

**МОСКОВСКИЙ ОРДЕНА ЛЕНИНА, ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ
РЕВОЛЮЦИИ и ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ
М.В. ЛОМОНОСОВА**

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

На правах рукописи

УДК: 537.621; 537.632; 538.975

КОМАРОВА МАРИНА АЛЕКСАНДРОВНА

**МАГНИТООПТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ МИКРОМАГНИТНОЙ СТРУКТУРЫ
АМОРФНЫХ ЛЕНТ И МИКРОПРОВОЛОК**

Специальность 01.04.11 – физика магнитных явлений

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2004

Работа выполнена на кафедре магнетизма и кафедре общей физики физического факультета Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова

Научные руководители: доктор физико-математических наук,
профессор, Е.Е. Шальгина
доктор физико-математических наук,
профессор, А.М. Салецкий

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор А.С. Андреевко
доктор физико-математических наук,
профессор Ю.Г. Рудой

Ведущая организация: Физико-технический институт
Уральского отделения РАН, г. Ижевск

Защита состоится “ ____ ” _____ 2004 года в _____ часов на заседании Диссертационного Совета К 501.001.02 физического факультета Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова по адресу: Москва, 119992, Ленинские Горы, МГУ, физический факультет, аудитория _____.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

Автореферат разослан “ ____ ” _____ 2004 года.

Ученый секретарь
Диссертационного Совета К 501.001.02,
кандидат физико-математических наук

И.А. Никанорова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Несмотря на то, что аморфные материалы были открыты более тридцати лет назад, интерес к исследованию их структурных, магнитных и кинетических свойств не ослабевает и по настоящее время. Объясняется это в первую очередь возможностью широкого использования аморфных материалов в современной микроэлектронике при относительно низкой цене их изготовления.

Наиболее популярными магнитомягкими аморфными материалами являются сплавы, содержащие 70 – 80 % атомов железа или кобальта. С точки зрения фундаментальных исследований и практических применений особого внимания заслуживают аморфные материалы, полученные в виде лент и микропроволок. В настоящее время Fe- и Co-обогащенные аморфные ленты и микропроволоки используются в качестве сенсорных элементов, при изготовлении высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления и деформаций, причем область применений указанных материалов непрерывно расширяется.

Магнитные свойства аморфных материалов можно варьировать, проводя различные специальные обработки и/или прикладывая дополнительные напряжения. Так, с помощью термической и термомагнитной обработки можно уменьшить магнитоупругую анизотропию, устранить дисперсию магнитных характеристик и тем самым в значительной степени улучшить магнитомягкие свойства аморфных сплавов. Кроме того, в последние годы большое внимание уделяется модернизации технологии получения АММ, что обусловлено стремлением улучшить в полной мере их магнитные, механические, коррозионные и другие свойства, предопределяемые особой структурой этих материалов. Одним из способов решения этой проблемы является повышение стеклообразующей способности аморфных сплавов. В работах [1-3] доказано, что увеличение стеклообразующей способности может быть достигнуто путем термической обработки расплава, а также рациональным

выбором исходной заготовки. Таким образом, рациональный выбор прекурсора при изготовлении аморфных лент и проволок является еще одним способом получения магнитомягких аморфных материалов с необходимыми для практических приложений свойствами. Учитывая вышеизложенное, можно утверждать, что изучение влияния технологии получения и термической обработки аморфных материалов на их физические свойства заслуживает особого внимания.

Недавно в магнитомягких аморфных материалах, изготовленных в виде лент и проволок, были обнаружены такие явления, как гигантское магнитосопротивление и гигантский магнитоимпеданс [4 - 8]. На основе этих эффектов были созданы высокочувствительные датчики магнитных полей и напряжений, магниторезистивные тонкопленочные головки. В теоретической работе [9] показано, что величина магнитоимпеданса, наиболее интересного с практической точки зрения, зависит от приповерхностной микромагнитной структуры (равновесного распределения намагниченности) этих материалов. В связи с этим, исследование приповерхностной микромагнитной структуры (ММС) аморфных лент и проволок, а также изучение влияния термической обработки, растягивающих напряжений и технологии получения аморфных материалов на приповерхностную ММС является актуальным и необходимым.

Наиболее эффективным и оперативным методом исследования приповерхностной микромагнитной структуры магнитных материалов является метод сканирующей Керр микроскопии, применимый в широкой области магнитных полей и температур.

Цель работы.

Целью диссертационной работы являлось магнитооптическое исследование приповерхностной микромагнитной структуры и процессов перемагничивания Fe- и Co-обогащенных аморфных микропроволок и лент, а также изучение влияния технологии получения и термической обработки указанных материалов на их магнитные свойства.

Научная новизна.

Впервые методом сканирующей Керр микроскопии изучены особенности приповерхностной микромагнитной структуры, локальных магнитных свойств и процессов перемагничивания Fe- и Co-обогащенных аморфных лент и микропроволок.

Экспериментально доказано существование в $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфной микропроволоке приповерхностных круговых доменов с $\pm 90^\circ$ ориентацией намагниченности относительно длины микропроволоки в соседних доменах. Обнаружено сильное влияние растягивающих напряжений на локальные магнитные свойства и приповерхностную микромагнитную структуру $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфных микропроволок.

Установлено, что модернизация технологии получения $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфных лент, в частности, рациональный выбор исходной заготовки позволяет получить магнитомягкий аморфный материал с перспективными для практических приложений магнитными характеристиками.

Обнаружено, что в результате термической обработки $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфных проволок и лент при температуре $T=550^\circ\text{C}$ в течение одного часа дисперсия магнитной анизотропии, типичная для магнитных материалов, полученных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане, уменьшается. Вследствие этого однородность локальных приповерхностных магнитных характеристик повышается, а значения коэрцитивной силы и поля насыщения уменьшаются.

Практическая ценность: результаты работы позволяют дать научно обоснованные рекомендации получения магнитомягких аморфных материалов в виде лент и микропроволок с оптимальными магнитными характеристиками, что чрезвычайно важно при использовании этих материалов в спиновой микроэлектронике.

Основные результаты диссертации, выносимые на защиту:

1. Результаты магнитооптического исследования приповерхностной микромагнитной структуры, локальных магнитных свойств и процессов перемагничивания $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфной микропроволоки.
2. Результаты изучения влияния растягивающих напряжений σ на локальные магнитные свойства и приповерхностную микромагнитную структуру $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфных микропроволок.
3. Результаты исследования влияния термической обработки $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфных проволок, микропроволок и лент на их локальные магнитные свойства и приповерхностную микромагнитную структуру.
4. Результаты исследования влияния технологии получения $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфных лент на их локальные магнитные свойства и приповерхностную микромагнитную структуру.
5. Результаты анализа процессов перемагничивания $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфных проволок и микропроволок, а также $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ и $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфных лент.

Апробация работы.

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях: 15th Soft Magnetic Materials Conference, Bilbao, Spain, 5 – 7 September, 2001; Joint European Magnetic Symposia EMMA-MRM, Grenoble, France, 28 August – 1 September, 2001; MISM 2002, Московском международном симпозиуме по магнетизму, Москва, 20-24 июня, 2002; XVIII Международной школе – семинаре “Новые магнитные материалы микроэлектроники”, Москва, 24-28 июня, 2002.

Публикации.

Основное содержание диссертации изложено в 14 печатных работах, список которых приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения и списка литературы. Общий объем работы составляет 125 страниц машинописного

текста, включая 32 рисунка, 3 таблицы и список цитируемой литературы из 115 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации; сформулированы цель, научная новизна и практическая значимость работы; перечислены основные положения, выносимые на защиту; кратко изложено содержание диссертации по главам.

Первая глава диссертационной работы носит обзорный характер. В ней представлены основные сведения о структурных и магнитных свойствах аморфных магнитных материалов, в частности, аморфных лент и микропроволок. Перечислены основные методы получения и исследования аморфных магнитных материалов. Приведены существующие представления о процессах перемангничивания и доменной структуре аморфных лент и микропроволок, а также о влиянии термических, термомагнитных обработок и растягивающих напряжений на их магнитные свойства.

