

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

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Особенности структурных и магнитных свойств «толстых»
железо-обогащенных аморфных микропроводов, полученных
методом Улитовского-Тейлора**

**Дипломная работа
студента 6-го курса
кафедры магнетизма
*Зайкова Кирилла Владимировича***

**Научный руководитель:
доктор физ.-мат. наук, профессор,
главный научный сотрудник
*Е. Е. Шалыгина***

**Допущен к защите _____ 2013 г.
И.О. Зав. кафедрой магнетизма
Профессор**

Н.С. Перов

Москва 2013 г.

Оглавление

Введение	3
Глава 1. Аморфные материалы	5
1.1. Аморфные материалы	5
1.2. Магнитные свойства аморфных материалов.	6
1.3. Доменная структура и процессы перемагничивания аморфных лент и проволок	9
1.4. Способы получения аморфных материалов.	13
Глава 2. Методики эксперимента и изучаемые образцы	18
2.1 Изучаемые образцы	18
2.3 Методы исследования образцов	18
2.4 Анализ погрешностей эксперимента	23
Глава 3. Результаты исследований и их обсуждение	24
3.1 Структурные свойства изучаемых аморфных микропроводов	24
3.2 Магнитные свойства железо-обогащенных лент и микропроводов	28
Основные результаты и выводы	37
Литература	39

Введение

Актуальность темы

Несмотря на то, что аморфные материалы были открыты более сорока лет назад, интерес к исследованию их структурных, магнитных и кинетических свойств не ослабевает и по настоящее время. Объясняется это в первую очередь возможностью широкого использования аморфных материалов в современной микроэлектронике при относительно низкой цене их изготовления. [1].

Особый интерес заслуживают аморфные материалы, полученные в виде микропроводов. В частности, обнаруженные уникальные магнитные свойства и магнитная бистабильность аморфных микропроводов обусловили их широкое практическое применение при изготовлении высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления, деформаций и т.д., а также в качестве новых типов кодирующих и сенсорных устройств, меток для противокражных систем.

Существует несколько методов изготовления микропроводов. Одним из широко используемых в настоящее время является метод вытягивания из расплава с охлаждением в воде [2-4]. На начальном этапе при изготовлении металлических микропроводов в стеклянной оболочке применялся метод, предложенный Г.Ф. Тэйлором [5]. Позже он был модернизирован А.В. Улитовским [6, 7]. Аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке, полученные указанным выше методом, обычно имеют диаметр металлической жилы порядка 1 – 40 мкм и слой стекла – 0.5–15 мкм.

В последние годы в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН в лаборатории аморфных и нанокристаллических сплавов разработаны составы, технология и оборудование для получения так называемых «толстых» ферромагнитных аморфных проводов. В частности, из магнитомягких сплавов на основе кобальта с использованием модернизированного метода Улитовского – Тейлора был получен новый тип проводов, а именно «толстые» аморфные провода в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы от 50 до 160 мкм [8]. Особенности структурных и магнитных свойств «толстых» кобальт-обогащенных микропроводов диаметром вплоть до 160 мкм были изучены в работе [9]. Вместе с тем в настоящее время наметился растущий интерес к группе железо-обогащенных материалов, так называемых «умных» стресс-композитов, на основе высокопрочных аморфных ферромагнитных микропроводов. Предварительные исследования показали, что эти

провода могут быть упрочняющими элементами композитов и одновременно служить высокочувствительными датчиками действующих напряжений. Использовать такие материалы можно при мониторинге состояния ответственных конструкций, узлов летательных аппаратов, состояния взлетно-посадочных полос, шахт, ледовых переправ, мостов, трубопроводов и т.п. Очевидно, что исследование физических свойств нового типа микропроводов заслуживает внимание, как с научной, так и с практической точек зрения.

Целью данной работы является исследование структурных, приповерхностных и объемных магнитных характеристик «толстых» железо-обогащенных микропроводов, приготовленных с помощью модернизированного метода Улитовского – Тейлора.

Глава 1. Аморфные материалы

1.1 Аморфные материалы.

