

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ М.В. ЛОМОНОСОВА**

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

На правах рукописи

Мельников Виталий Александрович

**ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ И
ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ МИКРОМАГНИТНОЙ
СТРУКТУРЫ Fe- и Co-ОБОГАЩЕННЫХ АМОРФНЫХ
ЛЕНТ И МИКРОПРОВОЛОК**

Специальность 01.04.11 – физика магнитных явлений

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2009

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

Научный руководитель: доктор физико-математических наук,
профессор, Е.Е. Шалыгина

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

Ведущая организация: Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Ленинский
проспект, 49.

Защита состоится «__» июня 2009 года в _____ часов на заседании
Диссертационного Совета Д 501.001.70 физического факультета
Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова по
адресу: 119992, ГСП-2, Москва, Ленинские горы, д.1, стр.35, конференц-зал
Центра коллективного пользования физического факультета МГУ им. М.В.
Ломоносова.

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

Автореферат разослан «__» мая 2009 года.

Ученый секретарь
Диссертационного Совета Д 501.001.70,
доктор физико-математических наук,
профессор

Г.С. Плотников

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Несмотря на то, что аморфные магнитные материалы были открыты более сорока лет назад, интерес к исследованию их структурных, магнитных и кинетических свойств не ослабевает и по настоящее время. Исследование приповерхностной микромагнитной структуры (равновесного распределения намагниченности) и магнитных свойств Fe- и Co-обогащенных аморфных материалов, изготовленных в виде лент и микропроволок, заслуживает особого внимания как с точки зрения решения фундаментальных проблем физики магнитных явлений, так и прикладных задач. Наибольшее практическое применение Fe- и Co-обогащенные аморфные ленты и микропроволоки получили в качестве сенсорных элементов при изготовлении высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления и деформаций. При этом область применения указанных материалов непрерывно расширяется.

Недавно новый класс нанокристаллических магнитных материалов был получен методом контролируемой кристаллизации расплавленного аморфного FeCuNbSiB прекурсора [1, 2]. Эти материалы вызвали большой интерес благодаря уникальным магнитным, механическим и кинетическим свойствам. Полученные в дальнейшем сплавы FeMB с M: Zr, Ta, Mo или Nb (NANOPERM) имели более простой состав и исключительные магнитомягкие свойства даже по сравнению с выше указанным сплавом [2, 3]. Объемные магнитные характеристики FeMB (и, в частности, FeNbB) соединений были изучены с помощью различных экспериментальных методов (см., например, [2]). Было обнаружено, что после отжига в температурной области 200-800 °C они ведут себя как материалы с двумя ферромагнитными (аморфной и нанокристаллической) фазами. Вместе с тем анализ существующих данных показал, что приповерхностные магнитные свойства и микромагнитная структура (равновесное распределение намагниченности) FeNbB материалов не изучалась.

Известно, что важную роль в формировании магнитных характеристик магнитных материалов играет их поверхность. Таким образом, исследование приповерхностных магнитных свойств вышеуказанных сплавов с целью получения совершенных магнитомягких материалов, безусловно, представляет интерес. Вообще говоря, поиск новых, перспективных для различных практических приложений материалов, непрерывно продолжается. В связи с этим нами было также выполнено комплексное исследование приповерхностной микромагнитной структуры и магнитных характеристик аморфных Со- и Fe- обогатенных сплавов сложного состава, характеризующихся различающимися, но близкими к нулю значениями магнитострикции, а также изучению влияния термической обработки на указанные выше свойства.

Кроме того, в последнее время уделяется большое внимание изучению физических свойств нанокompозитных микропроволок, состоящих из проводящей внутренней сердцевины и магнитомягкой внешней оболочки. Микронные размеры этих материалов обуславливают их широкое применение в миниатюризованных устройствах современной микроэлектроники. В частности, они применяются в качестве высокочувствительных датчиков магнитных полей, функциональные особенности которых основаны на использовании магнитолевой зависимости гигантского магнитоимпеданса (ГМИ), обнаруженного в аморфных, нанокристаллических и нанокompозитных материалах. Известно [4], что амплитуда ГМИ в тонких магнитных пленках, аморфных и нанокристаллических лентах и проволоках сильно зависит от их приповерхностной микромагнитной структуры. Анализ существующих данных показал, что приповерхностная микромагнитная структура композитных проволок практически не изучалась.

Наиболее эффективным и оперативным методом исследования приповерхностной микромагнитной структуры магнитных материалов является магнитооптический метод, основанный на использовании эффектов Керра. С помощью магнитооптических эффектов можно получить

информацию о магнитных характеристиках приповерхностного слоя, толщина которого определяется «глубиной проникновения света в среду», $t_{пр}$. Величина $t_{пр}$ определяется из соотношения: $t_{пр} = \lambda / 4\pi k$, где λ – длина волны падающего света, а k – коэффициент поглощения среды. Магнитооптические методы могут быть также использованы при наблюдении приповерхностных доменных структур и их изменений под действием различных внешних воздействий, таких как магнитное поле, растягивающие и сжимающие напряжения, нагрев за счет проходящего через образец тока. Магнитооптический метод исследования магнитных материалов является одним из немногих методов, которые можно использовать в широкой области магнитных полей и температур.

Цель работы состояла в исследовании магнитных свойств и приповерхностной микромагнитной структуры Fe- и Co-обогащенных аморфных лент и нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb микропроволок, а также в изучении влияния технологии получения и термической обработки указанных материалов на их магнитные свойства.

Научная новизна работы состоит

- в обнаружении в отожженных образцах FeNbV лент инвертированных петель гистерезиса.
- в обнаружении особенностей локальных магнитных свойств, процессов перемагничивания и приповерхностной микромагнитной структуры, Fe- и Co-обогащенных аморфных лент;
- в обнаружении особенностей локальных магнитных свойств, процессов перемагничивания и приповерхностной микромагнитной структуры нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb микропроволок;
- в обнаружении сильного влияния отжига на магнитные свойства Fe- и Co-обогащенных аморфных лент и микропроволок;
- в установлении зависимости приповерхностных магнитных свойств NiFe/Cu проволок от толщины магнитной оболочки;

Практическая значимость: результаты работы позволяют дать научно обоснованные рекомендации получения аморфных лент и

микропроволок с магнитными свойствами, требуемыми для их дальнейшего практического применения.

Основные результаты диссертации, выносимые на защиту:

1. Впервые для гетерогенных (нанокристаллических/аморфных) FeNbV сплавов обнаружены полностью и частично инвертированные приповерхностные петли гистерезиса.
2. Установлены особенности приповерхностной микромагнитной структуры и магнитных свойств Fe- и Co-обогащенных аморфных лент, а также нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb микропроволок.
3. Доказано существование в нанокompозитной NiFe/Cu микропроволоке приповерхностных круговых доменов примерно с ± 80 -градусной ориентацией намагниченности в соседних доменах относительно длины образца.
4. Найдено, что значение поля насыщения H_S увеличивается, а ширина кругового домена d уменьшается с ростом концентрации железа C_{Fe} в слое нанокompозитных NiFe/Cu микропроволок.
5. Обнаружена зависимость приповерхностных значений поля насыщения H_S от толщины пермалоевой оболочки композитных NiFe/Cu проволок.
6. Обнаружено сильное влияние отжига на магнитные свойства изучаемых Fe- и Co-обогащенных аморфных лент и микропроволок.