Во второй главе дано описание экспериментальных методик и установок, используемых в работе для изучения приповерхностной микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств аморфных лент и микропроволок, приведены характеристики изучаемых образцов, проанализированы ошибки эксперимента.

В работе были исследованы следующие АММ:

1. $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфные микропроволоки;
2. $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ аморфные проволоки, микропроволоки и ленты;
3. $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфные ленты.

В третьей главе приведены результаты исследования микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств аморфных лент и проволоки, приведено их обсуждение.

В 3.1 приведены результаты изучения магнитных свойств, микромагнитной структуры и влияния растягивающих напряжений на магнитные свойства и ММС $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфных микропроволок. Измерения были выполнены с помощью магнитооптического микромагнетометра, созданного на базе высокоразрешающего микроскопа МИМ-8. Распределения тангенциальных компонент намагниченности (параллельной и перпендикулярной приложенному магнитному полю H), а также локальные петли гистерезиса и кривые намагничивания были измерены с помощью экваториального эффекта Керра при сканировании щели размером (0.5×2) μm^2 вдоль длины микропроволоки L . Были измерены зависимости $\delta(H, L)/\delta_S \propto M(H, L)/M_S$ (где δ_S – значение ЭЭК при $M = M_S$, M_S – намагниченность насыщения), что позволило получить информацию о локальных магнитных свойствах и микромагнитной структуре изучаемых образцов.

На рис. 1 приведены типичные локальные приповерхностные петли гистерезиса, наблюдаемые для микропроволок фиксированного диаметра, но различной длины в магнитном поле, приложенном вдоль длины проволочек параллельно поверхности изучаемого микроучастка. Из рисунка 1 можно видеть, что в аксиальном магнитном поле изучаемые образцы имеют безгистерезисные петли, характеризующиеся линейной зависимостью намагниченности от величины магнитного поля. В поперечном относительно длины образца поле наблюдались практически прямоугольные петли гистерезиса. Согласно существующим представлениям, линейная зависимость намагниченности от величины приложенного магнитного поля и прямоугольная петля гистерезиса свидетельствуют о перемагничивании образцов, соответственно, вдоль трудной и легкой оси намагничивания. В данном случае из-за аксиальной симметрии образцов легкая ось намагничивания совпадает с круговым направлением.

Отличие кривых намагничивания для микропроволок разной длины обусловлено влиянием макроскопического размагничивающего поля на магнитные свойства.

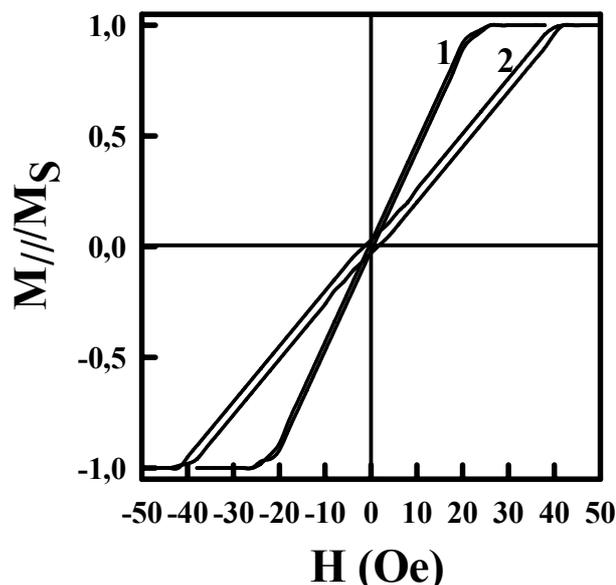


Рис. 1. Типичные локальные петли гистерезиса, наблюдаемые в аксиальном магнитном поле в центральной части микропровода диаметром 10 мкм. Петли 1 и 2 были измерены для образцов длиной 15 и 10 мм, соответственно.

На рис. 2 приведены типичные распределения тангенциальных компонент намагниченности, параллельной ($M_{//}$) и перпендикулярной (M_{\perp}) аксиально приложенному внешнему магнитному полю, наблюдаемые в центральной части микропроводов вдоль ее длины L . Зависимости $M_{//}(L)$ и $M_{\perp}(L)$ были соответственно измерены в поперечной и продольной конфигурациях (поле H параллельно длине микропровода L и соответственно перпендикулярно и параллельно плоскости падения света). Предварительные измерения показали, что в случае синусоидального магнитного поля первая гармоника магнитооптического сигнала, пропорционального M_{\perp} , равна нулю. Отличный от нуля сигнал $\delta_{ЭЗК} \propto M_{\perp}$ был получен при однополярном синусоидальном перемагничивании микропровода. Для единообразия зависимости $M_{\perp}(L)$ и $M_{//}(L)$, приведенные на рисунке 2, были измерены при перемагничивании образца с помощью однополярного синусоидального магнитного поля.

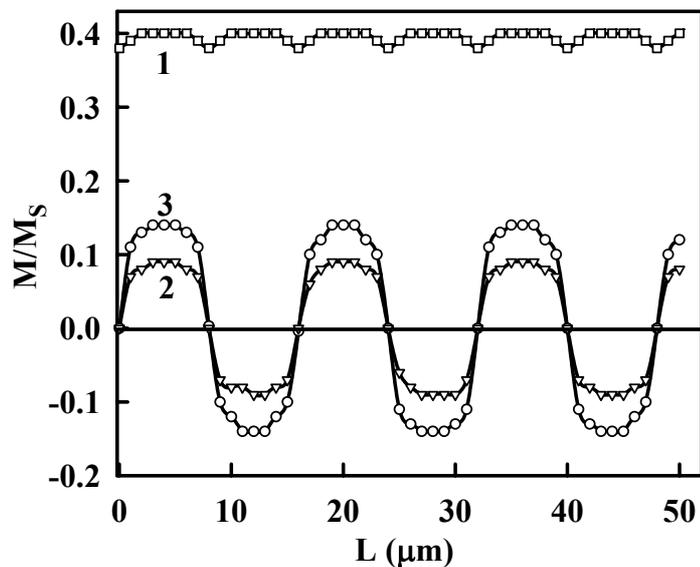


Рис. 2. Типичные распределения тангенциальных компонент намагниченности, параллельной (кривая 1) и перпендикулярной (кривые 2 и 3) внешнему магнитному полю, приложенному вдоль длины микропроволоки L . Кривые 1, 2 и 3 были измерены в центральной части микропроволоки диаметром 10 мкм и длиной 15 мм при однополярном синусоидальном магнитном поле $H = 8 \text{ Э}$ (1 и 2) и 10 Э (3).

Из рисунка 2 видно, что компонента $M_{//}$ имеет один и тот же знак вдоль L , а M_{\perp} является знакопеременной. Выполненный нами анализ магнитооптических сигналов показал [10], что такое распределение намагниченности возможно в том случае, если в изучаемых микропроводах существуют приповерхностные круговые домены с $\pm 90^\circ$ круговой ориентацией намагниченности относительно длины образца, при этом перемагничивание микропроводов в аксиальном магнитном поле осуществляется в основном за счет вращения локальных векторов спонтанной намагниченности.

Далее, приповерхностная доменная структура микропроводов была изучена с помощью магнитооптического контраста. В этом случае был использован меридиональный эффект Керра (МЭК). Микропроволока была расположена перпендикулярно плоскости падения света, а МЭК был

пропорционален компоненте намагниченности, перпендикулярной длине микропровода L . Для изучаемых микропроводов наблюдались четко выраженные светлые и темные полосы, перпендикулярные длине L , что свидетельствовало о существовании в приповерхностной области круговых доменов (см. рис. 3). Аналогичные картины были получены для всех изучаемых образцов. Анализ этих данных показал, что размер полос (соответственно круговых доменов) зависит от длины и диаметра микропроводов.