Аморфные магнитные материалы (АММ) представляют собой магнетики, у которых отсутствует дальний, но существует ближний порядок в расположении атомов, сохраняющийся на расстояниях порядка нескольких межатомных расстояний. Вообще говоря, ближний порядок характерен для жидкостей, но в отличие от аморфных материалов, в жидкостях происходит непрерывный обмен между соседними частицами, который затрудняется при увеличении их вязкости. Таким образом, твердое тело в аморфном состоянии можно рассматривать как переохлажденную жидкость большой вязкости. Поскольку в АММ, в отличие от кристаллических материалов, отсутствует периодичность в расположении атомов, то для них характерно отсутствие кристаллографической анизотропии и дефектов кристаллического строения (дислокаций, вакансий, границ зерен и блоков).

Для АММ характерно метастабильное неравновесное термодинамическое состояние. Однако существует интервал температур, в котором перестройка их структуры происходит крайне медленно. Этот интервал определяется разностью температуры кристаллизации аморфной фазы $T_{кр}$ и температуры стеклования $T_{ст}$:

$$\Delta T = T_{кр} - T_{ст}$$

Доказано, что чем больше интервал ΔT , тем стабильнее аморфное состояние. Для сплавов на основе магния и железа $\Delta T = 61$ К, в сплавах с добавками лантанидов и палладия $\Delta T = 98$ К, а циркония $\Delta T = 127$ К [10]. В последнем случае ΔT является максимальным, известным на сегодняшний день значением области существования переохлажденной жидкости. При нагревании аморфных сплавов выше $T_{кр}$ они кристаллизуются. Для основных аморфных сплавов $T_{кр}$ лежит в пределах $600 \div 800$ К. Металлические стекла практически стабильны при $T_{кр} < 200$ К [11].

Магнитомягкие аморфные сплавы, как правило, состоят на 70–80 % из одного или нескольких переходных металлов (Fe, Co, Ni) и на 20–30 % из металлоидов (стеклообразователей). Введение металлоидов позволяет изменять физические свойства аморфных сплавов, а также получать материалы с заданными свойствами. Так, тантал и ванадий повышают температурную стабильность магнитных характеристик АММ,

хром улучшает коррозионные, а молибден – частотные свойства. Кроме того, меняя состав аморфного сплава, можно уменьшить намагниченность насыщения, понизить температуру Кюри, увеличить удельное сопротивление, прочность, пластичность.

Современные магнитомягкие АММ, как правило, имеют следующие свойства:

1. Широкий интервал существования переохлажденной жидкости перед кристаллизацией ΔT .
2. Высокую индукцию насыщения: $B_S = 4\pi M_S$.
3. Малое значение коэрцитивной силы H_C .
4. Высокое значение магнитной проницаемости μ .
5. Низкое значение магнитострикции насыщения λ_S .
6. Высокое удельное сопротивление ρ .
7. Высокую прочность и твердость при великолепной пластичности.

Благодаря высокому значению B_S и малой коэрцитивной силе H_C для аморфных магнитных материалов характерны низкие потери на гистерезис, а благодаря высокому сопротивлению ρ – низкие потери на вихревые токи.

Дешевая технология получения, а также перечисленные выше особенности аморфных материалов, позволяют их эффективно внедрять в технику. Они используются для изготовления магнитопроводов магнитных головок, магнитных экранов, сердечников трансформаторов, магнитострикционных вибраторов, линий задержки, датчиков деформаций, магнитных сенсоров. Аморфные металлы и сплавы часто используются как материалы для припоев, как катализаторы и абсорбирующие материалы. Сверхпроводящие свойства аморфных сплавов нашли применение в датчиках уровня и термометрах для гелиевых температур [10, 12].

1.2. Магнитные свойства аморфных материалов.

Ферромагнетизм АММ обусловлен присутствием в них ферромагнитных переходных металлов (железа, кобальта и никеля) с незаполненной 3d-оболочкой. 3d-электроны этих металлов являются носителями локальных магнитных моментов в атоме. Обменное взаимодействие между локальными магнитными моментами приводит к появлению спонтанной намагниченности. При удалении локальных магнитных моментов атомов на достаточно большое расстояние друг от друга, что

обычно реализуется в «разбавленных» сплавах, взаимодействие между ними отсутствует и сплав становится парамагнитным.

