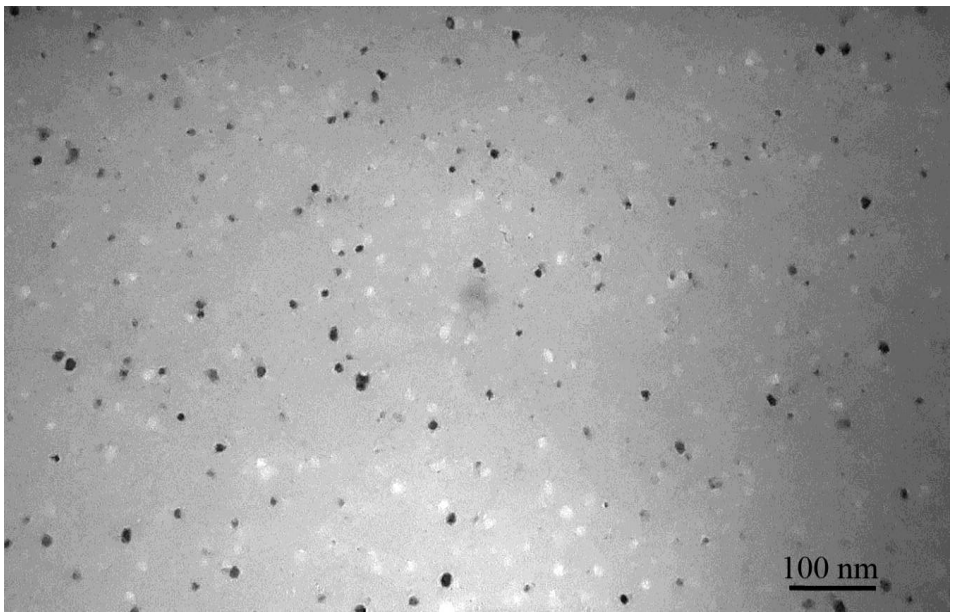

Рисунок 4.10: Электронно-микроскопическое светлопольное изображение микроструктуры приповерхностной области микропровода состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ после термообработки при 753 К в течение 20 мин.

На глубине 2-2,5 мкм объёмная доля нанокристаллов, рассчитанная по распределению на рисунке 4.7, составляет менее 20 %. Более того, как следует из результатов эксперимента по релаксации изгибных напряжений в лентах (рисунок 4.4) за 20 минут термообработки релаксирует около 90 % от величины исходных внутренних напряжений. Однако при таком размере и объемной доле нанокристаллов в приповерхностном слое не достигаются наилучшие магнитомягкие свойства: наибольшая магнитная проницаемость, а также наименьшая коэрцитивная сила и околонулевая магнитострикция. Как известно из работы [78], наилучшие магнитомягкие свойства сплавов Fe-Si-B-Cu-Nb достигаются при содержании в аморфной матрице 70-80 % нанокристаллов размером около 15 нм. По этой причине эксперименты по достижению приповерхностной кристаллизации проводились также после термообработки микропроводов состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ при 823 К, однако при существенно меньших интервалах времени: от 50 с до 2 мин 40 с. Структура микропроводов состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ после изготовления является аморфной, что подтверждается рентгенографией (рисунок 4.11). На рентгенограммах присутствует только широкий диффузный максимум, соответствующий аморфной фазе; дифракционные отражения от кристаллических фаз отсутствуют.

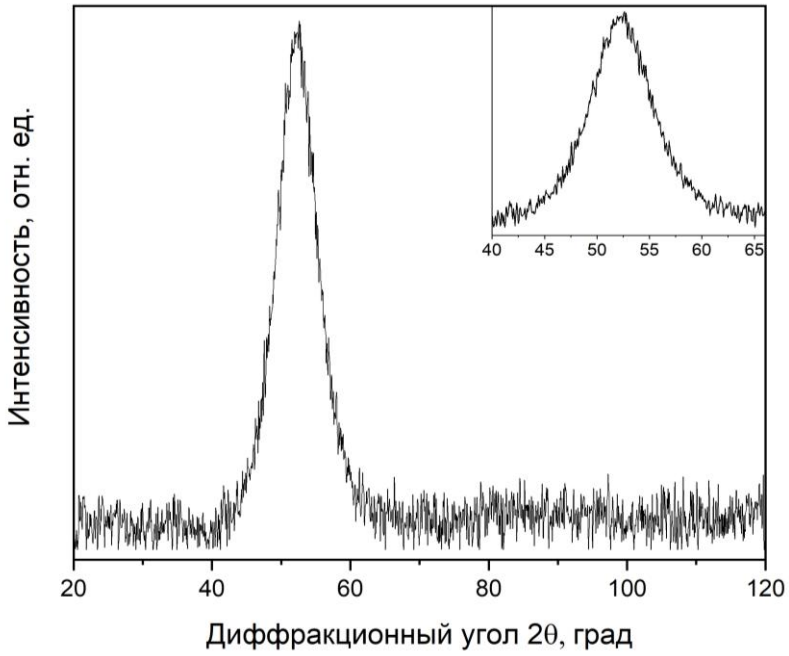

Рисунок 4.11: Рентгенограмма исходного аморфного микропровода $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$.

На рисунке 4.12 приведены электронно-микроскопические изображения и соответствующие электронограммы микроструктуры микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ после термообработки при 823 К в течение 1 мин 50 с, подтверждающие неоднородное формирование нанокристаллов в объеме микропровода. Электронно-микроскопические фольги с различных участков микропровода были получены с использованием фокусируемого ионного пучка. В приповерхностной области микропровода, подвергнутого термообработке при 823 К в

течение 1 мин 50 с, были обнаружены нанокристаллы Fe(Si) со средним размером 15 нм (рисунок 4.12(а)), в то время как центральная часть оставалась аморфной (рисунок 4.12(б)). На изображении электронной дифракции фольги, полученной с приповерхностной области микропровода, присутствуют дифракционные рефлексы первого и более высоких порядков. На электронограмме образца, полученного с центральной части микропровода, наблюдается только широкое диффузное гало.

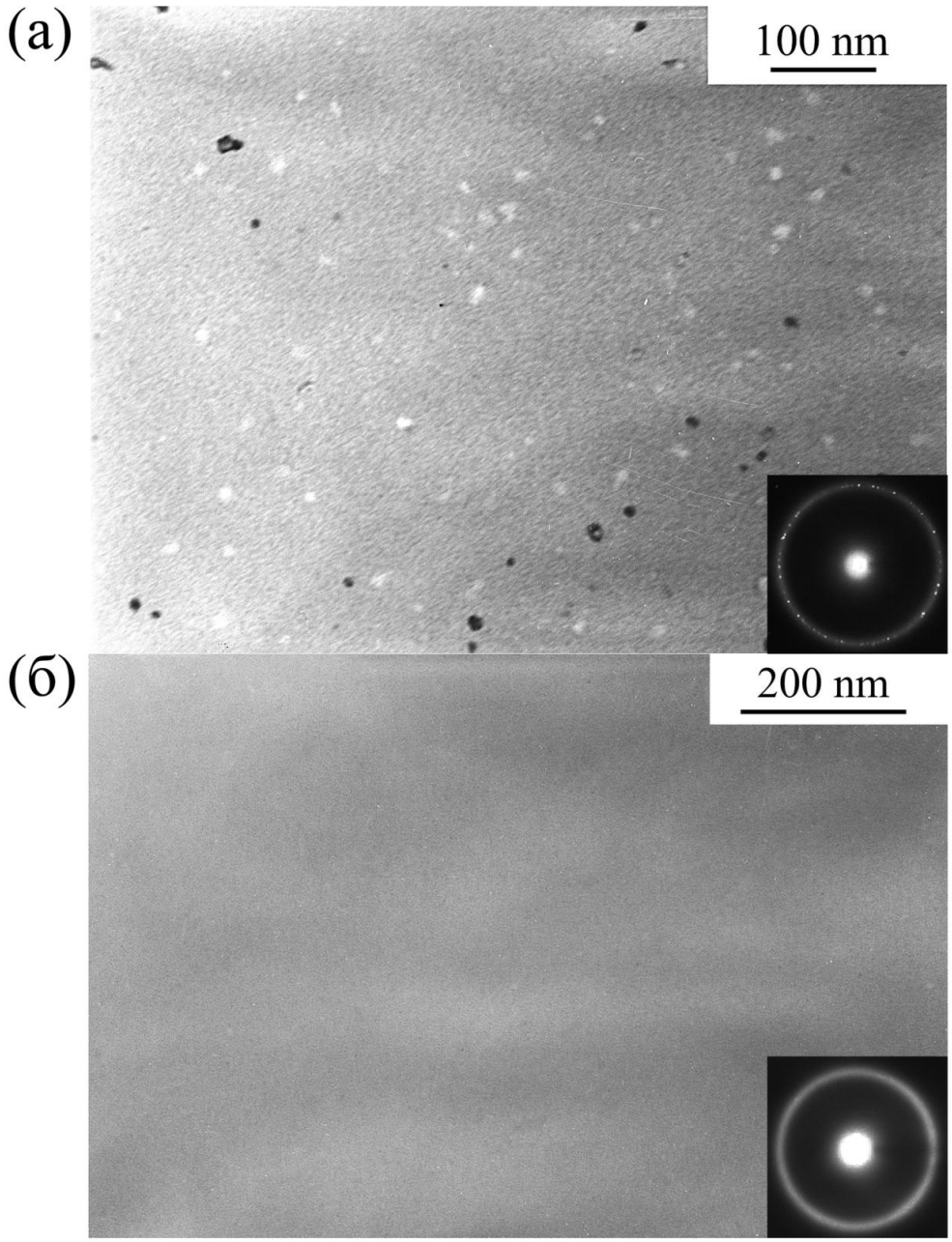

Рисунок 4.12: Электронно-микроскопические светлопольные изображения и электронограммы микроструктуры микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ с удалённой стеклянной оболочкой после термообработки при 823 К в течение 1 мин 50 с: а – приповерхностная область, б – центральная часть.

4.3 Выводы по главе 4

Было исследовано влияние внутренних механических напряжений на процесс нанокристаллизации аморфных микропроводов на основе Fe. На основании расчётов и экспериментов установлено, что:

1. Скорости зарождения и роста нанокристаллов увеличиваются в приповерхностной области микропровода. Среднее значение скорости зарождения в аморфном микропроводе диаметром 16,8 мкм оказалось в 1,5 раза больше, чем в ленте, и составило $2{,}9 \cdot 10^{17}$ м$^{-3}$с$^{-1}$.
2. В микропроводах состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$., нанокристаллизация протекает интенсивнее в приповерхностной области, в которой сосредоточены сильные сжимающие напряжения. В то же время в центральной части микропровода, где действуют в основном растягивающие напряжения, нанокристаллизация замедлена. Продемонстрирована возможность создания микропровода с нанокристаллической структурой в приповерхностном слое и аморфной центральной частью.

Глава 5. Эффект гигантского магнитного импеданса в микропроводах на основе Fe с частично кристаллическим приповерхностным слоем

Как известно, при наблюдении эффекта гигантского магнитного импеданса (ГМИ) плотность тока сосредоточена вблизи поверхности проводника на глубине скин-слоя [222]:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi\sigma\mu_\varphi\mu_0 f}} = \frac{\delta_0}{\mu_\varphi^{1/2}} \quad (5.1),$$

где μ_φ – циркулярная магнитная проницаемость (относительная), σ – электропроводность, f – частота пропускаемого переменного тока, δ_0 – немагнитная глубина скин-слоя.

В предыдущей главе было показано, что при термообработке внутренние напряжения в микропроводах приводят к ускорению формирования в приповерхностной области нанокристаллов α-Fe(Si), улучшающих магнитомягкие свойства. Также было продемонстрировано, что возможны такие условия термообработки, при которых центральная часть микропровода остаётся аморфной, в то время как приповерхностная область является частично кристаллической. Улучшение магнитомягких свойств вблизи поверхности неизбежно отразится на величине циркулярной магнитной проницаемости μ_φ и, следовательно, на величине наблюдаемого ГМИ эффекта. С другой стороны, сохранение аморфности в центральной части позволило хотя бы частично сохранить магнитоупругость и хорошие механические свойства микропровода, решая проблему охрупчивания аморфно-нанокристаллических материалов.

Данная глава посвящена определению величины эффекта ГМИ в аморфно-нанокристаллических микропроводах состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ с градиентным распределением нанокристаллов. Для сравнения термообработка микропроводов в стеклянной оболочке проводилась при 550 °C, время термообработки составляло от 50 с до 2 мин 40 с, а также 30 мин и 1 час.

5.1 Влияние частично кристаллического приповерхностного слоя на величину эффекта гигантского магнитного импеданса

На рисунке 5.1 приведены спектры сопротивления и реактанса исходного аморфного микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ в отсутствие магнитного поля. Данные кривые являются типичными и для аморфных, и для нанокристаллических микропроводов, в том числе и различных химических составов, поэтому приводятся кривые только для исходного микропровода. Расчёт величины эффекта ГМИ $\Delta Z/Z(\omega)$ осуществляется из всей совокупности подобных кривых, измеренных в различных магнитных полях.

Из рисунка видно, что поведение активного и реактивного сопротивления имеет резонансный характер: при максимуме $R(\omega)$ мнимая часть $X(\omega)$ проходит через ноль. Во внешнем магнитном поле происходит смещение положения резонансного пика. Резонансное поведение компонент импеданса объясняется проявлением ферромагнитного резонанса на высоких частотах порядка ГГц [109, 184, 186]. В микропроводах на основе Co с циркулярной доменной структурой ранее было неоднократно показано [184], что смещение положения резонанса удовлетворяет условию Киттеля для ферромагнитного резонанса в бесконечно тонкой пластинке с касательным направлением намагниченности [223]:

$$f_r^2 = \left(\frac{\gamma\mu_0}{2\pi}\right)^2 \left(M_s + H_{eff}\right)H_{eff} \qquad (5.2),$$

где f_r – частота резонанса, γ – гиромагнитное отношение, H_{eff} – эффективное поле, комбинация приложенного магнитного поля, поля анизотропии и поля размагничивающего фактора.