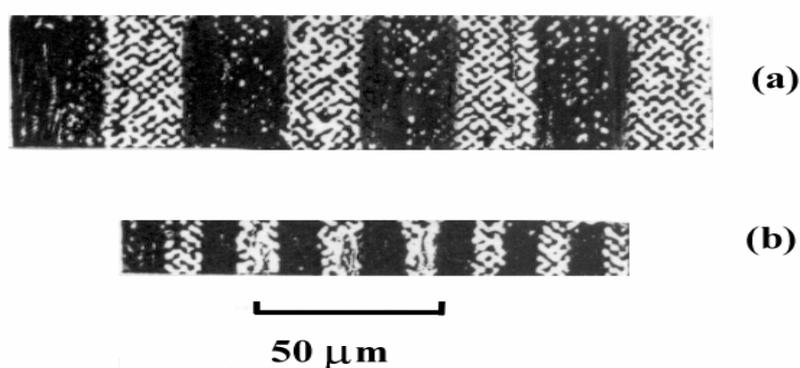


Рис. 3. Доменная картина, наблюдаемая с помощью магнитооптического контраста для микропроводов диаметром 50 мкм (а) и 20 мкм (б) в нулевом магнитном поле. Длина образцов равна 15 мм.

Заслуживающим особого внимания является тот факт, что магнитооптический контраст становился слабее, а затем полностью исчезал при повороте микропровода от поперечной ориентации к продольной относительно плоскости падения света. Этот результат был дополнительным подтверждением наличия приповерхностных круговых доменов с $\pm 90^\circ$ ориентацией намагниченности в соседних доменах.

Ширина круговых доменов W была определена по расстоянию между нулевыми значениями на знакопеременных кривых $M_{\perp}(L)$ и из доменных картин, наблюдаемых для микропроводов. Было найдено, что величина W увеличивается с ростом диаметра микропроводов и уменьшается с уменьшением ее длины.

Результаты исследования влияния растягивающих напряжений σ на магнитные характеристики и ММС микропроволок свидетельствовали о заметном изменении изучаемых свойств под действием растягивающих напряжений σ , приложенных вдоль длины микропроволоки. Было установлено, что с ростом значений σ поле насыщения H_S увеличивается, а начальная магнитная проницаемость μ уменьшается (см. рис. 4).

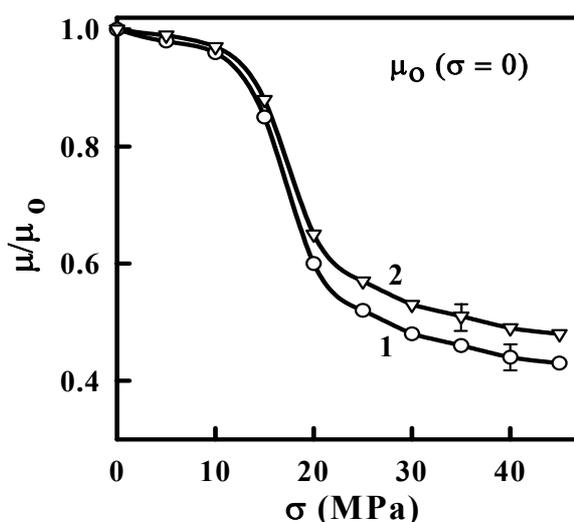


Рис. 4. Зависимости приведенной начальной магнитной проницаемости μ/μ_0 от величины растягивающих напряжений σ , полученные для микропроволок длиной 15 мм с диаметром 10 и 30 мкм (кривые 1 и 2, соответственно). Здесь μ_0 – значение μ при $\sigma = 0$.

Обнаруженное увеличение H_S и уменьшение значений μ/μ_0 с ростом σ было объяснено усилением круговой магнитной анизотропии, что характерно для образцов, имеющих отрицательное значение магнитострикции λ_S (в изучаемых образцах λ_S порядка -2×10^{-7}). Отличие кривых $\mu/\mu_0(\sigma)$ для микропроволок разного диаметра обусловлено влиянием макроскопического размагничивающего поля на локальные магнитные свойства. Было также установлено, что растягивающие напряжения оказывают влияние и на приповерхностную микромагнитную структуру микропроволок. Анализ распределений намагниченности $M_{\perp}(L)$, показал, что ширина круговых доменов уменьшается под влиянием

растягивающих напряжений. В частности, для микропроволоки диаметром 10 мкм и длиной 15 мм ширина кругового домена W при $\sigma = 0$ и 15 МПа была соответственно равна 8 и 6 мкм. Этот результат хорошо согласуется с расчетами, выполненными в теоретической работе [11], и объясняется усилением магнитной круговой анизотропии.

В 3.2 приведены результаты исследования влияния термической обработки на микромагнитную структуру и локальные магнитные свойства $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ (FINEMET) аморфных проволок диаметром 120 и 10 мкм и лент того же состава. На рис. 5 приведены типичные локальные кривые намагничивания $M_r(H)/M_s$, наблюдаемые на различных приповерхностных микроучастках $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфной проволоки диаметром 120 мкм до и после термической обработки. Локальные кривые намагничивания и локальные петли гистерезиса были измерены с помощью ЭЭК при сканировании светового пятна диаметром 20 мкм вдоль длины образцов L . Из рисунка 5 можно видеть, что локальные кривые намагничивания исходной проволоки сильно различаются. Анализ локальных петель гистерезиса показал, что в исходной проволоке существует разброс локальных значений коэрцитивной силы H_c и поля насыщения H_s . В частности, величины H_c и H_s изменяются соответственно от 0.3 до 0.4 кА/м и от 3.5 до 5 кА/м. Неоднородность локальных магнитных свойств исходной проволоки была объяснена дисперсией магнитной анизотропии, которая, согласно существующим данным [12, 13], является характерной особенностью материалов, приготовленных закалкой расплава на быстровращающемся барабане.

Здесь следует указать, что результаты рентгеноструктурного анализа показали, что термическая обработка изучаемой микропроволоки при температуре $T = 500, 550$ и 600 °С в течение 1 часа привела к появлению в отожженных образцах нанокристаллической структуры с размером нанокристаллитов 20 -25, 10 -12 и 15 -18 нм, соответственно. Как видно из рисунка 5, образование нанокристаллических фракций сопровождается улучшением магнитных свойств и значительным повышением их однородности.

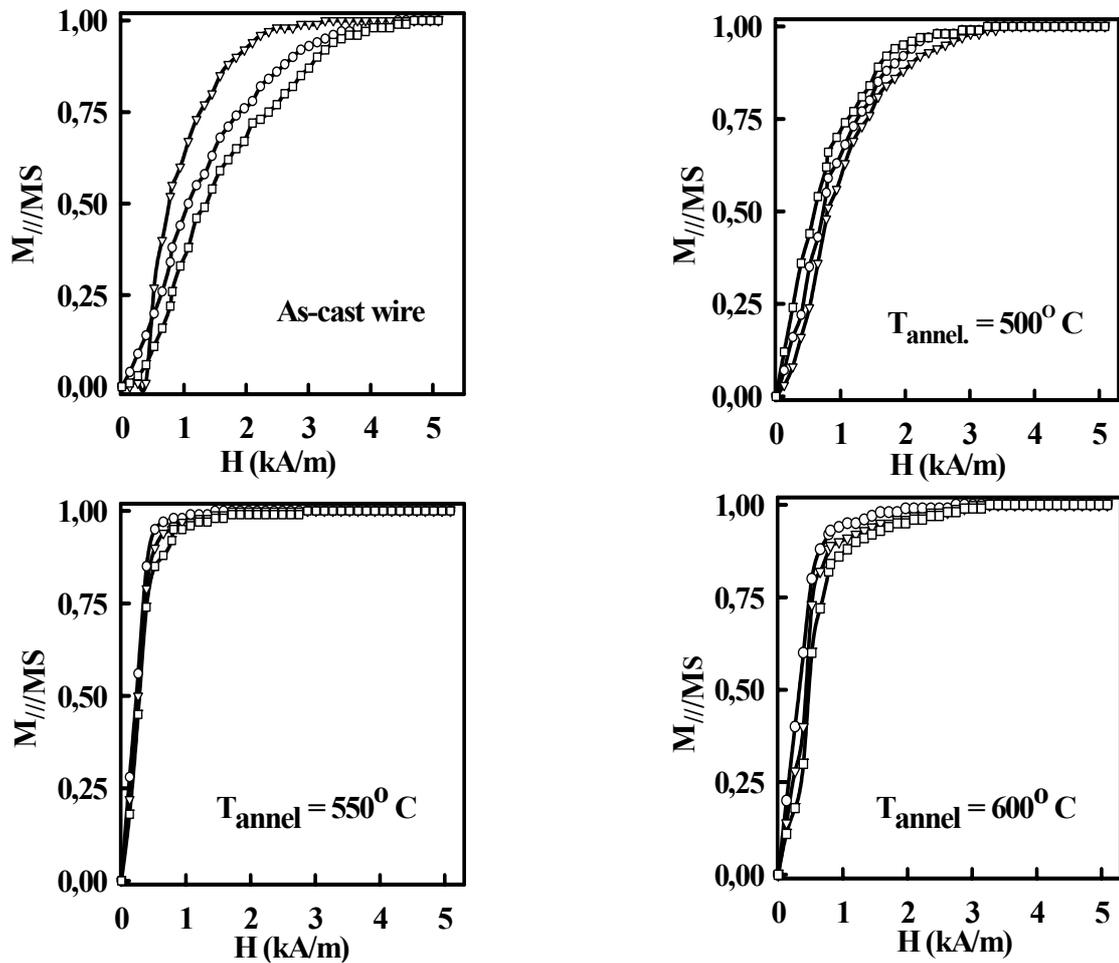


Рис. 5. Типичные локальные кривые намагничивания $M_{//}/M_S(H)$ для различных приповерхностных участков $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ аморфной проволоки диаметром 120 мкм до и после термической обработки.

