

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М. В. ЛОМОНОСОВА»

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

**«Магнитные и магнитооптические свойства аморфных лент
на основе кобальта»**

Выполнила студентка

419 группы

Самченко Серафима Викторовна

Научный руководитель:

д.ф.-м.н., профессор

Шалыгина Елена Евгеньевна

Допущена к защите

«2» июня 2023 года.

Зав. Кафедрой магнетизма

проф. Перов Н. С.

Москва

2023

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	2
Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	5
1.1 Аморфные магнитные материалы и их свойства	5
Структура аморфных материалов	6
Магнитные свойства аморфных материалов.....	7
1.2 Аморфные магнитные ленты.....	9
Магнитная анизотропия в аморфных лентах	10
1.3 Классификация магнитооптических эффектов.....	12
Глава 2. ИЗУЧАЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА	15
2.1 Изучаемые образцы	15
2.2 Методики измерения.....	17
2.2.1 Атомно-силовой микроскоп.....	17
2.2.2 Магнитометр с вибрирующим образцом	18
2.2.3 Магнитооптический Керр-микроскоп	21
Глава 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ	25
3.1 Результаты структурных измерений.....	25
3.2 Результаты объемных магнитных измерений	25
3.3 Результаты поверхностных магнитооптических измерений	31
Основные результаты.....	34
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	35

ВВЕДЕНИЕ

Аморфные магнитные материалы были впервые открыты в 1960 году. Однако интерес к теоретическим и экспериментальным исследованиям этих материалов не ослабевает до сих пор. Это объясняется их уникальными структурными, магнитными и физическими характеристиками, благодаря которым они находят широкое практическое применение в различных областях науки и техники при сравнительно низкой цене изготовления. На сегодняшний день актуальной остается задача понимания механизмов формирования свойств и изучения факторов определяющих формирование доменной структуры и механизмов перемагничивания аморфных материалов.

Аморфные магнитные ленты заслуживают особого внимания с точки зрения практического применения. Они используются при изготовлении устройств электромагнитного экранирования; высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления и деформации. Кроме того, эти материалы используются для создания сердечников электромагнитных устройств, в частности трансформаторов, и являются основным элементом идентификационных меток противокражных систем с акустомагнитной и электромагнитной технологиями.

Физические свойства аморфных материалов зависят от их структурного состояния, метода изготовления и обработки, геометрических параметров образцов. Кроме того, дополнительное улучшение магнитных характеристик аморфных сплавов происходит в результате формирования аморфно-нанокристаллического состояния на начальной стадии кристаллизации. Изменение состава сплава в процессе изготовления позволяет изменять его физические свойства: температуру Кюри, удельное сопротивление, пластичность материала, намагниченность насыщения и др.

Объектом данного исследования стали аморфные ленты из прецизионного магнитномягкого сплава 84КХСР. Сплав 84КХСР является сплавом на кобальтовой основе, который включает в себя бор, кремний, никель, хром, железо, углерод и барий. Кремний, входящий в состав данного сплава, повышает температуру кристаллизации и улучшает стабильность магнитных свойств. При этом наиболее высокая магнитная проницаемость достигается при определенном соотношении кремния и бора. Ленты из данного сплава используются в устройствах электромагнитного экранирования в широкой полосе частот от 0 Гц до 1 МГц.

Целью данной работы является экспериментальное исследование и сопоставление магнитных и магнитооптических свойств Со-обогащенных аморфных лент; исследование влияния химической обработки на характеристики аморфных лент.

Для достижения поставленной цели были решены следующие **задачи**:

1. Структурные исследования аморфных лент до и после химической обработки.
2. Изучение магнитных и магнитооптических свойств аморфных лент сплава 84КХСР разных размеров и обработки.
3. Анализ анизотропии изучаемых образцов во внешнем магнитном поле.
4. Сравнение магнитных и магнитооптических характеристик рассматриваемых образцов.

Научная новизна работы состоит в том, что проведены магнитные и магнитооптические измерения представленной серии аморфных лент, изготовленных из сплава 84КХСР, впервые представлено влияние химической обработки на их свойства.

Личный вклад автора

На основе прочитанных статей и книг автором был написан литературный обзор о структурных, физических и магнитных свойствах аморфных магнитных лент, подтверждающий возможность их широкого практического применения в различных прикладных областях. Автором был проведён анализ МСМ-изображений, а также были получены результаты на вибрационном магнитометре и на магнитооптической установке «Керр-микроскоп», приведенные в работе.

Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Аморфные магнитные материалы и их свойства

Аморфные магнитные материалы (АММ) представляют собой магнетики, характеризующиеся наличием ферромагнитного порядка и аморфной атомной структуры в ограниченном интервале температур. Особенности магнитного состояния АММ определяются отсутствием дальнего и наличием ближнего порядка в расположении атомов. Аналогичная структура материала характерна для жидкостей, но в них происходит непрерывный обмен между соседними частицами, который затрудняется при увеличении их вязкости. Поэтому аморфное состояние можно рассматривать как переохлажденную жидкость с большей вязкостью. Следствием такой структуры являются необычные магнитные, механические, электрические свойства, а также коррозионная стойкость. В работе будут исследованы уникальные свойства аморфных материалов.

Для аморфных материалов характерно не только отсутствие кристаллической анизотропии, но и заметное количество дефектов в кристаллической структуре (так называемый свободный объем). Перестройка структуры аморфного материала происходит медленно и в определенном интервале температур, определяемом разницей между температурой кристаллизации и температурой стеклования:

$$\Delta T = T_{кр} - T_{ст} \quad (1)$$

Для изготовления аморфных материалов используют различные методы, в основе которых лежит быстрый переход компонентов сплава из жидкого или газообразного состояния в твердое. При этом затвердевание происходит настолько быстро, что атомы оказываются замороженными в тех положениях, которые они занимали, находясь в жидком состоянии.

Остановимся на основных методах получения аморфных материалов:

1. Затвердевание жидкого металла (методы закалки из жидкого состояния);

2. Осаждение металла из газовой фазы (вакуумное напыление, распыление, химические реакции в газообразной среде);

3. Введение дефектов в металлический кристалл (облучение частицами поверхности кристалла, воздействие ударной волной).

Наиболее распространенный метод получения АММ – метод закалки из расплава, при котором расплав вещества охлаждается до температуры стеклования $T_{ст}$. Скорость охлаждения должна быть такой, чтобы материал не успевал кристаллизоваться. Для чистых металлов она достигает 10^8 град/сек, для специальных сплавов – $10^4 - 10^5$ град/сек.

Структура аморфных материалов

В 60-х годах XX века проводились эксперименты по быстрому охлаждению металлических расплавов. Это привело к появлению первых аморфных материалов. Первым сообщенным металлическим стеклом был сплав ($Au_{75}Si_{25}$), полученный W. Klement (Jr.), R. H. Willens and Pol Dunez в 1960 году [1]. Было обнаружено, что в некоторых случаях кристаллическая решетка в металле отсутствует, а расположение атомов соответствует аморфному состоянию. Структура аморфных сплавов подобна структуре замороженной жидкости и характеризуется отсутствием дальнего порядка в расположении атомов. Из-за этого аморфные материалы прочнее и более устойчивы к коррозии.

Для получения таких свойств стеклообразующие сплавы должны быстро охлаждаться, чтобы избежать кристаллизации. Для этого толщина материала должна быть минимальной, чтобы он мог быстро отдать тепло для достижения необходимой скорости охлаждения. Таким образом, аморфные материалы целесообразно было изготавливать только в ограниченном количестве форм (как правило, ленты, фольги или провода).

В случае сплавов с кристаллической структурой возникают сложности, связанные с антагонизмом свойств компонентов на этапе кристаллизации. В аморфных же сплавах все компоненты соединяются.

При сверхбыстром охлаждении сплав затвердевает, прежде чем начинается взаимодействие между компонентами-антагонистами. Это свойство открывает возможности поиска оптимальных комбинаций компонентов сплавов для получения необходимых свойств. На рис. 1 показаны аморфная (а) и кристаллическая (б) структуры [2].

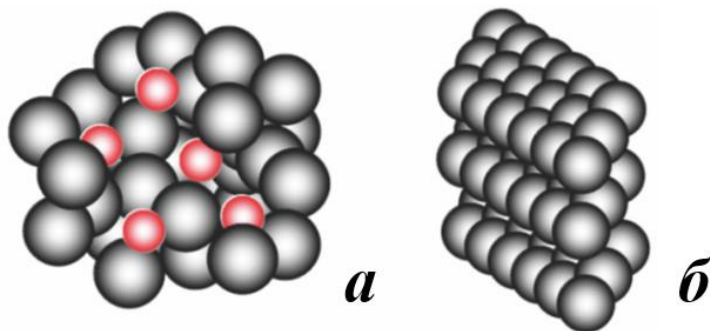


Рис. 1 а) аморфная, б) кристаллическая структуры

Магнитные свойства аморфных материалов

Наибольший интерес при изучении аморфных магнитных материалов заслуживают их магнитные свойства. Основными магнитными характеристиками аморфного сплава являются коэрцитивная сила, намагниченность насыщения и остаточная намагниченность. Коэрцитивная сила H_C – это размагничивающее поле, которые необходимо приложить для того, чтобы намагниченность образца стала равной нулю. Материал является магнитномягким при $H_C < 800$ А/м; магнитножестким при $H_C > 800$ А/м.