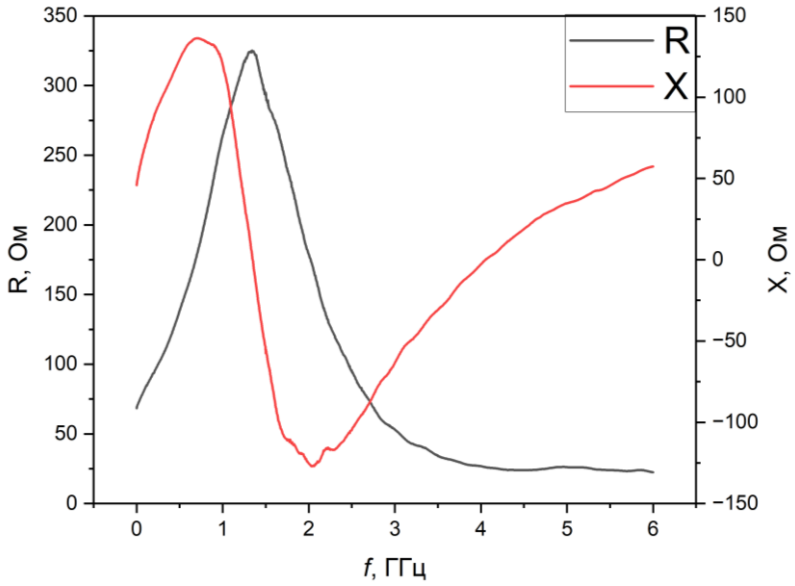

Рисунок 5.1: Частотные зависимости действительной *R(ω)* и мнимой *X(ω)* компонент импеданса *Z(ω)* исходного микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ в отсутствие магнитного поля.

На рисунке 5.2(а) представлены спектры максимумов эффекта ГМИ $\Delta Z/Z_{max}(\omega)$ в диапазоне частот от 1 МГц до 2 ГГц для всех исследуемых микропроводов состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, включая микропровода в исходном состоянии. Величина $\Delta Z/Z_{max}$ исходного микропровода довольно стабильна и составляет ≈ 30 % в широкой полосе частот ≈ 200 МГц – 1 ГГц, эффект полностью исчезает к 1,5 ГГц.

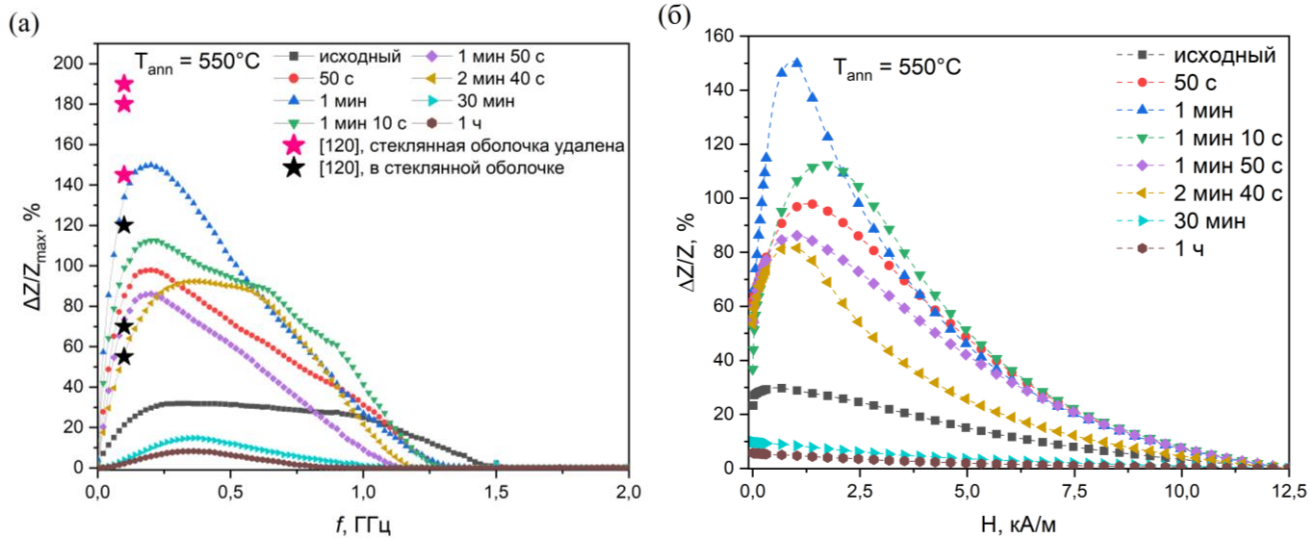

Рисунок 5.2: (а) – спектры максимумов эффекта ГМИ $\Delta Z/Z\ (\omega)$. Розовым и чёрным звёздам соответствуют данные, адаптированные из работы [120], (б) – полевые зависимости эффекта ГМИ $\Delta Z/Z\ (H)$ на частоте 200 МГц.

Каждая из серии небольших по длительности (до 2 мин 40 с) термообработок приводит к значительному улучшению ГМИ, в каждом случае улучшение составляет более 50 %. К

особенно заметному росту эффекта приводит термообработка в течение минуты, после которой на частотах ≈ 80 МГц – 400 МГц наблюдаются величины $\Delta Z/Z$ от 125 % до 150 %.

Для более наглядной иллюстрации изменения эффекта при увеличении времени термообработки на рисунке 5.2(б) приведены полевые зависимости эффекта ГМИ *ΔZ/Z(H)* на частоте 200 МГц.

Видно, что величина эффекта растёт по мере увеличения времени термообработки исходного микропровода вплоть до 1 минуты, когда наблюдается абсолютный максимум эффекта – 150 %. При увеличении времени термообработки величина эффекта постепенно снижается. Непосредственно вблизи поверхности первоначально происходит процесс формирования оптимальной магнитомягкой аморфно-нанокристаллической структуры (до 1 минуты) и релаксацией внутренних напряжений. Затем, нанокристаллизация распространяется вглубь микропровода, в это время структура приповерхностной области изменяется, магнитомягкие свойства ухудшаются, что и приводит к постепенному ухудшению ГМИ эффекта в целом.

Наибольшая величина ГМИ эффекта, около 150 % на частотах около 200 МГц, была достигнута при термообработке в течение 1 минуты. Зависимость значений эффекта ГМИ от магнитного поля на частотах от 1 МГц до 2 ГГц представлены на рисунке 5.3(а). Кривые ГМИ имеют ярко выраженный максимум на частотах до ≈1,4 ГГц. При частоте тока 200 МГц максимальная чувствительность по магнитному полю составляет η = 0,45 %/(A/m). Магнитные поля, соответствующие положениям максимумов эффекта, в зависимости от частоты показаны на рисунке 5.3(б).

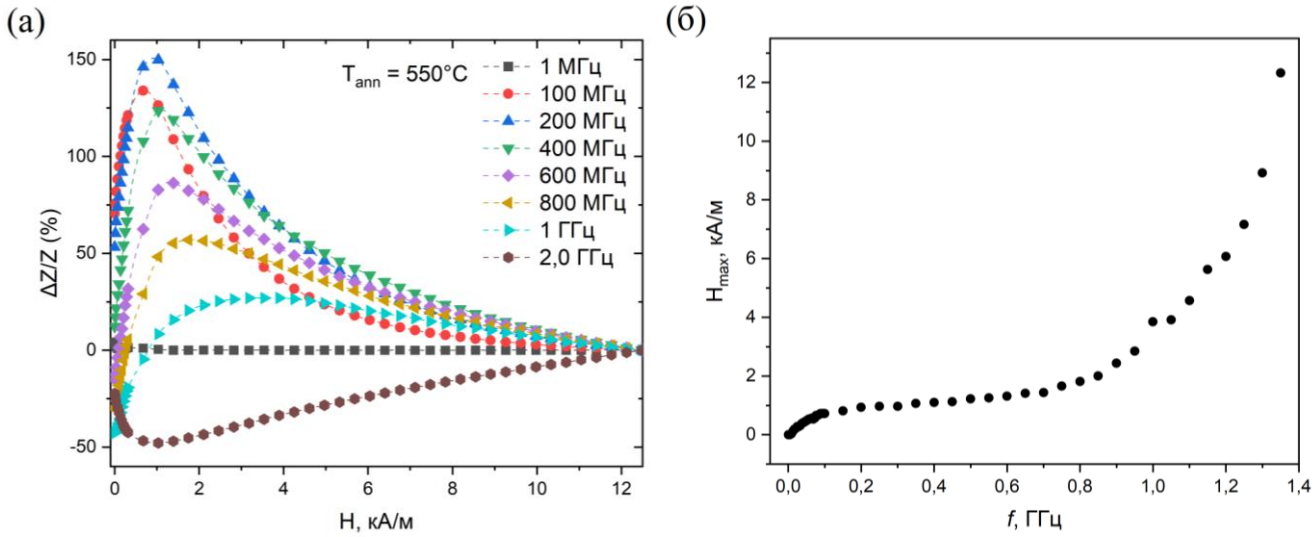

Рисунок 5.3: Полевые зависимости эффекта ГМИ $\Delta Z/Z\ (H)$ микропровода после термообработки в течение 1 минуты на частотах от 1 МГц до 2 ГГц (а), магнитное поле, соответствующее максимуму эффекта ГМИ, в зависимости от частоты тока (б).

Положение пика с увеличением частоты непрерывно сдвигается в область всё более высоких полей. Порядок величины магнитных полей, около 4000 А/м на частоте 1 ГГц, хорошо совпадает с данными, полученными для микропроводов с отрицательной магнитострикцией $Fe_{3,6}Co_{69,2}Ni_1B_{12,5}Si_{11}Mo_{1,5}$ (d=22,8 мкм, D=23,2 мкм) [224].

Зависимость эффекта ГМИ от механических напряжений была хорошо продемонстрирована в работе [120]. В этой работе была получена наибольшая на сегодняшний день величина ГМИ эффекта в микропроводах на основе железа, изготовленных методом Улитовского – Тейлора. Эффект ГМИ был изучен в микропроводах состава $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$ диаметром 30, 20 и 10 мкм с последующей термообработкой при 550 °С в течение часа, данные о максимуме эффекта ГМИ в микропроводе диаметром 20 мкм обозначены звёздами на рисунке 5.2(а). Как известно из работы [81], при уменьшении диаметра металлической сердцевины микропровода величина сжимающих напряжений вблизи поверхности увеличивается. Однако с уменьшением диаметра в работе [120] наблюдалось и последовательное увеличение максимального ГМИ эффекта после термообработки: от 150% в микропроводе диаметром 30 мкм до 190 % в микропроводе диаметром 10 мкм. Отметим, что эти данные о значении эффекта ГМИ получены, когда стеклянная оболочка микропровода была удалена. Однако тенденция увеличения прироста импеданса также наблюдалась и для микропроводов со стеклянной оболочкой.

Таким образом, повысить величину эффекта ГМИ возможно, если увеличить уровень механических напряжений в приповерхностном объёме микропровода. В свою очередь, при термообработке это приведёт к ускоренному формированию магнитомягкой нанокристаллической структуры вблизи поверхности. Более фундаментально, эффект ГМИ будет улучшен из-за увеличения магнитного момента насыщения в процессе нанокристаллизации приповерхностных областей. Именно это условие вместе с уменьшением электропроводности и параметра затухания колебаний намагниченности α (из уравнения Ландау-Лифшица) обозначены в работе [108] как необходимые для приближения к максимально возможной величине прироста импеданса.

5.2 Исследование магнитных свойств и доменной структуры микропровода с нанокристаллизованным приповерхностным слоем

Для определения магнитных свойств и доменной структуры, оказывающих влияние на величину эффекта ГМИ, были измерены петли гистерезиса и доменная структура приповерхностной области методами вибрационной магнитометрии и магнитно-силовой микроскопии, соответственно. На рисунке 5.4 приведены петли гистерезиса всех исследуемых микропроводов состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, полученные с использованием вибрационной магнитометрии. При измерениях величина магнитного поля достигала ≈24 кА/м (300 Э), однако для исходного микропровода и для подвергнутых термообработке до 30 минут петли гистерезиса приведены в диапазоне ±3 кА/м (рисунок 5.4(а)-(е)). Петли гистерезиса микропроводов после термообработки в течение 30 минут и 1 часа (рисунок 5.4(ж, з)) приведены в диапазоне ±15 кА/м. Напомним, что соотношение $\sqrt{M_r/M_s}$ позволяет оценить толщину *t* поверхностного доменного слоя по выражению (1.4):

$$t = R_m - R_c = R_m\left(1 - \sqrt{M_r/M_s}\right) \quad (5.3),$$

Короткие термообработки приводят к увеличению $\sqrt{M_r/M_s}$, т.е. к уменьшению толщины поверхностного доменного слоя. Образец микропровода после термообработки в течение 1 минуты, в котором наблюдалось наибольшее значение эффекта ГМИ, имел также самый тонкий поверхностный доменный слой толщиной около 0,3 мкм (величина $\sqrt{M_r/M_s}$.составляет около 0,96). Дальнейшее увеличение длительности термообработки, приводящее к ухудшению ГМИ эффекта, характеризуется значительным увеличением коэрцитивной силы: более 4 кА/м (50 Э) после термообработки длительностью 30 минут и 1 час. Также наблюдается увеличение толщины поверхностного доменного слоя. После термообработки длительностью 30 минут и 1 час поверхностный слой имеет толщину около 1,2 мкм и 1,4 мкм, соответственно.