Было найдено, что в результате отжига при $T = 500, 550$ и 600 °C значение H_C уменьшается соответственно примерно в 1.5; 3 и 2 раза, а начальная магнитная проницаемость μ увеличивается примерно в 2; 5 и 4 раза. При этом изменение локальных значений H_C и μ , измеренных для различных приповерхностных микроучастков, не превышает 5-7%. Улучшение локальных магнитных свойств аморфных проволок в результате

термической обработки можно объяснить изменением магнитоупругой анизотропии, величина которой зависит от магнитострикции и внутренних напряжений, индуцированных в процессе изготовления проволок. Известно, что термическая обработка приводит к уменьшению остаточных напряжений σ . Вследствие этого значение магнитной анизотропии ($K_{\text{эфф}} \propto \lambda_S \sigma$) и коэрцитивной силы $H_C \propto K_{\text{эфф}}/M_S$ уменьшаются. Кроме того, появление после отжига в изучаемых образцах нанокристаллической фазы приводит к уменьшению магнитострикции насыщения λ_S . В рамках существующих моделей гетерогенных (аморфных/нанокристаллических) материалов объясняется это следующим образом. Появляющиеся после отжига нанокристаллиты FeSi имеют отрицательное значение магнитострикции, в то время как магнитострикция аморфной матрицы является положительной. Таким образом, результирующее значение магнитострикции λ_S нанокристаллического $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ сплава существенно уменьшается. Наилучшие магнитомягкие свойства наблюдаются в $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ проволоках, подвергнутых термической обработке при $T = 550$ °C. Размер появляющихся в этих образцах нанокристаллитов был равен 10 - 12 нм. В этом случае $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ материалы характеризуются наименьшей магнитострикцией λ_S , равной примерно 2×10^{-6} (вместо $\lambda_S \sim 25 \times 10^{-6}$ в исходном образце). Уменьшение магнитострикции λ_S в нанокристаллических сплавах является второй причиной уменьшения магнитной анизотропии и соответственно значения коэрцитивной силы H_C .

Наблюдаемая дисперсия магнитной анизотропии в исходном образце и появление нанокристаллической структуры в отожженных образцах должны влиять и на реализующуюся в них приповерхностную

микромагнитную структуру. Проведенные нами измерения распределений намагниченности на изучаемых микропроводах подтвердили это (см. приведенный для примера рис. 6). Из рисунка видно, что в исходной проволоке распределение намагниченности $M_{\parallel}/M_S(L)$ имеет нерегулярный характер, а после отжига оно становится периодическим. Здесь размер магнитных неоднородностей, W , можно оценить по расстоянию между максимумами или минимумами на кривых распределения намагниченности $M_{\parallel}/M_S(L)$. Было найдено, что в исходном и отожженном при $T = 550$ °C образцах W соответственно равно 120 – 160 и 200 мкм. Распределение намагниченности $M_{\parallel}(L)/M_S$ в проволоках, подвергнутых термической обработке при $T = 500$ и 600 °C, также были периодическими, а значение W было соответственно равно 100 и 140 мкм.

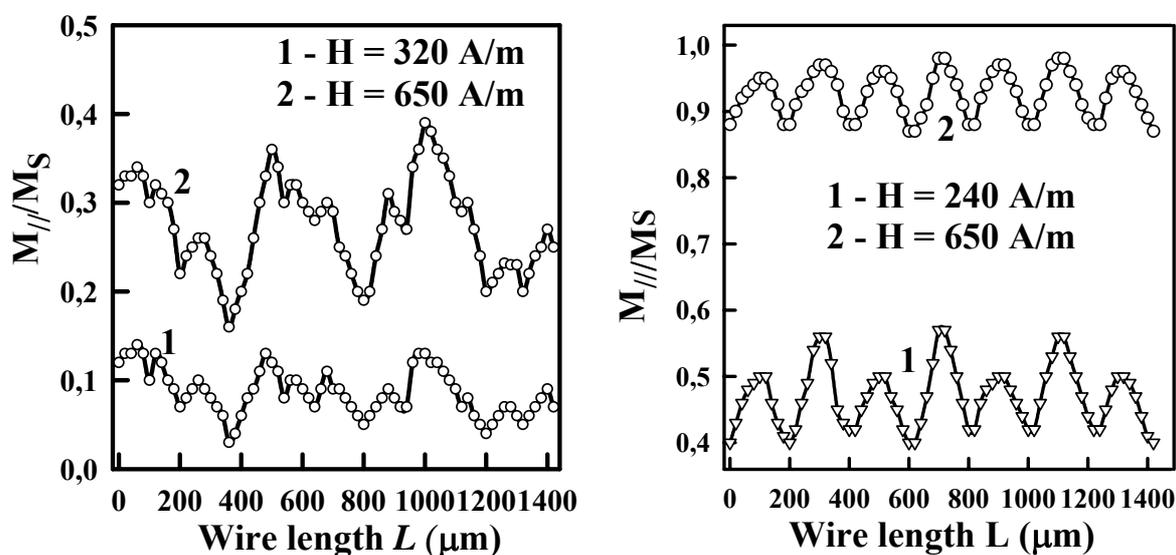


Рис. 6. Типичные распределения параллельной аксиальному магнитному полю компоненты намагниченности вдоль длины микропровода, $M_{\parallel}/M_S(L)$, наблюдаемые на исходном и отожженном при $T = 550$ °C $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ образцах (левый и правый рисунок, соответственно). Длина изучаемых образцов была равна 20 мм.

Чтобы глубже понять влияние микроструктурных изменений на локальные приповерхностные магнитные свойства и микромагнитную структуру $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ проволок, аналогичные измерения были выполнены для микропроволок того же состава, но диаметром $D = 10$ мкм, изначально покрытых стеклянной оболочкой толщиной $t = 6$ мкм, которая перед проведением исследований была удалена путем травления. Однако, учитывая приведенные выше результаты и существующие экспериментальные данные других авторов, состоящие в том, что максимальное улучшение магнитных свойств может быть достигнуто путем термической обработки при температуре $T = 550$ °С, микропроволока того же состава была отожжена при температуре $T = 550$ °С.

На рис. 7 приведены типичные локальные кривые намагничивания $M_{||}(H)/M_S$ и петли гистерезиса, наблюдаемые на различных приповерхностных микроучастках изучаемой микропроволоки до и после термической обработки. Анализ полученных данных показал, что, как и в случае проволоки диаметром 120 мкм, в исходном образце наблюдается сильная неоднородность локальных магнитных характеристик. В частности, было найдено, что локальные значения H_C и H_S для различных приповерхностных микроучастков изменяются от 0.26 до 0.36 кА/м и от 4.2 до 5 кА/м, соответственно. В отожженной при $T = 550$ °С микропроволоке значение H_C уменьшается в 5 раз, а магнитная проницаемость μ увеличивается примерно в 4 раза, что свидетельствует об улучшении магнитных свойств образца. Полученные данные были также объяснены появлением в этом образце нанокристаллической структуры с размером нанокристаллитов $\alpha\text{-FeSi}$ порядка 10 - 12 нм.