Магнитные свойства магнитномягких материалов зависят от их структурного состояния, особенности доменной структуры, степени стабилизации доменных границ [3]. Ферромагнетизм аморфных сплавов обуславливается наличием в сплаве одного из ферромагнитных элементов (Fe, Ni, Co). Эти элементы представляют собой переходные металлы с незаполненной 3d-оболочкой. Электроны этой оболочки являются носителями локальных магнитных моментов. Спонтанная намагниченность объясняется существованием обменного взаимодействия

между локальными магнитными моментами. При удалении локальных магнитных моментов друг от друга взаимодействие уменьшается, сплав становится парамагнитным.

Заслуживающей внимания магнитной характеристикой изучаемых образцов является температура Кюри, обуславливающая температурную область практического применения. Вследствие закономерностей ферромагнитного состояния высокая магнитная проницаемость и высокая температура Кюри несовместимы. Наибольшей магнитной проницаемостью обладают аморфные сплавы на основе кобальта, имеющие температуру Кюри ниже 200 °С.

Как правило, магнитномягкие аморфные сплавы на 70-80% состоят из одного или нескольких ферромагнитных металлов (Fe, Ni, Co) и на оставшиеся 20-30% из металлоидов (бор, кремний, углерод и др.). Например, бор и кремний, входящие в состав аморфных магнитных сплавов, не дают кристаллизоваться материалу. Кроме того, введение хрома позволяет улучшить коррозионные свойства сплава, молибдена – частотные свойства, а добавление тантала и ванадия позволяет изменять стабильность магнитных характеристик материала.

Изменение состава сплава в процессе изготовления позволяет изменять его физические свойства: температуру Кюри, удельное сопротивление, пластичность материала, намагниченность насыщения и др.

Магнитномягкие аморфные материалы обладают следующими основными свойствами [4]:

1. Малое значение коэрцитивной силы $H_C < 100 \text{ A/м}$;
2. Высокое значение индукции насыщения $B_S \sim 2 \text{ T}$;
3. Высокое удельное сопротивление ρ ;
4. Высокое значение магнитной проницаемости $\mu \sim 10^6$;
5. Низкое значение магнитострикции насыщения λ_S ;

б. Широкий интервал существования переохлажденной жидкости перед кристаллизацией ΔT .

Исследования АММ важны для углубления понимания механизмов формирования свойств аморфных материалов и изучения факторов, определяющих формирование доменной структуры и механизмов перемангничивания аморфных материалов. Установлено, что вследствие улучшенных магнитных свойств аморфные изделия являются перспективными материалами для изготовления сердечников трансформаторов [5]. Необычное сочетание их магнитных и механических свойств может быть использовано в практических применениях, в частности, в магнитных головках записывающих устройствах и различных датчиках.

1.2 Аморфные магнитные ленты

С точки зрения практического применения особого внимания заслуживают аморфные магнитные материалы, изготовленные в виде лент или тонких пленок. Например, Со-обогащенные аморфные ленты используются при изготовлении высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления и деформации, сердечников. Устройства с магнитопроводами из аморфных материалов более энергоэффективны, чем устройства с традиционными магнитопроводами из электротехнических сталей [6, 7].

Как правило, в промышленном производстве аморфные ленты изготавливаются охлаждением струи жидкого металла на поверхностях вращающихся барабанов или прокаткой расплава между холодными валками, изготовленными из материалов с высокой теплопроводностью. Материалы, полученные методом быстрой закалки из расплава, чувствительны к воздействию внешнего механического напряжения. Например, при помощи растягивающего механического напряжения ленту любого аморфного сплава можно довести до состояния, подобного магнитному насыщению, а после снятия нагрузки первоначальное

магнитное состояние восстанавливается. В работе [8] рассматривается вопрос о влиянии растягивающего механического напряжения на процесс намагничивания аморфных ферромагнитных сплавов.

Аморфные ленты на основе кобальта и железа обладают ферромагнитными свойствами. Дополнительное улучшение магнитных характеристик сплавов на основе Co и Fe реализуется путем формирования аморфно-нанокристаллического состояния на начальной стадии кристаллизации [9]. При исследовании температурной зависимости спонтанной намагниченности аморфных материалов было установлено, что низкотемпературные изменения намагниченности могут быть описаны в спин-волновом приближении ($M \sim T^{3/2}$) [10]. При высоких температурах на изменение намагниченности влияют дисперсия локальной анизотропии и обменные взаимодействия [11, 12].

Магнитная анизотропия в аморфных лентах

Анизотропия – это физическое явление, заключающееся в том, что физические свойства тела отличаются по различным направлениям. Известно, что энергия ферромагнитных образцов зависит от ориентации вектора намагниченности в пространстве относительно кристаллографических осей кристалла. Направления, при намагничивании вдоль которых затраты энергии минимальны, называются **осями легкого намагничивания** (ОЛН). Ось, вдоль которой затраты на намагничивание максимальны, называется **осью трудного намагничивания** (ОТН). Физическая природа возникновения магнитокристаллической анизотропии обуславливается наличием анизотропных взаимодействий в кристалле. Основными из них являются магнитное дипольное взаимодействие и квантовое спин-орбитальное взаимодействие.

Аморфные ленты можно рассматривать как образцы, обладающие двумерной геометрией, то есть малым отношением толщины к её линейным размерам. При такой геометрической форме энергетически выгодным для образца становится состояние, при котором векторы

намагниченности лежат в плоскости образца. В этом случае говорят, что лента обладает **плоскостной магнитной анизотропией**. Благодаря этому свойству для намагничивания образца необходимо приложить поле, значение которого меньше, чем для случая, когда пленка намагничивается параллельно нормали к её плоскости. Таким образом, специфика геометрических размеров приводит к образованию **анизотропии формы**.

Вклад в магнитную анизотропию вносит **поверхностная анизотропия**, обусловленная отличием атомного окружения приповерхностных атомов от объемных. Первым этот вид анизотропии изучал Неель. Он количественно оценил энергию поверхностной анизотропии для случая простых граней кубических кристаллов и получил соотношение для плотности энергии поверхностной анизотропии:

$$\sigma = K_s \cos^2 \theta \quad (2)$$

где θ – угол между вектором спонтанной намагниченности и нормалью к поверхности. Неель предсказал, что поверхностная магнитная анизотропия будет проявляться в малых ферромагнитных частицах, размер которых порядка 100 ангстрем [13].

Если в процессе изготовления приложить к образцу магнитное поле, то в нем может возникнуть **одноосная магнитная анизотропия**, при которой энергетически выгоднее становится ориентация вектора намагниченности вдоль ОЛН. Благодаря приложенному к образцу в процессе его получения внешнему магнитному полю пары ближайших атомов ориентируются вдоль направления этого поля. Это определяет ориентацию вектора намагниченности [14].

Основными причинами существования магнитной анизотропии аморфных материалов, то есть зависимости магнитных свойств материала от направления намагниченности, являются [15]:

1. Магнитоупругая энергия, возникающая благодаря магнитострикции при наличии внутренних механических напряжений.

2. Магнитное диполь-дипольное взаимодействие, с которым связаны анизотропия формы образца, анизотропия формы внутренних однородностей и анизотропия расположения атомов.

3. Спин-орбитальное взаимодействие, приводящее к одноионной анизотропии и анизотропии обменного взаимодействия.

1.3 Классификация магнитооптических эффектов

Намагниченный ферромагнетик так же, как и слабомагнитное вещество, помещенное во внешнее магнитное поле, может обнаруживать свойства двойного магнитного лучепреломления света или вращения плоскости поляризации. Это приводит к появлению различных магнитооптических эффектов на проходящем и отраженном свете.

Исследование магнитооптических явлений в образцах позволяет получить информацию о природе магнетизма. Магнитооптические методы используются для исследования объемных и тонкопленочных систем. В случае объемных образцов магнитооптические методы позволяют изучить приповерхностные магнитные свойства, а в случае тонких и ультратонких образцов методы магнитооптики позволяют исследовать магнитные характеристики всего объема.

Магнитооптические эффекты классифицируются по методу их наблюдения. В частности, существуют эффекты, наблюдаемые как в отраженном, так и в проходящем свете [16].

Эффекты, наблюдаемые в проходящем свете

Эффект Фарадея. Эффект обусловлен круговым двулучепреломлением, то есть различием показателей право- и левополяризованного по кругу света, что вызывает поворот плоскости поляризации и появление эллиптичности линейно поляризованного света.

Эффект Фохта. Эффект обусловлен линейным двулучепреломлением света, то есть различием комплексных показателей преломления для линейно поляризованного света.

