ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени М.В.ЛОМОНОСОВА»

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

«Взаимодействия в аморфных микропроводах и их

системах»

Выполнил студент:

419 группы

Комлев Алексей Степанович

Подпись студента

Научный руководитель:

Д.ф-м.н., профессор

Перов Николай Сергеевич

Подпись научного руководителя

Допущена к защите:

Зав. кафедрой магнетизма _____ Д. ф.-м. н., профессор Перов Н.С. Москва

Оглавление

Введение	. 3
Глава 1. Обзор литературы	. 6
1. Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов	6
1.1 Изготовление аморфных микропроводов	6
1.2 Микромагнитная структура аморфных микропроводов	7
1.3 Влияние геометрии провода и поверхностных эффектов на магнитные свойство	ва
7 1.4 Система взаимолействующих аморфных микропроволов	13
2. FORC анализ	14
2.1 Нанопровода	15
2.2 FORC лиаграммы для аморфных микропроволов. Линамический метол	16
Глава 2 Образцы и методика измерений	18
1 Метолика измерений	18
	10
1.1 Объемные магнитные характеристики	10
2. Образцы	21
21 Аморфные микропровола	21
 2.2 Методика подготовки образцов для исследования поверхностных свойств 	21
2.3 Пучки аморфных микропроводов	24
Глава 3 Результаты и их обсуждение	28
1.1 Гистерезисные свойства одиночных микропроводов	28
1.2 Кривые намагничивания	30
1.3 Массивы аморфных микропроводов	30
2 FORC анализ	34
3 Изображения с МСМ	39
Основные результаты	41
Литература	43
Приложение	48
и Модель гистерезиса Прейзаха	48
Принцип измерений FORC-ов	49
Что такое FORC диаграмма?	50
FORC диаграммы	52
Литература к Приложению	54

Введение

Начиная с 60-х годов прошлого столетия и по нынешний момент, аморфные микропровода представляют большой интерес с точки зрения практических применений. В рассматриваемой работе исследуются микропровода, произведенные методом Улитовского-Тейлора. Магнитоупругая анизотропия и анизотропия формы рассматриваются в качестве основных факторов, определяющих свойства ИХ магнитного гистерезиса, ИЗ-за малости магнитокристаллической анизотропии. Несмотря на отсутствие кристаллической структуры, эти объекты обладают сложной доменной структурой. Микромагнитная структура провода формируется под влиянием процесса изготовления образца, геометрии, состава, температурных, механических, магнитных взаимодействий. Современные методы позволяют визуализировать распределение доменов на поверхности материалов. Судить о параметрах внутренней микромагнитной структуры можно лишь по косвенным факторам. Именно в этом и заключатся сложность исследования объемных образцов. Малые размеры, наличие эффекта магнитоимпеданса, магнитной бистабильности, магнитокалорического эффекта, памяти формы предопределило их применение в качестве логических элементов и датчиков [1-3].

Малый размер объекта, большое количество факторов, влияющих на микромагнитную структуру и процесс перемагничивания, существенно затрудняют экспериментальное исследование образцов данного типа. Компьютерное моделирование дает лишь грубое приближение, так как форма микропроводов, сложный вид доменной структуры, влияние поверхностных эффектов не могут быть учтены в полной мере.

В приложений интерес представляют близко ряде массивы расположенных магнитных проводов. Близкое расположение нескольких микропроводов может привести к появлению друг К другу магнитостатической связи между ними. Это может существенно сказаться на магнитном отклике массивов проводов, так как их свойства будут

определяться только вкладами отдельных проводов, но не И ИХ взаимодействием. В этом случае их суммарный магнитный отклик будет зависеть от магнитного поля, создаваемого каждым элементом [4]. Кроме того, ансамбли магнитных проводов представляют огромный интерес и для фундаментальных исследований как модельный объект для изучения дипольдипольных взаимодействий больших систем. В данный момент процессы перемагничивания массивов проводов мало изучены. Большое количество взаимодействующих элементов, возможность различной их комбинации, различные материалы и т.п. сильно влияют на магнитные свойства таких систем. Аналитический расчет их поведения потребовал бы совместного решения огромного количества уравнений для каждого момента времени. Численное моделирование системы возможно только в определенных приближениях, необходимость что подтверждает комплексного экспериментального изучения поведения массивов микропроводов.

При выполнении настоящей работы решались следующие задачи:

- Ознакомиться с литературными данными о магнитной структуре аморфных микропроводов и процессам их перемагничивания
- Освоить методику FORC измерений и применить её для анализа процессов перемагничивания исследуемых образцов
- Получить информацию о магнитостатических взаимодействиях в системе близкорасположенных аморфных микропроводов при помощи FORC анализа
- Визуализировать доменную структуру проводов при помощи магнитно-силовой микроскопии

Личный вклад автора состоит в разработке методик подготовки образцов для исследования, получении экспериментальных результатов, их обработке и анализе, участии в обсуждении и интерпретации полученных результатов, написании статей, подготовке докладов и выступлениях на научных конференциях.

Апробация результатов.

Результаты данной квалификационной работы были представлены на следующих международных и российских конференциях (тезисы которых опубликованы в соответствующих сборниках):

- Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов» (Москва, 2019) – устный доклад
- International Baltic Conference on Magnetism (Светлогорск, 2019) стендовый доклад
- The 8th International Workshop on Magnetic Wires (Светлогорск, 2019) стендовый доклад
- Всероссийский научный конкурс РТУ МИРЭА "Сотвори будущее" (Москва, 2019) – устный доклад (Признан лучшим в секции "Нанотехнологии и высокие технологии")

Автор выражает искреннюю благодарность научному руководителю Перову Николаю Сергеевичу, за всестороннюю поддержку, внимание и помощь при проведении экспериментальной работы, Каминской Татьяне Петровне за помощь в магнитно-силовых измерениях, Шалыгиной Елене Евгеньевне за предоставленные результаты магнитооптических измерений. Также хочу поблагодарить Карпенкова Дмитрия Юрьевича за уделенное время и силы на помощь в подготовке исследуемых образцов. Автор признателен всему коллективу лаборатории Исследования магнитных свойств за внимательное отношение, содействие и поддержку в работе.

Глава 1. Обзор литературы

1. Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов

В данный момент аморфные микропровода занимают особую роль среди магнитномягких материалов. Магнитные свойства рассматриваемых материалов зависят от многих факторов, поэтому варьируя условия изготовления и последующей обработки, можно изменять микромагнитную структуру таких образцов. Процессы перемагничивания, в свою очередь, будут зависеть от доменной структуры образцов. Типичный диаметр аморфных микропроводов в стеклянной оболочке составляет 1-50мкм. На картинке 1 представлена фотография исследуемого образца, полученная с помощью сканирующей электронной (Scanning Electron Microscope – (SEM) микроскопии [5].



Особый	интерес
представляет	анализ
свойств	систем
близкорасположе	нных
проводов, так	как на
основе	данной
конфигурации	был
предложен новы	ый способ
кодирования	И
идентификации	
информации - RH	FID (Radio-

Рисунок 1 Фотография аморфного микропровода в стекле (SEM)[5]

frequency identification – радио-частотная идентификация).

1.1 Изготовление аморфных микропроводов

Существует множество методик, позволяющих получать аморфные провода диаметром 1-200мкм. Образцы, исследуемые в данной работе, получены методом Улитовского-Тейлора. Схематический вид установки представлен на рисунке 2. Методика производства заключается в следующем: выбранный сплав помещают в стеклянную колбу, которая размещается внутри высокочастотного индуктора. После того как металл расплавился, его вместе со стеклом вытягивают, охлаждая струей воды, и наматывают на приемную катушку. Скорость охлаждения составляет примерно 10⁶ К/с. Данный аморфизации микропровода. параметр существенен для В процессе изготовления может варьироваться мощность индуктора, скорость подачи скорость вращения приемной катушки. Изменения стекла, данных параметров приведут к изменению геометрии и свойств магнитных микропровода.[6-9]



Рисунок 2 Схема установки Улитовского-Тейлора 1.2 Микромагнитная структура аморфных микропроводов

Доменная структура аморфных микропроводов зависит от состава металлической жилы, ее диаметра и толшины стеклянного покрытия, провода параметров длины И производства. Иными словами, локальная намагниченность складывается из вкладов внешнего, размагничивающего И обменного

полей, поля анизотропии, вклада магнитострикции. В данных образцах важную роль играют остаточные напряжения, возникшие в момент изготовления, которые возникают из-за неравновесности процесса его закалки. Закалочные напряжения можно рассчитать, используя модель остаточных напряжений, в которой считается, что возникающие напряжения равны по модулю и противоположны по знаку тем напряжениям, которые возникнут в проводе, если в нем будет создан такой же градиент температуры, как В момент затвердевания. На рисунке 3 показан температурный фронт в тот момент времени, когда центр провода охладился до температуры плавления, при этом внешняя часть провода охладилась до комнатной температуры или до температуры охлаждающей воды (если

используется дополнительное охлаждение водой при изготовлении микропровода методом Улитовского-Тейлора). Распределение закалочных напряжений по радиусу микропровода показано на рисунке 3, их подробный расчет можно найти в работе [10].