Важнейшими физическими величинами, определяющими различные магнитные свойства ферромагнетиков, являются средний атомный магнитный момент и температура Кюри T_C . Сравнение этих величин для кристаллических и аморфных ферромагнетиков свидетельствует об уменьшении в аморфных материалах значений среднего атомного магнитного момента и T_C . Чтобы установить причины этого уменьшения, в работе [13] были рассмотрены вопросы о магнитной структуре АММ и роли аморфизации в формировании магнитного порядка. Авторы показали, что химический и структурный атомный беспорядок, характерный для аморфного вещества, приводит к возникновению флуктуаций обменного взаимодействия, магнитного момента и одноионной анизотропии. Подобные флуктуации являются следствием сильной зависимости интеграла обмена от расстояния между атомами и от конфигурации связей. Аморфизация оказывает наибольшее влияние на магнитные моменты 3d-металлов из-за делокализации неспаренных электронов. Локальный магнитный момент при этом определяется не только положением, но типом и числом ближайших к нему соседних атомов. В случае редкоземельных элементов, у которых 4f-электроны экранированы сильнее, эффект флуктуаций локальных магнитных моментов значительно уменьшается.

Как и для кристаллических ферромагнетиков, для АММ характерно явление гистерезиса, магнитного насыщения и наличие доменной структуры. Для магнитомягких аморфных металлических сплавов намагниченность насыщения достигается в полях порядка $(8\div 80)\times 10^3$ А/м. Величина спонтанной намагниченности уменьшается с ростом температуры и при температуре Кюри T_C становится равной нулю. При исследовании температурной зависимости спонтанной намагниченности аморфных сплавов было установлено, что низкотемпературные изменения намагниченности могут быть описаны в спин-волновом приближении (намагниченность пропорциональна $T^{3/2}$) [14], а при высоких температурах изменение намагниченности происходит слабее, чем по функции Бриллюэна. Причиной этого является наличие дисперсии локальной анизотропии и обменных взаимодействий [15, 16].

Специального анализа потребовала проблема магнитной анизотропии АММ. Магнитная анизотропия (МА) является структурночувствительным свойством

материала, а, следовательно, зная причину ее появления, можно получить новые сведения о структуре АММ. Кроме того, МА определяет значения таких важных в практическом отношении величин, как коэрцитивная сила и начальная проницаемость, которые описываются соотношениями: $H_C \sim K_{\text{эфф}}/M_S$, $\mu_0 \sim M_S^2/K_{\text{эфф}}$, где $K_{\text{эфф}}$ - эффективная константа МА. Изначально предполагалось, что магнитная анизотропия в АММ отсутствует. Первое доказательство существования МА было получено для аморфного сплава Со-Р [17]. В дальнейшем макроскопическая МА была обнаружена во многих АММ. В случае одноосной магнитной анизотропии в аморфных ферромагнетиках ее энергия определяется выражением:

$$U_K = K_{\text{эфф}} \sin^2 \varphi,$$

а поле анизотропии:

$$H_K = 2K_{\text{эфф}}/M_S,$$

где $K_{\text{эфф}}$ - эффективная константа одноосной анизотропии, φ - угол между вектором намагниченности M и осью легкого намагничивания (ОЛН).

Работа Кронмюллера [18] была одной из первых, где были перечислены возможные причины магнитной анизотропии в АММ. Ниже перечислены основные причины МА в аморфных магнитомягких материалах.

1. Магнитоупругая энергия, возникающая благодаря магнитострикции при наличии внутренних механических напряжений.
2. Магнитное диполь-дипольное взаимодействие, с которым связаны анизотропия формы образца (обусловленная не только его формой, но и состоянием поверхности), внутренняя анизотропия формы (обусловленная анизотропией формы внутренних неоднородностей) и анизотропия упорядочения атомов.
3. Спин-орбитальное взаимодействие, приводящее к одноионной анизотропии и анизотропии обменного взаимодействия.