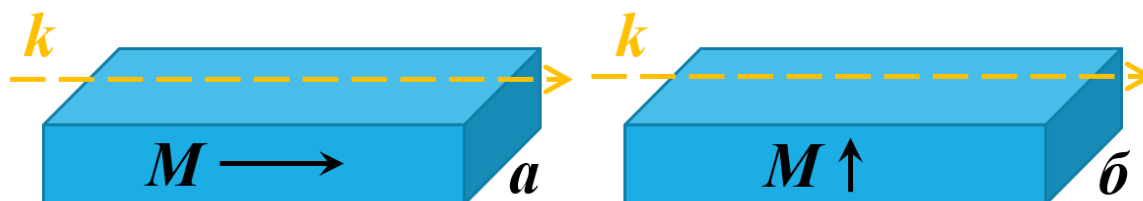


Рис. 2 Магнитооптические эффекты: Фарадея (а) и Фохта (б)

Эффекты, наблюдаемые на отраженном от поверхности образца свете

На отраженном от поверхности образца свете наблюдают эффект Керра. Выделяют несколько видов этого эффекта в зависимости от направления намагниченности в образце.

Полярный и меридиональный эффекты Керра проявляются во вращении плоскости поляризации и превращении линейно поляризованной волны в эллиптическую.

Экваториальный эффект Керра состоит в изменении интенсивности и сдвиге фаз линейно поляризованного света, отраженного от намагниченного образца.

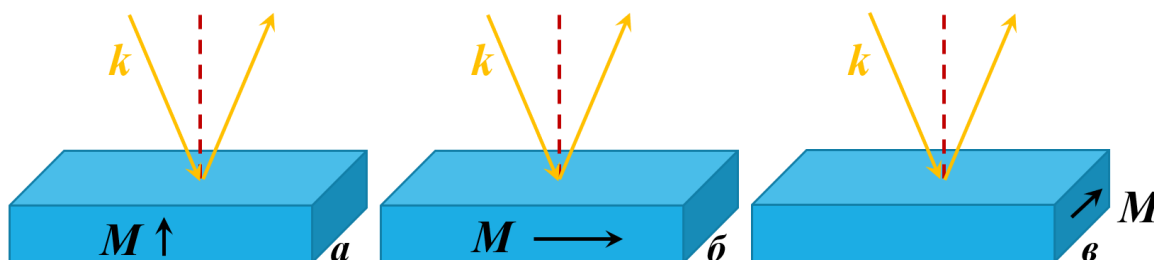


Рис. 3 Магнитооптический эффект Керра: а) полярный; б) меридиональный; в) экваториальный

Кроме того, магнитооптические эффекты классифицируют по характеру распространения света относительно вектора намагниченности.

Продольные эффекты – это эффекты, в которых вектор намагниченности лежит в плоскости падения света. Такими эффектами являются полярный и меридиональный эффекты Керра, эффект Фарадея.

Поперечные эффекты – это эффекты, в которых вектор намагниченности лежит в плоскости, перпендикулярной плоскости падения света. К этим эффектам относятся экваториальный эффект Керра и эффект Фохта.

Все магнитооптические эффекты в ферромагнитных материалах являются следствием двойного лучепреломления света в намагниченных образцах. Магнитооптические эффекты можно использовать для измерения кривых намагничивания и петель гистерезиса, изучения доменов и доменных и электронных структур и пр.

Глава 2. ИЗУЧАЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1 Изучаемые образцы

В настоящей работе были исследованы аморфные ленты из прецизионного магнитномягкого сплава 84КХСР. Сплав 84КХСР является сплавом на кобальтовой основе, который включает в себя бор, кремний, никель, хром, железо, углерод, барий. Добавка в сплав кремния, который наряду с бором, является аморфизирующим элементом, повышает температуру кристаллизации сплава и улучшает стабильность магнитных свойств. При этом наиболее высокая магнитная проницаемость достигается при определенном соотношении кремния и бора [17]. Состав сплава 84КХСР представлен в таблице 1:

Таблица 1. Процентный состав сплава 84КХСР

Элемент	Co	B	Si	C	Mn	Fe	Cr
Процентное содержание	82%	2,25-	6,85-	0,2%	0,2%	4,55-	3,85-
		2,4%	7,1%			4,9%	4,2%

Аморфные сплавы на основе кобальта имеют большое практическое применение как магнитномягкие материалы. Например, для электромагнитного экранирования в широком диапазоне частот от 0 Гц до 1 МГц применяются ленты из рассматриваемого сплава 84КХСР. Однако магнитные свойства этих сплавов могут резко ухудшиться при их нагреве за счет как кристаллизации, так и релаксационных процессов, которые приводят к изменению ближнего порядка в аморфной фазе [18].

Для выплавки сплава 84КХСР и лигатуры для него используются шихтовые материалы на основе кобальта, кремния и хрома. Плавление шихт производится в вакуумной печи. Плавка в вакуумных индукционных печах позволяет получать сплавы с малым содержанием газов, неметаллических включений и примесей цветных металлов, а также

легировать сплав любыми элементами, в том числе обладающими высоким сродством к кислороду, без потерь на окисление [19].

Выплавка сплава производится в три этапа:

1. Выплавка лигатуры кобальт-бор.
2. Выплавка сплава 84КХСР.
3. Возможная дошихтовка при непопадании в заданный химический состав.

Образцы данного состава имеют малую коэрцитивную силу и высокую магнитную проницаемость. Физические свойства изучаемого сплава представлены в таблице 2:

Таблица 2. Физические свойства сплава 84КХСР

Температура Кюри, °С	250
Температура начала кристаллизации, °С	530
Плотность, г/см ³	7,7
Константа магнитострикции, ppm	0,1
Индукция насыщения, Тл	0,6
Удельное электрическое сопротивление, мкОм*м	1,25

В работе были исследованы 6 образцов, линейные размеры и массы которых представлены в таблице 3:

Таблица 3. Изучаемые образцы

№	Тип обработки	масса, г	толщина, мм	ширина, мм	длина, мм
1	Исходный	0,00055	0,06	1,0	1,9
2	Исходный	0,00058	0,05	0,85	3,34
3	Исходный	0,01576	0,04	5,73	13,4
4	Исходный	0,02387	0,06	6,13	14,87
5	Исходный	0,00961	0,04	4,08	12,05
6	Обработанный	0,00968	0,03	4,11	11,31

Как указано в таблице, один из образцов подвергался химической обработке – травлению в кислоте. Данная процедура проводилась с целью

снятия поверхностных напряжений после прокатки образца. Такое воздействие приводит к уменьшению толщины образца и, как следствию, увеличению хрупкости. Применимость данной методики рассматривается в дальнейшем.

2.2 Методики измерения

В работе изучались поверхностные, объемные магнитные и магнитооптические характеристики образцов, а также их доменная структура. Исследования поверхностей изучаемых образцов проводились методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver» (NT-MDT, РФ, г. Зеленоград). Объемные характеристики измерялись с помощью магнитометра с вибрирующим образцом (вибрационный магнитометр) «Lake Shore» VSM 7407, а поверхностные магнитооптические свойства исследовались с помощью магнитооптического Керр-микроскопа (Evico magnetics).

2.2.1 Атомно-силовой микроскоп

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретен в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйтом и Кристофером Гербером [20]. В основе метода лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой консоль с острым зондом на конце. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью.

Исследования поверхности изучаемых образцов были проведены методом атомно-силовой микроскопии с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver» (NT-MDT, РФ, г. Зеленоград) (рис. 4). Образцы исследовались в полуконтактной моде при комнатной температуре с использованием стандартных кремниевых

кантилеверов NSG03 с резонансными частотами от 47 до 150 кГц, радиусом закругления кончика иглы 10 нм, силовой константой 0,35- 6,1 Н/м. Образцы сканировались в областях размерами 12x12 мкм, 30x30 мкм и 70x70 мкм. Обработка MCM-изображений проводилась с использованием программного обеспечения NOVA.

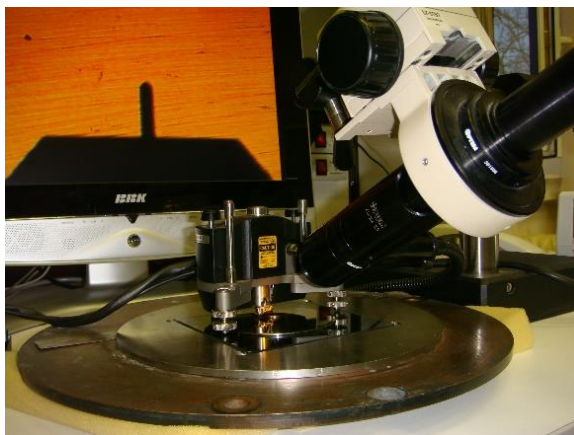


Рис. 4 Вид сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver».

Для защиты головок сканирующего зондового микроскопа применяются системы подавления внешних вибраций, которые представляют собой электромеханические системы с отрицательной обратной связью, которая обеспечивает стабильное положение виброизолирующей платформы в пространстве (рис. 5) [21].