Рисунок 3 Радиальная зависимость компонент тензора остаточных напряжений в аморфном микропроводе со стеклянным покрытием и с фиксированным отношением модуля объемного сжатия, k2 / k1 = 0,5, но с различными отношениями коэффициентов линейного расширения, $\alpha 2 / \alpha 1 = 0,4$ (i - 1), где i = 1–5. [10]

Тем не менее, существует ряд методик, позволяющих уменьшить остаточные напряжения. Можно постепенно стравливать слой стекла и металла, можно проводить отжиг. Причем температура отжига должна быть меньше температуры кристаллизации, обычно 200-400 ⁰С достаточно для видимого изменения.

Состав металлической жилы и вид распределения остаточных напряжений могут влиять на знак и величину магнитострикции в аморфных микропроводах. Более подробно этот вопрос рассмотрен в следующем подпункте главы.

Тип доменной структуры аморфных микропроводов изменяется В зависимости от знака магнитострикции его материала. Провода из материала с положительной магнитострикцией имеют центральный домен, который направлен вдоль оси провода и структуру типа Ландау-Лифшица на поверхности. Микропровода ИЗ материала с отрицательной осевой домен, магнитострикцией также имеют намагниченность на

поверхности разбивается на кольцевые домены типа "бамук". Схема микромагнитной структуры для различных типов аморфных микропроводов представлены на рисунке 4a, 4б.[11-13]

Изменение вида доменной структуры необратимо ведет к различию петель гистерезиса для рассматриваемых образцов. Примеры петель гистерезиса приведены на рисунке 4(в, г, д).[14]



Рисунок 4 Схематическое изображение доменной структуры аморфных микропроводов с положительной (а) и отрицательной магнитострикцией. Петли гистерезиса для микропроводов с положительной (в), отрицательной (г) и нулевой (д) магнитострикцией.

Причем, форма доменов, скорость их распространения при перемагничивании вдоль провода зависит не только от конфигурации образца, но и от внешних воздействий, таких как температура, напряжения растяжения, сжатия, кручения. [14-16]

 Влияние геометрии провода и поверхностных эффектов на магнитные свойства

В магнитостатическом случае намагниченность в каждой точке объекта определяется минимумом значения свободной энергии, которая задается выражением (1).[17]

$$F = F_{\rm o6} + F_{\rm ahu3} + F_{\rm pa3M} + F_H \tag{1}$$

В трактовке Броуна намагниченность определяется выражением $I = I_s v$ (I_s – постоянная величина вектора I, а его направление определяется вектором $v = v_x l_x + v_y l_y + v_z l_z$, где l_i – единичный вектор вдоль соответствующей оси, а v_i – направляющий косинус вектора v). В статической задаче микромагнетизма домены не должны постулироваться. Функция v(x, y, z) ищется как решение вариационной задачи путем минимизации суммарной потенциальной энергии системы W, равной сумме:

1) Обменной энергии:

$$F_{\rm o6} = C \int \left[(\nabla v_x)^2 + (\nabla v_y)^2 + (\nabla v_z)^2 \right] d\tau$$

Где С – параметр обмена, *т* – переменная интегрирования по всему объему

2) Энергии эффективной магнитной анизотропии

$$F_{\rm ahu3} = \int \omega_A(r,\nu) \, d\tau$$

Где функция *ω*_A зависит как от кристаллической симметрии, так и от упругих напряжений, *r* – радиус вектор

3) Собственной магнитной энергии (размагничивающих полей)

$$F_{\text{разм}} = -\frac{1}{2} \int I_s v H_o d\tau = \frac{1}{8\pi} \int H_o^2 d\tau$$

Где H_{\circ} определяется из уравнения магнитостатики $H_{\circ} = -4\pi div(I_{s}v)$

4) Энергии взаимодействия с внешним полем

$$F_H = -\int I_S v H d\tau$$

Локальная намагниченность всегда ориентирована ПО направлению эффективного локального магнитного поля, которое определяется минимизацией свободной энергии из уравнения (1). Перемагничивание – изменение ориентации намагниченности при изменении эффективного поля. В рассматриваемых нами образцах основными слагаемыми являются внешнее и размагничивающее поля, поле анизотропии. Поле анизотропии напрямую зависит от магнитоупругой энергии, которая определяется не только параметрами кристаллической структуры, а также геометрией и микропроводе. В остаточными напряжениями в статье [18] расчет намагниченности аморфных микропроводов основывается на вычисленном тензоре упругих напряжений, распределения компонент которых были пункте. Ha рисунке 5a изображены представлены В предыдущем которых прослеживается влияние длины зависимости, на аморфного микропровода на основе кобальта на продольную намагниченность. На основе этих данных авторы статьи предлагают следующую визуализацию осевого домена в данном типе проводов (рисунок 56), эллиптичность которого изменяется в зависимости от его длины. Для уменьшения магнитостатической энергии поверхностных или объемных магнитных зарядов, возникающих у концов проволоки, авторы предположили, что на концах провода намагниченности по типу вихря. Так же не учитывался вклад приповерхностной намагниченности в продольную намагниченность.



Рисунок 5 (а) Профиль намагниченности аморфного провода Co_{72.5}Si_{12.5}B₁₅, измеренный для образцов длиной 2, 3, 4, 5 и 12 см. (б) Схематическое изображение для распределения намагниченности в коротком аморфном проводе с высоким содержанием Co; b (z) - эффективный радиус продольной намагниченности.[18]

В работе [19] был экспериментально получен вид приповерхностной доменной структуры для аморфных микропроводов с отрицательной



Рисунок 6. Трехмерные ACM и MCM изображения (a) Zr0, (b) Zr1, (c) Zr2 и (d) Zr3легированных микропроводов. Ниже каждой пары изображений находится одна линия сканирования MFM.[19]

магнитострикцией. На рисунке 6 изображены данные, полученные с магнито силового микроскопа, которые подтверждают наличие кольцевой доменной структуры в данном типе образцов. Изменение периода доменов на поверхности при изменении состава металлической жилы авторы связывают с изменением шероховатости поверхности, которая варьируется в зависимости от состава металлической жилы.

Также есть работа, в которой приводятся экспериментальные результаты визуализации микромагнитной структуры с торцов аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией [20]. Примечательным оказался тот факт, что вид доменной структуры существенно зависит от типа шлифовки торцов микропроводов. В диссертации приводятся результаты для торцов, подвергнутых шлифовке на полировальной машине и с помощью ионной полировки. Автор данной работы обосновывает это, ссылаясь на то,



Рисунок 7 Предложенная модель магнитной структуры микропровода на основе Fe с положительной магнитострикцией: исходного и в процессе намагничивания.[20] что в изучаемых образцах важную роль играет магнитоупругий член свободной энергии (формула 1). который И определяет микромагнитное В распределение. работе приводится модель, основанная полученных на результатах, которая описывает ВИЛ доменной структуры на торце аморфных микропроводов c положительной магнитострикцией (Рисунок 7).

 1.4 Система взаимодействующих аморфных микропроводов

Изменение эффективного поля, действующего ферромагнитном В микропроводе, возможно за счет увеличения количества элементов системы. Близкое расположение аморфных микропроводов приводит К дипольдипольному взаимодействию между ними,

что существенно влияет на процесс перемагничивания рассматриваемой системы.

Наиболее интересны для рассмотрения динамические свойства таких систем. В работах [3, 4, 21-23] исследуются динамические магнитные характеристики

в системах, периодически расположенных микропроводов. Например, в работе [4] было показано, что частоту, на которой происходит наибольшее поглощение, можно регулировать путем изменения комбинаций, по-разному отожженных микропроводов.



Рисунок 8 Петли гистерезиса для систем аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией с двумя (а), тремя (б), четырьмя (в) и пятью (г) элементами [24] Но для того, чтобы описывать динамические характеристики объектов, необходимо разобраться со статическими свойствами. Довольно обстоятельный анализ статических и динамических магнитных свойств аморфных микропроводов представлен в диссертации [24]. В данной работе расчет диполь-дипольных взаимодействий в системах с малым количеством взаимодействующих элементов (на основе железа) был рассчитан по эффективной ширине ступени на петлях гистерезиса (рисунок 8)

2. FORC анализ

Диаграммы кривой обратного хода намагниченности первого порядка (First Order Reversal Curve FORC) [25, 26] дают важную информацию о магнитных породообразующих свойствах минералов, которая полезна для палеомагнетизма. Таким образом, диаграммы FORC стали популярным инструментом в этих областях исследований. Диаграммы FORC также оказались полезными для исследования поведения массивов магнитных частиц, используемых в магнитной записи, и широко используемых в физике твердого тела [27]. В настоящий момент число публикаций с анализом FORC диаграмм, которые были получены экспериментально, для различных систем увеличивается, что свидетельствует об актуальности данной только методики.