Энергия магнитоупругой анизотропии определяется соотношением:

$$U_\sigma \sim -3/2 \lambda_S \sigma,$$

где λ_S - магнитострикция насыщения, а σ - механические напряжения.

Магнитоупругая анизотропия существует во всех аморфных сплавах, полученных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане, поскольку при этом способе изготовления материалы всегда испытывают действие как внутренних, так и внешних напряжений. Величина этих напряжений и соответственно

энергия магнитоупругой анизотропии могут быть существенно уменьшены путем термической обработки материала. Вместе с тем, усиление одноосной магнитной анизотропии может быть достигнуто при отжиге АММ в магнитном поле (термомагнитная обработка) и при воздействии на аморфные образцы механических напряжений. Основным механизмом такой наведенной магнитной анизотропии является парное упорядочение атомов. Первая модель направленного упорядочения атомов при рассмотрении наведенной МА была предложена Ван Флеком в 1937 году. Позже японские ученые применили подобную модель для объяснения наведенной магнитной анизотропии в АММ. Подробное описание этой модели дано в книге S. Chikazumi "Physics of Ferromagnetism", Oxford University Press, Oxford, 1997. В соответствии с этим механизмом пары ближайших соседних атомов ориентируются в образце вдоль определенного направления, задаваемого приложенным внешним магнитным полем или механическим напряжением. Здесь следует отметить, что влияние анизотропии формы образца на результаты измерений, например, магнитных характеристик, можно полностью исключить, если использовать образцы определенной формы.

1.3. Доменная структура и процессы перемагничивания аморфных лент и проволок.

Известно, что доменная структура любого ферромагнетика определяется минимумом его свободной энергии, равной, как правило, сумме энергий магнитоэлектростатических полей рассеяния, магнитной анизотропии и обменной энергии.

Остановимся на более детальном описании доменных структур в аморфных проволоках. Согласно существующим представлениям, аморфные проволоки с положительной магнитострикцией ($\lambda_S > 0$) состоят из однодоменного продольно намагниченного внутреннего стержня и зигзагообразной мультидоменной внешней оболочки с радиальным направлением намагниченности (см. Рис. 1). Аморфные проволоки с отрицательной магнитострикцией ($\lambda_S < 0$) также состоят из продольно намагниченного внутреннего стержня и внешней оболочки. Однако в отличие от проволок с $\lambda_S > 0$, ось легкого намагничивания во внешней оболочке имеет круговое направление (см. Рис. 1.1). Такую доменную структуру называют структурой типа "бамбук" [19]. В работе [20] было показано, что распределение намагниченности в

аморфных проволоках с $\lambda_S < 0$ обусловлено малыми возмущениями аксиальной симметрии проволоки. Оказалось, что, благодаря достаточно большой величине намагниченности насыщения, даже малое возмущение аксиальной симметрии может вызвать появление поверхностных или объемных магнитных зарядов заметной величины. Если такие возмущения медленно распространяются вдоль проволоки на расстояния много больше ее радиуса, магнитные заряды могут дать ощутимый вклад в магнитостатическую энергию аморфной проволоки. Доменная структура типа "бамбук" в проволоках с $\lambda_S < 0$ сводит к минимуму магнитостатическую энергию этих зарядов.

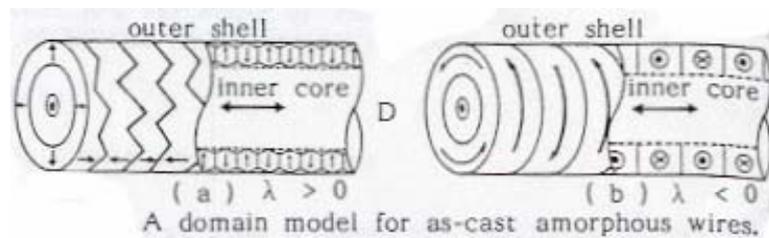


Рис.1.1. Схематическое изображение доменной структуры, предложенной для проволок с положительным (а) и отрицательным (б) значением магнитоупругости.