Достоверность полученных результатов обеспечена использованием тестированных образцов, проведением многократных измерений кривых намагничивания и петель гистерезиса при определении магнитных характеристик исследуемых материалов, контролем в процессе эксперимента шумов и наводок, углубленным рассмотрением физических явлений и процессов, определяющих магнитные свойства изучаемых образцов, и сравнением полученных результатов с известными в литературе экспериментальными и теоретическими исследованиями.

Личный вклад диссертанта состоит в модернизации магнитооптической установки, в проведении исследований магнитных свойств изучаемых материалов, в проведении анализа полученных экспериментальных результатов.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях:

- НМММ-2004, Международной конференции по новым магнитным материалам микроэлектроники, Москва, 2004;
- Joint European Magnetic Symposia, Dresden, Germany, 2004;
- MISM-2005, Московском международном симпозиуме по магнетизму, Москва, 2005;
- ISMAT-2005, 3^{ей} международной конференции по материалам для прикладных технологий, Сингапур, 2005;
- НМММ-2007, Международной конференции по новым магнитным материалам микроэлектроники, Москва, 2007;
- Международной конференции по магнетизму малых частиц, Рим, 2007;
- 18^{ой} конференции по магнитомягким материалам (Кардиф, Великобритания, 2007);
- MISM-2008, Московском международном симпозиуме по магнетизму, Москва, 2008;
- 9^{ой} международной конференции по некристаллическим твердым материалам, Порто, Португалия, 2008.

Публикации.

Основное содержание диссертации изложено в 15 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 134 страницы машинописного текста, включая 61 рисунок, 3 таблицы и список цитируемой литературы из 151 наименования.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации; сформулированы цель, новизна, научная и практическая значимость работы; 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 их получения и исследования. Приведены существующие представления о процессах перемагничивания и доменной структуре аморфных лент и микропроволок, описано влияние термических и термомагнитных обработок, а также растягивающих напряжений на их магнитные свойства. Представлены данные о влиянии микромагнитной структуры на ГМИ в аморфных материалах.

Во второй главе дано описание экспериментальных методик и установок, используемых в работе для изучения приповерхностной микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств аморфных лент и проволок, приведены характеристики изучаемых образцов, проанализированы ошибки эксперимента. Исследования приповерхностных магнитных характеристик изучаемых лент и микропроволок были выполнены на магнитооптической установке, собранной на базе микроскопа МИС-11 с помощью экваториально эффекта Керра (ЭЭК). Локальные кривые намагничивания и распределения намагниченности измерялись при сканировании светового пятна диаметром 20 мкм по поверхности изучаемых образцов. Магнитооптические измерения были выполнены для обеих (контактной и свободной) сторон изучаемых лент. Анизотропия магнитных свойств была изучена путем вращения образца вокруг нормали к его поверхности. Угол между направлением, совпадающим с длиной ленты в процессе ее изготовления, и ориентацией внешнего магнитного поля H обозначен через ϕ .

Объемные магнитные характеристики были измерены на вибрационном магнетометре. Микроструктура образцов была изучена с помощью рентгеновского дифрактометра.

В работе были исследованы следующие исходные и отожженные аморфные материалы:

1. $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_{7.5}\text{B}_{12}$ аморфные ленты.
2. Fe- и Co-обогащенные аморфные ленты.
3. Нанокompозитные NiFe/Cu и 81NMA/Nb проволоки.

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

В разделе 3.1 приведены результаты исследования магнитных свойств и приповерхностной микромагнитной структуры исходных и отожженных в атмосфере аргона в течение одного часа при температурах 400, 450, 500, 550, 600 и 650 °C $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_{7.5}\text{B}_{12}$ аморфных лент. Измерения объемных магнитных характеристик FeNbB лент свидетельствовали о том, что образцы характеризуются слабой плоскостной магнитной анизотропией (рис. 1). Было обнаружено, что объемные значения коэрцитивной силы H_C^{vol} и поля насыщения H_S^{vol} с ростом температуры отжига до 550 °C уменьшаются, но с дальнейшим ростом температуры H_C^{vol} и H_S^{vol} увеличиваются, и, например, при $T_{\text{ann}} = 650$ °C значение H_C^{vol} порядка 12 Э.

Полученные экспериментальные данные можно объяснить, принимая во внимание результаты микроструктурных исследований образцов. Анализ рентгеновских дифракционных спектров показал, что в исходном состоянии FeNbB образцы являются аморфными, а после отжига характеризуются наличием аморфной и нанокристаллической фаз, причем объем нанокристаллической фазы увеличивается от 40 до 89 % с ростом T_{ann} от 450 до 650 °C. В соответствии с моделью случайной магнитной анизотропии, обобщенной для случая двухфазных систем, увеличение объемной фракции бcc-Fe кристаллитов в отожженных образцах при $T_{\text{ann}} < 550$ °C приводит к

более эффективному межгранулярному взаимодействию, что сопровождается уменьшением H_C и H_S [5]. Кроме того, в отожженных при $T_{\text{ann}} = 450, 550$ и 650 °C образцах размер всс-Fe кристаллитов, l , был порядка 16-18, 10-12 и 20-24 нм, соответственно. Известно [5], что при $l \sim 10-12$ нм сплавы обычно характеризуется минимальными значениями H_C^{vol} и H_S^{vol} , что и наблюдалось нами. Увеличение значений H_C^{vol} и H_S^{vol} в лентах, отожженных при $T_{\text{ann}} > 550$ °C, можно объяснить практически полной кристаллизацией образца. В этом случае на процессы перемагничивания образца сильное влияние оказывают границы раздела между кристаллитами, которые являются центрами закрепления доменных границ.

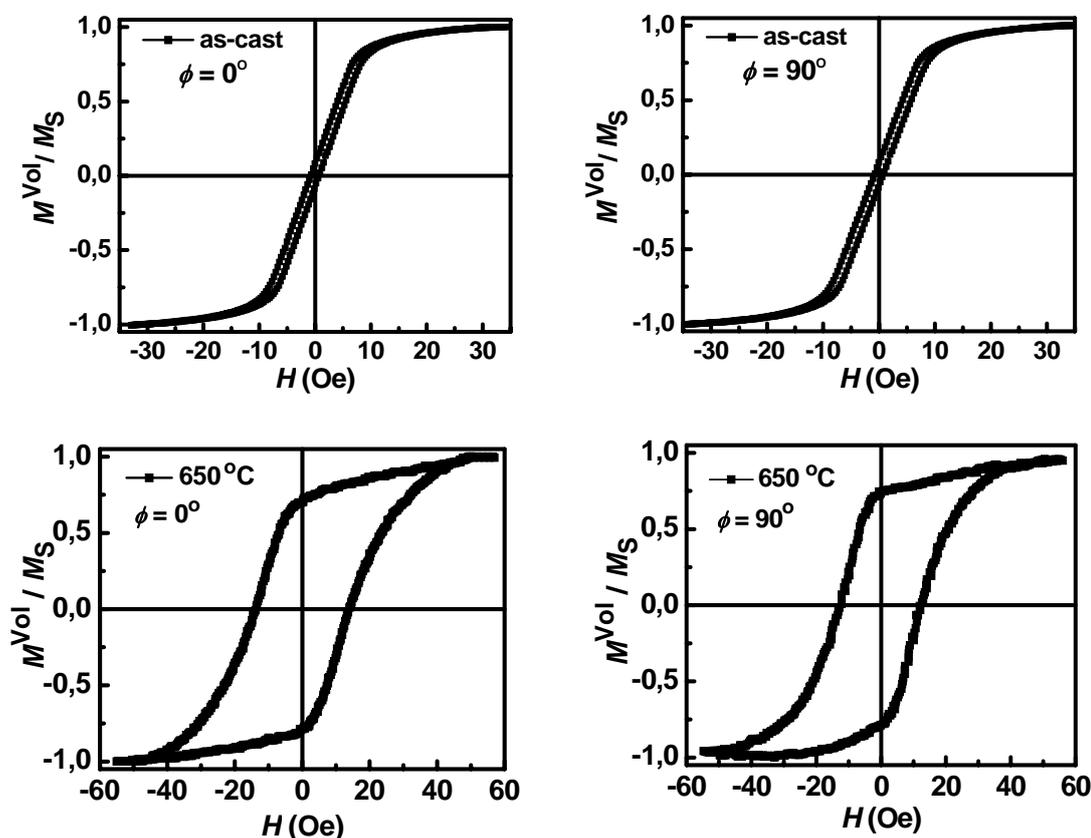


Рис. 1. Объемные петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного и отожженного при 650 °C образцов в магнитном поле, ориентированном под углом $\phi = 0$ и 90° .