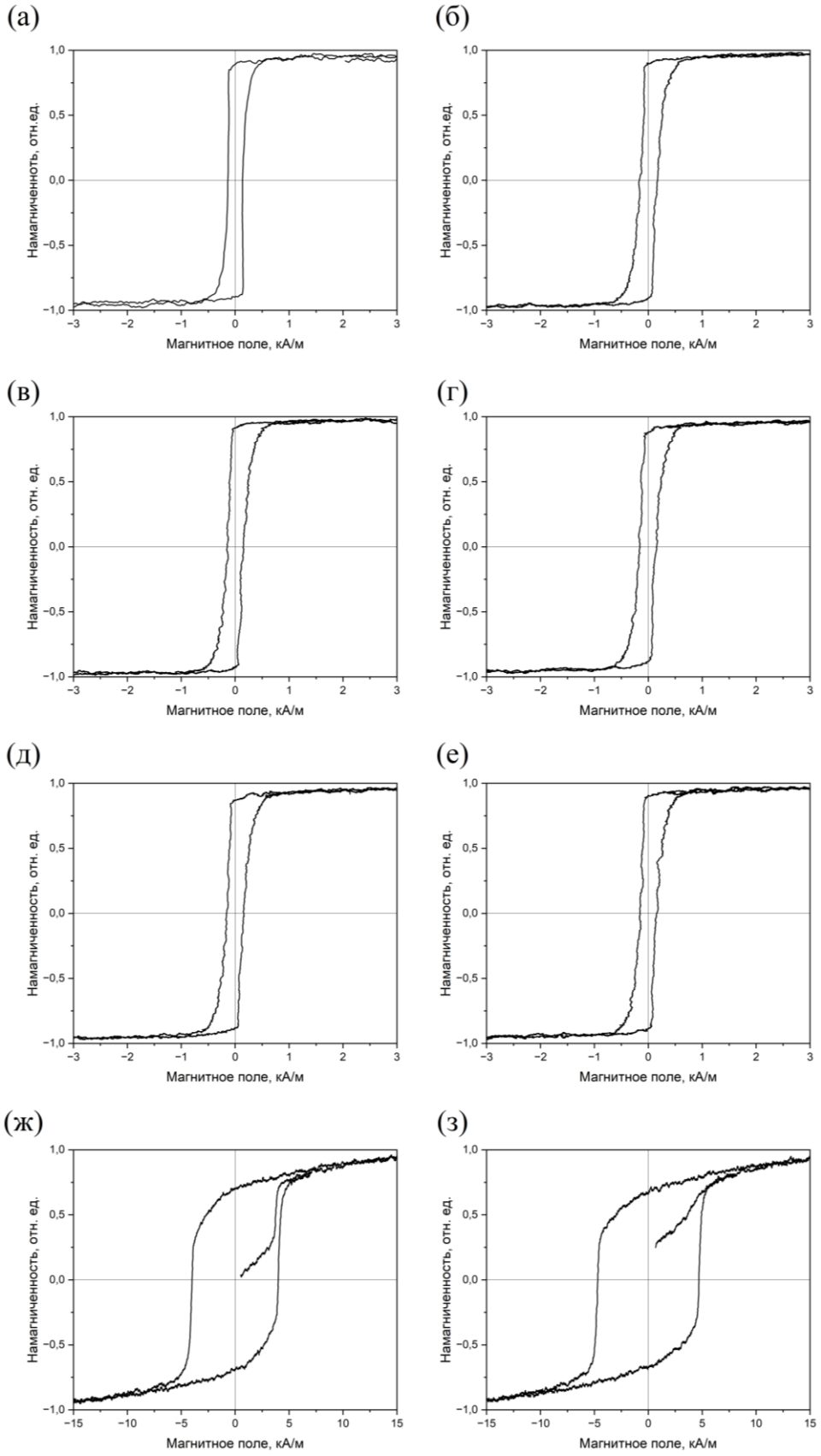

Рисунок 5.4: Петли гистерезиса микропроводов (в относительных единицах) состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$: (а) – исходный аморфный микропровод, (б) – термообработка при 550 °C в течение 50 секунд, (в) – 1 минута, (г) – 1 минута 10 секунд, (д) – 1 минута 50 секунд, (е) – 2 минуты 40 секунд, (ж) – 30 минут, (з) – 1 час.

На рисунке 5.5 приведены МСМ–изображения доменной структуры приповерхностной области микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ в магнитных полях величиной до 3975 А/м (50 Э) на участке размером приблизительно 10 мкм × 40 мкм после эквализации. Как и в случае исходного микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, 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) ориентированы параллельно поверхности микропровода. В магнитных полях от 2945 А/м (37 Э) наблюдается формирование кольцевых радиальных доменов. Ширина кольцевых доменов составляет около 2 мкм.

Далее, для сравнения наблюдаемой глубины скин-слоя, рассчитываемой по формуле (5.1) с минимальной теоретической глубиной скин-слоя, при которой должен наблюдаться максимальный эффект ГМИ, была проведена оценка циркулярной магнитной проницаемости $\mu_\varphi = \mu'_\varphi - i\mu''_\varphi$, Подход, предложенный в работе [225], позволил рассчитать действительную и мнимую компоненты магнитной проницаемости:

$$\mu'_\varphi = \frac{4\pi}{l}\left[\frac{\partial X}{\partial \omega} - \frac{X}{\omega} + \frac{2RX}{\omega R_{dc}}\right], \quad (5.4),$$

$$\mu''_\varphi = \frac{4\pi}{l}\left[\frac{\partial R}{\partial \omega} - \frac{R}{\omega} + \frac{R^2 - X^2}{\omega R_{dc}}\right] \quad (5.5),$$

где l – длина микропровода, R_{dc} – сопротивление постоянному току, $\omega = 2\pi f$ – угловая частота.

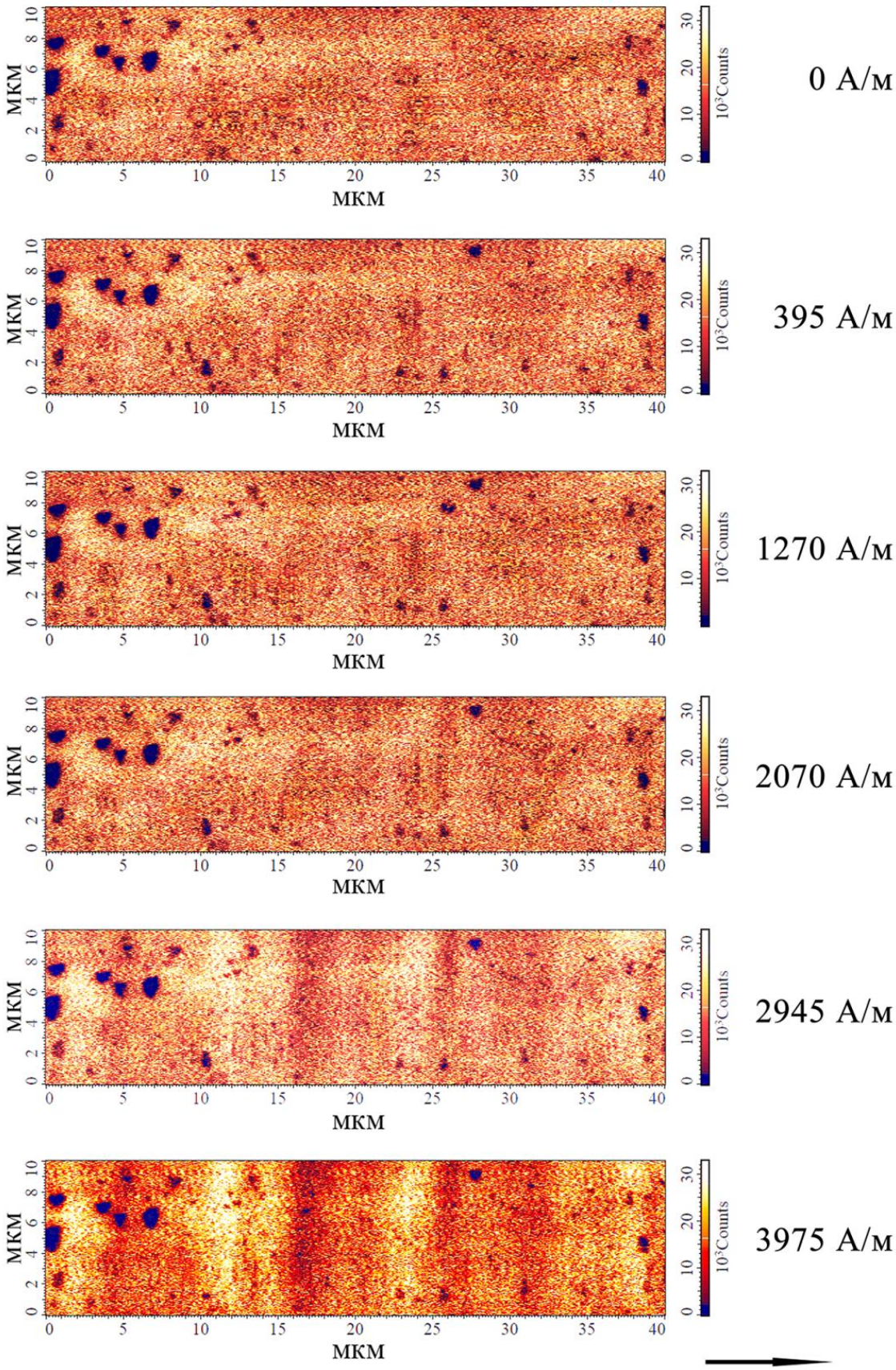

Рисунок 5.5: МСМ-изображения доменной структуры микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ после термообработки при 550 °C в течение 1 минуты. Чёрной стрелкой указано направление магнитного поля значением до 3975 А/м (50 Э).

В зависимости от приложенного магнитного поля толщина скин-слоя на частоте тока 200 МГц в микропроводе после термообработки при 550 °С в течение 1 минуты представлена на рисунке 5.6 (чёрная кривая). Из данных на рисунке 5.6 следует, что глубина скин-слоя в микропроводе может составлять несколько микрон. Минимальная глубина скин-слоя, равная 1,7 мкм достигается в поле величиной около 1035 А/м (13 Э), тем не менее, данная глубина скин-слоя в несколько раз превышает толщину поверхностного доменного слоя (0,30 мкм), определённую из петли гистерезиса (рисунок 5.4(в)). В этом поле, согласно изображениям на рисунке 5.5, приповерхностная доменная структура ещё состоит из доменов с касательным к поверхности микропровода направлением магнитных моментов.

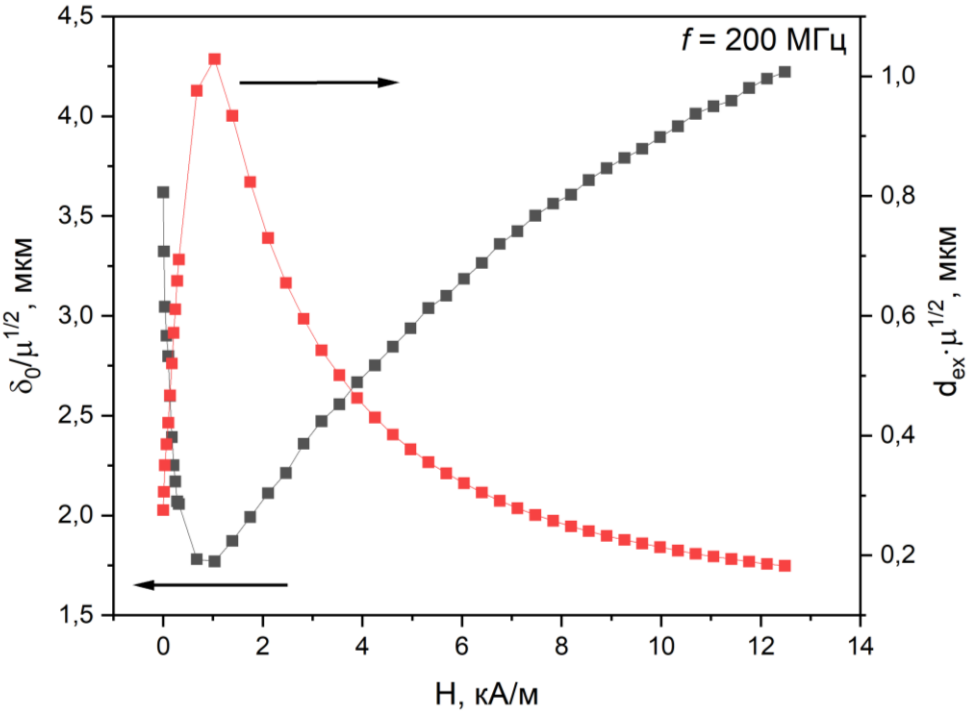

Рисунок 5.6: Рассчитанная по формуле (5.1) глубина скин-слоя (чёрная кривая) и глубина проникновения LS-моды (красная кривая) в различных магнитных полях в микропроводе состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ после термообработки при 550 °С в течение 1 минуты. Частота тока составляла 200 МГц.

Рассчитанная по формуле (5.1) (рисунок 5.6 (чёрная кривая)) толщина скин-слоя является глубиной проникновения одной из трёх магнитных мод колебаний, возникающих при совместном решении уравнений Ландау-Лифшица и Максвелла. Данные решения были представлены в работе Паттона [226]. В переменном электромагнитом поле в ферромагнитном материале наблюдается дисперсия электромагнитных волн и возникновение четырёх ветвей колебаний. Из них три – магнитные: ларморовская электромагнитная волна (LE), ларморовская спиновая волна (LS) и анти-ларморовская спиновая волна (AS), и одна – немагнитная анти-ларморовская электромагнитная волна (AE) [226]. Таким образом, глубина скин-слоя,

рассчитанная по выражению (5.1) является глубиной проникновения LE-моды. Помимо глубины проникновения LE-моды на рисунке 5.6 изображена зависимость от магнитного поля глубины проникновения LS-моды (рисунок 5.6 (красная кривая)), равная $d_{ex}\mu_{\varphi}^{1/2}$, где $d_{ex} = (2A/\mu_0 M_s^2)^{1/2}$ – обменная длина [227]. Константа обменной жёсткости A обычно составляет 10^{-12}-10^{-11} Дж/м, поэтому для расчетов мы использовали значение $5\cdot10^{-12}$. Индукция насыщения определялась нами из петли гистерезиса, её величина составила 1,28 Тл. Для микропровода, подвергнутого термообработке в течение 1 минуты, обменная длина составила 2,77 нм. С учётом магнитной проницаемости на частоте тока 200 МГц, глубина проникновения LS-моды во внешнем магнитном поле лежит в диапазоне от 200 нм до примерно 1 мкм. Качественно возникновение эффекта ГМИ объясняется изменением во внешнем поле именно эффективной глубины скин-слоя $\delta_0/\mu^{1/2}$ LE-моды совместно с изменением магнитной проницаемости. Однако на низких частотах, меньше некоторой критической частоты кроссовера, магнитные LE- и LS-моды смешиваются, что приводит к уменьшению в изменениях импеданса. Следуя работе [108], оценка частоты кроссовера для аморфных ферромагнетиков составляет около 100 МГц, тогда как максимальный эффект ГМИ наблюдался нами на частоте 200 МГц. Таким образом, в нашем случае влиянием смешения LE- и LS-мод (эффектами обмена-проводимости, англ. exchange-conductivity effects) можно пренебречь.