Образование внутреннего стержня в проволоках с отрицательной магнитоупругостью можно также объяснить с точки зрения обменной энергии [21]. Если бы во всем объеме аморфной проволоки с $\lambda_S < 0$ намагниченность имела бы круговое направление, то суммарная обменная энергия соседних спинов была бы очень велика, так как эта энергия пропорциональна углу между соседними спинами, который растет по мере приближения к оси проволоки. Для уменьшения обменной энергии намагниченность в стержне должна быть направлена продольно, несмотря на то, что при этом увеличивается магнитостатическая энергия на концах проволоки. Влияние размагничивающего поля уменьшается за счет сужения внутреннего стержня к концам проволоки.

Микропроволоки с положительной магнитоупругостью, покрытые стеклянной оболочкой, имеют такую же доменную структуру, как и обычные аморфные проволоки с $\lambda_S > 0$, но однородно намагниченная область занимает большую часть объема микропроволоки, о чем свидетельствует большая остаточная намагниченность M_R/M_S . После удаления стеклянной оболочки внутренние напряжения ослабевают, объем однородно намагниченной области уменьшается, о чем свидетельствует уменьшение отношения M_R/M_S [22].

Что касается микропроволок с $\lambda_s < 0$, покрытых стеклянной оболочкой, то, благодаря преобладающему влиянию магнитоупругой энергии по сравнению с магнитостатической и обменной, доменная структура указанных материалов характеризуется наличием внутреннего стержня с радиальным направлением намагниченности и внешней оболочки с круговой ориентацией намагниченности. Удаление стеклянной оболочки приводит к ослаблению действующих на образец напряжений, а, следовательно, к уменьшению магнитоупругой энергии. Следствием этого является продольная ориентация оси легкого намагничивания во внутреннем стержне. Во внешней оболочке по-прежнему сохраняется круговое направление намагниченности. Таким образом, в отличие от микропроволок с положительной магнитострикцией, удаление стеклянной оболочки в случае микропроволок с $\lambda_s < 0$ влечет за собой изменение доменной структуры [23].

Поскольку доменная структура в значительной степени определяет характер намагничивания, коэрцитивность и другие характеристики, то рассмотрению доменных структур в аморфных сплавах было уделено должное внимание.

Попытка объяснить прямоугольную форму петель гистерезиса аморфных микропроволок с точки зрения их доменной структуры впервые была сделана Хэмфри [24]. Он предложил взять за основу модель доменной структуры, в которой аморфная ферромагнитная проволока состоит из двух областей с различной структурой доменов. При этом предполагалось, что внутренняя область однородно намагничена вдоль оси проволоки (core), а внешняя оболочка (shell) имеет домены с круговым или радиальным направлением намагниченности (core-shell model). Размер внутреннего стержня, намагниченность которого параллельна оси проволоки, равен $D/\sqrt{2}$ в случае проволок с положительной магнитострикцией и $D/\sqrt{3}$ – в случае проволок с отрицательной магнитострикцией (D - диаметр проволоки) [25]. Прямоугольность петли гистерезиса обусловлена перемагничиванием внутренней части (core) проволоки. При приближении к насыщению происходит непрерывное уменьшение нормальной компоненты намагниченности во внешней оболочке (shell).

Согласно существующим данным, ориентация намагниченности зависит от распределения внутренних напряжений, индуцированных в процессе изготовления проволоки – продольного σ_a , радиального σ_r и кругового σ_c . Во внутреннем стержне аморфных проволок выполняется следующее соотношение для существующих в