Автор счёл разумным привести описание основополагающих принципов, которые лежат в основе FORC анализа, в Приложении. В последующих разделах будет приведена информация, которая непосредственно касается FORC анализа для ферромагнитных микропроводов.

2.1 Нанопровода

Перед тем как начинать исследовать процессы перемагничивания магнитных систем, каждый элемент которых обладает сложной микромагнитной FORC структурой, рассмотрим примеры диаграмм для массива нанопроводов. Выбранный объект удобен для предварительного рассмотрения, так как его форма близка к форме исследуемых нами объектов и каждый отдельный нанопровод является бистабильным. Работа [28] является ключевой для понимания всех особенностей FORC диаграммы для систем нанопроводов и процесса обработки результатов эксперимента. На рисунке 9а изображена FORC диаграмма, полученная путем моделирования процесса перемагничивания двухмерной системы линейно расположенных нанопроводов, используя модель Изинга. Авторы статьи выделяют четыре критические точки, три из которых (А,В,С), соответствуют максимальным по модулю полям взаимодействия и коэрцитивности, точка А₀ соответствует

середине отрезка AB. Полученные распределения поля коэрцитивности и взаимодействия (CFD- coercive field distribution, IFD- interaction field distribution) объясняются путем сравнения частей диаграммы с набором FORC кривых, как показано на рисунке 96. Индекс n у кривых с_n соответствует количеству перемагниченных проводов в системе. Вычисляя вторую производную по набору данных кривых и была построена FORC диаграмма.



Рисунок 9 (а)Диаграмма FORC и пять распределений Прейсаха в состояниях нисходящей намагниченности сверху вниз при m = 1, 0,5, 0, 0,5, 1. (б) События переключения и диаграмма FORC для сингулярного равномерного распределения невзаимодействующих гистеронов Прейзаха. [28]

2.2 FORC диаграммы для аморфных микропроводов: Динамический метод Существенным фактором при исследованииFORC диаграмм является выбор методики измерения. Статические методики позволяют анализировать магнитостатические взаимодействия системы, в динамическом случае большую роль при перемагничивании играют вихревые токи, которые зависят от проводимости образца и частоты внешнего переменного поля. Динамические измерения дают информацию о кинетических процессах, а статические измерения позволяют анализировать равновесные взаимодействия магнитной системы.

В ряде работ уже были рассмотрены FORC диаграммы, полученные динамическим методом, для аморфных микропроводов [29, 30]. Авторы работы [29] утверждают, что петля гистерезиса не является идеально прямоугольной и поэтому они разбивают ее на три части. Первая находится в области уменьшения намагниченности от 1 до 0,94. И этот процесс связан с разворотом приповерхностной части намагниченности в проводе. Вторая область находится в полях, при которых намагниченность уменьшается от 0,94 до 0,8. Этот участок авторы связывают с перемагничиванием замыкающего домена. И, наконец, третий участок, который характеризуется связан быстрым перемагничиванием или скачком Бракгаузена, С перемагничиванием осевого домена. Наиболее информативным, по мнению авторов, является второй участок. На нем у FORC кривых несколько точек перегиба. По изменяющейся дифференциальной восприимчивости можно судить о процессах перемагничивания осевого домена и приповерхностной части намагниченности. Также в статье большое внимание уделяется анализу влияния частоты перемагничивания на динамику системы.

Целью данной работы является изучение процессов перемагничивания аморфных микропроводов различными методами и на основании экспериментальных результатов сделать вывод о их микромагнитной структуре.

Глава 2 Образцы и методика измерений

1. Методика измерений

Петли гистерезиса микропроводов обычно измеряют несколькими методами: на вибрационном магнитометре, на SQUID-магнитометре, с помощью индукционного метода. С помощью магнитооптического микроскопа можно петли гистерезиса получить локальные поверхности микропроводов. Измерения магнитных свойств образцов в данной работе проводились с помощью вибрационного магнетометра в лаборатории Перова Н.С. и с помощью магнитооптического метода в лаборатории Шалыгиной Е.Е. на кафедре магнетизма физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова. Визуализация микромагнитной структуры образцов осуществлялась с помощью магнито-силовой микроскопии на кафедре общей физики физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

1.1 Объемные магнитные характеристики

Объемные магнитные свойства исследуемых объектов были получены при помощи вибрационного магнетометра LakeShore 7400, блок схема которого приведена на рисунке 10 [31].



Основные параметры вибрационного магнитометра «LakeShore»: 1. Максимальная величина магнитного поля – 16 кЭ; 2. Дискретность изменения величины магнитного поля — 0.1 Э;

измерения

Точность

Рисунок 10 Блок схема вибрационного магнитометра [31]

величины магнитного поля — 0,1 Э;

4. Точность измерения величины магнитного момента – 10^{-6} emu (emu — electromagnetic units), 1 emu = 1 Гс см3;

18

3.

Возможность вращения образца относительно направления внешнего магнитного поля позволила измерить петли гистерезиса в различных конфигурациях. Также FORC анализ, основные принципы которого были описаны в Главе 1 и Приложении, был выполнен с помощью данного магнитометра. Использовалось стандартное лицензионное программное обеспечение от фирмы LakeShore. Обработка полученных FORC кривых производилась в программе FORCinel [32].

1.2 Поверхностные магнитные характеристики

Часть измерений приповерхностных магнитных характеристик (кривые намагничивания), образцов, изучаемых были выполнены на магнитооптической установке, которая была собрана на базе микроскопа МИС-11, подробно описанной в работе [33]. Принципиальная схема установки приведена на Рис. 11. Принцип действия заключается в следующем: свет от источника излучения ИС (лампа К-12, питаемая от стабилизированного источника питания) проходит через поляризатор П и с помощью системы линз Л1 первого тубуса микроскопа фокусируется на образец О, который расположен между полюсами электромагнита. Угол падения света на образец равен 45°. Размер локального участка поверхности изучаемого образца определяется диаметром полевой диафрагмы, расположенной в первом тубусе микроскопа. С учетом возможного изменения увеличения микроскопа диаметр светового пятна на образце может варьироваться от нескольких миллиметров до нескольких десятков микрон.



- Генератор звуковых частот ЗГ-102
 Усилитель мощности УМ-50
 Микровольтметр постоянного тока B2-11
 Селективный усилитель У2-8
 Синхронный детектор СД-1
 Блок деления
 Аналого-цифровой преобразователь E-24
- О образец ИС – источник све П - поляризатор Л1 – первая линза ДХ – датчик Холла Л2 - вторая линза ФП – фотоприемн

Рисунок 11 Блок схема магнитооптической установки для измерения кривых намагничивания [33] Морфология поверхности аморфных торцов микропроводов И ВИД ИХ доменной структуры были изучены с помощью магнитосиловой микроскопии. Принципы работы используемого микроскопа и процесс обработки полученных результатов подробно описаны в [34]. Измерения были выполнены с использованием магнитного кантилевера

фирмы НТ-МДТ.

8 - Блок питания лампы

Магнито-силовой микроскоп зондирует поверхность образца тонкой ферромагнитной иглой, длина которой составляет, как правило, несколько



Рисунок 12 Принципиальная схема получения магнитносилового контраста [20] микрометров, а диаметр острия менее 10 нм. В методе магнитно-силовой микроскопии визуализация распределения намагниченности в магнитных структурах осуществляется с помощью зонда покрытого тонкой ферромагнитной пленкой. Типичная длина иглы зонда, как правило, несколько микрометров, а диаметр острия менее 10 нм. Магнитно-силовой контраст формируется в

результате взаимодействия ферромагнитного зонда с магнитным полем поверхности образца (рисунок 12) [20].

Наиболее чувствительным, как известно, является колебательный режим. В этом режиме возбуждаются вынужденные колебания зонда на частоте

близкой к резонансной. При приближении зонда к поверхности образца из-за наличия неоднородного магнитного поля вблизи поверхности образца возникает взаимодействие зонда и образца, что приводит к изменению фазы и амплитуды вынужденных колебаний. Магнитно-силовые изображения снимались по двухпроходной методике.

2. Образцы

В данной работе экспериментальные данные приведены для аморфных микропроводов и систем на их основе, которые были произведены методом Улитовского-Тейлора, который описан в Главе 1, подразделе 1.1.

2.1 Аморфные микропровода

Исследуемые микропровода были предоставлены A. Жуковым ИЗ университета стран Басков, Испания и В. Молокановым из ИМЕТ РАН, Россия. Изучаемые микропровода отличались составом, диаметром металлической жилы, толщиной стеклянного покрытия, методом резки, длиной. Резка проводов осуществлялась с помощью скальпеля или с помощью лазерной гравировальной машины Laser Pro Mercury III 25W (ME-25) в Центре Инновационного Молодежного Творчества МГУ. Основные характеристики образцов представлены в Таблице 1.