Согласно [108], теоретический предел эффекта ГМИ должен наблюдаться при выполнении условия для ФМР:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = (M_s + H_0\cos\theta + H_K\cos^2\phi)(H_0\cos\theta + H_K\cos 2\phi) \qquad (5.6),$$

где ω – частота резонанса, H_0 – внешнее магнитное поле, θ – угол между внешним полем и M_s, H_K – поле анизотропии, ϕ – угол между полем анизотропии и M_s. При этом глубина скин-слоя достигает минимума:

$$\delta_m = \sqrt{\frac{\alpha\rho}{\gamma\mu_0 M_s}} \qquad (5.7),$$

где $\alpha \sim 10^{-2}$ – безразмерный параметр затухания в уравнении Ландау-Лифшица, $\rho=1/\sigma$ – удельная электропроводность, в случае микропровода после термообработки длительностью в 1 минуту, составившая $88\cdot10^{-8}$ Ом·м, γ – гиромагнитное отношение, оценка величины которого составила $2{,}31\cdot10^5$ м·А$^{-1}$·с$^{-1}$ [132, 228]. После подстановки в выражение (5.7) всех известных величин мы получили, что минимальная глубина скин-слоя составила 0,17 мкм. Таким образом, условия для ФМР выполняются на глубине, значительно меньшей глубины скин-слоя, равной

1,7 мкм. Но при этом условие ФМР выполняется примерно в половине поверхностного доменного слоя, его толщина составила 0,30 мкм.

Как было показано ранее на рисунке 5.1, спектры активного и реактивного сопротивления имеют резонансный характер. Было проведено исследование поведения резонансной частоты во внешнем магнитном поле для всех исследуемых микропроводов, результаты приведены на рисунке 5.7. Для исходных аморфных микропроводов, а также после коротких термообработок, в полях до ~795 А/м наблюдается снижение частоты резонанса, после чего наблюдается последовательный сдвиг частоты резонанса в область более высоких частот. Для микропроводов после 30 минут и 1 часа термообработки при 550 °С частота резонанса практически не изменяется. Образец микропровода после термообработки длительностью в 1 минуту, в котором наблюдался наибольший эффект ГМИ, обладает также самым широким диапазоном изменения резонансной частоты: от ~2 ГГц без магнитного поля до ~800 МГц в магнитном поле величиной 1035 А/м (13 Э).

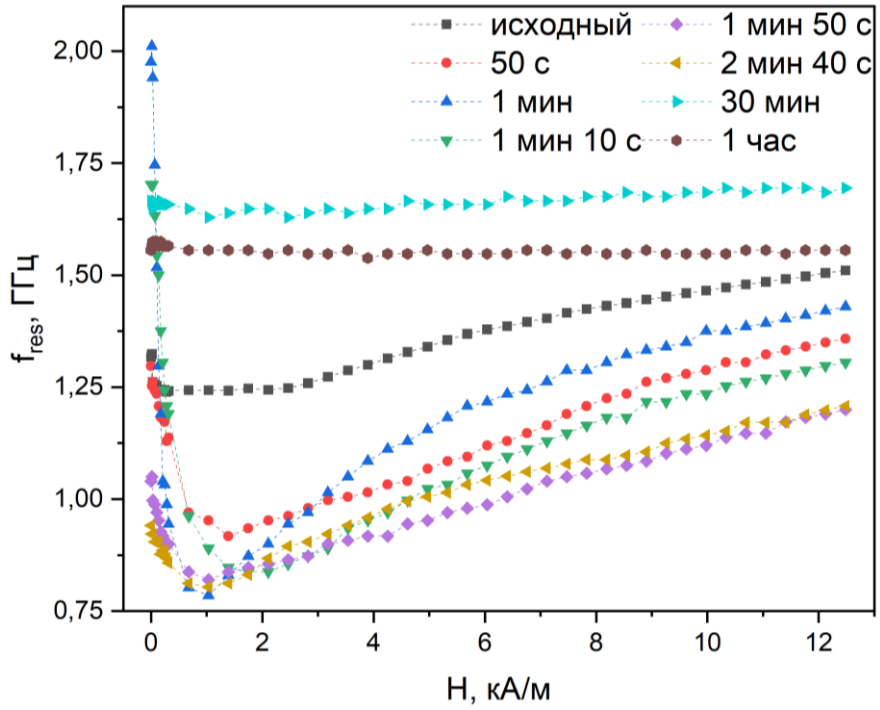

Рисунок 5.7: Зависимость частоты ферромагнитного резонанса во всех исследуемых микропровода состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ от внешнего магнитного поля.

Увеличение частоты резонанса в полях свыше нескольких десятков эрстед, о котором говорилось ранее, не описывается условием Киттеля для ФМР ни для касательного (выражение (5.2)), ни для нормального к плоскости направления магнитного момента. Невыполнение этого условия связано с тем, что микропровода во всём диапазоне прикладываемых полей имеют доменную структуру и не находятся в состоянии магнитного насыщения. Доменная структура,

которая перестраивается при изменениях внешнего магнитного поля, постоянно изменяет условия резонанса (углы θ и ϕ в выражении (5.6)). На примере микропровода после термообработки в течение 1 минуты: в поле величиной 1035 А/м (13 Э) наблюдается доменная структура с малой радиальной компонентой магнитного момента, с увеличением поля появляются кольцевые домены с радиальным направлением магнитного момента (рисунок 5.5).

5.3 Выводы по главе 5

В данной главе было исследовано влияние приповерхностной нанокристаллизации на величину эффекта ГМИ, магнитные гистерезисные свойства и доменную структуру микропроводов состава $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$. В результате было установлено, что:

1. После термообработок при 550°C в течение 50 с – 2 мин 40 с значение эффекта ГМИ $\Delta Z/Z$ увеличивается на 50–120 % в широком диапазоне частот. Максимальный эффект достигается в образцах, отожженных в течение 1 мин. Наибольший прирост импеданса составил $\Delta Z/Z$ = 150 % на частоте тока 200 МГц, что близко к рекордному значению для микропроводов на основе железа, изготовленных методом Улитовского–Тейлора.

2. Наилучшие магнитомягкие свойства среди всех микропроводов после термической обработки наблюдаются в микропроводе после термообработки при 550°C в течение 1 минуты, (разбить на два предложения) в котором также наблюдался наибольший по величине ГМИ эффект. Магнитные моменты приповерхностных доменов в данном образце были направлены касательно к поверхности. Радиальные кольцевые домены шириной около 2 мкм появляются только во внешнем поле свыше 2945 А/м (37 Э).

3. Частоты ФМР всех исследуемых микропроводов лежат в диапазоне 800 МГц – 2 ГГц. Поведение частот ФМР во внешнем поле не описывается условиями Киттеля из-за отсутствия магнитного насыщения образцов и наличия доменной структуры. Самый широкий диапазон изменения частоты ФМР наблюдался в микропроводе с наилучшим ГМИ эффектом (после термообработки при 550°C в течение 1 минуты) в слабых полях до 1035 А/м (13 Э).

Заключение

1. Исследована доменная структура аморфных микропроводов состава $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$, $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ с положительной магнитострикцией, полученных методом Улитовского-Тейлора. Установлено, что:

– в слабых магнитных полях доменная структура приповерхностного объёма микропроводов $Fe_{73,9}B_{13,2}Si_{10,9}C_2$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ представляет собой совокупность зигзагообразных доменов; в микропроводах $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$ 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 $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$, $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ и $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$, 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 $Fe_{70}Si_{18}B_9Cu_1Nb_2$. 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 поверхности. Формирование радиальных кольцевых доменов наблюдается только во внешнем магнитном поле.

Благодарности

На последних страницах данной диссертационной работы я хотел бы выразить глубокую благодарность и невыразимую признательность своему научному руководителю Аронину Александру Семёновичу за поддержку, ценные советы и подсказки, бывшие столь необходимыми в ходе проведения исследований, а также за предоставленную творческую свободу.

Также выражаю огромную благодарность Абросимовой Галине Евгеньевне за помощь в интерпретации данных рентгеновских экспериментов, а также за оптимизм, энергию и настойчивость, кажется, заряжающие всех вокруг.

Особенным образом хочется отметить Аксёнова Олега Игоревича и Волкова Никиту Андреевича за неоценимую помощь в освоении тонкостей экспериментальных техник и обсуждении полученных результатов с самого начала моей работы в Лаборатории структурных исследований.

Не меньшей благодарности заслуживает Чиркова Валентина Владимировна, которая всё это время всесторонне поддерживала и поддерживает меня и моё душевное равновесие, именно благодаря ей я ощущаю полноту жизни. Также я безмерно признателен ей за помощь в освоении обработки изображений.

Весь коллектив Лаборатории структурных исследований (ЛСИ) занимает особое место в моём сердце за помощь во всех возникающих вопросах, атмосферу здорового профессионализма и интереснейшие беседы за утренним кофе.

Этой работы не могло быть без моей семьи: матери, младшего брата и бабушки, – оказывающей безусловную поддержку и помощь. Довольно затруднительно подобрать эпитет к моей степени благодарности им.

Я также благодарен своим верным друзьям: Рабченюку П.А. (и его котам), Рабченюку Е.А., Александрову М.В. и Нечаеву Н.И., которые в некоторой неформальной степени поучаствовали в обсуждении данной работы. С некоторыми из них нас разделяют многие тысячи километров, и наши редкие встречи заставляют меня только больше ценить нашу дружбу, непрерывно длящуюся ещё с начальной школы.

Моя жизнь естествоиспытателя началась благодаря учителю физики Лицея №1 г. Канска Якимову Владимиру Александровичу. С другой стороны, эта жизнь приобрела музыкально-философский оттенок стараниями учителя по классу аккордеона ДМШ №2 г. Канска Комендантова Александра Кузьмича, а также руководителя городского джазового оркестра Менухова Юрия Родионовича и пианиста данного оркестра Устиновой Натальи Юрьевны.

Помимо всего прочего, я благодарен и тепло вспоминаю Физический факультет Томского государственного университета, в частности, кафедры теоретической физики и квантовой теории поля. Именно здесь мне был открыт путь в профессиональную науку, именно здесь я познал первые профессиональные успехи и неудачи, личные радости и разочарования в новой для меня самостоятельной жизни вдали от дома. За поддержку на данном этапе жизни я особенно благодарен сотрудникам Лаборатории физики нелинейных сред ИФПМ СО РАН: д.ф.-м.н. Кульковой Светлане Евгеньевне, а также д.ф.-м.н. Бакулину Александру Викторовичу. Отдельно хочется отметить профессора кафедры квантовой теории поля, д.ф.-м.н. Казинского Петра Олеговича: полученное за экзамен по квантовой теории поля «удовлетворительно» научило меня проще относиться к жизни.

В расширенном смысле данная диссертационная работа является трудом коллективным: моя, людей, которые помогали мне непосредственно, а также всех тех, кто повлиял на меня в какой-либо степени. Всем им – доброжелательным, либо не слишком – моя огромная благодарность.

Список цитируемой литературы

1. Klement Jun., W. Non-crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys / W. Klement Jun., R.H. Willens, P. Duwez // Nature. – 1960. – Vol. 187, N. 4740. – P. 869-870. – DOI: https://doi.org/10.1038/187869b0.
2. Губанов, А. И. Квазиклассическая теория аморфных ферромагнетиков / А. И. Губанов // Физика твердого тела. – 1960. – Т. 2, №. 3. – С 502-505.
3. 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.
4. Yoshizawa, Y. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure / Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi // J. Appl. Phys. – 1988. – V.64, N. 10. – P. 6044–6066. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.342149.
5. 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.
6. Tuning of magnetic bistability and domain wall dynamics in magnetic microwires / A. Zhukov, P. Corte-Leon, A. Talaat [et al.] // EPL. – 2024. – Vol. 146, N. 4. – P. 46001. – DOI: https://doi.org/10.1209/0295-5075/ad4390.
7. Influence of Annealing Temperature on Microstructure and Magnetic Properties of FeSiNbCuBP Amorphous Alloys / Q. Zhu, Y. Liu, Z. Zhu [et al.] // J. Supercond. Nov. Magn. – 2024. – Vol. 37, N. 5-7. – P. 1011–1016. – DOI: https://doi.org/10.1007/s10948-024-06765-y.
8. Anomalous magnetic behavior in MnFePSi glass-coated microwires / M. Salaheldeen, V. Zhukova, J. Gonzalez, A. Zhukov // J. Alloys Compd. – 2024. – Vol. 1002. – P. 175244. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.175244.
9. Салли, И.В. Некоторые особенности кристаллизации сплавов эвтектического типа при большой скорости охлаждения / И. В. Салли, И. С. Мирошниченко // Докл. АН СССР. – 1960. – Т. 132, № 6. – С. 1364–1367.

10. Абросимова, Г. Е. Эволюция структуры аморфных сплавов / Г. Е. Абросимова // Успехи физических наук. – 2011. – Т. 181, № 12. – С. 1265-1281. – DOI: https://doi.org/10.3367/UFNr.0181.201112b.1265.
11. Абросимова, Г. Е. Формирование наноструктур в гомогенной и гетерогенной аморфной фазе / Г.Е. Абросимова, Д.В. Матвеев, А.С. Аронин // Успехи физических наук. – 2022. – Т. 192, № 3. – С. 247-266. – DOI: https://doi.org/10.3367/UFNr.2021.04.038974.
12. Abrosimova, G. Specific Features of Structure Transformation and Properties of Amorphous-Nanocrystalline Alloys / G. Abrosimova, A. Aronin // Metals. – 2020. – Vol. 10, N. 3. – P. 358. – DOI: https://doi.org/10.3390/met10030358.
13. Глезер, А.М. Нанокристаллы, закаленные из расплава / А.М. Глезер, И.Е. Пермякова. – Москва: Физматлит, 2012. – 360 с.
14. Гусев, А.И. Нанокристаллические материалы / А.И. Гусев, А.А. Рempель. – Москва: Физматлит, 2000. – 224 с.
15. Taylor, G.F. A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses / G.F. Taylor // Phys. Rev. – 1924. – Vol. 23, N. 5. – P. 655-660.
16. Патент SU 165524 A1. СССР, МПК B22D 11/00 (1995.01). Способ получения микроизделия путем перетяжки: № 426016/22-2: заявл. 01.04.1948: опубл. 12.10.1964 / А.В. Улитовский, Н.М. Аверин, Ю.В. Денисов.
17. Патент SU 237941 A1. СССР, МПК H01B 13/06 (1995.01). Способ производства литого микропровода из сплавов металлов в стеклянной изоляции: № 890645/24-7: заявл. 10.04.1964: опубл. 20.02.1969 / В.И. Заборовский, Е.Я. Бадинтер, Я.П. Борисов, В.Т. Брага, А.С. Быков, З.И. Зеликовский, О.А. Иванов, К.И. Копылов, В.И. Коробов, В.Г. Красиньков, А.М. Марютин, В.П. Матвеев, Л.П. Менчиков, С.В. Некраха, А.М. Пальчик, В.Н. Пархачев, Г.А. Понятов, Т.Н. Стасюк, П.В. Широков, К.А. Широкшин, О.Г. Шишкин, В.А. Шпирнов, В.П. Цетенс.
18. Патент SU 368653 A1, СССР, МПК H01B 13/06 (2006.01). Способ изготовления микропровода в стеклянной изоляции: № 1381397/24-7: заявл. 01.12.1969: опубл. 26.01.1973 / В.В. Трояновский, М.А. Потапов.
19. Патент SU 458039 A1, СССР, МПК H01B 13/06 (2006.01). Способ изготовления микропровода в стеклянной изоляции: № 1099577/24-7: заявл. 27.08.1966: опубл. 25.01.1975 / Э.А. Альфтан, Л.Г. Афонина, Н.Р. Берман, С.В. Деянова, А.М. Иойшер, И.А. Нестеровский, А.М. Фирсов.
20. Патент SU 427396 A1, СССР, МПК H01B 13/06 (2006.01). Способ получения микропровода в стеклянной изоляции: № 1630787/24-7: заявл. 09.03.1971: опубл. 09.03.1971 / Т.Х. Чормонов, Т. Акабаев, В.В. Михалев, В.С. Тюньков, В.И. Филиппов.