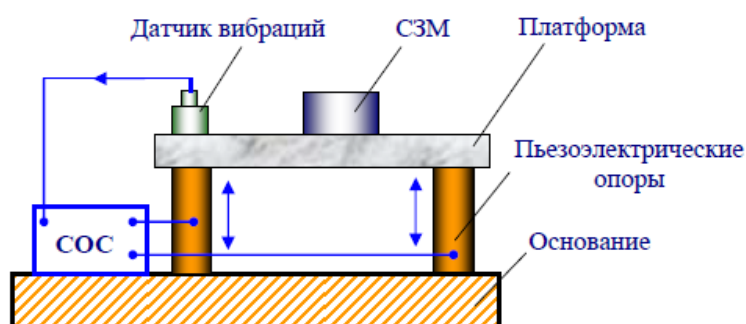
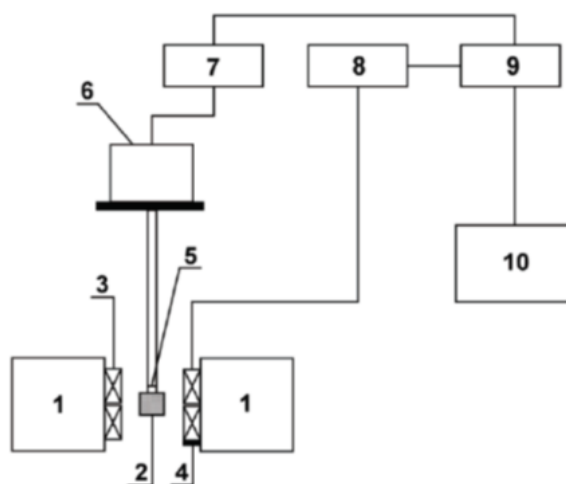


Рис. 5 Схема активной виброизолирующей системы

2.2.2 Магнитометр с вибрирующим образцом

Основными магнитными характеристиками аморфных материалов являются намагниченность насыщения M_S , поле насыщения H_S и

коэрцитивная сила H_c . Вибрационный магнитометр позволяет определять все эти характеристики для различных образцов.



- | | |
|---------------------|---------------------------------------|
| 1. Электромагнит | 7. Генератор низкочастотных колебаний |
| 2. Образец | 8. Усилитель |
| 3. Приемные катушки | 9. Синхронный детектор |
| 4. Датчик Холла | 10. Персональный компьютер |
| 5. Термопара | |
| 6. Вибратор | |

Рис. 6 Блок-схема вибрационного магнитометра

Исследования на вибрационном магнитометре, как правило, проводятся в однородных магнитных полях, создаваемых электромагнитом или соленоидом. Блок-схема вибрационного магнитометра представлена на рис. 6 [22]. Образец, закрепленный на штоке, совершает гармонические колебания, создаваемые вибратором, на который подается напряжение от генератора низкочастотных колебаний. Переменный сигнал, амплитуда которого пропорциональна магнитному моменту исследуемого образца, усиливается селективным усилителем, величина амплитуды определяется с помощью синхронного детектора. Полученный сигнал оцифровывается и передается на компьютер. Для измерения величины магнитного поля используется датчик Холла. В случае проведения измерений в широком диапазоне температур подключается термопара.

Принцип работы вибрационного магнитометра основан на законе электромагнитной индукции. Если исследуемый образец, характеризующийся магнитным моментом M , совершает гармонические колебания с частотой ω и амплитудой A , то он представляет собой магнитный диполь, создающий в окружающем пространстве переменный магнитный поток в приемных катушках. Приемная система катушек имеет N витков и характеризуется геометрическим фактором $G(r)$, где геометрический фактор – это пространственная функция распределения, зависящая от числа витков в катушках и их расположения. Тогда по величине ЭДС в приёмных катушках (E) можно вычислить величину магнитного момента образца:

$$E = \frac{1}{2} MG(r)NA\omega \cos(\omega t) \quad (3)$$

Основные параметры вибрационного магнитометра:

1. Максимальная величина магнитного поля при комнатной температуре – 23 кЭ;
2. Максимальная величина магнитного поля в диапазоне температур от гелия до 1000 °С – 16 кЭ;
3. Максимальная чувствительность – $1-2 \cdot 10^{-7}$ Гс*см³;
4. Дискретность изменения величины магнитного поля – 0,1 Э;
5. Точность изменения величины магнитного поля – 0,1 Э.

На вибрационном магнитометре проводились 2 серии измерений магнитного момента при различных ориентациях образцов. Будем называть конфигурацией №1 вертикальное положение образца относительно наблюдателя (рис. 7), а конфигурацией №2 – горизонтальное положение относительно наблюдателя (рис. 8).

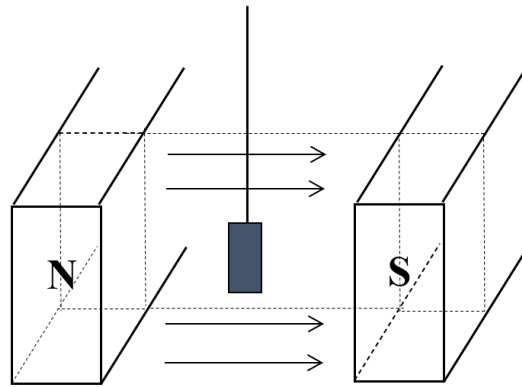


Рис. 7 Конфигурация №1 – вертикальное положение относительно наблюдателя. Измерения в этой конфигурации проводились для образцов №2–6. В данной конфигурации каждый образец измерялся в 2 положениях: плоскость по полю и перпендикулярно полю (поворот 90°). Измерения в данном положении необходимы для учета влияния связи образцов с полюсами электромагнита, что важно в случае большемерных образцов.

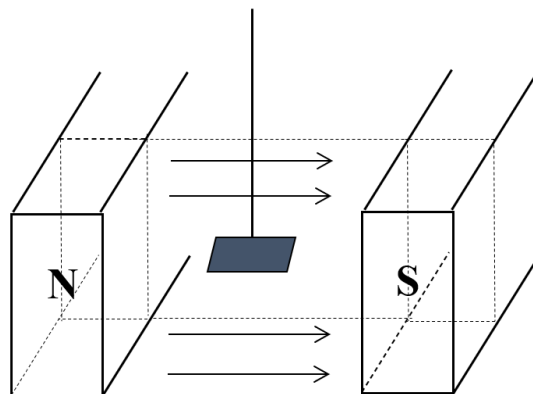


Рис. 8 Конфигурация №2 – горизонтальное положение относительно наблюдателя. Измерения в этой конфигурации проводились для образцов №1, 5, 6. Образец вращается относительно направления внешнего магнитного поля на 180 ° с шагом 15°. Положение на рисунке соответствует углу 0°.

2.2.3 Магнитооптический Керр-микроскоп

Важную роль в формировании магнитных характеристик магнитных материалов играет их поверхность. Наиболее эффективным методом

исследования приповерхностной микромагнитной структуры магнитных материалов является магнитооптический метод, основанный на эффектах Керра. Магнитооптические методы используются при наблюдении приповерхностных доменных структур и их изменений под различными внешними воздействиями.

Исследование магнитооптических характеристик образцов и наблюдения доменной структуры изучаемых образцов производилось с помощью магнитооптической установки Evico magnetics «Керр-микроскоп-магнетометр» (рис. 9) [21].

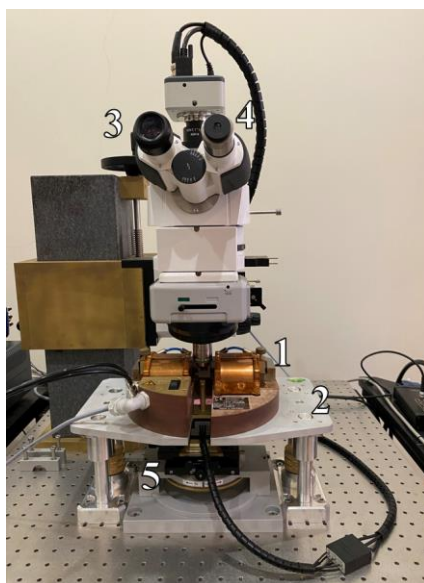


Рис. 9 Магнитооптическая установка «Керр-микроскоп-магнетометр»

1. Электромагнит
2. Держатель магнита
3. Оптический микроскоп с высоким разрешением
4. Камера
5. Поворотный столик

Магнитооптический Керр-микроскоп позволяет проводить измерения петель гистерезиса и одновременно регистрировать изменения компоненты намагниченности, M , под действием внешнего магнитного поля, то есть визуализировать изменения доменной структуры в процессе перемагничивания образцов.

Основные технические характеристики установки [23]:

1. Линейные области наблюдения: 0,1–5,0 мм;

2. Размер области наблюдения дополнительного обзорного поляризационного микроскопа: 8,0–30,0 мм;
3. Источник света: 8 высокостабильных диодов, длина волны 450 нм;
4. Цифровая фотокамера с разрешением 1344×1024 пкс.

В данной работе измерения на магнитооптическом Керр-микроскопе были выполнены при комнатной температуре. Использовалась геометрия меридионального эффекта Керра (**рис. 3 (б)**). Измерения проводились в малых (до 50 Э) и больших полях (400 Э).

Обработка изображений, получаемых на магнитооптической установке, производится программой KerrLab, предоставляемой изготовителями оборудования.