Образец	Состав	Тип резки	Длина,	Стеклянная
			ММ	оболочка
S1	$Fe_{6.1}Co_{57}Ni_{10}B_{15.9}Si_{11}$	Лазер	5	да
S2	Fe ₇₅ B ₁₅ Si ₁₀	Лазер	5	да
S 3		Скальпель	5	да
S4		Скальпель	7	да
S5	$Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$	Скальпель	5	нет
S6		Скальпель	5	да

Таблица 1. Параметры исследуемых микропроводов.

Исследуемые провода имели диаметры: $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ (диаметр металлической жилы d = 14 µm, общий диаметр D = 27.3 µm, r = d/D =0.51),

Fe_{6.1}Co₅₇Ni₁₀B_{15.9}Si₁₁ (d =14,4 μ m, D = 19,2 μ m, r = d/D = 0,75) и Co₆₉Fe₄Cr₄Si₁₂B₁₁ (d =120 μ m, D =160 μ m, r = d/D =0,75)

2.2 Методика подготовки образцов для исследования поверхностных свойств

Отдельное внимание заслуживает описание методики подготовки торцов микропроводов для исследования доменной структуры на торце микропровода. Для этого выбранные образцы были заполимеризованы в эпоксидной смоле следующим образом.

Изготовленный образец представляет собой набор различных параллельно расположенных микропроводов, заполимеризованных в эпоксидной смоле. Характеристики проводов приведены в таблице 1. Для того чтобы проверить результат на воспроизводимость, провода S1 и S6 были продублированы.

Микропровода были наклеены на две бумажки с периодичностью в 2 мм и растянуты между ними (по подобию струн в гитаре). Расстояние между проводами было выбрано из соображений об исключении влияния диполь дипольного взаимодействия на микромагнитную структуру. Данная система была размещена в цилиндрической формочке со съемным дном. Данная особенность позволила сохранить натяжение микропроводов во время полимеризации. В качестве связующего элемента была выбрана самотвердеющая пластмасса "Протакрил-М". Данный полимер обладает необходимыми механическими свойствами всеми для реализации поставленной задачи. Время отвердевания раствора оказалось равным 40 минутам. После размещения образцов на дне формы был залит тонкий слой полимера (~ 1см). Получившуюся таблетку обрезали с помощью триммера с диском по дереву таким образом, что два среза оказались параллельны микропроводам, а два других перпендикулярны. Один из перпендикулярных срезов был отшлифован. Затем данная заготовка была поставлена в ту же самую цилиндрическую формочку на отшлифованный торец и была второй раз залита тем же самым полимером на высоту 1,5 см. Промежуточный результат показан на рисунке 13а. Данный образец после отвердевания

раствора был обрезан на токарном станке. Эта операция обеспечила параллельность двух срезов и позволила задать толщину образца (6,6мм). Получившаяся таблетка была отполирована в несколько этапов на шлифовально-полировальной машине "Grinder Polisher". На шлифовальных дисках с зернистостью Р-600, Р-1200 шлифовка проводилась в течение двух минут. На дисках с зернистостью Р-1500, Р-2000 три минуты, с зернистостью P-2500, P-3000 пять минут. Затем полировка производилась с использованием фетрового диска и суспензий на 2 мкм и 1 мкм. Время шлифовки каждой суспензией равнялось пяти минутам, скорость вращения диска была минимальной. Итоговая шлифовка была произведена на шлифовально-полировальной машине "Struers RotoPol-35" с использованием суспензии 0Р-М в течение 5 минут. Фотография 136, полученная с помощью оптического микроскопа, иллюстрирует торец микропровода, находящийся в полимерной матрице.



Рисунок 13 (а) Промежуточный этап изготовления образца. (б) Торец микропровода S6 в полимерной матрице.

Кривые намагничивания, характеризующие поверхностные магнитные свойства микропроводов, были получены для образцов S6, диаметр которых

150мкм, со стеклянной оболочкой и без нее. Стеклянное покрытие было снято механически при помощи двух предметных стеклышек.

2.3 Пучки аморфных микропроводов

В данной работе исследуются как системы из малого количества (до 4х штук) линейно расположенных аморфных микропроводов, так и пучки проводов, количество элементов которых более 100 штук.

Системы из нескольких взаимодействующих элементов были изготовлены самостоятельно, путем наклеивания проводов на бумажную основу. Схематическое изображение полученного образца представлено на рисунке 14а, где длина проводов L=5mm, среднее расстояние $\delta \sim 120 \mu m$, состав металлической жилы Fe₇₅B₁₅Si₁₀ с диаметром d=14 µm и общим диаметром провода, включающим стеклянное покрытие D=27,3 µm. Количество проводов варьировалось от 1 до 4x, образцы K0-1, K0-2, K0-3, K0-4, соответственно.

Системы из большого числа проводов были изготовлены В. Баутиным в МИСИС. Пучки микропроводов были синтезированы как магнитополимерные композиты на основе двух типов аморфных микропроводов с составами Fe₇₄Si₁₁B₁₃C₂ (К1 серия), Fe₃₆Co₄₀Si_{11.1}B_{12.9} (К2 серия) в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы d = 15,66 мкм, общий диаметр D=30,44 длиной L~5-6 мм. Намагниченность МКМ И насыщения ферромагнитной жилы провода Ms = 500 emu/см³. Микропровода, на основе которых были изготовлены образцы, отличались параметрами производства (мощность нагрева, скорость смотки, скорость подачи стекла), которые представлены в таблице 2.

Таблица 2

Серия	Мощность	Скорость	Скорость	Кол-во
		смотки	подачи	проводов
			стекла	
	Р, Вт	W,	Vct,	N,ШТ

		м/мин	мм/мин	
К1-1	880	238	2,4	431
К1-2	880	228	2,8	758
К1-3	880	228	2,8	549
К1-4	860	185	2,9	280
К1-5	870	185	3,0	284
К2-1	590	185	2,3	469
К2-2	850	145	2,7	419
К2-3	890	170	2,8	359
К2-4	900	175	3,1	365
К2-5	900	175	2,5	428

Для изготовления полимерного композита предварительно изготавливалась матрица из магниевого сплава ZK60B. Матрица представляла собой прямоугольный параллелепипед с размерами 6х6х6 мм с отверстием диаметром 1,2 мм. Матрица была изготовлена с помощью прецизионного отрезного станка Metkon Micracut 202 с использованием алмазного отрезного диска METKONDIMOS 19-150 толщиной 0,5 мм. Для изготовления отверстий использовали сверлильный станок JET IDP-15BV и сверло RUKOHSS-G 1,2x38/16 мм.В отверстие магниевой матрицы устанавливались отрезки микропроводов. Для точной ориентации микропроводов в матрице эту процедуру осуществляли в поле зрения стереомикроскопа PST 902 при увеличении х5. После установки микропроводов в магниевую матрицу концы пучка микропроводов фиксировались с помощью металлических зажимов. Отрезки микропроводов помещались в тефлоновую форму для заливки металлографических образцов жидкой полимерной И заливались композицией. Жидкая полимерная композиция состояла из смеси порошка Kulzer Technovit 4006 powder, основными компонентами которой являются methyl methacrylate 90 %, tetramethylene dimethacrylate 0-5 % и methacrylic

acid 0-5 %. Соотношение порошка и жидкости составляло 63/37 % по массе. После заполнения формы закрепленные концы пучка микропроводов протягивали внутри матрицы на расстояние 15 MM, для лучшего проникновения полимерной композиции внутрь магниевой матрицы. Полимеризацию образцов проводили в гипербарической барокамере ТЕСНNОМАТ TN-MAT-01 в течение 15 мин при давлении 2 bar. После полимеризации образцов осуществляли механическую обработку магниевых матриц, заключенных в полимерной композиции. Для этого удаляли лишнюю полимерную композицию с помощью прецизионного отрезного станка MetkonMicracut 202 и проводили ручную шлифовку торцов матрицы на шлифовально-полировальном станке MetkonAcura на абразивных кругах с крупностью 800 и 1200. После извлечения магниевой матрицы из полимерной композиции и ее полировки проводили растворение магниевой матрицы, для извлечения магнито- полимерного композита. Для этого магниевую матрицу помещали в раствор, состоящий из 5 % соляной кислоты и 0,5 % гексаметилентетрамина (Hexamethylenetetramine). После полного магниевой матрицы полученный магниторастворения полимерный композит промывали дистиллированной водой и сушили на воздухе. Объемная фракция магнитного материала в полимерной матрице составляла 0,04. На Рисунке146 показана высоко ориентированная микроструктура полученного магнито - полимерного композита. Подсчет количества отрезков микропроводов в композите осуществляли визуально по микрофотографии, закрашивая красным подсчитанные микропровода. При этом изображения с красными точками в дальнейшем использовали для определения среднего расстояния между отрезками микропроводов с помощью программы ImageExpert. Среднее расстояние между отрезками микропроводов на рисунке 146 составляет 81 мкм, минимальное расстояние равно 61 мкм.