21. Патент SU 284081 A1, СССР, МПК H01B 13/06 (1995.01). Способ получения микропровода в стеклянной изоляции: № 1305143/24-7: заявл. 11.02.1969: опубл. 14.10.1970 / Л.П. Менчиков, Е.Л. Окунь, В.М. Смирнов, Б.В. Фармаковский, С.К. Зотов, А.М. Марютин, И.А. Нестеровский, В.И. Шнайдерман.
22. Rapidly solidified amorphous nanowires / H. Chiriac, S. Corodeanu, M. Lostun [et al.] // J. Appl. Phys. – 2011. – Vol. 109, N. 6. – P. 063902. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.3553639.
23. The behavior of metal jet in the in-rotating-water spinning method / Y. Abe, K. Miyazawa, M. Nakamura, T. Ohashi // Trans. Iron Steel Inst. Jpn. – 1987. – Vol. 27, N. 12. – P. 929–935. – DOI: https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.27.929.
24. High Performance Soft Magnetic Materials / A. Zhukov, ed. – Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2017. – 223 p. – DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-319-49707-5.
25. Аморфные металлические сплавы / под ред. Люборского Ф.Е.: Пер. с англ. – Москва: Металлургия, 1987 – 584 с.
26. Kronmüller, H. Theory of the coercive field in amorphous ferromagnetic alloys / H. Kronmüller // J. Magn. Magn. Mater. – 1981. – Vol. 24, N. 2. – P. 159–167. – DOI: https://doi.org/10.1016/0304-8853(81)90010-X.
27. Магнетизм наносистем на основе редкоземельных и 3d-переходных металлов: хрестоматия / под ред. В.О. Васьковского. – Екатеринбург: Изд-во Уральского университета, 2008. — 277 с.
28. Fähnle, M. Theory of magnetostriction in amorphous ferromagnets / M. Fähnle, J. Furthmüller, G. Herzer // J. Phys. Colloques. – 1988. – Vol. 49, N. C8. – P. 1329-1330. – DOI: https://doi.org/10.1051/jphyscol:19888607.
29. Kronmüller, H. Micromagnetism and the microstructure of magnetic solids / H. Kronmüller, M. Fähnle. – Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2003. – 450 p.
30. Narita, K. Measurement of saturation magnetostriction of a thin amorphous ribbon by means of small-angle magnetization rotation / K. Narita, J. Yamasaki, H. Fukunaga // IEEE Trans. Magn. – 1980. – Vol. 16, N. 2. – P. 435–439. – DOI: https://doi.org/10.1109/TMAG.1980.1060610.
31. Investigation of the magnetostriction coefficient of amorphous ferromagnetic glass coated microwires / K. Chichay, V. Rodionova, V. Zhukova [et al.] // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 116, N. 17. – P. 173904. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4900481.
32. Magnetostriction of amorphous Co-based and Fe-Ni-based magnetic microwires: Effect of stresses and annealing / V. Zhukova, M. Churyukanova, S. Kaloshkin [et al.] // J. Alloys Compd. – 2023. – Vol. 954. – P. 170122. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170122.

33. Non-contact method for stress monitoring based on stress dependence of magnetic properties of Fe-based microwires / M. Churyukanova, S. Kaloshkin, E. Shuvaeva [et al.] // J. Alloys Compd. – 2018. – Vol. 748. – P. 199–205. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.342.
34. Large Barkhausen effect and Matteucci effect in amorphous magnetostrictive wires for pulse generator elements / K. Mohri, F.B. Humphrey, J. Yamasaki, F. Kinoshita // IEEE Trans. Magn. – 1985. – Vol. 21, N. 5. – P. 2017-2019. – DOI: https://doi.org/10.1109/TMAG.1985.1064026.
35. Large Barkhausen discontinuities in Co-based amorphous wires with negative magnetostriction / J. Yamasaki, F.B. Humphrey, K. Mohri [et al.] // J. Appl. Phys. – 1988. – Vol. 63, N. 8. – P. 3949–3951. – DOI: http://dx.doi.org/10.1063/1.340585.
36. Costa, J.L. Effects of longitudinal currents and torsion on the magnetization processes in amorphous wires / J.L. Costa, Y. Makino, K.V. Rao // IEEE Trans. Magn. – 1990. – Vol. 26, N. 5. – P. 1792–1794. – DOI: https://doi.org/10.1109/20.104527.
37. Analysis for Domain Dynamics in Amorphous Magnetostrictive Wires of the Composition ($Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$) / L.V. Panina, H. Katoh, M. Mizutani, K. Mohri // J. Magn. Soc. Jpn. – 1992. – Vol. 16, N. 3. – P. 551–555. – DOI: https://doi.org/10.3379/jmsjmag.16.551.
38. Vázquez, M. Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires / M. Vázquez, A.P. Zhukov // J. Magn. Magn. Mat. – 1996. – Vol. 160. – P. 223–228. – DOI: https://doi.org/10.1016/0304-8853(96)00212-0.
39. Magnetic structure of Fe-based amorphous and thermal annealed microwires / J. Olivera, M. Provencio, V.M. Prida [et al.] // J. Magn. Magn. Mat. – 2005. – Vol. 294, N. 2. – P. e163–e166. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.03.076.
40. Magnetic domain structure of amorphous $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ wires under torsional stress / B. Hernando, M.L. Sánchez, V.M. Prida [et al.] // J. Appl. Phys. – 2008. – Vol. 103, N. 7. – P. 07E716. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.2830969.
41. Richter, K. Imaging the Surface Domain Structure of Amorphous Glass-Coated Microwires by Bitter Colloid / K. Richter, R. Varga, A. Thiaville // Acta Phys. Pol. A. – 2014. – Vol. 126, N. 1. – P. 72–73. – DOI: https://doi.org/10.12693/APhysPolA.126.72.
42. Surface and volume hysteresis loops of Fe-rich glass-coated microwires / A. Chizhik, A. Zhukov, J.M. Blanco, J. Gonzalez // J. Non-Cryst. Solids. – 2001. – Vol. 287, No. 1-3. – P. 374–379. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0022-3093(01)00601-9.
43. Magneto-optical investigation of the magnetization reversal in Co-rich wires / A. Chizhik, A. Zhukov, J.M. Blanco, J. Gonzalez // Phys. B: Condens. Matter. – 2001. – Vol. 299, N. 3-4. – P. 314–321. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0921-4526(01)00483-5.

44. Vortex-type domain structure in Co-rich amorphous wires / A. Chizhik, J. Gonzalez, J. Yamasaki [et al.] // J. Appl. Phys. – 2004. – Vol. 95, N. 5. – P. 2933–2935. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.1646439.
45. The change of domain structure of the amorphous microwire of $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ composition under thermal treatment / O.I. Aksenov, G.E. Abrosimova, A.S. Aronin [et al.] // J. Appl. Phys. – 2017. – Vol. 122, N. 23. – P. 235103. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.5008957.
46. Orlova, N.N. Role of internal stresses in the formation of magnetic structure and magnetic properties of iron-based glass coated microwires / N.N. Orlova, V.S. Gornakov, A.S. Aronin // J. Appl. Phys. – 2017. – Vol. 121, N. 20. – P. 205108. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4984055.
47. Multidomain Structures in Magnetic Microwire / A. Chizhik, A. Stupakiewicz, A. Zhukov [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 2015. – Vol. 51, N. 11. – P. 1–4. – DOI: https://doi.org/10.1109/TMAG.2015.2428710.
48. Spiral magnetic domain structure in cylindrically-shaped microwires / A. Chizhik, A. Zhukov, J. Gonzalez [et al.] // Sci. Rep. – 2018. – Vol. 8, N. 1. – P. 15090. – DOI: https://doi.org/10.1038/s41598-018-33322-0.
49. Review of Helical Magnetic Structures in Magnetic Microwires / A. Chizhik, J. Gonzalez, A. Zhukov, P. Gawronski // Chemosensors. – 2022. – Vol. 10, N. 8. – P. 291. – DOI: https://doi.org/10.3390/chemosensors10080291.
50. Magnetic structure and magnetization process of the glass-coated Fe-based amorphous microwire / N.N. Orlova, A.S. Aronin, S.I. Bozhko [et al.] // J. Appl. Phys. – 2012. – Vol. 111, N. 7. – P. 073906. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.3702448.
51. Torsion Dependence of Domain Transition and MI Effect of Melt-Extracted $Co_{68.15}Fe_{4.35}Si_{12.25}B_{13.25}Nb_1Cu_1$ Microwires / D. Xing, D. Chen, F. Liu [et al.] // Adv. Mater. Sci. Eng. – 2015. – Vol. 2015. – P. 1–6. – DOI: https://doi.org/10.1155/2015/958341.
52. Domain Transformation and MI of Melt-extracted $Co_{68.15}Fe_{4.35}Si_{12.25}B_{13.25}Nb_1Cu_1$ Microwires by Cryogenic Joule Annealing / D. Xing, D. Chen, J. Liu [et al.] // Mat. Res. – 2015. – Vol. 18, N. suppl. 1. – P. 72–77. – DOI: https://doi.org/10.1590/1516-1439.327914.
53. Sixtus, K.J. Propagation of Large Barkhausen Discontinuities / K.J. Sixtus, L. Tonks // Phys. Rev. – 1931. – Vol. 37, N. 8. – P. 930-958. – DOI: https://doi.org/10.1103/PhysRev.37.930.
54. Improved Sixtus–Tonks method for sensing the domain wall propagation direction / J. Hudak, J. Blazek, A. Cverha [et al.] // Sens. Actuators, A. – 2009. – Vol. 156, N. 2. – P. 292–295. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.sna.2009.09.005.
55. Domain-wall dynamics in bistable magnetic microwires / R. Varga, Y. Kostyk, K. Richter [et al.] // Phys. Status Solidi A. – 2009. – Vol. 206, N. 4. – P. 608–612. – DOI: https://doi.org/10.1002/pssa.200881253.

56. Tuning of magnetic bistability and domain wall dynamics in magnetic microwires / A. Zhukov, P. Corte-Leon, A. Talaat [et al.] // EPL. – 2024. Vol. 146, N. 4. – P. 46001. – DOI: https://doi.org/10.1209/0295-5075/ad4390.
57. Supersonic domain wall in magnetic microwires / R. Varga, A. Zhukov, V. Zhukova [et al.] // Phys. Rev. B. – 2007. – Vol. 76, N. 13. – P. 132406. – DOI: https://doi.org/10.1103/PhysRevB.76.132406.
58. Review of Domain Wall Dynamics Engineering in Magnetic Microwires / V. Zhukova, P. Corte-Leon, L. González-Legarreta [et al.] // Nanomaterials. – 2020. – Vol.10, N. 12. – P. 2407. – DOI: https://doi.org/10.3390/nano10122407.
59. Domain wall dynamics in stress annealed microwires / K. Chichay, S. Shevyrtalov, V. Rodionova [et al.] // Mater. Res. Bull. – 2024. – Vol. 178. – P. 112905. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2024.112905.
60. Fecova, L. Manipulation of individual domain walls by axial rotation in transverse magnetic field / L. Fecova, K. Richter, R. Varga // J. Magn. Magn. Mat. – 2021. – Vol. 538. – P. 168274. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2021.168274.
61. Greer, A.L. Crystallization of Amorphous Alloys. / A.L. Greer // Metal. Mater. Trans. A. – 1996. – Vol. 27, N. 3. – P. 549–555. – DOI: https://doi.org/10.1007/BF02648945.
62. Судзуки, К. Аморфные металлы / К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото: перевод с японского. – Москва: Металлургия, 1987. – 328 с.
63. Металлические стекла [В 2 томах]. Т.1: Ионная структура, электронный перенос и кристаллизация / под ред. Г. –Й. Гюнтеродта и Г. Бека; пер. с англ. под ред. В. А. Алексеева и Е. Г. Максимова. – Москва: Мир, 1983. – 376 с.
64. Hang, N. O. Amorphous-to-crystalline transformation of $Fe_{82}B_{12}Si_6$ / N.O. Hang, A.H. Morrish / Phys. Rev. B. – 1980. – Vol. 22, N. 7. – P. 3471-3480. – DOI: https://doi.org/10.1103/PhysRevB.22.3471.
65. Załuska, A. Crystallization characteristics of amorphous Fe-Si-B alloys / A. Załuska, H. Matyja // J. Mater. Sci. – 1983. – Vol. 18, N. 7. – P. 2163–2172. – DOI: https://doi.org/10.1007/BF00555011.
66. Local Structure Changes around Cu Atoms in the Early Stage of Nanocrystalline Formation of Amorphous $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ / S.H. Kim, M. Matsuura, M. Sakurai, K. Suzuki // Jpn. J. Appl. Phys. – 1993. – Vol. 32, N. S2. – P. 676-678. – DOI: https://doi.org/10.7567/JJAPS.32S2.676.
67. A model for nucleation of nanocrystals in the soft magnetic alloy $Fe_{73.5}Nb_3Cu_1Si_{13.5}B_9$ / J. D. Ayers, V.G. Harris, J.A. Sprague [et al.] / Nanostruct. Mater. – 1997. – Vol. 9, N. 1-8. – P. 391-396. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0965-9773(97)00091-3.