Изучение приповерхностных магнитных свойств исходных и отожженных FeNbV образцов показало, что они существенно отличаются от объемных характеристик. Анализ экспериментальных данных показал, что форма петель гистерезиса, измеренных в магнитном поле, ориентированном под углом $\phi = 0$ и 90° , различается, что свидетельствует о наличии приповерхностной магнитной анизотропии в изучаемых образцах (рис. 2). Было найдено, что приповерхностные значения коэрцитивной силы H_C^{SUR} значительно больше, чем объемные. Этот факт может быть объяснен наличием микроструктурных и химических неоднородностей в приповерхностных слоях образцов, что является характерным для материалов, приготовленных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане.

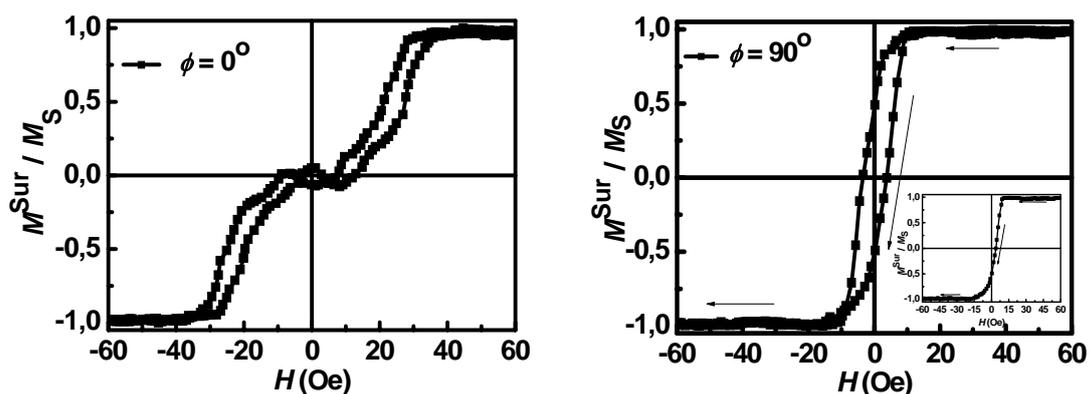


Рис. 2. Приповерхностные петли гистерезиса, наблюдаемые на свободной стороне отожженного при 500°C образца в магнитном поле, ориентированном под углом $\phi = 0$ и 90° . На вставке прямая ветвь петли гистерезиса.

Было обнаружено также, что значения H_C^{SUR} и H_S^{SUR} , измеренные на свободной и контактной сторонах изучаемых лент, различаются. Наличие различающихся остаточных напряжений, существующих на контактной и свободной сторонах ленты в процессе ее изготовления и термической обработки, являются причинами выше описанного факта. Сильное влияние на обнаруженные особенности коэрцитивной силы может оказывать также различная морфология сторон.

Наибольшего внимания заслуживает следующий экспериментальный результат. Было установлено, что в отожженных образцах при некоторых ориентациях магнитного поля прямая и обратная ветви приповерхностных петель гистерезиса меняются местами, то есть, наблюдается отрицательная остаточная намагниченность при уменьшении положительного магнитного поля до нуля (и наоборот) (см. также рис. 2). Согласно существующим представлениям [6], такие петли называются инвертированными. Чтобы понять этот экспериментальный результат, были измерены приповерхностные петли гистерезиса для различных значений ϕ . Было найдено, что форма приповерхностных петель гистерезиса сильно зависит от ориентации магнитного поля в плоскости образца. При этом существует необычное поведение остаточной намагниченности как функции угла ϕ (рис. 3).

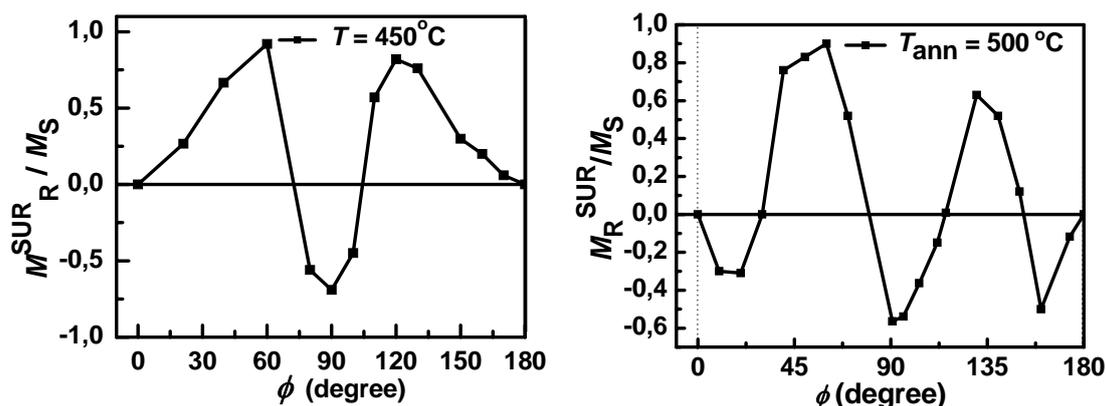


Рис. 3. Зависимости приведенной остаточной намагниченности M_R/M_S (M_S – намагниченность насыщения) от угла ϕ , полученные для свободной стороны отожженных при 450 и 500 °С образцов.

Из рисунка 3. можно видеть, что существует интервал углов ϕ , где значения M_R/M_S являются отрицательными. Именно в этой области углов ϕ наблюдаются частично или полностью инвертированные приповерхностные петли гистерезиса. Согласно существующим представлениям, отрицательное значение остаточной намагниченности при выключении положительного магнитного поля является запрещенным в однородных магнитных системах, в которых при описании их

термодинамического состояния намагниченность является параметром порядка. В теоретической работе [6] было показано, что инвертированные петли гистерезиса могут наблюдаться только для гетерогенных магнитных систем. В нашем случае отожженные образцы характеризуются наличием аморфной и нанокристаллической фаз, то есть также являются гетерогенными. Учитывая этот факт, полученные экспериментальные данные были качественно объяснены в рамках двухфазной модели с двумя неидентичными фазами, характеризующимися одноосной магнитной анизотропией и антиферромагнитным обменным взаимодействием между ними. В заключение следует отметить, что двухфазность отожженных FeNbV образцов проявляется только на магнитно-полевом поведении их приповерхностных слоев, где обычно и происходят после отжига наиболее сильные микроструктурные изменения. Объемные же магнитные характеристики образцов изменяются в соответствии с их микроструктурными особенностями, но без каких-либо заметных изменений формы петли гистерезиса.