Для визуализации доменной структуры в процессе перемагничивания образца используется техника разностного изображения, которая заключается в вычитании фонового изображения однородно намагниченного образца (полученное в постоянном или переменном магнитном поле) из исходного «живого» изображения, содержащего информацию о доменной структуре. Процедура показана на рис. 10:

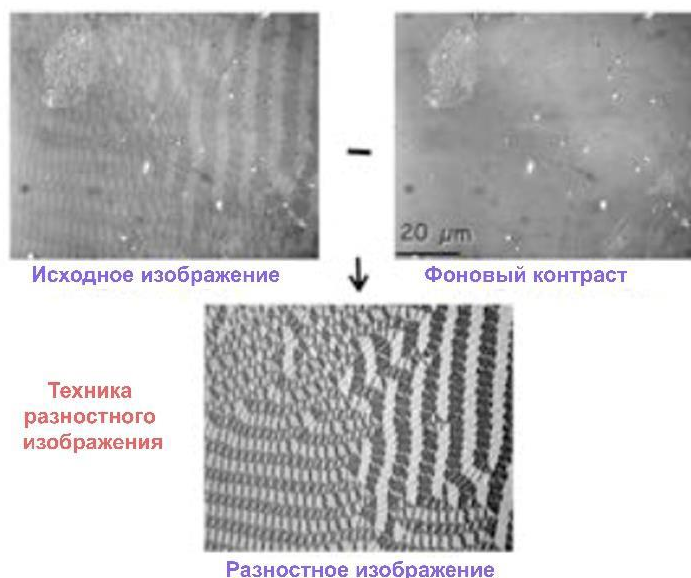


Рис. 10 Техника разностного изображения

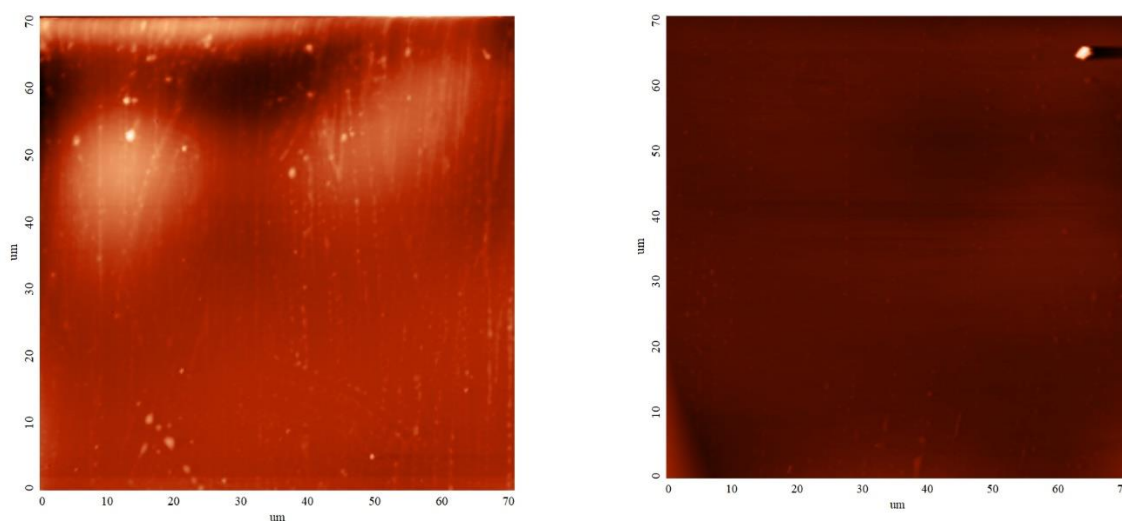
В случае аморфных лент разностные изображения могут содержать топографические контрасты, так как поверхность ленты ребристая, то

общая разность интенсивности отраженного света при насыщении в противоположных ориентациях магнитного поля кажется неоднородной. Для устранения этой проблемы выбирались наиболее ровные участки образца, а также проводились дополнительные измерения в различных областях.

Глава 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ

3.1 Результаты структурных измерений

Морфология поверхности изучаемых образцов была исследована с помощью атомного силового микроскопа (АСМ) с использованием программы Nova при сканировании поверхности образцов и обработке результатов измерений. Изучалась морфология закалочной стороны ленты. Для измерений были выбраны образцы №5 (исходный) и №6 (обработанный). На рис. 11 представлены результаты этих измерений.



а) образец №5 (исходный)

б) образец №6 (обработанный)

Рис. 11 АСМ изображение поверхностей изучаемых образцов

Результаты исследований показали, что обработанный образец является более гладким, чем исходный. Средняя шероховатость исходного образца составляет около 30 нм, а обработанного – 15 нм. Таким образом, можно отметить, что в результате химической обработки образец становится более гладким. Это было объяснено растворением выступающих участков.

3.2 Результаты объемных магнитных измерений

На вибрационном магнитометре были проведены магнитные измерения объемных свойств образцов. На рис. 12 и 13 приведены

результаты измерений, полученные при вертикальной ориентации плоскости образца (конфигурация №1).

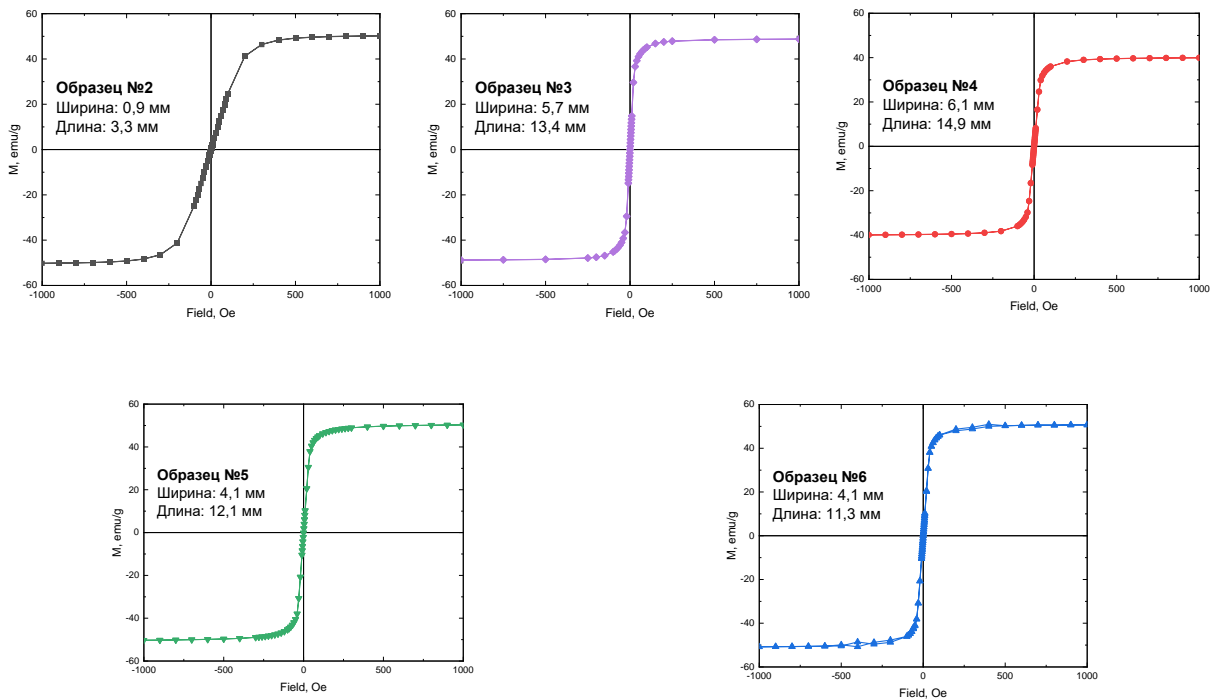


Рис. 12 Магнитополевые зависимости для образцов №2 – №6. Поле в плоскости образца (конфигурация №1).

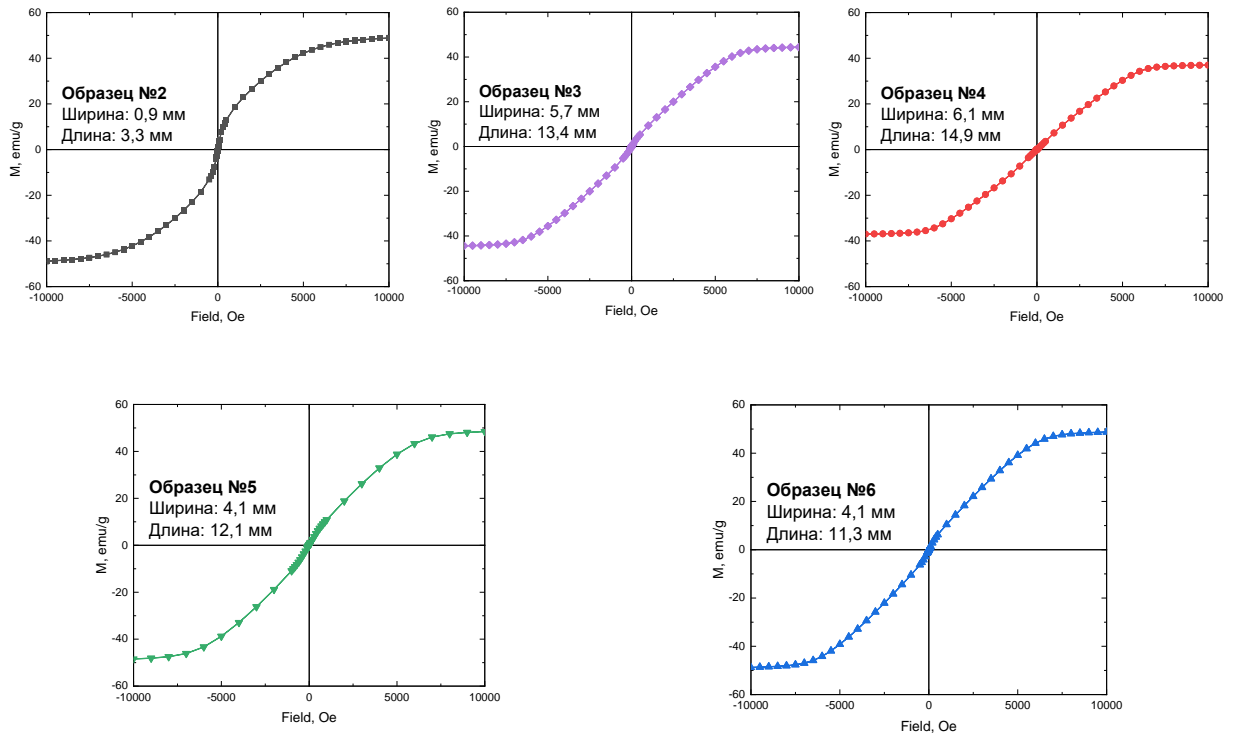


Рис. 13 Магнитополевые зависимости для образцов №2 – №6. Поле перпендикулярно плоскости образца (конфигурация №1).