68. On the formation of nanocrystals in the soft magnetic alloy $Fe_{73.5}Nb_3Cu_1Si_{13.5}B_9$ / J.D. Ayers, V.G. Harris, J.A. Sprague [et al.] / Acta Mater. – 1998. – Vol. 46, N. 6. – P. 1861–1874. – DOI: https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00436-9.
69. Interfacial energy of copper clusters in Fe-Si-B-Nb-Cu alloys / R. Jha, D.R. Diercks, N. Chakraborti [et al.] // Scr. Mater. – 2019. – Vol. 162. – P. 331–334. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.11.039.
70. Influence of Cu and Nb on relaxation and crystallization of amorphous FeSiB(CuNb) wires / P. Marin, M. Vázquez, A.O. Olofinjana, H.A. Davies // Nanostruct. Mater. – 1998. – Vol. 10, N. 2. – P. 299–310. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0965-9773(98)00070-1.
71. Changes in the Structure of Amorphous Alloys under Deformation by High-Pressure Torsion and Multiple Rolling / G. Abrosimova, D. Gunderov, E. Postnova, A. Aronin // Materials. – 2023. – Vol. 16, N. 3. – P. 1321. – DOI: https://doi.org/10.3390/ma16031321.
72. Aronin, A. S. On nanovoids formation in shear bands of an amorphous Al-based alloy / A.S. Aronin, D.V. Louzgine-Luzgin // Mech. Mater. – 2017. – Vol. 113. – P. 19-23. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2017.07.007.
73. Аронин, А.С. Полосы сдвига в аморфных сплавах и их роль в образовании нанокристаллов / А.С. Аронин, Н.А. Волков, Е.А. Першина // Поверхность. Рентгеновские, нейтронные и синхротронные исследования. – 2024. – № 1. – С. 33-40. – DOI: https://doi.org/10.31857/S1028096024010054.
74. The Formation of Nanocrystalline Structure in Amorphous Fe-Si-B Alloy by Severe Plastic Deformation / G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, S.V. Dobatkin [et al.] //J. Metastab. Nanocryst. – 2005. – V. 24-25. – P. 69-72. – DOI: https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JMNM.24-25.69.
75. Nanocrystal formation, structure and magnetic properties of Fe–Si–B amorphous alloy after deformation / G. Abrosimova, A. Aronin, D. Matveev, E. Pershina // Mater. Lett. – 2013. – Vol. 97. – P. 15-17. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.01.092.
76. Сундеев, Р.В. Структурные механизмы деформационно-индуцированной аморфизации и нанокристаллизации металлических сплавов и слоистых композитов под воздействием больших пластических деформаций: специальность 1.3.8 “Физика конденсированного состояния”: диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук / Р.В. Сундеев ; ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет». – Москва, 2023. – 260 с.
77. Влияние температуры продолжительного отжига на структуру и магнитные свойства нанокристаллического сплава FeSiNbCuB / Н.В. Ершов, Ю.П. Черненков, В.А. Лукшина [и

др.] // Физика твердого тела. – 2021. – Т. 63, № 7. – С. 834-847. https://doi.org/10.21883/FTT.2021.07.51032.041.

78. Herzer, G. Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials / G. Herzer // Acta Mater. – 2013. – Vol. 61, N.3. – P. 718–734. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.040.
79. Herzer, G. Nanocrystalline soft magnetic materials // Handbook of Magnetic Materials / edited by K.H. Buschow. – Elsevier Science B. V., 1997. – Vol. 10. – Ch. 3. – P. 415-462. – DOI: https://doi.org/10.1016/S1567-2719(97)10007-5.
80. Madurga, V. Radial stress distribution generated during rapid solidification of amorphous wires / V. Madurga, A. Hernando // J. Phys.: Condens. Matter. – 1990. – Vol. 2, N. 9. – P. 2127–2132. – DOI: https://doi.org/10.1088/0953-8984/2/9/002.
81. 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.
82. 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.
83. Correlation of Crystalline Structure with Magnetic and Transport Properties of Glass-Coated Microwires / A. Zhukov, M. Ipatov, A. Talaat [et al.] // Crystals. – 2017. – Vol. 7, N. 2. – P. 41. – DOI: https://doi.org/10.3390/cryst7020041.
84. Baranov, S.A. Technology, Preparation and Properties of the Cast Glass-Coated Magnetic Microwires / S.A. Baranov, V.S. Larin, A.V. Torcunov // *Crystals.* – 2017. – Vol. *7*, N. 6. – P. 136. – DOI: https://doi.org/10.3390/cryst7060136.
85. Aksenov, O.I. The effect of stress distribution in the bulk of a microwire on the magnetization processes / O.I. Aksenov, A.A. Fuks, A.S. Aronin // J. Alloy. Compd. – 2020. – Vol. 836. – P. 155472. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155472.
86. Structural and magnetic transformations in amorphous ferromagnetic microwires during thermomagnetic treatment under conditions of directional crystallization / A.T. Morchenko, L. V. Panina, V.S. Larin [et al.] // J. Alloy. Compd. – 2017. – Vol. 698. – P. 685–691. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.247.
87. Structural and magnetic anisotropy of directionally-crystallized ferromagnetic microwires / S. Evstigneeva, A. Morchenko, A. Trukhanov [et al.] // EPJ Web Conf. – 2018. – Vol. 185. – P. 04022. – DOI: https://doi.org/10.1051/epjconf/201818504022.

88. Soft Magnetic Amorphous Microwires for Stress and Temperature Sensory Applications / L. Panina, A. Dzhumazoda, M. Nematov [et al.] // Sensors. – 2019. – Vol. 19. – P. 5089. – DOI: https://doi.org/10.3390/s19235089.
89. Magnetic field annealing of FeCo-based amorphous alloys to enhance thermal stability and Curie temperature / Z. -D. Li, W.-W. Zhang, G.-T. Li [et al.] // Rare Met. – 2018. – Vol. 42, N. 6. – P. 2000-2006. – DOI: https://doi.org/10.1007/s12598-018-1069-z.
90. Serrano, I.G. Low temperature magnetic behavior of glass-covered magnetic microwires with gradient nanocrystalline microstructure / I.G. Serrano, A. Hernando, P. Marín // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 115, N. 3. – P. 033903. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4862540.
91. Effect of magnetoelastic anisotropy on properties of Finemet-type microwires / M. Churyukanova, V. Zhukova, S. Kaloshkin, A. Zhukov // J. Alloy. Compd. – 2012. – Vol. 536. – P. S291–S295. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.10.068.
92. Studies of thermal and magnetic properties of Fe-based amorphous and nanocrystalline glass coated microwires / M. Churyukanova, V. Zhukova, A. Talaat [et al.] // J. Alloy. Compd. – 2014. – Vol. 615. – P. S256–S260. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.030.
93. The effect of heat treatment on magnetic and thermal properties of Finemet-type ribbons and microwires / M. Churyukanova, S. Kaloshkin, E. Shuvaeva [et al.] // J. Magn. Magn. Mat. – 2019. – Vol. 492. – P. 165598. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165598.
94. The effect of heat treatment on magnetic and thermal properties of Finemet-type ribbons and microwires / M. Churyukanova, S. Kaloshkin, E. Shuvaeva [et al.] / J. Magn. Magn. Mat. – 2019. – Vol. 492. – P. 165598. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165598.
95. Devitrification of the Finemet-based Microwires during the Heat Treatment / R. Varga, C. Luna, A. Zhukov [et al.] // Czech. J. Phys. – 2004. – Vol. 54, N. 4 supp. – P. 177–180. – DOI: https://doi.org/10.1007/s10582-004-0058-7.
96. Localized crystallization in shear bands of a metallic glass / Z. Yan, K. Song, Y. Hu, [et al.] // Sci. Rep. – 2016. – Vol. 6. – P. 19358. – DOI: https://doi.org/10.1038/srep19358.
97. Crystallization during bending of a Pd-based metallic glass detected by X-ray microscopy / A.R. Yavari, K. Georgarakis, J. Antonowicz [et al.] // Phys. Rev. Lett. – 2012. – Vol. 109. – P. 085501. – DOI: https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.109.085501.
98. Mechanism of mechanically induced nanocrystallization of amorphous FINEMET ribbons during milling / T. Gheiratmand, H.R.M. Hosseini, P. Davami // Met. Mater. Trans. A. – 2015. – Vol. 46, N. 6. – P. 2718–2725. – DOI: https://doi.org/10.1007/s11661-015-2848-x.
99. Aronin, A.S. Reverse martensite transformation in iron nanocrystals under severe plastic deformation / A.S. Aronin, G.E. Abrosimova // Mater. Lett. – 2012. – Vol. 83. – P. 183–185. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.05.107.

100. Vasil'ev, L.S. On possible mechanisms of nanostructure evolution upon severe plastic deformation of metals and alloys / L.S. Vasil'ev, I.L. Lomaev // Phys. Metals Met. – 2006. – V. 101, N. 4. – P. 386–392. – DOI: https://doi.org/10.1134/S0031918X06040120.
101. Ye, F. Pressure effect on crystallization kinetics of an Al–La–Ni amorphous alloy / F. Ye, K. Lu / Acta Mater. – 1999. – Vol. 47, N. 8. – P. 2449–2454. – DOI: https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00104-4.
102. Crystallization-induced plasticity of Cu–Zr containing bulk amorphous alloys / S.-W. Lee, M.-Y. Huh, E. Fleury, J.-C. Lee / Acta Mater. – 2006. – Vol. 54, N. 2. – P. 349–355. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.09.007.
103. Crystallization of $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ bulk glass under pressure / J.Z. Jiang, Y.X. Zhuang, H. Rasmussen [et al.] // Eur. Lett. – 2001. – Vol. 54, N. 2. – P. 182. – DOI: https://doi.org/10.1209/epl/i2001-00293-9.
104. Crystallization in $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ glass / J.Z. Jiang, K. Saksl, N. Nishiyama, A. Inoue / J. Appl. Phys. – 2002. – Vol. 92, N. 7. – P. 3651–3656. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.1505681.
105. Structural evolution of Lanthanide-based metallic glasses under highpressure annealing / Y. Wang, W. Zhao, G. Li [et al.] // J. Alloy. Compd. – 2013. – Vol. 551. – P. 185–188. – DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.10.022.
106. Beach, R.S. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire / R.S. Beach, A.E. Berkowitz // Appl. Phys. Lett. – 1994. – Vol. 64, N. 26. – P. 3652–3654. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.111170.
107. Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys (invited) / L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda // J. Appl. Phys. – 1994. – Vol. 76, N. 10. – P. 6198–6203. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.358310.
108. Kraus, L. GMI modeling and material optimization / L. Kraus // Sens. Actuators, A. – 2003. – V. 106, N 1-3. – P. 187–194. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0924-4247(03)00164-X.
109. Kraus, L. Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy / L. Kraus // J. Magn. Magn. Mater. – 1999. – V. 195. N. 3. – P. 764–778. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0304-8853(99)00286-3.
110. Effect of temperature on magnetic properties and magnetoimpedance effect in Fe-rich microwires / P. Corte-Leon, I. Skorvanek, F. Andrejka [et al.] // J. Alloys Compd. – 2023. – Vol. 946. – P. 169419. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169419.
111. Optimization of Magnetoimpedance Effect and Magnetic Properties of Fe-Rich Glass-Coated Microwires by Annealing / A. González, A. García-Gomez, V. Zhukova [et al.] // Sensors. – 2023. – Vol. 23, N. 17. – P. 7481. – DOI: https://doi.org/10.3390/s23177481.

112. Giant magneto-impedance effect in thin Finemet nanocrystalline microwires / A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova [et al.] // Phys. Status Solidi C. – 2014. – Vol. 11, N. 5-6. – P. 1120–1124. – DOI: https://doi.org/10.1002/pssc.201300708.
113. Optimization of the giant magnetoimpedance effect of Finemet-type microwires through the nanocrystallization / A. Talaat, V. Zhukova, M. Ipatov [et al.] / J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 115, N. 17. – P. 17A313. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4863484.
114. Engineering of Magnetic Softness and Magnetoimpedance in Fe-Rich Microwires by Nanocrystallization / A. Talaat, V. Zhukova, M. Ipatov [et al.] // JOM. – 2016. – Vol. 68, N. 6. P. 1563–1571. – DOI: https://doi.org/10.1007/s11837-016-1889-y.
115. High-frequency magnetoimpedance in amorphous and nanostructured $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$ wires / B. Hernando, J. Olivera, J.D. Santos [et al.] / J. Magn. Magn. Mater. – 2006. – Vol. 300, N. 1. – P. 24–28. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.10.025.
116. Effect of nanocrystallization on giant magnetoimpedance effect of Fe-based microwires / A. Talaat, V. Zhukova, M. Ipatov // Intermetallics. – 2014. – Vol. 51. – P. 59–63. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.03.005.
117. Effect of Nanocrystallization on Magnetic Properties and GMI Effect of Fe-rich Microwires / V. Zhukova, A. Talaat, M. Ipatov // J. Electron. Mater. – 2014. – Vol. 43, N. 12. – P. 4540–4547. – DOI: https://doi.org/10.1007/s11664-014-3370-4.
118. Trends in optimization of giant magnetoimpedance effect in amorphous and nanocrystalline materials / A. Zhukov, M. Ipatov, M. Churyukanova // J. Alloys Compd. – 2017. – Vol. 727. – P. 887–901. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.119.
119. Magnetic Microwires with Unique Combination of Magnetic Properties Suitable for Various Magnetic Sensor Applications / P. Corte-Leon, V. Zhukova, A. Chizhik // Sensors. – 2020. – Vol. 20, N. 24. – P. 7203. – DOI: https://doi.org/10.3390/s20247203.
120. 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.
121. Optimization of giant magnetoimpedance effect in Co-rich glass-coated microwires by annealing / P. Corte-León, A. Gonzalez, V. Zhukova // J. Alloys Compd. – 2024. – Vol. 999. – P. 175023. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.175023.
122. Джумъазода, А. Влияние токового отжига на температурные зависимости магнитоимпеданса в аморфных микропроводах / А. Джумъазода, Л.В. Панина, М.Г. Неъматов [и др.] // Журнал технической физики. – 2019. – Т. 89, № 7. – С. 1050. – DOI: https://doi.org/10.21883/JTF.2019.07.47798.411-18.