Сильное влияние отжига было обнаружено и на локальные приповерхностные магнитные характеристики изучаемых $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_{7.5}\text{V}_{12}$ образцов. Было найдено, что для исходного образца локальные кривые намагничивания различаются, а распределения намагниченности имеют нерегулярный характер. Такое поведение локальных приповерхностных магнитных свойств характерно для исходных аморфных материалов, что обусловлено сильной дисперсией магнитной анизотропии, которая, как правило, наблюдается в материалах, полученных методом закалки расплава на быстро вращающемся барабане. С увеличением температуры отжига различие приповерхностных локальных кривых намагничивания уменьшается, а для отожженного при $T_{\text{анн}} = 650$ °C образца оно практически исчезает. Кроме того, при $\phi = 90^\circ$ в отожженных лентах наблюдаются периодические распределения намагниченности, что означает наличие в этих образцах периодической доменной структуры (рис. 4). Значение

периода d можно оценить по расстоянию между максимальными (или минимальными) значениями M^{SUR}/M_S на кривых распределения намагниченности. Было найдено, что с ростом температуры отжига вплоть до 550°C значение d увеличивается. В частности, для отожженных при 400 и 550°C образцов d приблизительно равно 500 и 750 микрон, соответственно. Обнаруженные температурные изменения d можно объяснить, если принять во внимание наблюдаемую для изучаемых образцов температурную зависимость поля насыщения. Обнаружено, что значения поля насыщения с ростом температуры отжига до 550°C уменьшаются, а при $T > 550^\circ\text{C}$ значения H_S увеличиваются. Объяснение температурной зависимости H_S было дано выше при обсуждении объемных магнитных характеристик изучаемого сплава.

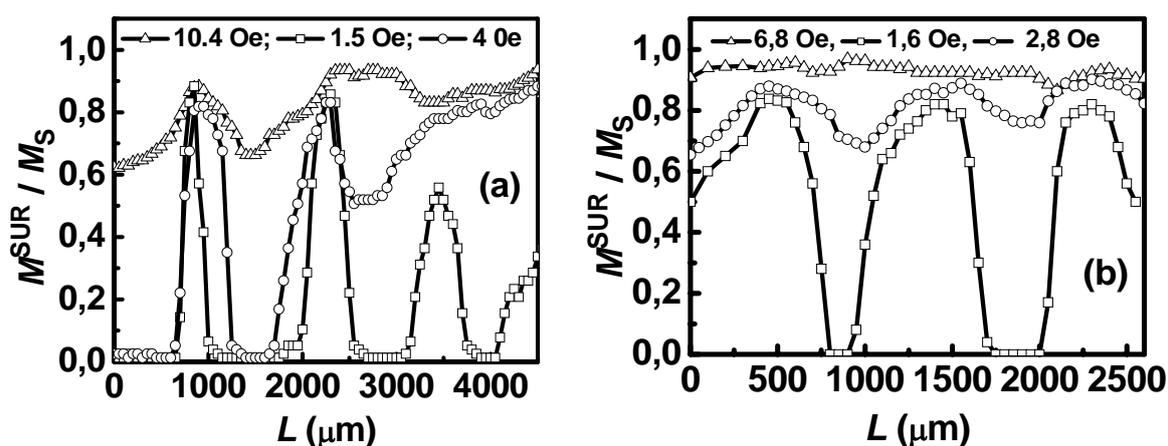


Рис. 4. Типичные распределения намагниченности, наблюдаемые в магнитном поле, ориентированном под углом $\phi = 90^\circ$, при сканировании светового пятна диаметром 20 микрон по свободной стороне отожженных при 450 (а) и 550°C (в) образцов.

Учитывая следующие известные соотношения (см. монографию Г.С. Кричича «Физика магнитных явлений»):

$$d \propto K^{-1/4} \text{ и } H_S \propto K/M_S$$

увеличение d можно объяснить уменьшением константы анизотропии K отожженных образцов.

В разделе 3.2 приведены результаты магнитооптического исследования микромагнитной структуры и магнитных характеристик аморфных лент, состав, значения индукции насыщения, B_S , и магнитострикции, λ_S , которых приведены в таблице. Особенностью этих образцов является заметное различие значений λ_S .

Таблица.

№	Состав	B_S, T	$\lambda_S, 10^{-6}$
1	$Fe_{56}Co_7Ni_7Zr_{7.5}Nb_{2.5}B_{20}$	1,2	7
2	$Fe_{52}Co_{10}Nb_8B_{30}$	1,1	7,4
3	$Co_{63}Fe_7Zr_{10}B_{20}$	0,6	2,5
4	$Co_{62}Fe_{10}Zr_8B_{20}$	0,65	4
5	$Co_{60}Fe_{10}Zr_{10}B_{20}$	0,6	5
6	$Co_{50}Fe_{20}Zr_{10}B_{20}$	0,68	7

Кривые намагничивания и петли гистерезиса были измерены при двух ориентациях внешнего магнитного поля H . В одном случае H было параллельно длине ленты L , а в другом – перпендикулярно L (обозначено как W). Анализ полученных экспериментальных данных показал следующее. Для всех образцов кривые намагничивания, измеренные в магнитных полях, приложенных вдоль направлений L и W , различаются, что свидетельствует о наличии магнитной анизотропии в изучаемых лентах. Легкая ось намагничивания совпадает с направлением L , что характерно для аморфных материалов с положительным значением λ_S . Значение полей насыщения $H_S \propto K_{эфф}$ в исследуемых лентах увеличивается с ростом λ_S , что обусловлено увеличением эффективной константы магнитной анизотропии, $K_{эфф}$, имеющей в данном случае преимущественно магнитоупругое происхождение: $K_{эфф} \propto \lambda_S \sigma$, где σ – напряжения, существующие в процессе изготовления лент. В Fe-обогащенных образцах (№1 и 2), несмотря на сильное различие состава, значение λ_S практически одинаковое, и различие полей насыщения H_S для образцов № 1 и 2 порядка 10 %. Причем H_S больше для образца №2, для которого величина λ_S больше. Значения полей

насыщения на свободных сторонах лент меньше, чем на контактных, что обусловлено различающимися остаточными напряжениями σ , возникающими вблизи контактной и сводной сторон лент в процессе их изготовления методом закалки расплава на быстровращающемся барабане, а также различающейся морфологией этих сторон.

Было найдено, что локальные кривые намагничивания для всех исходных образцов различаются, что свидетельствует о наличии в них магнитных неоднородностей (рис. 5). Размер приповерхностных магнитных неоднородностей был также оценен из распределений намагниченности. Было обнаружено, что на свободных сторонах Fe-обогащенных лент размер магнитных неоднородностей d порядка 300-500 микрон. В случае Co-обогащенных лент размер d больше для образца №4, который характеризуется меньшим значением λ_s , и соответственно меньшим значением эффективной константы магнитной анизотропии $K_{эфф}$.