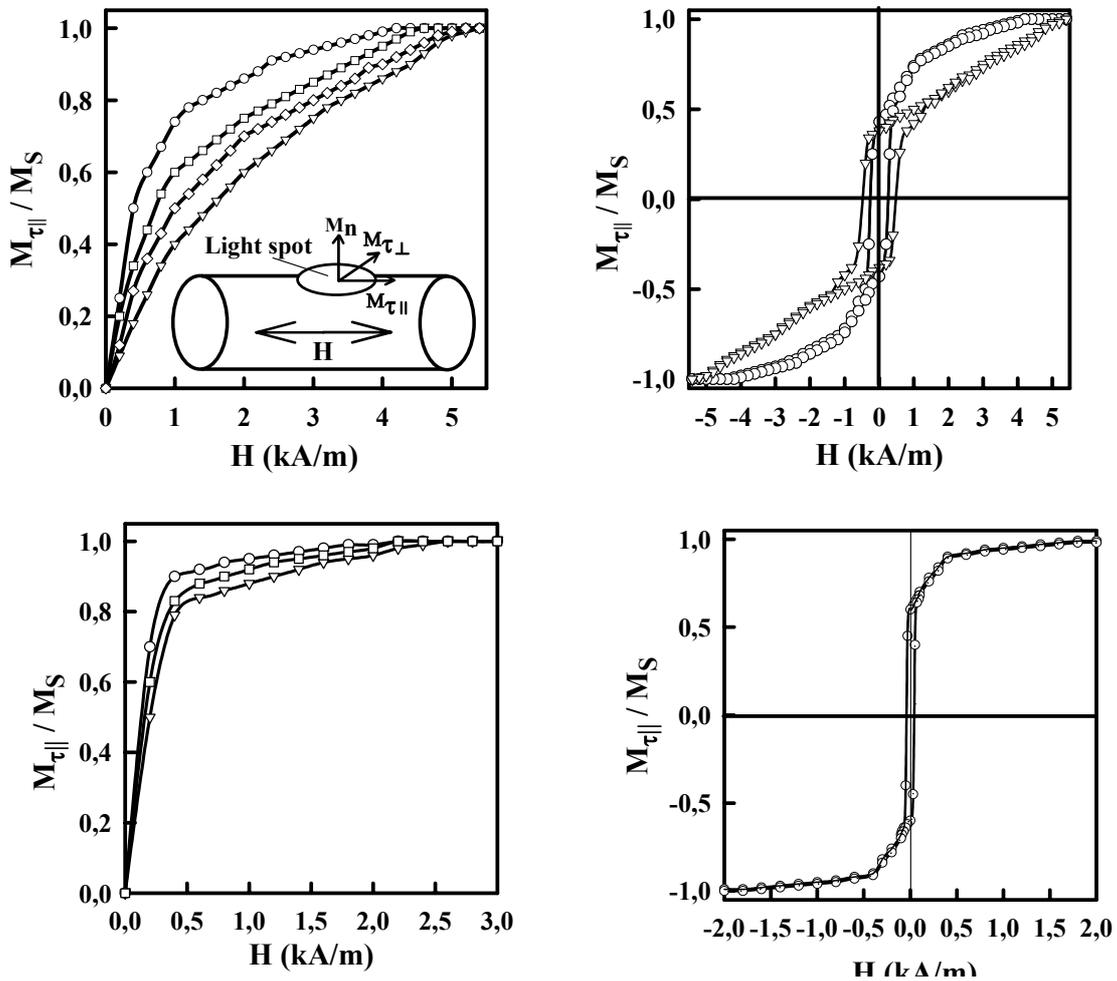


Рис. 7. Типичные локальные кривые намагничивания $M_{\parallel}/M_S(H)$ и петли гистерезиса, наблюдаемые для $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфной микропроволоки до и после термической обработки. Вставка на левом верхнем рисунке схематически показывает ориентацию M_{\parallel} и M_{\perp} , измеряемых с помощью ЭЭЖ.

Изучение микромагнитной структуры микроволокон диаметром 10 мкм показало, что в отличие от проволок диаметром 120 мкм, в этих образцах при $H < H_S$ существуют локальные тангенциальные компоненты намагниченности, как параллельные, M_{\parallel} , так и перпендикулярные, M_{\perp} ,

внешнему магнитному полю, приложенному вдоль длины микропроволок. Было найдено, что в исходной микропроволоке распределения обеих компонент намагниченности имеют нерегулярный характер, а в отожженном образце они становятся периодическими, причем зависимости $M_{\perp}(L)/M_S$ являются знакопеременными как до, так и после термической обработки. Обнаруженные распределения намагниченности с учетом выполненного нами анализа магнитооптических сигналов свидетельствовали о том, что даже в достаточно малых полях перемагничивание приповерхностных областей исследуемых микропроволок диаметром 10 мкм происходит за счет одновременного смещения доменных границ и вращения локальных векторов намагниченности. Здесь уместно отметить, что в аморфной проволоке диаметром 120 мкм компонента M_{\perp} не была обнаружена. Это означало, что в малых полях ($H < H_S$) перемагничивание образца осуществляется в основном за счет смещения доменных границ.

Результаты проведенных нами исследований микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств исходных и отожженных $\text{Fe}_{76,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_6$ лент также свидетельствовали об уменьшении дисперсии магнитной анизотропии и улучшении магнитных свойств в результате термической обработки образцов. На рис. 8 приведены типичные локальные кривые намагниченности $M_{\parallel}(H)/M_S$, наблюдаемые на различных приповерхностных микроучастках контактной стороны исходной и отожженной аморфной ленты. Из рисунка видно, что, как и в случае аморфных проволок, локальные кривые намагничивания исходной ленты сильно различаются. Было найдено, что в исходном образце существует разброс локальных значений коэрцитивной силы H_C и поля насыщения H_S , измеренных на различных микроучастках исходной ленты. В частности, величина H_S изменяется от 0,08 до 2 кА/м.

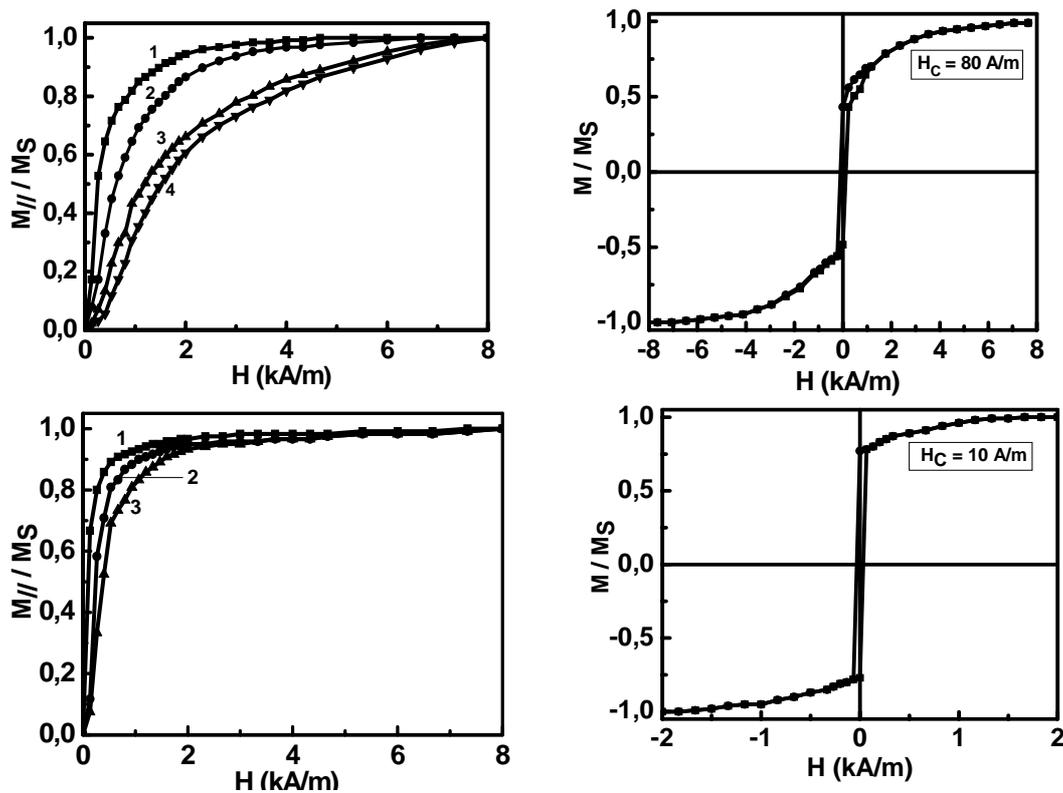


Рис. 8 Типичная локальная петля гистерезиса и локальные кривые намагничивания $M_{||}(H)/M_S$, наблюдаемые для различных приповерхностных микроучастков исходной и отожженной $Fe_{76,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_6$ аморфной ленты (верхний и нижний рисунок, соответственно).