Рисунок 14 (a) Схематическое изображение расположения микропроводов в K0 серии. (б) Схематическое изображение торца пучка с микропроводами (K1, K2 серия)

Глава 3 Результаты и их обсуждение

1.1 Гистерезисные свойства одиночных микропроводов

Для определения основных магнитных характеристик исследуемых аморфных микропроводов, таких как коэрцитивность (H_c), поле насыщения (H_{sat}), остаточная намагниченность (I_r), намагниченность насыщения (I_s), были измерены петли гистерезиса. Полученные графики представлены на рисунке 15. В таблице 3 отображены сводные результаты.





Рисунок 15 Петли гистерезиса для образцов S1-S6

Таблица 3

Название	Н _с , Э	H _{sat} , Э	M_s , $\Gamma c^* c M^3$	M_r , Гс*см ³	$R=M_r/M_s$
образца					
S1	0,95	50	0,0004	0,00007	0,17
S2	0,97	60	0,00065	0,0008	0,81
S3	1,25	60	0,00067	0,0008	0,84
S4	1,3	60	0,00128	0,00144	0,89
S6	0,5	65	0,03265	0,00112	0,03

По виду петель гистерезиса и химическому составу жилы провода можно оценить его знак магнитострикции. Образцы S1 и S6 обладают небольшой отрицательной магнитострикцией, a образцы S2-S4 положительной. Прямоугольность петель для образцов S2-S4 обусловлена бистабильностью образцов. По полученным данным интересно отметить, что тип деформаций, вносимый на концах провода при его резке скальпелем или лазером, влияет на коэрцитивность. Так как коэрцитивность и коэффициент прямоугольности при резке скальпелем больше, чем при резке лазером, то можно сделать вывод, что вносимые механические напряжения увеличивают анизотропию провода по сравнению с термическими. Образцы S1, S6 с небольшой отрицательной магнитострикцией обладают малой коэрцитивностью И коэффициентом прямоугольности.

1.2 Кривые намагничивания

Для сравнения поверхностных и объемных магнитных характеристик исследуемых образцов были измерены кривые намагничивания для образцов S5, S6 двумя различными методами. Магнитооптический метод позволяет охарактеризовать локальные поверхностные магнитные свойства, вибрационный метод дает информацию об объемных характеристиках. Полученные результаты представлены на рисунках 16 а, б.



Рисунок 16. Кривые намагничивания для образцов a) S6 и б) S5, полученные магнитооптическим методом

Как видно из рисунков 16а, б, поле насыщения для образца S5, у которого снята стеклянная оболочка увеличивается примерно в два раза по сравнению с исходным. Данный результат может быть обусловлен двумя причинами. Во-первых, в процессе снятия стекла провод мог быть незначительно деформирован. Наличие таких деформаций препятствует движению доменных стенок, что в свою очередь увеличивает поле насыщения. Во-вторых, снятие стеклянной оболочки приводит к перераспределению внутренних напряжений внутри металлической жилы провода, что влияет на приповерхностную микромагнитную структуру.

1.3 Массивы аморфных микропроводов
 Близкое расположение аморфных микропроводов приводит к возникновению
 магнитостатических связей между ними, что влияет на процесс

перемагничивания такой системы. Для начала были исследованы системы из малого количества взаимодействующих элементов (К0 серия). На рисунке 17а приведен вид петель гистерезиса для данной серии образцов.



Рисунок 17 а) Петли гистерезиса для образцов К0-1 – К0-4 б) Экспериментальная и теоретическая зависимость средней ширины ступени на петле от угла между легкой осью провода и направлением внешнего магнитного поля (для образца К0-4).

Из-за влияния подмагничивающего поля соседних проводов, которые уже успели перемагнититься, на петеле гистерезиса возникают ступени. Чем больше микропроводов находится в системе, тем больше ступенек на петле. Выделенные на рисунке 17a области вызваны процессом доворота приповерхностной части доменной структуры проводов. Средняя ширина ступени на петле соответствует эффективному полю взаимодействия между объектами. На рисунке 176 изображена экспериментальная зависимость ширины ступени в зависимости от угла между легкой осью образца и направлением внешнего поля. Полученная кривая оказалась близкой к аппроксимирующей зависимости $\frac{const}{cos(\alpha)}$, что свидетельствует о преобладании диполь-дипольного взаимодействия в процессе перемагничивания.

Для образцов К1 и К2 серии полученные результаты представлены на рисунке 18 а, б соответственно.



Рисунок 18 Петли гистерезиса для образцов а) К1 и б) К2 серии для различных углов между легкой осью образца и направлением внешнего магнитного поля

Интересной особенность является факт, пропадает эффект тот что бистабильности образцов К1 серии, объясняется для ЧТО наличием магнитостатических связей в образце. Экспериментальная зависимость поворота образца относительно коэрцитивности внешнего OT угла магнитного поля была сравнена с теоретической зависимостью для эллипсоидальной формуле однодоменной частицы Кителя ПО

$$\sin(2\theta) = \frac{1}{p^2} \left(\frac{4-p^2}{3}\right)^{3/2}$$
, где $p = \frac{I_s H_0}{K_{eff}}$

Полученные результаты представлены на рисунке 19а.



Рисунок 19 а) Экспериментальная зависимость коэрцитивности образца К1-1 в зависимости от направления внешнего магнитного поля и теоретическая зависимость, рассчитанная для эллипсоидальной частицы. б) Поведение коэрцитивности образцов К1 и К2 серии в зависимости от угла между легкой осью и направлением внешнего магнитного поля.

Как видно из рисунка 19а, экспериментальная зависимость для образца К1-1 и теоретическая не совпали, что свидетельствует о том факте, что нельзя в дальнейшем рассмотрении пренебрегать влиянием приповерхностной частью намагниченности и взаимодействием между микропроводами в образце в процессе перемагничивания. Данная тенденция оказалась справедливой и для остальных образцов. Характер поведения коэрцитивности от угла поворота для образцов на основе кобальта и на основе железа оказался различным, что проиллюстрировано на рисунке 19б. Примечательным оказался тот факт, что для образцов с отрицательной магнитострикцией теоретический расчет и экспериментальные данные оказались близки вблизи малых углов (вставка на рисунке 19б).

Геометрия аморфного провода и его свойства определяются параметрами изготовления. Исследования, проведенные в данной работе, показали, что коэффициент прямоугольности петли гистерезиса для образцов серии К1, К2 зависит от скорости смотки провода при производстве и количества элементов в композите. Экспериментальные результаты представлены на рисунках 20 а,б.

a)





Рисунок 20 Зависимость коэффициента прямоугольности для образцов серии К1 (на основе железа) и К2 (на основе кобальта) в зависимости от условий производства а) скорости смотки б) кол-ва проводов в образце.

Из результатов, представленных на рисунке 20 а, можно сделать вывод, что скорости увеличение смотки микропровода ведет К уменьшению коэффициента прямоугольности образца. Данный факт можно объяснить, сославшись на влияние скорости закалки на вносимые напряжения, которые по большей части определяют микромагнитную структуру данного объекта. Уменьшение объемной части продольной намагниченности и приводит к изменению коэффициента прямоугольности. Для проводов с положительной магнитострикцией ожидаемо уменьшение коэффициента прямоугольности при увеличении числа взаимодействующих элементов в образце (рисунок 20б). Полученный результат согласуется с данными для серии К0, которые были описаны выше. Коэффициент прямоугольности для образцов на основе кобальта (К2 серия) зависит немонотонно от количества аморфных микропроводов внутри композита. Для объяснения данного факта требуются дальнейшие исследования.

2 FORC анализ

Как известно, доменная структура соответственно, процессы И, перемагничивания микропроводов различными коэффициентами С магнитострикции существенно различаются. На рисунке 21а показана диаграмма FORC для микропровода на основе Со. Можно предположить, что этот образец имеет отрицательный коэффициент магнитострикции, так как это характерно для проводов на основе Со аналогичного состава. Наличие только одного положительного пика может быть объяснено слабыми взаимодействиями или их отсутствием в системе, по сравнению с таковыми в проводах на основе Fe, результаты для которых будут обсуждаться позже в этой главе. Этот пик появляется из-за циркулярной намагниченности внешней оболочки провода. Небольшой сдвиг пика вдоль оси ординат может быть объяснен локальным искажением доменной структуры, которое присутствует из-за различных напряжений и деформаций в образце. Постепенное уменьшение плотности распределения указывает на поворот внешней части доменной структуры. Аналогичная диаграмма наблюдается

для образца S6 (рис. 21б). Но в отличие от распределения FORC, показанного на рисунке 21а, пик более близко расположен к оси ординат (крайняя точка 12 Э). Этот факт объяснить составляет около можно меньшей коэрцитивностью более толстого образца. Более того, положение ординат и форма вершины изменились. Есть несколько причин, которые могут структуру диаграммы FORC. Тип доменной структуры повлиять на определяется конкуренцией обменной, магнитоупругой, энергии Зеемана и других. Поскольку, по мнению автора, образцы S1 и S6 имеют малый отрицательный коэффициент магнитострикции, то можно предположить, что тип доменной структуры для этих проводов аналогичен. Поэтому мы можем рассматривать влияние геометрии микропровода как основную причину различия в процессах перемагничивания. Коэффициент размагничивания больше для микропровода большего диаметра ($N_{s6} \approx 8 \times 10^{-4}$), чем для тонкого $(N_{s1} \le 10^{-7})$ образца [24]. Микромагнитная структура аморфных микропроводов зависит от их длины. Чем короче проволока, тем меньше продольная намагниченность. Это означает, что изменение в доменной структуре, вызванное перемагничивающим полем, приводит к различиям в процессах перемагничивания, что иллюстрируется изменением формы и положения пика на диаграмме FORC.