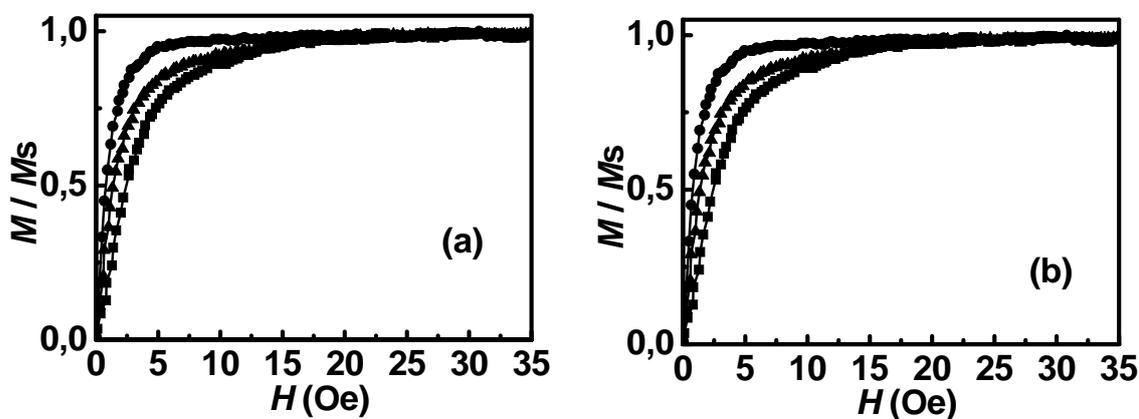


Рис. 5. Типичные приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые для свободной и контактной сторон Co-обогащенных образцов № 4 и 5 в магнитном поле, приложенном вдоль направления L : (а) и (в), соответственно.

Термическая обработка может существенно влиять на магнитные характеристики изучаемых материалов. Образцы № 3, 4 и 6, проявившие наиболее магнитомягкие свойства были отожжены в вакууме при температурах $T = 400, 550$ и 650 °С. Измерения приповерхностных кривых

намагничивания позволили получить температурную зависимость поля насыщения, наблюдаемую для контактных и свободных сторон изучаемых образцов (рис. 6).

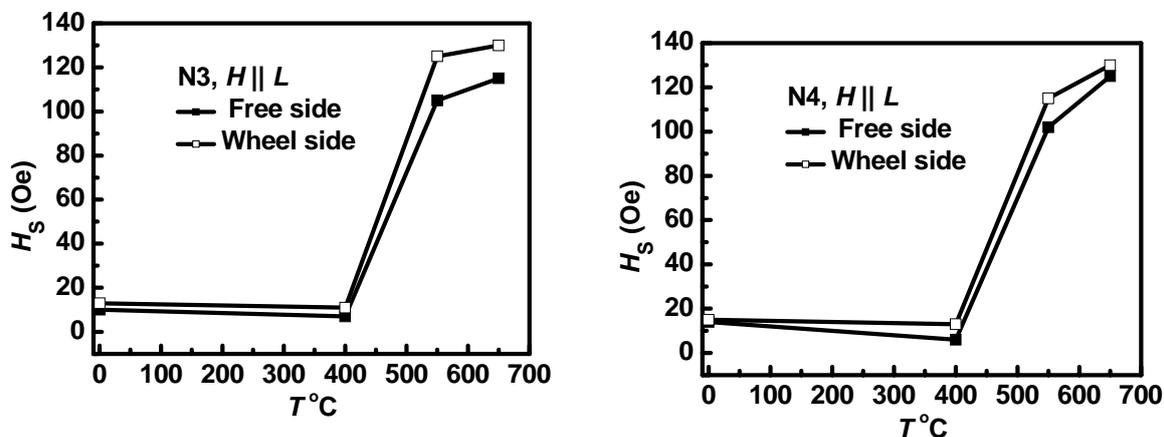


Рис. 6. Зависимости поля насыщения от температуры отжига, наблюдаемые для свободных и контактных сторон Co-обогащенных образцов № 3 и 4 при намагничивании их вдоль направления L .

Анализ полученных данных показал следующее. После отжига образцов №3 и 4 при $T = 400, 550$ и 650 °C однородность их локальных магнитных свойств повышается. При этом температурный режим по-разному влияет на величину поля насыщения H_s . В частности, после отжига образцов № 3 и 4 при $T = 400$ °C значения H_s на свободных сторонах лент в поле, параллельном направлению L , соответственно равны 7 и 6 Э, что примерно в полтора и два раза меньше, чем H_s исходных образцов. Вместе с тем, отжиг этих образцов при $T = 550$ и 650 °C сопровождается резким увеличением H_s . Как видно из приведенных выше данных, в этом случае $H_s > 100$ Э. Другое поведение магнитных свойств был обнаружено для образца № 6. Оказалось, что поле насыщения образца, отожженного даже при $T = 400$ °C, увеличивается примерно в четыре раза (65 Э вместо 19 Э). Отжиг при $T = 550$ и 650 °C приводит к дальнейшему (почти на порядок) росту значений поля насыщения H_s . Полученные данные можно объяснить микроструктурными особенностями изучаемых лент. Рентгеноструктурные

исследования образцов показали, что их микроструктура с ростом температуры отжига существенно изменяется. Было найдено, что для лент № 3 и 4 температура $T \sim 430$ °С соответствует начальной стадии изотермической кристаллизации образцов. Вследствие этого исходные и отожженные при $T = 400$ °С образцы остаются аморфными. Улучшение магнитных свойств отожженных при $T = 400$ °С образцов по сравнению с исходным можно объяснить изменением наведенной эффективной константы магнитной анизотропии, величина которой зависит от λ_S и остаточных напряжений σ , возникающих в процессе приготовления ленты методом закалки из расплава. Известно [7], что термическая обработка аморфных лент приводит к уменьшению остаточного напряжения σ . В результате величина эффективной константы наведенной магнитной анизотропии ($K_{\text{эфф}} \propto \lambda_S \sigma$) уменьшается, что приводит к уменьшению поля насыщения H_S ($H_S \propto K_{\text{эфф}}$). Дальнейшее увеличение температуры отжига сопровождается началом процессов кристаллизации, что приводит к увеличению значений поля насыщения H_S .

Результаты измерений распределений намагниченности для отожженных образцов № 3, 4 и 6 подтверждали изложенные выше данные. Размер магнитных неоднородностей в лентах № 3 и 4, отожженных при $T = 400$ °С, увеличивался, что в соответствии с выше изложенными данными, обусловлено уменьшением поля насыщения и соответственно уменьшением $K_{\text{эфф}}$. Отжиг образцов №3 и 4 при $T = 650$ °С сопровождался завершением процессов кристаллизации и, как следствие этого, повышением однородности магнитных характеристик.

В целом результаты проведенных исследований показали, что благодаря термической обработке аморфных лент возможен переход из магнитомягкого состояния в магнито жесткое без изменения их состава.

В разделе 3.3 приведены результаты исследования приповерхностной микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств NiFe/Cu и 81NMA/Nb микропроволок. Локальные кривые намагничивания и распределения компонент намагниченности (как параллельной, $M_{||}$, так и

перпендикулярной, M_{\perp} , приложенному магнитному полю) были измерены с помощью экваториального эффекта Керра путем сканирования светового пятна диаметром 1 микрон вдоль длины образца L , равной 15 мм. Измерения распределений намагниченности были выполнены в центральной части изучаемых микропроволок, чтобы исключить влияние краевых эффектов, в частности, вариаций локального размагничивающего фактора.

Было найдено, что для первой серии NiFe/Cu микропроволок, полученных путем электролитического осаждения, при $H < H_S$ (H_S – поле насыщения) наблюдается линейная зависимость намагниченности от величины приложенного поля (рис. 7).