Особого внимания заслуживают результаты измерений полевых зависимостей компоненты намагниченности, перпендикулярной магнитному полю (M_{\perp}) (см. рис. 9). Из рисунка можно видеть, что локальные значения M_{\perp} имеют разные знаки. В исходном образце локальные значения M_{\perp} с ростом поля H сначала увеличиваются, а затем уменьшаются вплоть до некоторого значения, которое практически не изменяется вплоть до высоких полей H . При этом компонента намагниченности, параллельная полю, $M_{||}$, остается неизменной и равна $\sim 0.92-0.99 M_S$. Такое поведение M_{\perp} с изменением поля свидетельствует о блокировке процессов перемагничивания. Аналогичное явление наблюдалось в пермалловых тонких пленках, в которых отношение длины

к ширине было не меньше 10. В таких образцах при наличии дисперсии магнитной анизотропии наблюдалась микромагнитная структура типа «ряби» намагниченности. В случае сильной «ряби» на противоположных длинных сторонах пленки возникали магнитоэлектрические заряды, которые обуславливали появление полей рассеяния $H_{рас}$ в направлении, перпендикулярном приложенному полю. В результате перемагничивание пленки определялось конкурирующими вкладами внешнего магнитного поля и полей рассеяния $H_{рас}$. При некотором критическом внешнем магнитном поле наступала блокировка процессов намагничивания – увеличение поля не приводило к уменьшению компоненты намагниченности, перпендикулярной полю, из-за полей рассеяния $H_{рас}$, тормозящих перемагничивание образца. По-видимому, обнаруженная сильная дисперсия магнитной анизотропии в исходной аморфной ленте обуславливает также появление микромагнитной структуры типа «ряби» намагниченности, и, как следствие этого, в этом образце наблюдается блокировка процессов перемагничивания. Однако в отличие от описанных выше пермаллоевых пленок наблюдаемая микромагнитная структура является нерегулярной.

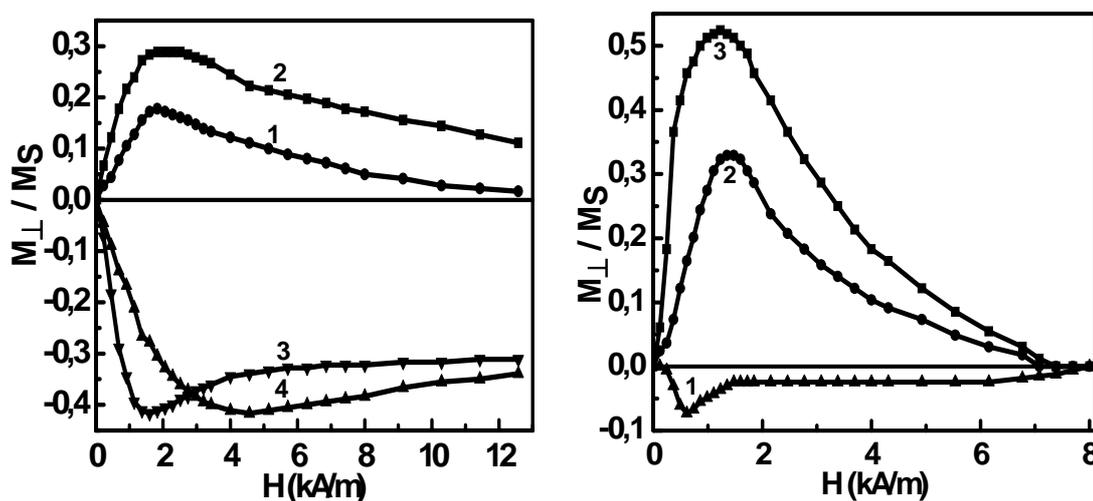


Рис. 9 Полевые зависимости $M_{\perp}(H)/M_S$, наблюдаемые для различных приповерхностных микроучастков контактной стороны исходной (левая панель) и отожженной (правая панель) $Fe_{76,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_6$ аморфной ленты.

Появление нанокристаллической структуры в отожженной ленте приводит к улучшению ее магнитных свойств и повышению их однородности. В частности, значение H_C уменьшается почти в 10 раз, а изменения локальных значений H_C не превышает 10 %. В отожженном образце наблюдается периодическое распределение намагниченности и блокировка процессов перемагничивания отсутствует.

Кроме того, было обнаружено также, что значение H_C на свободной стороне изучаемых образцов меньше, чем контактной. Наличие различающихся остаточных напряжений, индуцированных на контактной и свободной сторонах ленты в процессе ее приготовления, а также различная морфология сторон являются причиной описанного выше результата. Было найдено, что приповерхностные значения H_C примерно в 7 раз больше, чем объемные. Известно, что в приповерхностном слое толщиной ~ 0.4 мкм концентрация немагнитных ионов увеличивается, то есть в этой области наблюдается усиление структурных и химических неоднородностей. Это в свою очередь обуславливает усиление влияния полей рассеяния вблизи немагнитных включений на процессы перемагничивания приповерхностных слоев, и, как следствие этого, наблюдается увеличение приповерхностных значений H_C по сравнению с объемными значениями H_C .

В 3.3 приведены результаты исследования влияния технологии получения $Co_{68}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{12}$ аморфных лент на их микромагнитную структуру и приповерхностные магнитные свойства. Измерения проводились для двух $Co_{68}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{12}$ аморфных лент. Первая лента (образец №1) была получена методом быстрой закалки расплава слитка указанного состава в воздухе. При изготовлении второй ленты (образец №2) в качестве исходной заготовки использовался расплавленный кусок ленты №1, прошедший специальную термическую обработку. На рис. 10 приведены типичные локальные приповерхностные кривые намагничивания изучаемых $Co_{68}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{12}$ аморфных лент. Из рисунка видно, что, несмотря на существенное различие локальных кривых намагничивания в первом образце, достаточно четко проявляется поперечная относительно длины ленты ориентация оси легкого намагничивания. Локальные кривые намагничивания образца №1 различаются очень сильно, в то время как в образце №2 они практически одинаковые. Ярко выраженную неоднородность локальных магнитных

свойств в образце №1 можно также объяснить сильной дисперсией магнитной анизотропии, которая наблюдалась нами для всех исходных аморфных образцов. Высокая однородность локальных магнитных свойств, обнаруженная во втором образце, может быть объяснена модернизацией технологии получения ленты №2, а именно рациональным выбором прекурсора и его специальной термической обработкой. Анализ полученных экспериментальных данных показал, что коэрцитивная сила H_C и поле насыщения H_S образца №2 примерно в 10 меньше значений H_C и H_S образца №1. В обеих лентах, как и в предыдущем случае, значения H_C и H_S на свободной стороне в 1.5 – 2 раза меньше, чем на контактной, и примерно в 10 раз больше, чем измеренные с помощью вибрационного магнетометра объемные значения H_C и H_S .