Рисунок 21 FORC диаграммы для образцов а) S1 и б) S6

На рисунке 22 показана диаграмма FORC для микропровода на основе Предполагается, что первый положительный железа. пик, который расположен вблизи нулевых значений коэрцитивного поля, указывает на осевого перемагничивание магнитного момента микропровода. Наблюдаемый трек случайно расположенных ИЗ положительных И отрицательных пиков может быть объяснен слабым магнитостатическим взаимодействием между осевым и радиальными доменами, что вызывает необратимое перемагничивание. В некоторых предыдущих статьях такая картина была связана с шумом, который может возникнуть во время измерений [35]. Но эта структура легко воспроизводима для микропроводов на основе Fe и отсутствует для образцов на основе Co. Такие следы требуют дальнейшего экспериментального исследования и анализа.



Процесс зарождения перемагничивающих доменов в аксиально намагниченной провода части зависит OT величины И распределения механических напряжений И шероховатости поверхности образца. Образцы S2 и S3 были разрезаны ДВУМЯ разными образце методами. В S2

Рисунок 22 FORC диаграмма для образца S2

деформации на концах проволоки появились из-за различных коэффициентов теплового расширения стекла и металла. В образце S3 возникли деформации сдвига и кручения, которые были созданы во время резки скальпелем.

a)



Рисунок 23 FORC диаграмма для образца а) S3 б) S4

На рисунке 23а показана диаграмма FORC для процесса перемагничивания образца S3. Вид диаграммы изменился по сравнению с рисунком 22. Распределение гистеронов дает две параллельные дорожки. Их наличие вблизи оси ординат указывает на наличие диполь-дипольного взаимодействия магнитных доменов внутри проволоки [36]. Значительное смещение первого пика вверх вдоль оси поля взаимодействия может быть объяснено наличием однонаправленной анизотропии. Можно предположить, что наличие деформаций, вызванных срезом скальпеля в более коротком образце, сильно влияет на однородность доменной структуры. Эффект менее выражен в случае более длинного образца, как можно видеть на рисунке 236. Основной пик менее смещен вверх, а диполь-дипольное взаимодействие, которое определяется интенсивностью положительного и отрицательного пиков, меньше.

Отличительной чертой на диаграмме FORC для образца с четырьмя проводами (образец K0-4) является наличие четырех дорожек (рисунок 24). Кроме того, если на рисунке 22 хаотично чередуются положительные и отрицательные области, то на рисунке 24 ясно, что для каждой отдельной дорожки положительные и отрицательные области параллельны.

Аналогичный результат был получен для образца S3, вырезанного скальпелем. Этот факт можно объяснить наличием диполь-дипольных взаимодействий в системе. В системе из четырех проводов и одного отрезанного скальпелем количества взаимодействующих доменов больше. В более длинных образцах или в проволоке с лазерной резкой с гладким краем взаимодействие менее выражено, и пики случайным образом распределены вдоль дорожки.



Рисунок 24. FORC диаграмма для образца К0-4

Следует также отметить, что чем выше дорожка на диаграмме, тем интенсивнее положительные отрицательные ee И области. Это означает, что микропровода в образце перемагничиваются один за другим. Чем больше проводов в системе уже намагничены, тем сильнее они влияют на процесс перемагничивания следующего провода. Наиболее области интенсивные на диаграмме указывают на наличие ПИННИНГОВЫХ образце. точек В Интересным

результатом стал разрыв в верхней дорожке на рисунке 24. Чтобы объяснить это, необходимо обратиться к структуре данного образца, которая представлена на рисунке 25. На самом нижнем проводе (который должен быть намагничен последним), виден дефект, сердцевина провода оборвана (зазор). Это означает, что в образце на самом деле пять проводов. После перемагничивания четырех проводов дефектный кусок провода начал перемагничиваться как пятый микропровод. Это вызвало разрыв последней дорожки на графике FORC (рисунок 24) и формирование новой пиннинговой точки.



Рисунок 25. Фото дефекта в образце КО-4 (оптический микроскоп)

3 Изображения с МСМ

Для того чтобы судить о влиянии микромагнитной структуры на торце аморфного микропровода необходимо ее визуализировать, как это было сделано для образцов с положительной магнитострикцией в работе [20]. На рисунках 26 а-г изображены снимки торцов микропроводов, сделанные с помощью магнито-силового микроскопа для образца S1.

Рисунки 26 а, в отображают морфологию поверхности торца микропровода, который был подготовлен к данным измерениям, как описано в главе 2. На рисунках 26 б,г изображены фазовые картины в полях, параллельных оси провода, в магнитных полях -5Э, +5Э, соответственно, иллюстрирующие конфигурацию полей рассеяния на поверхности образца. Результаты оказались похожими с опубликованными в работе [20]. Виден выход осевого домена на торец, отличие заключается в наличии однородно намагниченной области по краю металлической жилы, что объяснимо циркулярной доменной структурой на поверхности микропровода. Снимки для других микропроводов, отличавшихся диаметром были примерно такие же. Стоит внесенных в процессе полировки отметить, что из-за деформаций микромагнитная структура могла измениться. Автору не удалось устранить

их с помощью ионной полировки, так как, из-за окружения полимерной матрицей, формировался слой углерода на поверхности.



Рисунок 26. Картинки слева изображают морфологию поверхности торца аморфного микропровода S1 (а, в). Изображения справа – фазовые картины магнитной структуры торца провода в поле б) -5Э и г) +5Э

Основные результаты

- Остаточная намагниченность образцов серии К1 уменьшается при увеличении числа проводов в образце, что объяснимо дипольдипольным взаимодействием между приповерхностной частью намагниченности и аксиальной намагниченностью соседних микропроводов. Для серии К2 зависимость немонотонна.
- В массиве микропроводов на основе железа исчезает бистабильное поведение, что объяснимо наличием магнитостатических взаимодействий в системе.
- Процесс перемагничивания образцов серии К2 при малых углах между легкой осью образцов и направлением внешнего магнитного поля можно описать как перемагничивание однодоменной эллипсоидальной частицы.
- Анизотропия микропровода уменьшается при увеличении скорости смотки, что является следствием снижения остаточных напряжений при закалке.
- Вносимые при резке микропровода механические напряжения увеличивают анизотропию провода по сравнению с термическими.
- Проиллюстрировано различие процессов перемагничивания микропроводов с различными знаками магнитострикции при помощи FORC диаграмм.
- Показано влияние типа резки микропроводов на микромагнитную структуру при помощи FORC анализа.
- Продемонстрирована возможность определения количества взаимодействующих элементов и полей взаимодействия в магнитостатической системе при помощи FORC анализа.
- Экспериментально получен вид микромагнитной структуры на торце микропровода с отрицательной магнитострикцией.

• Показано влияние остаточных напряжений на приповерхностные магнитные свойства микропроводов на основе кобальта, которые также сравнены с объемными магнитными характеристиками.