123. Tuning of Magnetoimpedance Effect and Magnetic Properties of Fe-Rich Glass-Coated Microwires by Joule Heating / A. Gonzalez, V. Zhukova, P. Corte-Leon [et al.] // Sensors. – 2022. – Vol. 22, N. 3. – P. 1053. – DOI: https://doi.org/10.3390/s22031053.
124. Effect of Joule heating on GMI and magnetic properties of Fe-rich glass-coated microwires / A. Gonzalez, V. Zhukova, M. Ipatov [et al.] // AIP Adv. – 2022. – Vol. 12, N. 3. – P. 035021. – DOI: https://doi.org/10.1063/9.0000290.
125. Cryogenic Joule annealing induced large magnetic field response of Co-based microwires for giant magneto-impedance sensor applications / D.M. Chen, D.W. Xing, F.X. Qin [et al.] // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 116, N. 5. – P. 053907. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4892042.
126. The effect of different annealing treatments on magneto-impedance in Finemet wires / B. Hernando, J. Olivera, P. Alvarez [et al.] // Physica B. – 2006. – Vol. 384, N. 1-2. – P. 165–168. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.physb.2006.05.216.
127. Effect of annealing conditions on giant magnetoimpedance of Co-rich glass-coated microwires / A. García-Gómez, V. Zhukova, J.M. Blanco, A. Zhukov // J. Alloys Compd. – 2025. – Vol. 1010. – P. 177626. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.177626.
128. Effect of stress annealing on magnetic properties and GMI effect of Co- and Fe-rich microwires / V. Zhukova, M. Ipatov, A. Talaat // J. Alloys Compd. – 2017. – Vol. 707. – P. 189–194. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.178.
129. Temperature influence on magnetic properties and magnetoimpedance effect of Fe-rich glass-coated microwires / P. Corte-Leon, I. Skorvanek, F. Andrejka [et al.] // AIP Adv. – 2023. – V. 13, N. 2. – P. 025337. https://doi.org/10.1063/9.0000466.
130. Неъматов, М.Г. Влияние механических напряжений и отжига на магнитную структуру и магнитоимпеданс аморфных CoFeSiBCr микропроводов / М.Г. Неъматов, М.М. Салем, У. Азим [и др.] // Физика твердого тела. – 2018. – Т. 60. № 2. – С. 323-328. – DOI: http://dx.doi.org/10.21883/FTT.2018.02.45387.234.
131. Influence of torsion and tensile stress on magnetoimpedance effect in Fe-rich amorphous microwires at high frequencies / C. Garcia, A. Chizhik, A. Zhukov [et al.] / J. Magn. Magn. Mater. – 2007. – Vol. 316, N. 2. – P. e896–e899. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.03.135.
132. Kraus, L. Theory of ferromagnetic resonances in thin wires / L. Kraus // Czech. J. Phys. – 1982. – Vol. 32, N. 11. – P. 1264–1282. – DOI: https://doi.org/10.1007/BF01597425.
133. Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent / A. Yelon, D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu // Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol. 69, N. 20. – P. 3084–3085. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.117312.

134. Ament, W. S. Electromagnetic Effects of Spin Wave Resonance in Ferromagnetic Metals / W.S. Ament, G.T. Rado // Phys. Rev. – 1955. – Vol. 97. N. 6. – P. 1558–1566. – DOI: https://doi.org/10.1103/PhysRev.97.1558.
135. Rado, G.T. Spin-wave resonance in a ferromagnetic metal / G.T. Rado, J.R. Weertman // J. Phys. Chem. Solids. – 1959. – Vol. 11, N. 3-4. – P. 315–333. – DOI: https://doi.org/10.1016/0022-3697(59)90233-1.
136. *In situ* investigation of the magnetization processes in amorphous glass-covered wires by ferromagnetic resonance measurements / H. Chiriac, C.N. Colesniuc, T.-A. Óvári, M. Ticuşan // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol. 85, N. 8. – P. 5453–5455. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.369973.
137. Ferromagnetic resonance investigation of surface anisotropy distribution in amorphous glass-covered wires / H. Chiriac, C.N. Colesniuc, T.-A. Óvári, F.J. Castano // J. Appl. Phys. – 200. – Vol. 87, N. 9. – P. 4816–4818. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.373169.
138. Correlation between the magneto-impedance and ferromagnetic resonance responses in nanocrystalline microwires / T.-A. Ovari, H. Chiriac, M. Vazquez, A. Hernando // IEEE Trans. Magn. – 2000. – Vol. 36, N. 5. – P. 3445–3447. DOI: https://doi.org/10.1109/20.908855.
139. Ferromagnetic resonance, magnetic behaviour and structure of Fe-based glass-coated microwires / A. Zhukov, A.F. Cobeño, J. Gonzalez [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 1999. – Vol. 203, N. 1-3. – P. 238–240. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0304-8853(99)00240-1.
140. Magnetometers using two amorphous core multivibrator bridge / K. Mohri, K. Kasai, T. Kondo [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 1983. – Vol. 19, N. 5. – P. 2142-2144. – DOI: https://doi.org/10.1109/TMAG.1983.1062697.
141. Amorphous wires and their applications / P.T. Squire, D. Atkinson, M.R.J. Gibbs, S. Atalay // J. Magn. Magn. Mater. – 1994. – Vol. 132. N. 1–3. – P. 10–21. – DOI: https://doi.org/10.1016/0304-8853(94)90295-X.
142. High-resolution magnetic imaging by local tunneling magnetoresistance / W. Wulfhekel, H.F. Ding, W. Lutzke [et al.] // Appl. Phys. A. – 2001. – Vol. 72. N. 4. – P. 463–470. – DOI: https://doi.org/10.1007/s003390100579.
143. Application of bistable glass-coated microwire for monitoring and measuring the deformations of metal structural members / M. Al Ali, P. Platko, V. Bajzecerova [et al.] // Measurement. – 2023. – Vol. 208. – P. 112458. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.measurement.2023.112458.
144. Vázquez, M. A soft magnetic wire for sensor applications / M. Vázquez, A. Hernando // J. Phys. D: Appl. Phys. – 1996. – Vol. 29. N. 4. – P. 939–949. – DOI: https://doi.org/10.1088/0022-3727/29/4/001.

145. Linear position sensor using magnetically bistable microwire / P. Jacko, R. Jurč, L. Galdun [et al.] // Sens. Actuators, A. – 2023. – Vol. 349. – P. 114017. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.114017.
146. Monitoring the strain of beech plywood using a bistable magnetic microwire / M. Al Ali, P. Platko, V. Bajzecerova [et al.] // Sens. Actuators, A. – 2021. – Vol. 326. – P. 112726. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.sna.2021.112726.
147. An Embedded Stress Sensor for Concrete SHM Based on Amorphous Ferromagnetic Microwires / J. Olivera, M. González, J.V. Fuente // Sensors. – 2014. – Vol. 14. N. 11. – P. 19963–19978. – DOI: https://doi.org/10.3390/s141119963.
148. Влияние механических напряжений на спектр сигнала намагничивания в аморфных микропроводах из сплавов на основе кобальта / С.А. Евстигнеева, О. Луценко, Т.Ю. Ганьжина [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 2024. – Т. 125, №2. – С. 123-130. – DOI: https://doi.org/10.31857/S0015323024020019.
149. Microwires coated by glass: A new family of soft and hard magnetic materials / A. Zhukov, J. González, J.M. Blanco [et al.] // J. Mater. Res. – 2000. – Vol. 15, N. 10. – P. 2107–2113. – DOI: https://doi.org/10.1557/JMR.2000.0303.
150. Electronic Surveillance and Security Applications of Magnetic Microwires / V. Zhukova, P. Corte-Leon, J.M. Blanco // Chemosensors. – 2021. – Vol. 9, N. 5. – P. 100. – DOI: https://doi.org/10.3390/chemosensors9050100.
151. Mohri, K. Application Topics of Amorphous Wire CMOS IC Magneto-Impedance Micromagnetic Sensors for I-o-T Smart Society / K. Mohri, M. Yamamoto, T. Uchiyama // J. Sens. – 2019. – V. 2019, N. 1. – P. 8285240. – DOI: https://doi.org/10.1155/2019/8285240.
152. High Frequency Giant Magnetoimpedance Effect of amorphous microwires for magnetic sensors applications / A. Zhukov, A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova // Int. J. Smart Sens, Intell. Syst. – 2014. – Vol. 7, N. 5. – P. 1–6. – DOI: https://doi.org/10.21307/ijssis-2019-023.
153. High Sensitivity Magnetometers / A. Grosz, M. J. Haji-Sheikh, S. C. Mukhopadhyay, ed. – Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2017. – 576 p. – DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-319-34070-8.
154. Measurements of Stray Magnetic Fields of Fe-Rich Amorphous Microwires Using a Scanning GMI Magnetometer / G. Danilov, Y. Grebenshchikov, V. Odintsov [et al.] // Metals. – 2023. – Vol. 13. N. 4. – P. 800. – DOI: https://doi.org/10.3390/met13040800.
155. Phan, M.-H. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications / M.-H. Phan, H.-X. Peng // Prog. Mater. Sci. – 2008. – Vol. 53, N. 2. – P. 323–420. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2007.05.003.

156. Magnetic binary encoding system based on 3D printing and GMI detection prototype / J.J. Beato-López, J.M. Algueta-Miguel, I. Galarreta-Rodriguez // Sens. Actuators, A. – 2022. – Vol. 347. – P. 113946. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113946.
157. Magnetoelastic sensor based on GMI of amorphous microwire / A.F. Cobeño, A. Zhukov, J.M. Blanco [et al.] // Sens. Actuators, A. – 2001. – Vol. 91, N. 1–2. – P. 95–98. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0924-4247(01)00502-7.
158. Zhukov, A. Glass-coated magnetic microwires for technical applications / A. Zhukov // J. Magn. Magn. Mater. – 2002. – Vol. 242–245. – P. 216–223. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0304-8853(01)01258-6.
159. Churyukanova, M. Application of Ferromagnetic Microwires as Temperature Sensors in Measurements of Thermal Conductivity / M. Churyukanova, A. Stepashkin, A. Sarakueva [et al.] // Metals. – 2023. – Vol. 13, N. 1. – P. 109. – DOI: https://doi.org/10.3390/met13010109.
160. Honkura, Y. The Development of ASIC Type GSR Sensor Driven by GHz Pulse Current / Y. Honkura, S. Honkura // Sensors. – 2020. – Vol. 20, N. 4. – P. 1023. – DOI: https://doi.org/10.3390/s20041023.
161. Honkura, Y. The development of a micro-coil-on-ASIC type GSR sensor driven by GHz pulse current / Y. Honkura, S. Honkura // J. Magn. Magn. Mater. – 2020. – Vol. 513. – P. 167240. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167240.
162. Micromagnetic Study of the Dependence of Output Voltages and Magnetization Behaviors on Damping Constant, Frequency, and Wire Length for a Gigahertz Spin Rotation Sensor / A. Fumiko, T. Kaneko, H. Kan [et al.] // Sensors. – 2023. – Vol. 23, N. 5. – P. 2786. – DOI: https://doi.org/10.3390/s23052786.
163. Novel Applications of Bistable Magnetic Microwires / R. Sabol, P. Klein, T. Ryba [et al.] // Acta Phys. Pol. A. – 2017. – Vol. 131, N. 4. – P. 1150–1152. – DOI: https://doi.org/10.12693/APhysPolA.131.1150.
164. Ferromagnetic glass-coated microwires with good heating properties for magnetic hyperthermia / A. Talaat, J. Alonso, V. Zhukova [et al.] // Sci. Rep. – 2016. – Vol. 6. N. 1. – P. 39300. – DOI: https://doi.org/10.1038/srep39300.
165. Glass-coated ferromagnetic microwire-induced magnetic hyperthermia for in vitro cancer cell treatment / O. Mitxelena-Iribarren, J. Campisi, I. Martínez de Apellániz [et al.] // Mater. Sci. Eng., C. – 2020. – Vol. 106. – P. 110261. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110261.
166. Ferromagnetic glass-coated microwires for cell manipulation / A. Omelyanchik, A. Gurevich, S. Pshenichnikov [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2020. – Vol. 512. – P. 166991. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166991.

167. Матрицы ферромагнитных микропроводов для контроля клеточной динамики и точечной доставки лекарств / А.В. Беклемишева, Н.А. Юданов, А.А. Гуревич [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 2019. – Т. 120, № 6. – С. 608–614. – DOI: https://doi.org/10.1134/S0015323019060032.
168. Smart composites with magnetic microwire inclusions allowing non-contact stress and temperature monitoring / A. Allue, P. Corte-León, K. Gondra [et al.] // Rev. Mat. Comp. – 2022. – Vol. 04, N. 4. – P. 137. – DOI: https://doi.org/10.23967/r.matcomp.2022.07.024.
169. Magnetic Properties and Applications of Glass-coated Ferromagnetic Microwires / V. Zhukova, P. Corte-León, A. Allue // AEM. – 2023. – Vol. 12, N. 3. – P. 69–74. – DOI: https://doi.org/10.7716/aem.v12i3.2240.
170. Multiferroic polymer composite based on Heusler-type magnetic microwires with combined magnetocaloric and magnetoelectric effects / A.A. Amirov, D.M. Yusupov, A.M. Mukuchev [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2020. – Vol. 510. – P. 166884. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166884.
171. Multilayer Microwires: Tailoring Magnetic Behavior by Sputtering and Electroplating / K. Pirota, M. Hernández-Vélez, D. Navas [et al.] // Adv. Funct. Mater. – 2004. – Vol. 14, N. 3. – P. 266–268. – DOI: https://doi.org/10.1002/adfm.200304432.
172. Novel magnetic materials prepared by electrodeposition techniques: arrays of nanowires and multi-layered microwires / K.R. Pirota, D. Navas, M. Hernández-Vélez // J. Alloys Compd. – 2004. – Vol. 369, N. 1–2. – P. 18–26. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2003.09.040.
173. Bi-magnetic microwires: a novel family of materials with controlled magnetic behavior / K.R. Pirota, M. Provencio, K.L. Garcia [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2005. – Vol. 290–291. – P. 68–73. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.11.231.
174. Torrejón, J. Design of multilayer microwires with controllable magnetic properties: Magnetostatic and magnetoelastic coupling / J. Torrejón, G. Badini, K. Pirota, M. Vázquez // Acta Mater. – 2007. – Vol. 55. N. 13. – P. 4271–4276. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.03.023.
175. Torrejón J. Double-absorption ferromagnetic resonance in biphase magnetic microwires / J. Torrejón, G.A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez // J. Appl. Phys. – 2009. – Vol. 106, N. 2. – P. 023913. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.3176477.
176. Electroplated Bimagnetic Microwires: From Processing to Magnetic Properties and Sensor Devices / J. Torrejón, G. Infante, G.A. Badini-Confalonieri, K. Pirota, M. Vázquez // JOM. – 2013. – Vol. 65. N. 7. – P. 890–900. – DOI: https://doi.org/10.1007/s11837-013-0614-3.