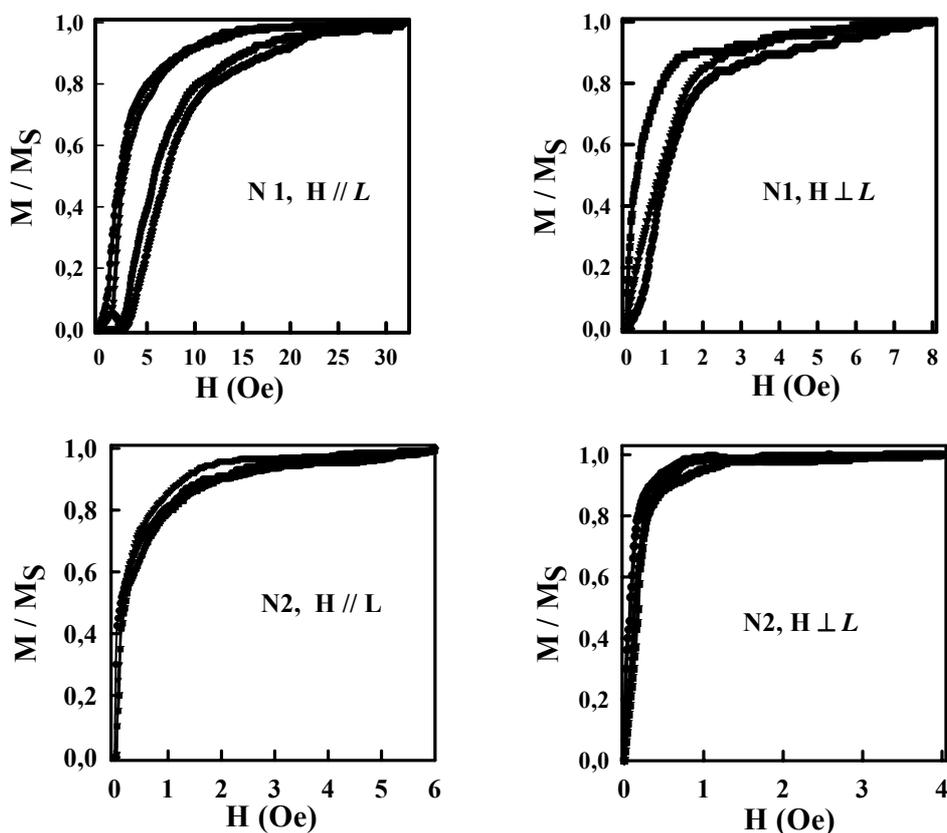


Рис 10. Типичные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые на контактной стороне образцов №1 и 2 в плоскостном магнитном поле, приложенном параллельно и перпендикулярно длине ленты L . Диаметр светового пятна на поверхности образца равен 20 мкм.

Сильная дисперсия магнитной анизотропии и высокая однородность магнитных характеристик в первой и второй лентах обуславливают, соответственно, нерегулярное и периодическое распределение намагниченности в этих образцах (см. рис. 11). Было найдено, что размер магнитных неоднородностей W в образцах №1 и №2 соответственно равен 150 - 200 мкм и 100 мкм.

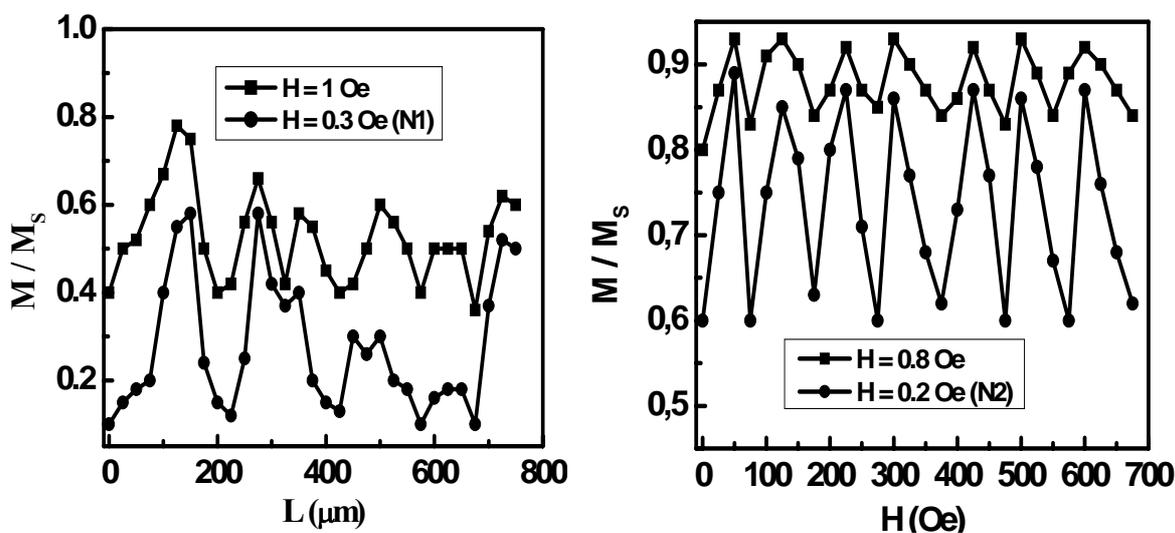


Рис. 11. Типичные распределения плоскостных компонент намагниченности, параллельных магнитному полю, приложенному вдоль длины ленты L , наблюдаемые при смещении светового пятна диаметром 20 мкм вдоль длины ленты L по центральной линии контактных сторон образцов №1 (левая панель) и 2 (правая панель).

При исследовании микромагнитной структуры было найдено, что в обоих образцах существуют как перпендикулярная M_{\perp} , так и параллельная M_{\parallel} приложенному магнитному полю компоненты намагниченности. Распределение компоненты M_{\perp} является знакопеременным, причем положение нулевых значений M_{\perp} соответствует максимальным значениям M_{\parallel} . Как уже отмечалось выше, из анализа формы магнитооптических сигналов следует, что знакопеременное поведение зависимостей $M_{\perp}(L)/M_s$

возможно в том случае, если перемагничивание микроучастков ленты осуществляется за счет вращения локальных векторов намагниченности. Наличие в малых полях неравных нулю компонент намагниченности M_{\parallel} и M_{\perp} , а также обнаруженные зависимости $M_{\parallel}(L)/M_S$ и $M_{\perp}(L)/M_S$ свидетельствовали о том, что даже при относительно малых амплитудах внешнего магнитного поля перемагничивание аморфных лент осуществляется как за счет вращения локальных векторов намагниченности, так и за счет движения доменных границ.

В заключении можно отметить, что модернизация технологии получения аморфных лент привела и к существенному улучшению динамических характеристик ленты №2. Было найдено, что максимальное значение магнитоимпеданса для образцов №1 и №2 соответственно равно 25 и 120 %. Увеличение магнитоимпеданса в образце №2 можно объяснить значительным улучшением однородности его локальных магнитных свойств. Этот экспериментальный факт хорошо согласуется с теоретической работой [2], где показано, что с усилением дисперсии магнитной анизотропии в аморфных материалах значение магнитоимпеданса должно уменьшаться.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ.

1. Впервые проведено магнитооптическое исследование особенностей приповерхностной микромагнитной структуры, локальных магнитных свойств и процессов перемагничивания Fe- и Co-обогащенных аморфных лент и микропроволок.
2. Впервые экспериментально доказано существование в $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфной микропроволоке приповерхностных круговых доменов с $\pm 90^\circ$ ориентацией намагниченности относительно длины микропроволоки в соседних доменах. Экспериментально найдена

зависимость ширины круговых доменов от длины и диаметра изучаемых микропроволок.

3. Экспериментально доказано, что перемагничивание приповерхностных слоев $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфной микропроволоки в магнитном поле, приложенном параллельно ее длине, осуществляется за счет вращения векторов намагниченности в круговых доменах.
4. Обнаружено сильное влияние растягивающих напряжений σ на локальные магнитные свойства и приповерхностную микромагнитную структуру $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ аморфных микропроволок. Установлено, что с ростом σ ширина круговых доменов и начальная продольная магнитная проницаемость уменьшается. Полученные результаты объяснены усилением магнитной анизотропии в плоскости, перпендикулярной длине микропроволоки.
5. Установлено, что рациональный выбор исходной заготовки при получении $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфной ленты приводит к уменьшению коэрцитивной силы и поля насыщения в 10 раз, то есть модернизация технологии получения аморфных лент позволяет получить магнитомягкий аморфный материал с перспективными для практических приложений магнитными характеристиками.
6. Доказано, что в малых полях ($H < H_S$, H_S - поле насыщения образца) перемагничивание приповерхностных слоев $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфной ленты в магнитном поле, приложенном вдоль ее длины, осуществляется за счет одновременного смещения доменных границ и вращения локальных векторов намагниченности.
7. Обнаружено, что термическая обработка $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ аморфных проволок и лент при температуре $T=550^\circ\text{C}$ в течение +одного часа приводит к уменьшению дисперсии магнитной анизотропии, типичной для исходных магнитных материалов, полученных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане. Вследствие этого однородность локальных приповерхностных магнитных характеристик повышается, а значения коэрцитивной силы и поля насыщения существенно уменьшаются.