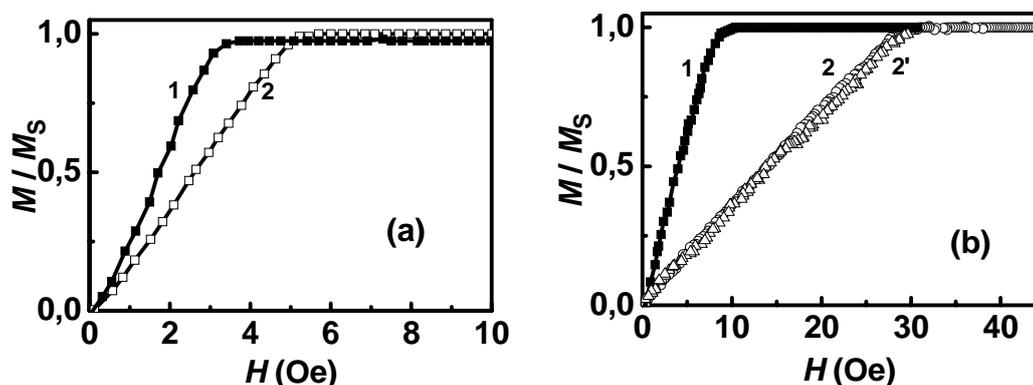


Рис. 7. Локальные приповерхностные кривые намагничивания, наблюдаемые для центральных (1) и краевых (2) микроучастков композитных NiFe/Cu проволок с содержанием железа C_{Fe} в слое NiFe, равном 20.5 и 23.3 %: (a) и (b), соответственно.

Согласно существующим представлениям [8] этот экспериментальный факт свидетельствует о том, что основным механизмом перемагничивания микропроволок является вращение локальных векторов намагниченности. Из рисунка 7 видно, что кривые намагничивания центральных и краевых микроучастков образцов различаются, что обусловлено влиянием локального размагничивающего фактора на поведение различных микроучастков проволоки в магнитном поле. Кроме того, было найдено, что значения H_S зависят от содержания железа, C_{Fe} , в слое NiFe (рис. 8).

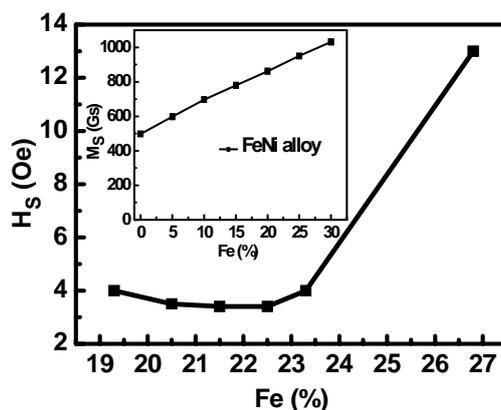


Рис. 8. Зависимость локальных значений поля насыщения от содержания железа в слое NiFe, наблюдаемая для центральных микроучастков композитных NiFe/Cu проволок. На вставке приведена зависимость намагниченности насыщения сплава NiFe от процентного содержания железа C_{Fe} .

В частности, значительное увеличение H_s наблюдается при $C_{Fe} = 26.8\%$. Известно [9], что с увеличением C_{Fe} от 19 до 27% значение намагниченности насыщения M_s в NiFe сплавах линейно возрастает от 845 до 976 Гс (см. вставку на рис. 8). Таким образом, поле насыщения, рассчитанное из соотношения $H_s \propto K/M_s$ (K – константа магнитной анизотропии) должно уменьшаться с увеличением C_{Fe} , то есть описанный выше экспериментальный факт не может быть объяснен изменением значения M_s с ростом C_{Fe} . Найденная экспериментально зависимость $H_s(C_{Fe})$ может быть объяснена микроструктурными особенностями образцов. Данные, полученные с помощью рентгеновского дифрактометра и трансмиссионного электронного микроскопа, свидетельствовали о том, что NiFe слои изучаемых композитных проволок имеют нанокристаллическую структуру с размером гранул D порядка 12-18 нм, причем значение D увеличивается с ростом C_{Fe} . Найденные значения D значительно меньше длины ферромагнитного взаимодействия, которая для пермаллоя приблизительно равна 270 нм. Следовательно, в данном случае применима модель случайной магнитной анизотропии [5]. В соответствии с этой моделью $K_{эфф}$ и, соответственно, H_s нанокристаллического материала увеличиваются с ростом D , что и наблюдалось нами.

Наибольшего внимания заслуживают результаты измерений распределений намагниченности вдоль длины образцов L . (рис. 9).

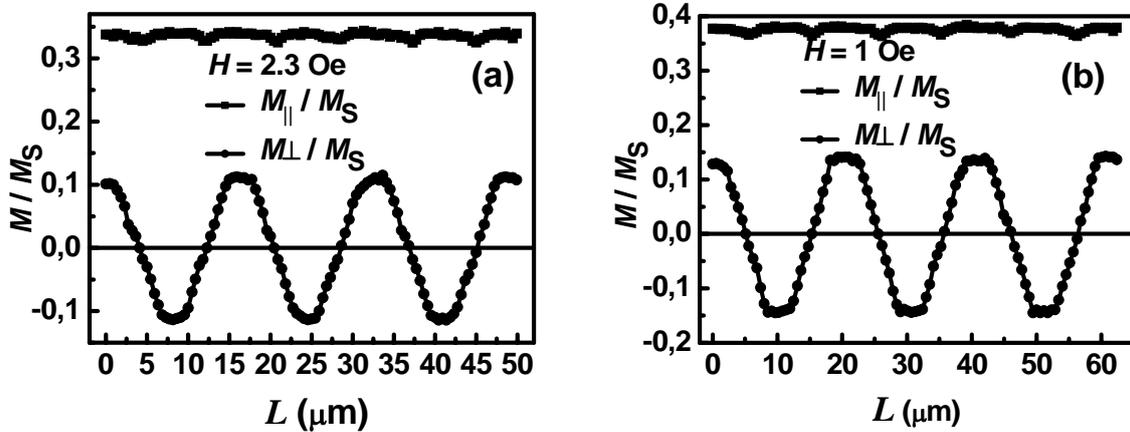


Рис. 9. Типичные распределения $M_{\parallel}(L)/M_S$ и $M_{\perp}(L)/M_S$, наблюдаемые для микропроволок с $C_{Fe} = 26.8$ и 19.3 %: (a) и (b), соответственно.

Из рисунка 9 видно, что компонента намагниченности M_{\parallel} имеет один и тот же знак, а зависимость $M_{\perp}(L)$ имеет осциллирующий знакопеременный характер. Анализ формы магнитооптических сигналов с учетом различных механизмов перемагничивания образца показал, что знакопеременное поведение зависимости $M_{\perp}(L)$ возможно только в том случае, когда локальный вектор намагниченности M_S на различных микроучастках образца направлен под углом $\pm\theta$ относительно его длины L , а перемагничивание этих микроучастков осуществляется за счет вращения локальных векторов M_S . Таким образом, полученные нами данные свидетельствуют о том, что в приповерхностной области микропроволок существуют круговые домены, и намагниченность в соседних доменах направлена под углом $\pm\theta$ относительно L . Дополнительные исследования показали, что абсолютное значение θ порядка 80° . Было также найдено, что значение θ увеличивается с ростом C_{Fe} , то есть с увеличением эффективной константы магнитной анизотропии. Очевидно, что расстояние между нулевыми значениями на знакопеременных кривых рисунка 9 соответствуют ширине, d , круговых доменов. Из полученных зависимостей $M_{\perp}(L)/M_S$ найдено, что значение d уменьшается с увеличением C_{Fe} . В

частности, для проволок с $C_{Fe} = 19.3$ и 26.8 %, значение d равно 10 и 8 микрон, соответственно. Здесь также, принимая во внимание соотношение $d \propto K^{-1/4}$, уменьшение d можно объяснить обратно-пропорциональной зависимостью d от эффективной константы магнитной анизотропии, которая, как показано выше, увеличивается с ростом C_{Fe} .