проволоке напряжений - $\sigma_a > \sigma_c > \sigma_r$. Вследствие этого на расстоянии $x = R_c/R \sim 0.7$ (R_c - радиус стержня, R - радиус проволоки) от оси проволоки ось легкого намагничивания параллельна оси проволоки, а в области $x > 0.7$ начинает поворачиваться к радиальному направлению, так как продольное и круговое напряжения σ_a и σ_c меняют знак. Эта переходная область состоит из доменов, наклоненных под углом 45° к оси проволоки. Магнетопругая анизотропия в этой области достигает минимума. Положительное радиальное напряжение σ_r в приповерхностном слое обуславливает радиальное направление легкой оси во внешней оболочке [26]. Продольная ориентация намагниченности во внутреннем объеме проволоки приводит к появлению на ее концах магнитных полюсов, а, следовательно, к росту магнитостатической энергии. Для ее уменьшения на обоих концах проволоки образуются замыкающие домены с противоположным направлением намагниченности. Размер замыкающих доменов зависит от приложенного магнитного поля и внешних напряжений. С ростом поля оба замыкающих домена увеличиваются несимметричным образом и схлопываются (collapse) [27]. Однако такое схлопывание спонтанно существует в коротких проволоках из-за больших размагничивающих полей. По оценкам авторов работы [28], для проволок с положительной магнитострикцией размер каждого замыкающего домена составляет 3 см, а поэтому в аморфной проволоке длиной менее 6 см, происходит спонтанное схлопывание обратных доменов и бистабильное состояние не реализуется. Кроме того, доменная структура аморфных проволок зависит от их диаметра D [29]. Так, с ростом D :

- 1) увеличивается магнитная анизотропия, что обуславливает увеличение наклона поверхностных доменов;
- 2) растет размагничивающее поле, а, следовательно, растет и критическая длина бистабильного состояния $L_{кр}$, что приводит к увеличению размера обратных доменов на концах проволоки.

В работе [28] было показано, что перемагничивание аморфных проволок с положительной магнитострикцией более корректно описывается механизмом движения незакрепленной доменной стенки (depinning mechanism), чем механизмом образования зародышей обратной фазы (nucleation mechanism). Процесс перемагничивания спонтанно начинается вблизи одного из концов проволоки. Закрепленная посредством большой величины магнитостатической энергии стенка одного из обратных доменов, существующих на концах проволоки, отрывается под действием приложенного

магнитного поля и распространяется по всей ее длине. Конец проволоки, с которого начинается перемагничивание, может меняться или оставаться неизменным после каждого акта перемагничивания (изменяющаяся или однонаправленная мода распространения стенки). Движение доменной стенки можно регистрировать высокочувствительными катушками, расположенными по длине проволоки. Форма регистрируемых этими катушками импульсов напряжения и время, прошедшее до появления следующего импульса, позволяют определять форму, размеры и скорость движения доменной стенки (метод Сикстуса-Тонкса) [30, 31]. Установлено, что в процессе распространения стенка сохраняет плоскую форму. Скорость движения стенки зависит от величины приложенного поля. Продольная компонента скорости достигает значения 2000 м/с в поле 30 А/м для FeSiB аморфных проволок диаметром 125 мкм и длиной 70 см. Минимальное поле, в котором начинается движение доменной стенки, составляет 3 А/м. Нормальная компонента скорости мала вследствие большой длины стенки. Длина стенки заметно увеличивается с ростом приложенного магнитного поля или скорости распространения. В поле $H \sim 30$ А/м она достигает 17 см. В больших полях зависимость продольной компоненты скорости распространения доменной стенки и ее длины от внешнего поля становится нелинейной [32].

1.4. Способы получения аморфных материалов.

Основными методами получения аморфных материалов являются следующие:

- 1) осаждение металла из газовой фазы (вакуумное напыление, распыление и химические реакции в газообразной среде);
- 2) затвердевание жидкого металла (различные методы закалки из жидкого состояния);
- 3) введение дефектов в металлический кристалл (облучение частицами поверхности кристалла, воздействие ударной волной).

В настоящее время основным способом получения аморфных сплавов в виде лент является спиннингование струи расплава на вращающийся медный диск [33]. В этом случае скорость охлаждения на контактной стороне диска составляет 10^6 °C/с, а на свободной стороне 10^4 °C/с. Различие скоростей охлаждения на 2 порядка приводит к сильно неравновесному состоянию кластерной аморфной структуры, и, как следствие, при термомагнитной обработке сплав становится хрупким.

Что касается изготовления микропроводов, то в основном использовались два метода [6, 7, 34, 35].