Таблица 4. Зависимость коэрцитивной силы и намагниченности насыщения для различных положений образцов

Поле в плоскости образца					
<i>Образец</i>	<i>№2</i>	<i>№3</i>	<i>№4</i>	<i>№5</i>	<i>№6</i>
H_c, Oe	0,99	0,01	0,01	0,01	0,03
M_{MAX}, emu/g	50,2	48,8	39,9	50,3	50,8
Поле перпендикулярно плоскости образца					
<i>Образец</i>	<i>№2</i>	<i>№3</i>	<i>№4</i>	<i>№5</i>	<i>№6</i>
H_c, Oe	0,36	0,12	0,03	0,20	0,11
M_{MAX}, emu/g	48,86	44,42	36,98	48,45	48,75

Для изучения магнитной анизотропии были выбраны образцы №1, 5 и 6. Первый образец обладает малыми размерами, что позволяет минимизировать вклад анизотропии формы. Образцы №5 и №6 выбраны для определения влияния поверхностных напряжений на магнитную анизотропию. Они имеют одинаковые размеры, вместе с тем образец №6 химически обработан.

Магнитополевые зависимости были сняты при разных положениях образца относительно направления внешнего магнитного поля. На рис. 14 представлены магнитополевые зависимости рассматриваемых образцов для разных положений образца относительно внешнего магнитного поля (от $\alpha=0^\circ$ до $\alpha=180^\circ$ с шагом 30°).

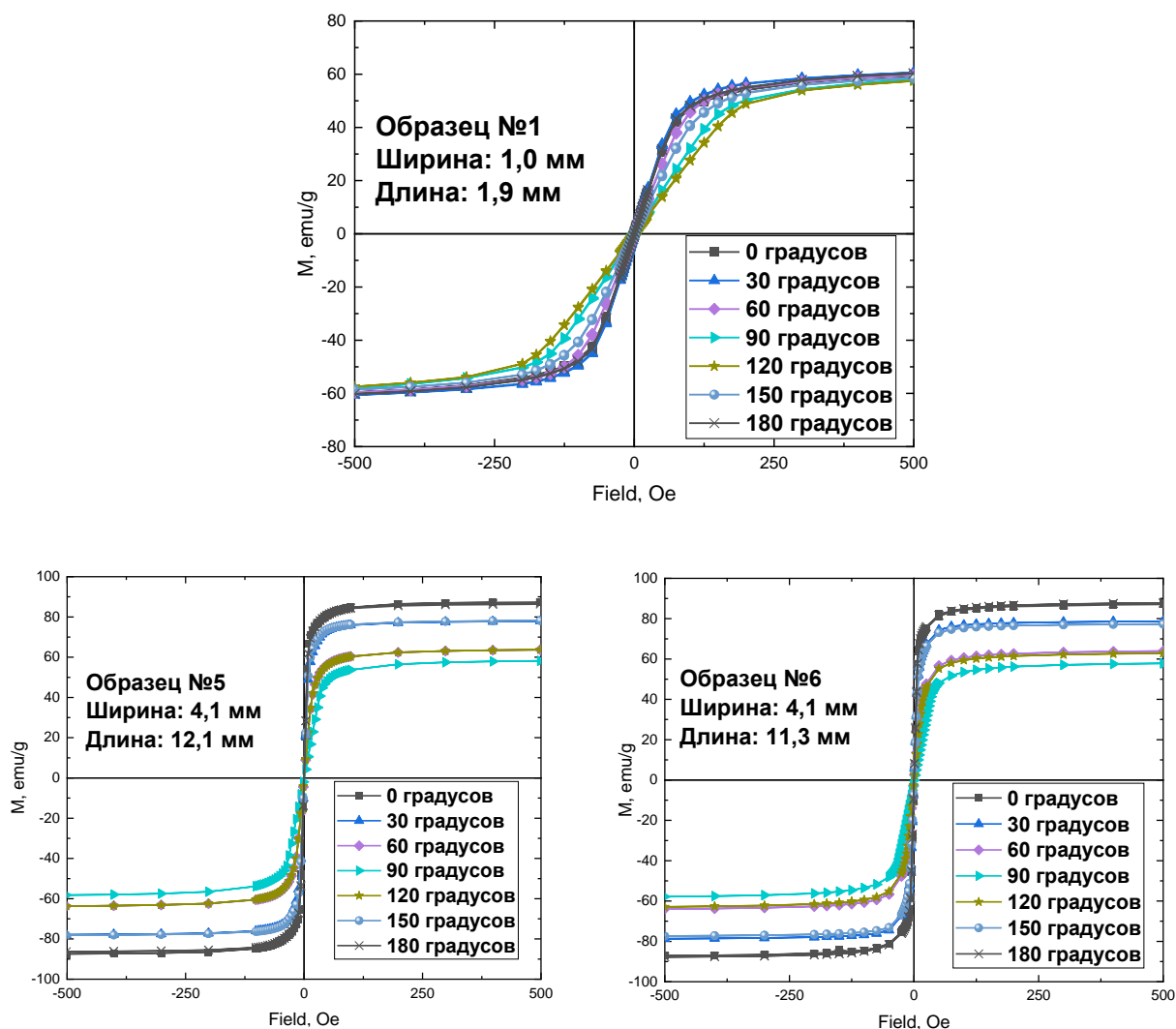


Рис. 14 Магнитополевые зависимости образцов №1, 5 и 6. Плоскость образца ориентирована горизонтально (конфигурация №2).

При дальнейшем увеличении магнитного поля все кривые сходятся к намагниченности насыщения (поле ~ 10 кЭ). Этот вывод подтверждает полевая зависимость образца №1, у которого нет смещения поля насыщения в зависимости от угла поворота. Говоря о намагниченности насыщения, будем приводить данные, полученные в поле 500 Э. Полученные данные позволили получить угловую зависимость намагниченности изучаемых образцов.

Значения намагниченности, нормированной на массу образцов, представлены в таблице 5, а график – на рисунке 15.

Таблица 5. Зависимость намагниченности насыщения от угла поворота для образцов №1, 5 и 6

Намагниченность M_{MAX} , emu/g													
Обр.	0°	15°	30°	45°	60°	75°	90°	105°	120°	135°	150°	165°	180°
№1	59,6	60,5	60,6	60,5	59,7	58,8	58,0	58,8	57,5	57,8	58,7	59,9	60,2
№5	87,4	84,6	77,9	70,4	63,7	59,7	58,2	59,7	63,7	70,2	78,2	84,5	87,0
№6	87,7	85,3	78,7	71,6	64,0	59,4	57,8	58,9	62,9	70,0	77,4	83,9	87,7

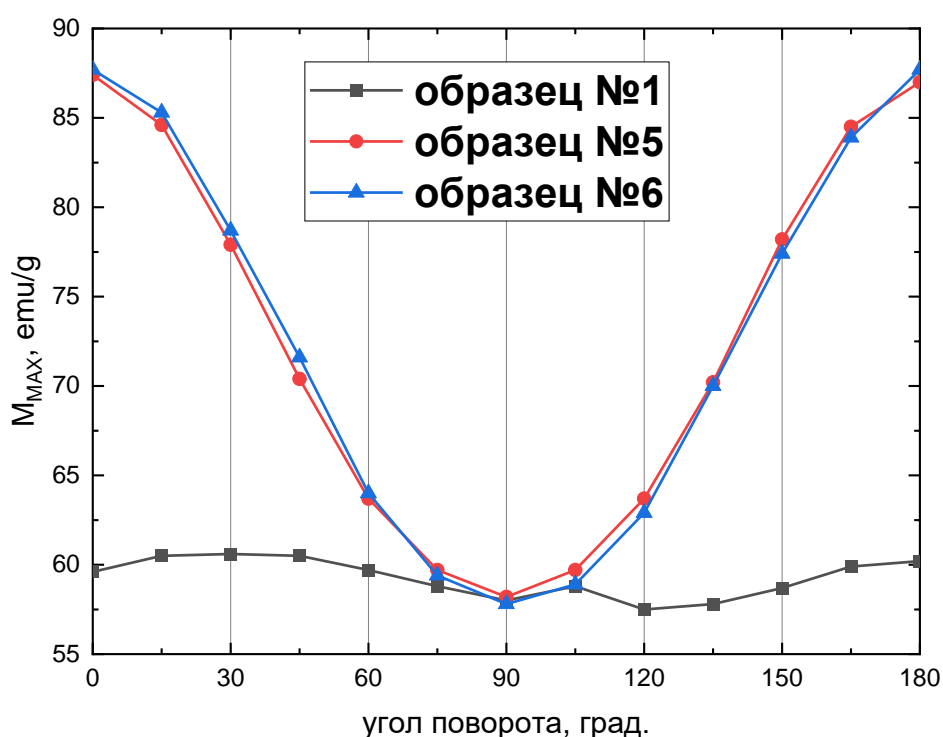


Рис. 15 Угловая зависимость намагниченности, нормированной на массу. Плоскость образца ориентирована горизонтально (конфигурация №2).