177. Tuning of magnetic properties and giant magnetoimpedance effect in multilayered microwires / R. López Antón, J.P. Andrés, J.A. González [et al.] // J. Sci.: Adv. Mater. Devices. – 2024. – Vol. 9, N. 4. – P. 100821. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2024.100821.
178. Core/shell bimagnetic microwires with asymmetric shell: MOKE and FMR behavior / V. Kolesnikova, I. Baraban, R. Perez del Real [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2023. – Vol. 588. – P. 171399. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2023.171399.
179. Flewitt, P. E. J. Physical methods for materials characterisation, 3rd edition / P. E. J. Flewitt, R. K. Wild. – Boca Raton, FL, USA : CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017. – 749 p. – DOI: https://doi.org/10.1201/9781315382012.
180. Абросимова, Г. Е. Использование монокристаллических кювет со свойствами оптического затвора на рентгеновских дифрактометрах / Г. Е. Абросимова, И. М. Шмытько // Заводская лаборатория. Диагностика материалов – 2018. – Т. 84, № 6. – С. 34-37. – DOI: https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-6-34-37.
181. Guinier, A. Theorie et technique de la radiocristallographie, 2nd edition / A. Guinier. –Paris : Dunod, 1956. – 740 p.
182. Абросимова, Г.Е. Об определении доли кристаллической фазы в аморфно-кристаллических сплавах / Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, Н.Н. Холстинина // Физика твердого тела. – 2010. – Т. 52, № 3. – С. 417-423.
183. Шаскольская, М. П. Кристаллография, 2 изд., перераб. и доп. / М. П. Шаскольская. – Москва: Высшая школа, 1984. – 376 с.
184. Giant magnetoimpedance in a cylindrical magnetic conductor / D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon // J. Appl. Phys. – 1998. – Vol. 84, N. 5. P. 2805–2814. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.368421.
185. The features of GMI effect in amorphous wires at microwaves / A. Antonov, A. Granovsky, A. Lagar'kov [et al.] // Physica A. – 1997. – Vol. 241, N. 1-2. – P. 420–424. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0378-4371(97)00118-0.
186. High frequency impedance spectra of soft amorphous fibers / D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu [et al.] // J. Appl. Phys. – 1997. – Vol. 81, N. 8. – P. 4032–4034. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.364927.
187. Морозов, И.А. Современные проблемы механики. Теория и практика атомно-силовой микроскопии электронный ресурс: учебное пособие / И.А. Морозов. – Пермь: Издательский центр Пермского государственного национального исследовательского университета, 2020. – 108с. – Режим доступа: http://www.psu.ru/files/docs/science/books/uchebnie-posobiya/morozov-sovremennye-problemy-mexaniki.pdf.

188. Martin, Y. Magnetic imaging by “force microscopy” with 1000 Å resolution / Y. Martin, H. K. Wickramasinghe // Appl. Phys. Lett. – 1987. – Vol. 50, N. 20. – P. 1455. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.97800.
189. Meyer, E. Scanning Probe Microscopy / E. Meyer, R. Bennewitz, H. J. Hug. – Cham, Switzerland: Springer Nature, 2021. – 322 p. – DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-030-37089-3.
190. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии: учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород : ИФМ РАН, 2004. – 114 с.
191. Re-Entrant Magnetic Flux Reversal In Amorphous Wires / F.B. Humphrey, K. Mohri, J. Yamasaki, H. Kawamura, R. Malmhall, and I. Ogasawara // Proceedings of the Symposium on Magnetic Properties of Amorphous Metals (25-29 May, 1987, Benalmádena, Spain). – North-Holland Physics Publishing, 1987. – P. 110–116.
192. Large Linear Giant Magneto-Impedance Response of Microwire Annealed under Liquid Medium for Potential Sensor Applications / D. Chen, J. Liu, L. Zhang [et al.] // Metals. – 2022. – Vol.12, N. 11. – P. 1926. – DOI: https://doi.org/10.3390/met12111926.
193. Relating Surface Roughness and Magnetic Domain Structure to Giant Magneto-Impedance of Co-Rich Melt-Extracted Microwires / S. D. Jiang, T. Eggers, O. Thiabgoh [et al.] et al // Sci. Rep. – 2017. – Vol. 7, N. 1. – P. 46253. – DOI: https://doi.org/10.1038/srep46253.
194. Observation of Magnetic Domains in Amorphous Magnetic Wires with a Diameter of 10 Mm Used in GSR Sensors / M. Takezawa, Y. Harada, Y. Honkura, S. Honkura // Sensors. – 2023. – Vol 23, N. 7. – P. 3506. – DOI: https://doi.org/10.3390/s23073506.
195. Zig-Zag Domain Walls in Creep-Annealed Metallic Glass / K. Závěta, L. Kraus, K. Jurek, V. Kamberský // J. Magn. Magn.Mater – 1988. – Vol.73, N. 3. – P. 334-338. – DOI: https://doi.org/10.1016/0304-8853(88)90099-6.
196. Hubert, A. Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures / A. Hubert, R. Schäfer. – Heidelberg: Springer Berlin, 2011. – 696 p. – DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-540-85054-0.
197. Shtrikman, S. Fine Structure of Bloch Walls / S. Shtrikman, D. Treves // J. Appl. Phys. – 1960. – Vol. 31, N. 7. – P. 1304. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.1735831.
198. Possible origin for the bamboo domain structure in Co-rich amorphous wire / N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne, A. Lagar`kov // J. Magn. Magn.Mater. – 1997. – Vol. 174, N. 1-2. – P. 127. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)00130-3.
199. Fecova, L. Domain wall mobility engineering by a perpendicular magnetic field in microwires with a gradient of perpendicular anisotropy / L. Fecova, K. Richter, R. Varga // AIP Adv. – 2021. – Vol. 11, N. 3. – P. 035014. – DOI: https://doi.org/10.1063/9.0000120.

200. Prediction of density in amorphous and nanocrystalline soft magnetic alloys: A data mining approach / R. Parsons, K. Ono, Z. Li [et al.] // J. Alloy. Compd. – 2021. – Vol. 859. – P. 157845. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157845.

201. Commentary: The Materials Project: A materials genome approach to accelerating materials innovation / A. Jain, S.P. Ong, G. Hautier [et al.] // APL Mater. – 2013. – Vol. 1, N. 1 – P. 011002. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.4812323.

202. Кристиан, Дж. Теория превращений в металлах и справах: [В 2 ч.] Ч.1: Термодинамика и общая кинетическая теория / Пер. с англ. А.Я. Беленького и Д.Е. Темкина; под ред. А.Л. Ройтбурда. — Москва: Мир, 1978. — 806 с.

203. Relationship between crystallization process and magnetic properties of Fe-(Cu-Nb)-Si-B amorphous alloys / T.H. Noh, M.B. Lee, H.J. Kim, I.K. Kang // J. Appl. Phys. – 1990. – Vol. 67, N. 9. – P. 5568–5570. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.345887.

204. X-Ray and Differential Scanning Calorimetry Study of the Crystallization of Amorphous $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ Alloy / W.Z. Chen, P.L. Ryder // Mater. Sci. Eng. B. – 1995. – Vol. 34, N. 2-3. – P. 204-209. – DOI: https://doi.org/10.1016/0921-5107(95)01242-7.

205. Thermodynamic and kinetic factors controlling the formation of nanocrystalline FeCuNbSiB materials / N. Clavaguera, T. Pradell, Z. Jie, M.T. Clavaguera-Mora // Nanostruct. Mater. – 1995. – Vol. 6, N. 1-4. P. 453–456. – DOI: https://doi.org/10.1016/0965-9773(95)00094-1.

206. Физическое металловедение. [В 3 томах], 3-е изд. Т.2: Фазовые превращения в металлах и сплавах и сплавы с особыми физическими свойствами / под ред. Р.У. Кана и П. Хаазена; пер. с английского под ред. О.В. Абрамова, А.В. Серебрякова. – Москва: Металлургия, 1987. – 621 с.

207. Duong, A.H. Magnetomechanical properties in FINEMET type alloy / A.H. Duong, L. Malkinski, R. Grössinger // Proceedings of the VACETS Technical International Conference (17-19 July 1997, San Jose, CA, USA). – San Jose, 1997. – p. 40.

208. Kikuchi, M. Young's modulus and delay time characteristics of ferromagnetic Fe-Si-B amorphous alloys / M. Kikuchi, K. Fukamichi, T. Masumoto // Sci. Rep. Res. Inst. Tohoku Univ. – 1976. – Vol. 26. – P. 232–239.

209. Understanding the effects of Poisson's ratio on the shear band behavior and plasticity of metallic glasses / G.N. Yang, B.A. Sun, S.Q. Chen [et al.] / J. Mater. Sci. – 2017. – Vol. 52, N. 11. – P. 6789–6799. – DOI: https://doi.org/10.1007/s10853-017-0917-9.

210. Bansal, N.P. Handbook of Glass Properties / N.P. Bansal, R.H. Doremus. – Cambridge, MA, USA : Academic Press, 1986. – 680 p. – DOI: https://doi.org/10.1016/C2009-0-21785-5.

211. Gheiratmand, T. Finemet nanocrystalline soft magnetic alloy: Investigation of glass forming ability, crystallization mechanism, production techniques, magnetic softness and the effect of

replacing the main constituents by other elements / T. Gheiratmand, H.R.M. Hosseini // J. Magn. Magn. Mater. – 2016. – Vol. 408. – P. 177–192. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.02.057.

212. Thompson, C.V. On the approximation of the free energy change on crystallization / C.V. Thomson, F. Spaepen // Acta Met. – 1979. – Vol. 27, N. 12. – P. 1855–1859. – DOI: https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90076-2.
213. Thermal induced structural and magnetic transformations in $Fe_{73.5-x}Ce_{x=0,3,5,7}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ amorphous alloy / M. Antoszewska, M. Wasiak, T. Gwizdałła [et al.] // J. Therm. Anal. Calorim. – 2014. – Vol. 115, N. 2. – P. 1381–1386. – DOI: https://doi.org/10.1007/s10973-013-3410-y.
214. Crystallisation kinetics and microstructure development in metallic systems / M.T. Clavaguera-Mora, N. Clavaguera, D. Crespo, T. Pradell // Prog. Mater. Sci. – 2002. – Vol. 47, N. 6. – P. 559–619. – DOI: https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00021-9.
215. Luborsky, F.E. Stress relaxation in amorphous alloys // F.E. Luborsky, J.L. Walter // Mater. Sci. Eng. – 1978. – Vol. 35, N. 2. – P. 255–261. – DOI: https://doi.org/10.1016/0025-5416(78)90127-1.
216. Nishiyama, N. Supercooling investigation and critical cooling rate for glass formation in Pd–Cu–Ni–P alloy / N. Nishiyama, A. Inoue // Acta Mater. – 1999. – Vol. 47, N. 5. – P. 1487–1495. – DOI: https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00030-0.
217. Uhlmann, D.R. A kinetic treatment of glass formation / D.R. Uhlmann // J. Non Cryst. Solids. – 1972. – Vol. 7, N. 4. – P. 337–348. – DOI: https://doi.org/10.1016/0022-3093(72)90269-4.
218. Formation of nanocrystals in an amorphous $Al_{90}Y_{10}$ alloy / E. Pershina, D. Matveev, G. Abrosimova, A. Aronin // Mat. Char. – 2017. – Vol. 133. – P. 87–93. – DOI: https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.09.030.
219. Cu clustering and Si partitioning in the early crystallization stage of an $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ amorphous alloy / K. Hono, D.H. Ping, M. Ohnuma, H. Onodera // Acta Mater. – 1999. – Vol. 47, N. 3. – P. 997–1006. – DOI: https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00392-9.
220. Magnetic hardening of FeSiBCuNb ribbons and wires during the first stage of crystallization to a nanophase structure / M. Vásquez, P. Marín, H.A. Davies, A. Olofinjana // Appl. Phys. Lett. – 1994. – Vol. 64, N. 23. – P. 3184–3186. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.111333.
221. Compositional Effect on Crystallization of (Fe, Ni, Co)-Si-B Amorphous Alloys / A. Inoue, T. Masumoto, M. Kikuchi, T. Minemura // J. Jpn. Inst. Met. Mater. – 1978. – Vol. 42, N. 3. – P. 294-303. – DOI: https://doi.org/10.2320/jinstmet1952.42.3_294.
222. Ландау, Л.Д. Теоретическая физика: учебное пособие для вузов, 4-е изд. [В 10 томах] Т. 8: Электродинамика сплошных сред / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. – Москва: Физматлит, 2005. – 656 с.

223. Киттель, Ч. Введение в физику твердого тела / Ч. Киттель : пер. А. А. Гусева, А. В. Пахнева. – Москва: Наука, 1978. – 791 с.
224. Giant magnetoimpedance effect at GHz frequencies in amorphous microwires / A. Zhukov, L. Gonzalez-Legarreta, M. Ipatov [et al.] // AIP Adv. – 2019. – Vol. 9, N. 12. – P. 125333. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.5129891.
225. 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.
226. Patton, C. E. Classical theory of spin-wave dispersion for ferromagnetic metals / C.E. Patton // Czech. J. Phys. – 1976. – Vol. 26. N. 8. – P. 925–935. – DOI: https://doi.org/10.1007/BF01589696.
227. Ménard, D. Theory of longitudinal magnetoimpedance in wires / D. Ménard, A. Yelon // J. Appl. Phys. – 2000. – Vol. 88. N. 1. – P. 379–393. – DOI: https://doi.org/10.1063/1.373671.
228. Тикадзуми, С. Физика ферромагнетизма. Магнитные свойства вещества. / С. Тикадзуми : Пер. с японского. – Москва: Мир, 1983. – 304 с.