Литература

[1] Soft magnetic microwires for sensor applications / M.Ipatov, P.Corte-León,
 L.Gonzalez-Legarreta, J.M.Blanco, V.Zhukova // Journal of Magnetism and
 Magnetic Materials. – 2020.– Vol. – 498. – 1661802

[2] The role of structural properties on magnetic characteristics of glass-coated microwires/ I. Baraban et al. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2018. –Vol. 459 –p. 61–65

[3] Spectral properties of electromotive force induced by periodic magnetization reversal of arrays of coupled magnetic glass-covered microwires/ V. Rodionova et al. // J. Appl. Phys. – 2012. – Vol. 07E735. –p.111

[4] Microwave programmable response of Co-based microwire polymer composites through wire microstructure and arrangement optimization / A. Uddin, F.X. Qin, D. Estevez, S.D. Jiang, L.V. Panina, H.X. Peng // Composites Part B. – 2019. –Vol. 176 – p. 107190

[5]Influence of the surface structure of thin ferromagnetic wires on magnetoimpedance / Jozef Kravčák // AIP Conference Proceedings 1996 – 2018. – 020025; https://doi.org/10.1063/1.5048877

[6] Rapidly solidified amorphous nanowires / H. Chiriac, S. Corodeanu, M. Lostun, G. Ababei, T. Ovari // J. Appl. Phys. 109 (2011) 63902 https://doi.org/10.1063/1.3553639

[7] The Stress dependence of the switching field in glass-coated amorphous microwires / P. Aragoneses, J. Blanco, L. Dominguez, J. Gonzalez, A. Zhukov, M. Vazquez // J. Phys. D Appl. Phys., 31 (1998) 3040-3045. https://doi.org/10.1088/0022-3727/31/21/009

[8] Magnetic behavior of glass-covered amorphous wires / H. Chiriac, T. Ovari, G.
Pop // J. Magn. Magn. Mater, 157/158 (1996) 227-228.
https://doi.org/10.1016/0304-8853(95)01042-4

[9] Recent research on magnetic properties of glass-coated microwires / A.
Zhukov, V. Zhukova, J. Blanco, J. Gonzalez // J. Magn. Magn. Mater. 294 (2005)
182-192. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.03.033

[10] Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires / A S Antonov, V T Borisov, O V Borisov, A F Prokoshin anBN A Usov // J. Phys. D: Appl. Phys. 33 (2000) 1161–1168.

[11] Heating influence on magnetic structure in Co and Fe rich amorphousmicrowires / A. Chizhik, A. Stupakiewicz, A. Maziewski, A. Zhukov, J. Gonzalez // Journal of Magnetism and Magnetic Materials 400 (2016) 356–360. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.07.049

[12] Surface magnetization reversal and magnetic domain structure in amorphous microwires / J. Gonzalez, A. Chizhik, A. Zhukov, J. Blanco // Phys. Status Solidi A., 208(3) (2011) 502– 508 https://DOI.org/10.1002/pssa.201026332

[13] A soft magnetic wire for sensor applications / M. Vazquez and A. Hernando //Journal of Physics D: Applied Physics. – Vol. 29, 1996. – pp. 939-949.

[14]Magnetically Soft Wires for Magnetic Microsensors / Valentina Zhukova,
Mihail Ipatov, Arcady Zhukov //Sensors 2009, 9(11), 92169240; https://doi.org/10.3390/s91109216

[15] Torsion induced acceleration of domain wall motion in magnetic microwires /A. Chizhik, et al. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 489 (2019)165420

[16] Single-Domain Wall Propagation and Damping Mechanism during Magnetic Switching of Bistable Amorphous Microwires / R. Varga, K. L. Garcia, and M. Va'zque // Physical review letters, PRL 94, 017201 (2005)

[17] С.В. Вонсовский, Магнетизм, монография, Главная редакция физикоматематической литературы изд-ва "Наука", 1971

[18] Length effect in a Co-rich amorphous wire / V. Zhukova, N. A. Usov, A. Zhukov and J. Gonzalez // PHYSICAL REVIEW B, VOLUME 65 (2001) 134407. DOI: 10.1103/PhysRevB.65.134407

[19] Relating surface roughness and magnetic domain structure to giant magnetoimpedance of Co-rich melt-extracted microwires / S. Jiang, T. Eggers, O.Thiabgoh,
D. Xing, W. Fei, H. Shen, J. Liu, J. Zhang, W. Fang, J. Sun, H.Srikanth, M. Phan // Scientific Reports, 7 (2017) 46253. https://DOI.org/10.1038/srep46253 [20] Н. Орлова, ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И СВОЙСТВА АМОРФНЫХ СПЛАВОВ, Диссертация на соискание ученой степени кандидата физикоматематических наук, 2014

[21] Metacomposite characteristics and their influential factors of polymer composites containing orthogonal ferromagnetic microwire arrays / Y. Luo, H. X. Peng, F. X. Qin, M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, and J. Gonzalez //JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 115, 173909 (2014)

[22] Novel magnetic microwires-embeddedcomposites for structural health monitoring applications / F. X. Qin, N. Pankratov, H. X. Peng, M. H. Phan, L. V. Panina, M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, and J. Gonzalez //JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 107, 09A314 2010

[23] Co-based magnetic microwire and field-tunable multifunctional macrocomposites / H.X. Peng, F.X. Qin, M.H. Phan, Jie Tang, L.V. Panina, M. Ipatov,
V. Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez // Journal of Non-Crystalline Solids 355 (2009) 1380–1386

[24] В. Родионова, СТАТИЧЕСКИЕ И ДИНАМИЧЕСКИЕ МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ МИКРОПРОВОДОВ И ИХ СИСТЕМ, Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, 2011

[25] An investigation of magnetic reversal in submicron-scale Co dots using first order reversal curve diagrams / Pike, C., and A. Fernandez // J. Appl. Phys. – 1999.
– Vol. 85 – p. 6668–6676.

[26] FORC diagrams: A new tool for characterizing the magnetic properties of natural samples / Roberts, A. P., C. R. Pike, and K. L. Verosub // J. Geophys. Res. - 2000. - Vol. 105, 28,461-28,475, doi:10.1029/2000JB900326.

[27] Understanding fine magnetic particle systems through use of first-order reversal curve diagrams / Roberts, A. P., D. Heslop, X. Zhao, and C. R. Pike // Rev. Geophys., 52, 557–602 (2014), doi:10.1002/2014RG000462.

[28] What does a first-order reversal curve diagram really mean? A study case: Array of ferromagnetic nanowires / Costin-Ionut, Dobrota and Alexandru Stancu // J. Appl. Phys. 113, 043928 (2013); https://doi.org/10.1063/1.4789613

[29] Kinetic effects observed in dynamic first-order reversal curves of magnetic wires: Experiment and theoretical description / Dorin Cimpoesu, Ioan Dumitru, and Alexandru Stancu // Journal of Applied Physics 120, 173902 (2016), https://doi.org/10.1063/1.4966608.

[30] В. Колесникова, ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ СИСТЕМ МАГНИТОСТАТИЧЕСКИ
 МИКРОПРОВОДОВ, ВЫПУСКНАЯ
 КВАЛИФИКАЦИОННАЯ бакалаврская РАБОТА, 2019

[31] Вибрационный магнитометр. Специальный физический практикум /
Н. С. Перов, В. В. Родионова, М. В. Прудникова и др. — Физический факультет МГУ. ТипографияФлай-АртМосква, 2016. — 31 с.

[32] FORCinel: An improved algorithm for calculating first-order reversal curve distributions using locallyweighted regression smoothing / Harrison, R. J., and J.

[33] В. Рубцов, Исследование магнитных и структурных свойств аморфных микропроводов для практических применений, МАГИСТЕРСКАЯДИССЕРТАЦИЯ, 2019

[34] В. Л. Миронов, Основы сканирующей зондовой микроскопии, Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений, 2004

[35] MFM and first order reversal curve (FORC) study of switching mechanism in Co25Pd75 films / J. Abugri, B. Clark, P. Visscher, J. Gong, S. Gupta // J. Appl. Phys. 126 (2019) 13901 https://doi: 10.1063/1.5095424

[36] Magnetizationreversal of Co/Pt multilayers: Microscopic origin of high-field magnetic irreversibility / J. Davies, O. Hellwig, E. Fullerton, G. Denbeaux, J. Kortright, K. Liu // Phys.Rev. B 70(22) (2004) 224434-1-224434-8. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.70.224434

Приложение

Модель гистерезиса Прейзаха

Венгерский учёный Ференц (Франц) Прейзах (Preisach) в 1935 году предложил модель гистерезиса через взаимосвязь магнитного поля и намагниченности магнитного материала, как параллельное соединение независимых релейных гистеронов. В области ферромагнетизма считается, магнитный сети небольших что материал состоит ИЗ независимо действующих доменов. Модель получила широкое признание в качестве общего математического инструмента для описания явлений гистерезиса различных видов, которую использовали в своих работах М. Красносельский, А. Покровский [1, 2].

Гистерон - «элементарный магнитный домен». Он представляет собой элемент функции распределения Прейзаха P(H_C, H_{int}), описывающий идеальную бистабильную петлю гистерезиса (см. рис. 3а). Эта функция зависит от поля переключения (коэрцитивной силы в случае бистабильной петли) – H_C и от поля взаимодействий – H_{int}. Именно наличие сдвига в петле по оси поля (H) говорит о том, что на систему оказывается магнитное воздействие.

В данной модели считается, что любую петлю гистерезиса, имеющую несколько магнитных фаз можно представить в виде набора гистеронов с различными функциями распределения Прейзаха (см. рис. 1). Такую модель удобно использовать для определения взаимодействий внутри системы.