Целесообразно указать симметрию намагниченности для больших образцов (т. е. для образцов №5 и №6). Минимальное значение намагниченности насыщения наблюдается для перпендикулярного положения образца относительно направления внешнего магнитного поля. Размеры образца №1 достаточно малы и однородны, что приводит к отсутствию анизотропии.

Помимо того, получена угловая зависимость коэрцитивной силы для рассматриваемых образцов. В таблице 6 приведены полученные значения коэрцитивной силы, а на рисунке 16 графический вид зависимостей.

Таблица 6. Зависимость величины коэрцитивной силы от угла поворота для образцов №1, 5 и 6

Величина коэрцитивной силы H_C (Oe)													
Обр.	0°	15°	30°	45°	60°	75°	90°	105°	120°	135°	150°	165°	180°
№1	0,41	0,45	0,38	0,42	0,57	0,71	0,84	0,97	0,95	0,68	0,48	0,41	0,29
№5	0,39	0,44	0,39	0,42	0,54	0,72	0,84	0,94	1,04	0,66	0,53	0,42	0,31
№6	0,07	0,02	0,06	0,003	0,07	0,04	0,03	0,01	0,04	0,07	0,04	0,05	0,03

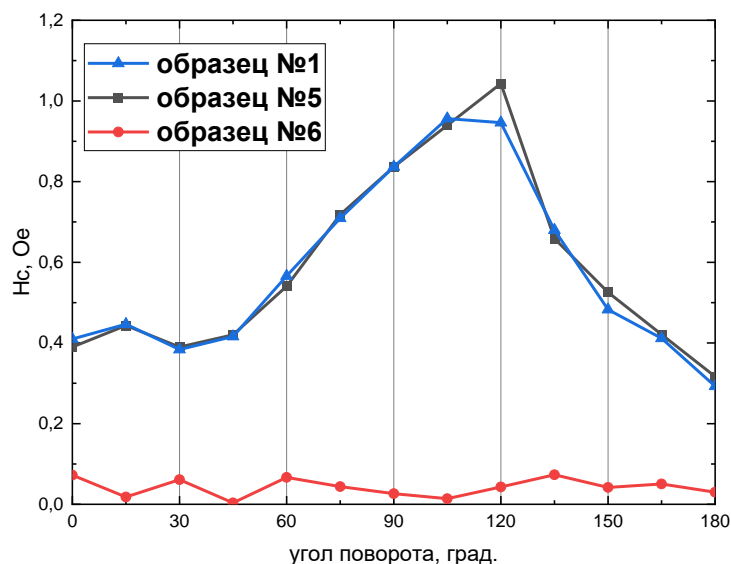


Рис. 16 Угловая зависимость коэрцитивной силы. Плоскость кольца ориентирована горизонтально (конфигурация №2).

Отметим, что максимум коэрцитивной силы наблюдается не при положении 90° , он смещен на $15-30^\circ$. Это может быть вызвано анизотропией формы, усиленной поверхностными напряжениями. Как видно, из рис. 16 химическая обработка явно способствует уменьшению магнитной анизотропии и уменьшению значения коэрцитивной силы.

3.3 Результаты поверхностных магнитооптических измерений

Для изучения влияния поверхностного слоя на магнитные свойства рассматриваемых аморфных лент были исследованы поверхностные магнитооптические свойства образцов №5 и №6 на магнитооптической Керр-установке. Образцы исследовались в геометрии меридионального эффекта Керра (рис. 3б) в полях 400 Э, а затем в малых полях до 50 Э для уточнения процесса перемагничивания. Результаты проведенных измерений представлены на рис. 17 и 18.

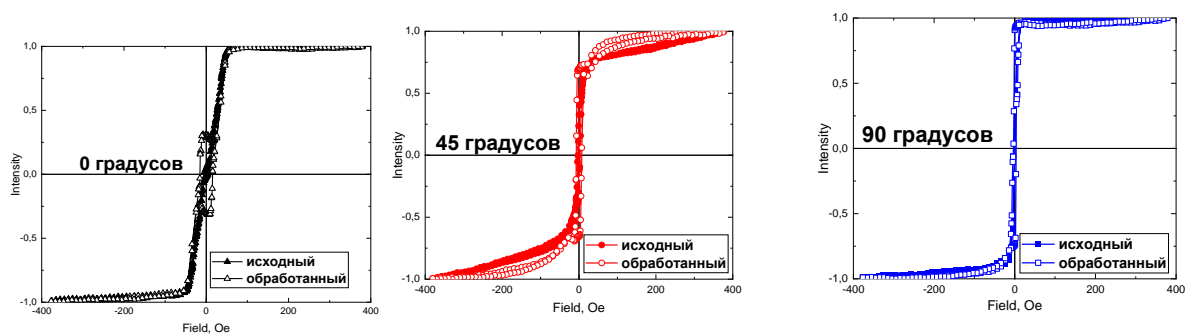


Рис. 17 Меридиональный эффект Керра для образца №5 (исходный) и №6 (обработанный) в больших полях (до 400 Э) для разных положений образца относительно внешнего магнитного поля ($\alpha=0^\circ$, $\alpha=45^\circ$ и $\alpha=90^\circ$).

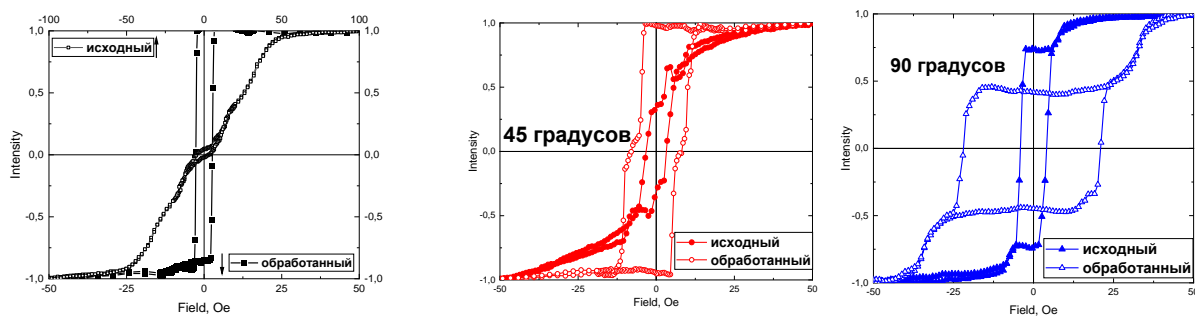


Рис. 18 Меридиональный эффект Керра для образца №5 (исходный) и №6 (обработанный) в малых полях для разных положений образца относительно внешнего магнитного поля ($\alpha=0^\circ$, $\alpha=45^\circ$ и $\alpha=90^\circ$).

Отметим, что в случае магнитооптических измерений свойств образцов наблюдается значительная анизотропия. Кроме того, в процессе перемагничивания обработанных образцов в геометрии меридионального эффекта Керра наблюдается двухступенчатое перемагничивание, что объясняется наличием дефектов и вкладами различных слоев.

Магнитооптическая установка «Керр-микроскоп-магнетометр» позволяет также получать изображение доменной структуры в процессе перемагничивания образца. На рис. 19 приведены доменные структуры в процессе перемагничивания образцов.