Первый метод заключается в спиннинговании (выдавливании) струи расплава из кварцевой ампулы через калиброванное отверстие во вращающийся слой закалочной жидкости. Таким методом получают быстро закаленные провода диаметром 50-180 мкм. Макет подобной установки, созданной в ИМЕТ РАН, показан на рисунке 1.2.

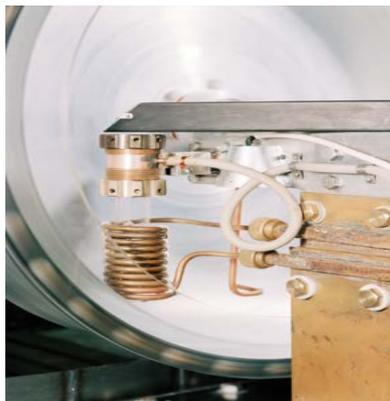


Рис.1.2. Вид лабораторной установки ИМЕТ РАН по получению провода с помощью первого метода.

Ограничение использования этого метода связано с необходимостью использовать дорогие высокочистые компоненты (класса High Purity) и нестабильностью геометрических параметров [11]. Кроме того, взаимодействие железосодержащего расплава с водой может приводить к коррозии провода.

Второй метод - метод Улитовского-Тейлора

Вторым методом получения аморфных микропроводов является метод Улитовского-Тейлора. В этом случае металлическое ядро плавится и одновременно покрывается стеклянной оболочкой толщиной вплоть до 15 мкм, а потом быстро охлаждается и вытягивается в проволоку диаметром от 3 до 40 мкм. В этом методе обеспечивается всестороннее охлаждение расплава, а наличие стеклянной оболочки способствует снижению скорости закалки за счет подавления скорости диффузионных процессов. Снижение скорости закалки позволяет использовать для получения провода дешевые исходные компоненты коммерческой чистоты.

Впервые тонкие металлические нити в стеклянной оболочке получил Тейлор в 1924 году [34, 35]. В 1940 году этот метод был усовершенствован Ф.Маковским. При

использовании этого способа навеску металла помещают в горизонтально расположенную стеклянную трубку. Нагрев металла и стеклянной трубки осуществляется газовой горелкой. После расплавления металла и нагрева трубки до температуры размягчения стекла она быстро растягивается. Этот способ не получил промышленного применения из-за ограниченной длины получаемого микропровода (несколько метров). В 1948 году проф. А. Улитовский предложил новый способ получения микропроводов в стеклянной оболочке [6]. Несколько граммов металла или сплава помещается в стеклянную трубку и вносится в поле высокочастотного индуктора. Под действием электромагнитного поля происходит разогрев, расплавление металла и образование из него капли. Часть стеклянной трубки, примыкающая к расплавленному металлу, размягчается, и из стекла формируется оболочка, обволакивающая каплю. Из размягченного стекла вытягивается стекловолокно, которое заводится и наматывается на катушку приёмного устройства. При определённых режимах вытяжки возникают условия затекания металла в образующийся стеклянный капилляр (см. рис. 1.3 а). На пути от индуктора к приёмной катушке микропровод проходит через струю охлаждающей жидкости (воду или масло). Таким образом, формируется микропровод, состоящий из центральной металлической жилы и сплошной стеклянной оболочки. Расход стекла в процессе получения микропровода компенсируется непрерывной подачей стеклотрубки в зону индуктора. Расход металла на формирование жилы микропровода ограничивается исходной массой капли.

Недостаток метода состоит в том, что процесс получения из капли расплава является нестационарным. В результате непрерывное изменение количества расплавляемого металла приводит к изменению температуры капли, положения капли в индукторе, положения оптимальной температурной зоны закалки в процессе литья. Оптимальное одновременное поддержание всех этих параметров является затруднительным. Вследствие чего наблюдаются различные виды неустойчивостей геометрических параметров и свойств микропровода.

Модификацией капельного метода является «непрерывный» метод литья микропровода. В последние годы этот метод был разработан в Институте металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН [8]. В этом модернизированном методе Улитовского – Тейлора уровень магнитомягких Fe-Co сплавов в капле (микроразлив) непрерывно восстанавливается вводимым в неё стержнем исходного сплава (см. рис. 1.3 б).