Рисунок 1 Схематичное разбиение пели гистерезиса на набор гистеронов Если для многофазной системы построить функции распределения в координатах полей переключения и полей взаимодействия, то получится магнитных взаимодействий _ Диаграмма Прейзаха диаграмма [3]. Исторически цветами выделяют области положительного взаимодействия (красный цвет на диаграмме) и области отрицательного взаимодействия (синий цвет), а область свободного невзаимодействующего пространства, обычно, выделяют зелёным цветом. Данная теоретическая модель гистерезиса нашла применение на практике и стала прообразом метода FORC – анализа.[4]

Принцип измерений FORC-ов

FORC-анализ (First Order Reversal Curve -кривая обратного хода намагниченности первого рода) был разработан как экспериментальный метод изучения магнитных взаимодействий в магнитной системе и основывается на модели гистерезиса Прейзаха. Для того, чтобы измерить одну FORC-кривую нужно (см. рис. 2с) вначале намагнитить образец до уменьшать прикладываемое насыщения, затем магнитное поле ДО определённого значения (H_r - Return field – поле возвращения) и затем снова магнитное поле до насыщения, одновременно измеряя увеличивать зависимость магнитного момента от поля. Именно эта обратная кривая, идущая от поля возвращения до поля насыщения, и называется FORC. Суть

измерений состоит в том, чтобы заполнить петлю гистерезиса большим набором FORC-ов [4].



возникает из-за эффектов: различных благодаря когерентному вращению магнитного момента в однородно намагниченных однодоменных через частицах ИЛИ более сложные моды магнитного изменение момента, включая buckling curling, И fanning, или из-за зарождения И уничтожения вихря В неоднородно намагниченных частицах. Или же через необратимых ряд

Магнитный гистерезис

Рисунок 2 а) петля гистерезиса b) кривая намагничивания первого порядка c) изображение FORC кривой относительно основной петли гистерезиса d) полный набор FORC кривых e) схема обработки результатов при SF=7 f) окончательный вид FORC диаграммы

шагов, известных как Баркгаузеновские скачки [5], связанных с динамикой доменных стенок в неоднородно намагниченных многодоменных частицах.

Что такое FORC диаграмма?

Намагниченность в любом поле В с полем переключения B_r является функцией двух переменных и обозначается через М (B_r , B), где $B \ge B_r$ (рисунок 2с), а расстояние между полями обозначено δB . Несколько FORC-

ов измеряются для получения множества данных, заданных в данном диапазоне, необходимых (рисунок 2e) для создания FORC диаграммы (рисунок 2f). Данные, полученные этим методом (рисунок 2e) используются для определения распределения FORC, которое определяется как смешанная вторая производная [6, 7]:

$$\rho(B_r, B) = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 M(B_r, B)}{\partial B_r \partial B},\tag{1}$$

где ρ (B_r, B) определена при $B \ge B_r$. Вторая производная умножается на -0.5, потому что намагниченность изменяется с + M_s на -M_s и изменение величины 2M_s. Чисто обратимые компоненты намагниченности (например, из-за парамагнетизма или диамагнетизма) не проявляют гистерезиса, поэтому будут устранены смешанной второй производной, и не будет влиять на результат. При построении распределения FORC удобно изменить координаты с {B_r, B} на

$$\{B_c = (B_r - B)/2, B_i = (B_r + B)/2\}$$
(2)

По определению $B \ge B_r$, поэтому ρ (B_r , B) определена только для $B_c \ge 0$, и диаграмма FORC располагается в правой половине плоскости. Диаграммы FORC часто поворачивают против часовой стрелки на 45⁰, так что декартовы оси х-у являются осями B_c и B_i соответствено.

Прямой расчет смешанной второй производной в уравнении (1) может усилить шум измерений, который может подавить измеряемый сигнал. Это принципиально важный аспект, связанный с вычислением смешанной второй производной решается путем сглаживания. Для расчета функции FORC ρ (Br, B) используется квадратная сетка, где рассчитываемая точка P находится в центре (рис. 1е).

Коэффициент сглаживания (SF) используется, когда количество точек сетки равно $(2SF + 1)^2$. Коэффициент сглаживания равен 2 для образца с сильным сигналом и 9 для образца с низким отношением сигнал шум (при SF = 9 может исчезнуть часть полезного сигнала, поэтому основные характеристики

могут быть легко неверно истолкованы; поэтому лучше всего использовать наименьшее возможное значение SF). График для SF = 3 показан на рисунке 2е, где сглаживание происходит по локальной сетке 7 × 7 точек. Смешанная вторая производная в уравнении (1) рассчитывается численно путем подгонки локальной полиномиальной поверхности [6]:

$$a_1 + a_2B_r + a_3B_r^2 + a_4B + a_5B^2 + a_6B_rB.$$
(3)

FORC диаграммы

Диаграммы FORC предоставляют карту магнитного отклика всех частиц в образце с необратимыми намагничиваниями в терминах коэрцитивности и распределения магнитного поля взаимодействия (оси B_c и B_i соответственно). Таким образом, диаграммы FORC обладают более широким типом представления, необходимым для оценки полной магнитной сложности образца. Диаграммы FORC имеют дополнительное преимущество в том, что они позволяют оценить магнитные взаимодействия между частицами в образце. Это выделяет диаграммы FORC как особенно полезный инструмент, хотя измерение FORC довольно продолжительное по сравнению со многими другими методами.

Чтобы объяснить представленное поведение гистерезиса в диаграммах FORC, используется классическая модель Прейзаха [8]. Для представления магнитного отклика используется однодоменной частицы с одноосной анизотропией, коэрцитивностью $\pm B_{sw}$ и намагниченностью состояния $\pm m_c$, в случае, когда магнитное поле приложено параллельно его легкой оси намагничивания (легкая ось является наиболее энергетически выгодным направлением спонтанной намагниченности).



Рисунок 3 а) бистабильная петля гистерезиса и b) вид FORC диаграммы для нее c) бистабильная петля гистерезиса, смещенная относительно оси ординат и d) вид FORC диаграммы для этой петли e) схематическое разбиение петли гистерезиса на набор гистеронов f) соответствующая FORC диаграмма

равное -10 мТл сместит значение внешнего поля, необходимое для обращения намагниченности в ноль, с -30 мТл на -20 мТл (т. е. B_{sw} - B_{int}). Соответственно, тоже самое поле -10 мТ смещает значение поля, необходимое для переключения намагниченности от +30 мТл до +40 мТл (т.е. + B_{sw} - B_{int}). Графическая иллюстрация системы гистеронов на рисунке 3е [9] обеспечивает визуализацию ожидаемой связи между коэрцитивностью и полем взаимодействия в пространстве { B_c , B_i }. Магнитостатические взаимодействия для набора 10⁵ частиц с Гауссовым распределением поля

Если однодоменная частица магнитно изолирована, то она вносит вклад в диаграмму FORC Kak $\{B_c = B_{sw}, B_i =$ **0**} (рис. 3b). Когда же однодоменная частица помешается в постоянное локальное поле взаимодействия B_{int}, действует которое параллельно

приложенному полю (рисунок 3c). то она вносит вклад в диаграмму FORC как $\{B_c = B_{sw}, B_i = B_{int}$ (рисунок 3d). В случае, показанном на рисунке 3c, локальное поле взаимодействия (B_{int})

взаимодействия вызывают вертикальное распространение распределение FORC (рисунок 3f), а не изолированный пик (рисунок 3d).

Литература к Приложению

[1] Bertotti G. Hysteresis in magnetism: for physicists, materials scientists, and engineers. – Academic press, 1998

[2] Gutowski M. W., Chyao A., Markovskyi S. Preisach images of a simple mechanical system //arXiv preprint arXiv:1201.2811. – 2012.

[3] Ionita V. et al. Efficient use of Preisach hysteresis model in Computer Aided Design //Advances in Electrical and Computer Engineering. – 2013. – T. 13. – №.
2. – C. 121-126.

[4] Kolesnikova V.G. (2019), ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ
 СИСТЕМ МАГНИТОСТАТИЧЕСКИ ВЗАИМОДЕЙСТВУЮЩИХ
 МИКРОПРОВОДОВ, Выпускная квалификационная работа

[5] Barkhausen, H. (1935), Lehrbuch der Elektronen-Röhren, S. Hirzel Verlag, Leipzig, Germany.

[6] Pike, C., and A. Fernandez (1999), An investigation of magnetic reversal in submicron-scale Co dots using first order reversal curve diagrams, J. Appl. Phys., 85, 6668–6676.

[7] Wilde, H., and H. Girke (1959), Die messung der wahrscheinlichkeitsverteilung der Barkhausensprünge in einem ferromagnetikum, Z. Angew.Phys., 11, 339–342.

[8] Néel, L. (1954), Remarques sur la théorie des propriétés magnétiques des substances dures, Appl. Sci. Res., Sect. B, 4, 13–24.

[9] Fabian, K., and T. von Dobeneck (1997), Isothermal magnetization of samples with stable Preisach function: A survey of hysteresis, remanence, and rock magnetic parameters, J. Geophys. Res., 102, 17,659–17,677, doi:10.10