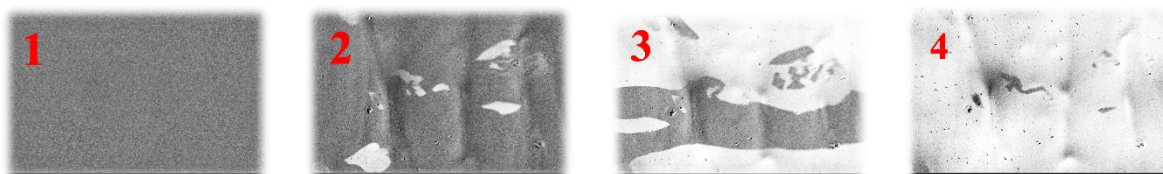
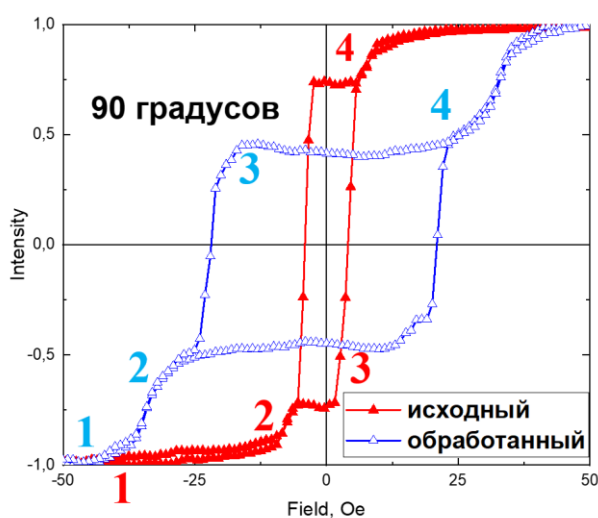


Рис. 19. а) доменная структура в процессе перемагничивания образца №5

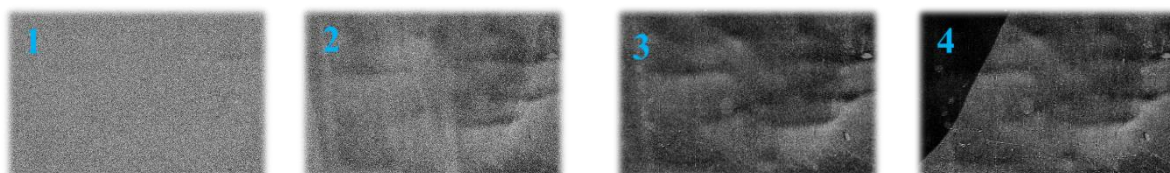


Рис. 19. б) доменная структура в процессе перемагничивания образца №6

Рис. 19 Доменная структура образцов №5 и №6 в процессе перемагничивания. Измерения проводились в геометрии меридионального эффекта Керра.

Полученные данные позволили получить угловую зависимость коэрцитивной силы для образцов №5 и 6. В таблице 7 приведены значения коэрцитивной силы от угла поворота образца относительно внешнего магнитного поля.

Таблица 7. Зависимость величины коэрцитивной силы от угла поворота для меридионального эффекта Керра для образцов №5 и 6

Величина коэрцитивной силы H_C (Ое)			
Образец	0°	45°	90°
№5 (исходный)	1,1	3,3	4,1
№6 (обработанный)	2,7	8,1	20,9

Отметим, что в данном случае коэрцитивная сила увеличивается с углом поворота, достигая максимального значения, при положении образца перпендикулярно внешнему магнитному полю. Аналогичная ситуация наблюдалась и в случае объемных измерений.

Помимо того, величина коэрцитивной силы в случае поверхностных измерений на порядок больше, чем в случае измерений по всему объему вещества. Это связано с поверхностными эффектами и большим вкладом поверхностного слоя.

Основные результаты

В рамках выполнения выпускной квалификационной работы были проведены исследования свойств аморфных материалов. Для получения экспериментальных результатов выполнены исследования лент из прецизионного сплава 84КХСР на основе кобальта. Структурные исследования образцов проведены методом атомно-силовой микроскопии, магнитные свойства изучены с помощью магнитометра с вибрирующим образцом и магнитооптической установки «Керр-микроскоп-магнитометр».

В результате проведенных исследований получены следующие результаты:

1. Изучаемые аморфные ленты из прецизионного сплава 84КХСР обладают ярко выраженной анизотропией с осью легкого намагничивания, не совпадающей с геометрической осью образца.

2. Обнаружено влияние химической обработки на структурные и физические свойства изучаемых образцов. Установлено, что травление в кислоте способствует снятию закалочных напряжений и уменьшению шероховатости, а также приводит к уменьшению объемной коэрцитивной силы, смещению оси легкого намагничивания и уменьшению анизотропии.

3. Зависимости магнитных и магнитооптических характеристик изучаемых образцов не совпадают. Различие величины коэрцитивной силы в них объясняется дополнительными вкладами слоев материала.

4. При исследовании в образцах меридионального эффекта Керра обнаружено двухступенчатое перемагничивание, которое было объяснено строением материала. Планируется дальнейшее изучение этого явления.

5. Обнаруженные свойства способствуют более глубокому пониманию магнитных характеристик изучаемых образцов, что важно для их практического применения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Klement, W., Willens, R.H. and Duwez, P.O.L. Non-Crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys. *Nature*. – 1960. – 187. – P. 869-870.
2. Золотухин И.В. Физические свойства аморфных металлических материалов. М.: Металлургия, 1986. 176 с.
3. Носкова Н. И. Особенности структуры и магнитные свойства аморфных сплавов на основе железа и кобальта в зависимости от условий кристаллизации // Н. И. Носкова, В. В. Шулика, А. Г. Лаврентьев и др. // Журнал технической физики. – 2005. – Т. 75 – Вып. 10. – С. 61–65.
4. Хек К. «Магнитные материалы и их техническое применение». Пер. с нем. Под. ред. Л.Ш. Казарновского. М., "Энергия", 1973.
5. Лизунов С.Д., Лоханин А.К. «Силовые трансформаторы. Справочная книга». М.: Энергоиздат, 2004. - 616 с.
6. Хавроничев С. В. Современные тенденции применения аморфных сплавов в магнитопроводах силовых трансформаторов // Хавроничев С.В., Сошинов А. Г., Галушак В. С., Копейкина Т. В., *International journal of applied and fundamental research* №12, 2015.
7. Клуас Финкенцеллер. RFID-технологии. Справочное пособие; пер. с нем. Сойунханова Н. М. // Додэка-XXI, 2010. – С. 496.
8. Сокол-Кутыловский О.Л. О влиянии механического напряжения на ленты аморфных ферромагнитных сплавов // Деп. в ВИНТИ 15.07.02, № 1338.
9. Гойхенберг Ю. Н. Особенности кристаллизации и формирования магнитных свойств аморфных сплавов при нагреве // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия» - 2016. – Т. 16 – №3 – С. 134-142
10. Sato Turtell R., Holzer D., Grossinger R., Sassik H., Pillmayer N. «Low-temperature hardening of coercivity of amorphous alloys». *J. Magn. Magn. Mater.*, 226-230 (2001) 1496-1497.
11. Wright J. G. «Amorphous transition metal films». *IEEE Trans. Magn.*, 12 (1976) 95-99.

12. Tsuei C. C., Lilienthal H. «Magnetization distribution in amorphous ferromagnet». *Phys.Rev.*, B 13 (1976) 4899-4901.
13. Neel L. L'anisotropie magnetique superficielle et substructures d'orientation // *J. Phys. Rad.* — 1954. — Vol. 15. — P. 225–239.
14. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма, магнитные характеристики и практическое применение // Москва: Мир 1987.
15. Kronmuller H. Magnetic properties of amorphous ferromagnetic alloys. // *J. Magn. Mater.*, 13 (1979) 53-65.
16. Кринчик Г.С. Физика магнитных явлений // М.: Издательство Московского Университета – 1985. – С. 1–336.
17. Шевцова Н. В. Использование индукционной печи электросталеплавильного цеха №1 ПАО «Ашинский метзавод» при производстве сплава 84КХР // Южно-Уральский государственный университет (НИУ), Челябинск, 2018 г.
18. Роде В. Е. Структура и магнитные характеристики аморфных сплавов при нагреве. // В. Е. Роде, В. Н. Прудников, Н. А. Хатанова – М. Металлургия, 1989. – С. 69.
19. Манохина А. И. Аморфные металлические материалы // А. И. Манохина – М.: Наука, 1998 – С. 157.
20. G.Binnig, C.F.Quate, Ch.Gerber – Atomic force microscope. // *Phys. Rev. Lett.*, v. 56, № 9, p. 930 – 933 (1986).
21. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии // Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений – РАН, Институт физики микроструктур – 2004 г. – С. 16 – 26.
22. Перов Н. С., Родионова В. В., Прудникова М. В. и др. Вибрационный магнитометр. Специальный физический практикум // Физический факультет МГУ. Типография Флай-Арт Москва, 2016. – С. 31.
23. Evico magnetics company User instruction for evico magnetics combined overview/high-resolution Kerr Microscope & Magnetometer // — P. 1–57.

Благодарности

Автор выражает благодарность научному руководителю профессору Шалыгиной Елене Евгеньевне за помощь в выборе темы научной работы, предоставленные образцы, помощь в проведении экспериментальных исследований. Проявленное внимание способствовало как всему обучению, так и написанию выпускной работы.

Автор благодарит за помощь в проведении магнитооптических измерений, научные консультации и поддержку в выполняемых исследованиях Перову Наталью Николаевну. Автор выражает признательность заведующему кафедрой Перову Николаю Сергеевичу за внимательно отношение к студентам и проводимые консультации по научной работе. Автор выражает благодарность сотрудникам кафедры магнетизма за профессионализм, помощь и поддержку в выполняемой работе.

Автор выражает благодарность к.т.н., доценту кафедры общей физики физического факультета МГУ им. М. В. Ломоносова Каминской Татьяне Петровне за помощь в проведении исследований на атомно-силовом микроскопе.