Полученные данные объяснены появлением нанокристаллической структуры в отожженных образцах.

8. Доказано, что в малых полях ($H < H_S$, H_S - поле насыщения образца) перемагничивание приповерхностных областей $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ аморфных микропроволок диаметром 10 мкм происходит за счет одновременного смещения доменных границ и вращения локальных векторов намагниченности, а $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ аморфных проволок диаметром 120 мкм и лент - за счет смещения доменных границ.
9. Найдено, что для всех изучаемых аморфных материалов объемные значения коэрцитивной силы H_C и поля насыщения H_S в 5-10 раз меньше приповерхностных значений H_C и H_S . Обнаруженный экспериментальный факт объяснен наличием дефектов (микроструктурных и химических неоднородностей, шероховатости) в приповерхностных слоях изучаемых образцов, типичных для материалов, полученных методом закалки расплава на быстро вращающемся барабане.

Основные результаты диссертации опубликованы в работах:

1. Е.Е. Шалыгина, Н.М., М.А. Комарова, В.В. Молоканов // Магнитооптическое исследование микромагнитной структуры и процессов намагничивания $Co_{69}Fe_4Si_{12}B_{15}$ аморфных микропроволок // ЖЭТФ, т.122, N3 (9) (2002) с. 593-599.
2. Е.Е. Shalyguina, М.А. Komarova, N.M. Abrosimova, A.N. Shaligin // Investigation of surface micromagnetic structure of FeCuNbSiB amorphous microwires // J. Magn. Mater., V. 242-245 (2002) pp. 265-268.
3. Е.Е. Shalyguina, М.А. Komarova, N.M. Abrosimova, A.N. Shaligin // Magneto-optical investigation of FeCuNbSiB amorphous wires // J. Magn. Mater., V.254-255 (2002) pp. 173-175.
4. Е.Е. Shalyguina, Chong-Oh Kim, CheolGi Kim, Young-Woo Rheem, М.А. Komarova, V.V. Molokanov // Near-surface magnetic properties and giant magnetoimpedance of Co-based amorphous ribbons // J. Magn. Mater., V.258-259 (2003) pp. 174-176.

5. Е.Е. Шалыгина, Н.М. Абросимова, М.А. Комарова, В.В. Молоканов, Ч.О. Ким, Ч.Ж. Ким, Я. Ву. Рим //Влияние технологии получения $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ аморфных лент на их приповерхностные магнитостатические и динамические характеристики // Вестник МГУ, Серия 3, Физика, астрономия, N4 (2003) 51-56.
6. E.E. Shalyguina, N.M. Abrosimova, M.A. Komarova, V.V. Molokanov, Chong-Oh Kim, CheolGi Kim, Y.W. Rheem // The effect of a precursor on magnetostatic and dynamic characteristics of $\text{Co}_{68}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{12}$ amorphous ribbons // Technical Physics Letters, v.29. No7 (2003) pp.547-549.
7. E.E. Shalyguina, M.A. Komarova, N.M. Abrosimova //Magneto-optical Investigation of FeSiBCuNb Amorphous Wires // Book of abstract of 15th Soft magnetic Materials Conference, Bilbao, Spain 5-7 September, 2001, B-23.
8. E.E. Shalyguina, M.A. Komarova, N.M. Abrosimova // Magneto-optical investigation of local magnetic properties of FeCuNbSiB amorphous microwires // Book of abstracts of Joint European Magnetic Symposia EMMA-MRM, Grenoble, France, August 28-1;September 1, 2001, A079.
9. E.E. Shalyguina, Chong-Oh Kim, CheolGi Kim, M.A. Komarova, V.V. Molokanov // Magneto-optical investigation of near-surface micromagnetic structure of FeCuNbSiB amorphous microwires // Book of abstracts of Moscow International Symposium on Magnetism, MISM 2002, 20-24 June, Moscow, Russia, p.76.
10. E.E. Shalyguina, Chong-Oh Kim, CheolGi Kim, M.A. Komarova, V.V. Molokanov // Near-surface magnetic properties and giant magnetoimpedance of Co-based amorphous ribbons // Book of abstracts of Moscow International Symposium on Magnetism, MISM2002, 20-24 June, Moscow, Russia, p.130.
11. E.E. Shalyguina, Chong-Oh Kim, Cheol Gi Kim, M.A. Komarova, V.V. Molokanov // Near-surface magnetic properties and giant magnetoimpedance of CoFeCrSiB amorphous ribbons // Book of abstracts of Moscow International Conference on New Magnetic Materials of Microelectronics, NMMM'02, 24-28 June, Moscow, Russia, p.297-299.
12. Е.Е. Шалыгина, В.В. Молоканов, А.М. Салецкий, М.А. Комарова, Н.М. Абросимова // Исследование приповерхностной микромагнитной структуры многокомпонентных $\text{Fe}_{61.4}\text{Ni}_{3.6}\text{Cr}_{3.2}\text{Si}_{2.4}\text{Nb}_{7.8}\text{Mn}_{3.6}\text{B}_{18}$ аморфных лент // Тезисы докладов конференции «Новые магнитные материалы микроэлектроники-XIX», Москва, 2004.

13. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, N.M. Abrosimova // Inverted near-surface hysteresis loops in annealed Fe_{80.5}Nb₇B_{12.5} ribbons // Book of Abstracts of the Joint European Magnetic Symposia to be held in Dresden (Germany), September 05-10, 2004.
14. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, A.M. Saletsky, M.A. Komarova, V.A. Melnikov // Inverted Near-surface Hysteresis Loops in Heterogeneous (Amorphous/Nanocrystalline) Fe_{80.5}Nb₇B_{12.5} Ribbons // Book of Abstracts of The European Magnetic Sensors and Actuators Conference (EMSA), to be held in Cardiff, United Kingdom, 4- 7 July, 2004.

ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. V. Manov, E. Brook-Levinson, V.V. Molokanov, M.I. Petrzhik, T.N. Mikhailova, Proceeding of Symposium of Materials Research Society, V. 554 (1999) 81-86.
2. В.В. Молоканов, М.И. Петржик, Т.Н. Михайлова, И.В. Кузнецов, В.И. Калита, Т.А. Свиридова, Н.П. Дьякова, Металлы, №66 (1999) 100-104.
3. В.И. Калита, Д.И. Комлев, В.В. Молоканов, Физика и химия обработки материалов, №1 (1997) 118-119.
4. R.S. Beach, A.E. Berkowitz, Appl. Phys. Lett., V. 64 (1994) 3652-3654.
5. L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda, J. Appl. Phys., V. 76 (1994) 6198-6203.
6. L.V. Panina, K. Mohri, Appl. Phys. Lett., V. 65 (1994) 1189-1191.
7. F.L.A. Machado, C.S. Martins, S.M. Rezende, Phys. Rev. B, V. 51 (1995) 3926-3929.
8. M. Knobel, M.L. Sanchez, C. Gomez-Polo, P. Marin, M. Vazquez, S.Hernando, J. Appl. Phys., V. 79 (1996) 1646-1654.
9. L.V. Panina, K. Mohri, J. Magn. Magn. Mater., V. 157/158 (1996) 137-140.
10. Е.Е. Шалыгина, Н.М., М.А. Комарова, В.В. Молоканов, ЖЭТФ, т.122, N3 (9) (2002) с. 593-599.
11. N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne, A. Lagar'kov, J. Magn. Magn. Mater., V. 174 (1997) 127-132.
12. J.P. Sinnecker, R. Grossinger, R. Sato Turtelli, J. Magn. Magn. Mater., V. 133 (1994) 20-23.
13. E.E. Shalyguina, L.M. Bekoeva, N.I. Tsidaeva, Sensors & Actuators, V. 81 (2000) 216-218.