Далее приведены результаты магнитооптического исследования второй серии микропроволок, полученных прессованием стержней, состоящих из немагнитной (Cu, Nb) сердцевины, помещенной в магнитную (NiFe, 81NMA) трубку. Было найдено, что, как и в предыдущем случае, значения H_S для краевых микроучастков микропроволок примерно в 2-4 раза больше, чем центральных. Рост локальных размагничивающих факторов для краевых участков по сравнению с центральными обуславливает это различие. Для этой серии композитных микропроволок были также измерены распределения намагниченности вдоль их длины L . Было найдено, что и в этом случае при $H < H_S$ локальные приповерхностные компоненты намагниченности, параллельные приложенному магнитному полю, $M_{||}$, имеют один знак, а перпендикулярные к полю, M_{\perp} , имеют знакопеременное, осцилляционное поведение (рис. 10).

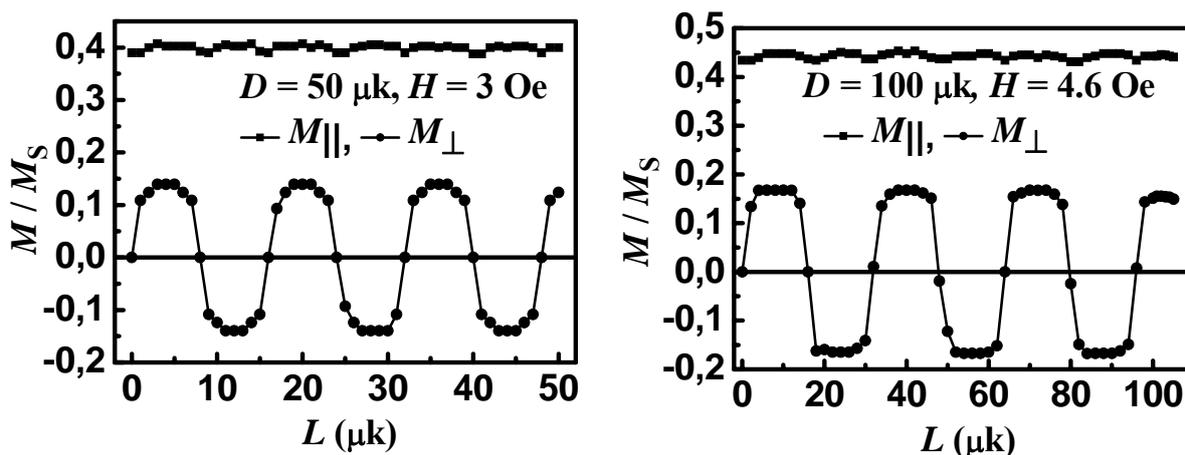


Рис. 10. Типичные распределения намагниченности параллельной $M_{||}$ и перпендикулярной M_{\perp} приложенному магнитному полю, наблюдаемые для NiFe/Cu микропроволок.

Наблюдаемые распределения намагниченности свидетельствовали о том, что в приповерхностной области NiFe/Cu и 81NMA/Nb микропроволок также существуют круговые домены.

Куски NiFe/Cu микропроволок были отожжены при температуре $T = 780$ °С в течение 2 часов, а 81NMA/Nb микропроволок – при температуре $T = 750$ °С в течение 1 и 3 часов при давлении $P = 10^{-5}$ Торр. Было найдено, что термическая обработка сопровождается существенным изменением приповерхностных значений поля насыщения. В частности, H_S в отожженных проволоках увеличивается в 1.5-2 раза по сравнению с исходными образцами.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ.

1. Установлено, что $Fe_{80.5}Nb_{7.5}B_{12}$ аморфные ленты имеют практически изотропные объемные магнитные характеристики, в то время как их приповерхностные магнитные свойства являются анизотропными.
2. Обнаружено, что термическая обработка $Fe_{80.5}Nb_{7.5}B_{12}$ лент существенно влияет на их магнитные характеристики. Установлено, что с ростом температуры отжига до 550 °С значения поля насыщения H_S уменьшаются, а при $T_{ann} > 550$ °С они увеличиваются. Найденные температурные зависимости поля насыщения образцов были объяснены их микроструктурными изменениями с ростом температуры отжига. В частности, появление в отожженных при температуре $T_{ann} \leq 550$ °С образцах нанокристаллической фракции, объем которой увеличивается с ростом T_{ann} , обуславливает уменьшение H_S , а полная кристаллизация образца при $T_{ann} > 600$ °С приводит к существенному увеличению H_S . Наилучшие магнитомягкие свойства были обнаружены для образца, отожженного при температуре 550 °С.

3. Впервые обнаружено, что в отожженных $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_{7.5}\text{V}_{12}$ образцах прямая и обратная ветви приповерхностных петель гистерезиса меняются местами, то есть наблюдаются инвертированные петли гистерезиса. Полученные экспериментальные данные были качественно объяснены в рамках двухфазной модели с двумя неидентичными фазами, характеризующимися одноосной магнитной анизотропией и антиферромагнитным обменным взаимодействием между ними.
4. Установлено, что изучаемые Fe- и Co-обогащенные аморфные ленты с различающимися положительными значениями магнитострикции λ_S характеризуются наличием плоскостной магнитной анизотропии с ориентацией оси легкого намагничивания параллельно длине ленты, причем экспериментально найденные значения полей насыщения $H_S \propto K_{\text{эфф}}$ образцов зависят от величины λ_S . Причиной этого является магнитоупругое происхождение магнитной анизотропии в аморфных материалах, эффективная константа которой определяется соотношением $K_{\text{эфф}} \propto \lambda_S \sigma$, где λ_S – магнитострикция, а σ – напряжения, существующие в процессе изготовления лент
5. Обнаружено, что в исходных образцах Fe- и Co-обогащенных аморфных лент локальные приповерхностные кривые намагничивания различаются, а распределения намагниченности имеют нерегулярный характер, что было объяснено дисперсией приповерхностной магнитной анизотропии, которая обычно наблюдается в материалах, полученных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане.
6. Найдено, что значения полей насыщения и коэрцитивной силы на свободных сторонах изучаемых лент меньше, чем на контактных. Этот факт был объяснен различающимися остаточными напряжениями, возникающими вблизи контактной и сводной сторон лент в процессе их изготовления, а также различающейся морфологией этих сторон.
7. Установлено, что термическая обработка изучаемых аморфных лент существенно влияет на их магнитные характеристики. В частности, термическая обработка повышает однородность приповерхностных

магнитных свойств, при этом значения полей насыщения зависят от температуры отжига. В целом было установлено, что в результате термической обработки аморфных сплавов возможен переход из магнитомягкого состояния в магнито жесткое без изменения их состава. Очевидно, что этот экспериментальный факт может быть использован при применении указанных сплавов в практических приложениях.

8. Обнаружено, что в приповерхностной области нанокompозитных NiFe/Cu микропроволок, полученных путем электролитического осаждения NiFe на медные проволоки, существуют круговые домены с ± 80 -градусной ориентацией намагниченности в соседних доменах относительно длины образца. При этом основным механизмом перемагничивания выше указанных микропроволок является вращение локальных векторов намагниченности.
9. Найдено, что значение поля насыщения H_S увеличивается, а ширина круговых доменов d уменьшается с ростом концентрации железа, C_{Fe} , в магнитном NiFe слое нанокompозитных микропроволок. Найденные зависимости $H_S(C_{Fe})$ и $d(C_{Fe})$ объяснены микроструктурными изменениями микропроволок с изменением C_{Fe} .
10. Обнаружено, что с ростом толщины магнитной оболочки в нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb проволоках, приготовленных прессованием стержней, состоящих из Cu (Nb) сердцевин, помещенной в NiFe (81NMA) трубку, приповерхностные значения H_S увеличиваются.
11. Установлено, что при $H < H_S$ локальные приповерхностные компоненты намагниченности в нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb проволоках, параллельные приложенному магнитному полю, $M_{||}$, имеют один знак, а перпендикулярные к H (как M_{\perp} , так и M_n), имеют знакопеременное, осцилляционное поведение.
12. Обнаружено, что термическая обработка нанокompозитных NiFe/Cu и 81NMA/Nb проволок сопровождается существенным изменением приповерхностных значений поля насыщения H_S .

Основные результаты диссертации опубликованы в работах:

1. Е.Е. Шалыгина, И. Скорванек, П. Свек, В.В. Молоканов, В.А. Мельников // Инвертированные приповерхностные петли гистерезиса в гетерогенных (нанокристаллических/аморфных) $\text{Fe}_{81}\text{Nb}_7\text{B}_{12}$ сплавах // Письма в ЖТФ, 30, в. 14 (2004) с. 37-41.
2. Е.Е. Шалыгина, И. Скорванек, П. Свек, В.А. Мельников, Н.М. Абросимова // Инвертированные приповерхностные петли гистерезиса в гетерогенных (нанокристаллических/аморфных) $\text{Fe}_{81}\text{Nb}_7\text{B}_{12}$ сплавах // ЖЭТФ, 126, N3 (2004) 625-633.
3. Е.Е. Шалыгина, В.В. Молоканов, В.А. Мельников, Н.М. Абросимова // Особенности магнитных свойств гетерогенных (нанокристаллических/аморфных) $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_{7.5}\text{B}_{12}$ сплавов // Труды докладов конференции «Новые магнитные материалы микроэлектроники-XIX», Москва, 2004, с. 877-879.
4. Е.Е. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, N.M. Abrosimova // Inverted Near-surface Hysteresis Loops in Annealed $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ Ribbons // J. Magn. Magn. Mater. 290-291 (2005) Part 2, 1438-1441.
5. Е.Е. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.N. Shalygin // Abnormal near-surface of heterogeneous (amorphous/nanocrystalline) FeNbB ribbons // Thin Solid Films, 5, Issues 1-2 (2006) 161-164.
6. Е.Е. Shalygina, G.V. Maximova, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.N. Shalygin, V.V. Molokanov // Magnetic field behavior of heterogeneous magnetic materials // J. Magn. Magn. Mater. 321 (2009) 865-867.
7. Е.Е. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, N.M. Abrosimova // Inverted near-surface hysteresis loops in annealed $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ ribbons // Book of Abstracts of the Joint European Magnetic Symposia, (Dresden, Germany), September 05-10, 2004, p.115.
8. Е.Е. Shalyguina, V.V. Molokanov, A.M. Saletskii, M.A. Komarova, V.A. Melnikov // Inverted Near-surface Hysteresis Loops in Heterogeneous

- (Amorphous/Nanocrystalline) $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ Ribbons // Book of Abstracts of The European Magnetic Sensors and Actuators Conference (EMSA), TP-12, Cardiff, United Kingdom, 4- 7 July, 2004.
9. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.N. Shalygin // Abnormal near-surface magnetic properties of heterogeneous (amorphous/nanocrystalline) $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ ribbons // 3rd International conference on Materials for Advanced Technologies, ICMAT-2005, 3-8 July, Singapore, Abstracts of Symposium D. Magnetic Nanomaterials and Devices, p. 12.
 10. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.M. Abrosimova // Peculiarities of magnetic properties of annealed $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ ribbons // Book of abstracts of Moscow International Symposium on Magnetism, MISM2005, June, Moscow, Russia, p. 263.
 11. Е.Е. Шалыгина, А.Ф. Прокошин, А.Н. Шалыгин, В.А. Мельников // Магнитооптическое исследование приповерхностной микромагнитной структуры и локальных магнитных свойств исходных и отожженных NiFe/Cu микропроводов //Сборник трудов конференции XX международной конференции школы-семинара, Москва (2006) с.841-843.
 12. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, L.V. Kozlovskii // Peculiarities of near-surface magnetic properties of nanocrystalline magnetic materials // Booklet of abstracts of International conference on fine particle magnetism, Rome, Oct. 9-12, 2007, p.183.
 13. E.E. Shalyguina, A.F. Prokoshin, A.N. Shalygin, V.A. Melnikov // Magneto-optical investigation of local magnetic properties and micromagnetic structure of 81NMA/Nb as-cast and annealed microwires // Book of abstracts of 18th Soft magnetic materials conference, September 2-5, 2007, Cardiff, United Kingdom, p.23.
 14. E.E. Shalyguina, V.V. Molokanov, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.N. Shalygin // Peculiarities of near-surface magnetic properties of heterogeneous nanocrystalline magnetic materials // Book of Abstracts of

Ninth International Workshop on Non-Crystalline Solids, Porto, 27-30 April 2008, p. 70.

15. E.E. Shalygina, G.V. Maximova, M.A. Komarova, V.A. Melnikov, A.N. Shalygin, V.V. Molokanov // Magnetic field behavior of heterogeneous magnetic materials // Book of Abstracts of MISM-08, Moscow, 2008, p. 723-724.

ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi, New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure, J. Appl. Phys. 64 (1988) 6044.
2. K. Suzuki, A. Makino, A. Inoue, T. Masumoto, Low core losses of nanocrystalline Fe-M-B (M=Zr, Hf or Nb) alloys, J. Appl. Phys. 74 (1993) 3316.
3. A. Makino, T. Hatanai, A. Inoue, T. Masumoto, Nanocrystalline soft magnetic Fe-M-B (M = Zr, Hf, Nb) alloys and their applications, Mater. Sci. Eng. A 226-229 (1997) 594-602.
4. L.V. Panina, K. Mohri, Effect of magnetic structure on giant magneto-impedance in Co-rich amorphous alloys, J. Magn. Magn. Mater. **157/158** (1996) 137-140.
5. G. Herzer, Nanocrystalline soft magnetic materials, J. Magn. Magn. Mater. 157/158 (1996) 133-136.
6. A.S. Arrot, in Nanomagnetism, edited by A. Hernando (Kluwer, Dordrecht, 1993).
7. D. Atkinson, P.T. Squire, M.R.J. Gibbs, S. Atalay, D.G. Lord, The effect of annealing and crystallization on the magnetoelastic properties of Fe-Si-B amorphous wire, J. Appl. Phys. 73 (1993) 3411-3417. J. Magn. Magn. Mater. 53 (1986) 323.
8. Г.С. Кринчик, Физика магнитных явлений, Изд. МГУ, 1985, с. 336.
9. R.M. Bozorth, Ferromagnetism, D. Van Nostrand Comp., Inc., Toronto, New York,-London, 1951, p. 157.