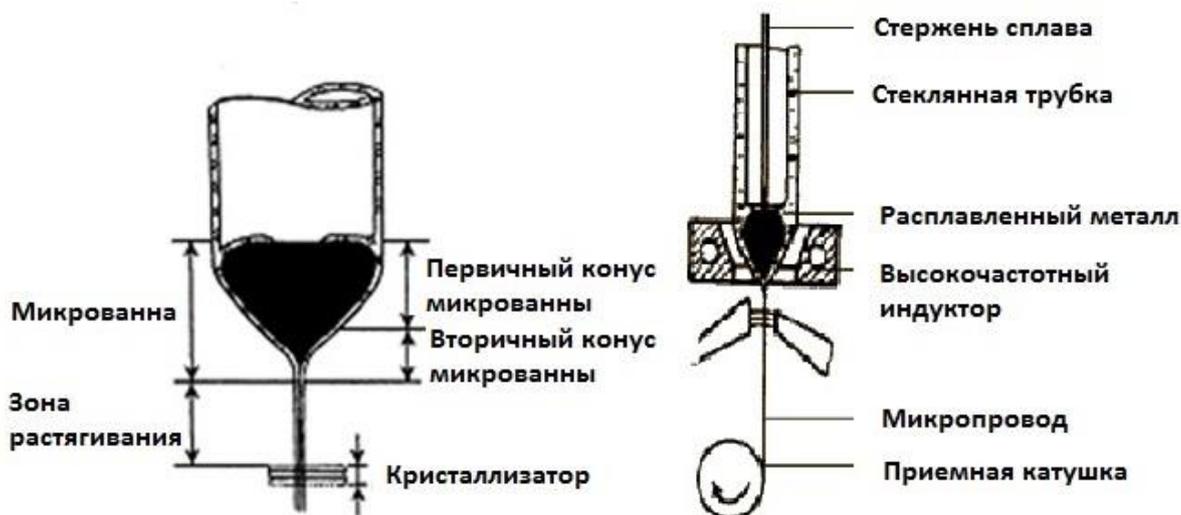


Рис. 1.3. Капельный метод получения металлического микропровода в стеклянной оболочке из жидкой фазы металлов по методу проф. А. Улитовского (а) и «непрерывный» метод литья микропровода, предложенный в ИМЕТ РАН (б).

Модернизация метода состояла в следующем:

- Реализована комплексная металлургическая очистка расплава для получения прекурсоров;
- Разработано оборудование для непрерывного процесса получения микропровода, обеспечивающее контроль и управление параметрами процесса;
- Разработан метод раскладки микропроводов в катушки.



- Разработано оборудование непрерывного удаления при необходимости стеклянной оболочки с микропроводов.

В дальнейшем с помощью этого метода был получен новый тип проводов, а именно «толстые» аморфные провода в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы от 50 до 200 мкм [8]. Ниже на рисунках 1.4 и 1.5 приведены фотографии используемых установок при получении микропроводов.



Рис. 1.4. Установка для изготовления быстрозакаленных «толстых» микропроводов с помощью модифицированного метода Улитовского – Тейлора.



Рис. 1.5. Установка по удалению стеклянной оболочки с микропровода.

Очевидно, что исследование физических свойств нового типа микропроводов заслуживало внимание, как с научной, так и с практической точек зрения. Как было отмечено во введении, особенности структурных и магнитных свойств «толстых» кобальт-обогащенных микропроводов диаметром вплоть до 160 мкм были изучены в работе [9]. Данная дипломная работа посвящена исследованию структурных и магнитных свойств «толстых» железо-обогащенных микропроводов диаметром металлической жилы вплоть до 200 мкм.

Глава 2. Методики эксперимента и изучаемые образцы

2.1 Изучаемые образцы.

Исследования были выполнены на железо-обогащенных микропроводах. Для приготовления сплавов использовались компоненты чистотой не ниже 99.8 %. Слиток исходного сплава получали сплавлением исходных компонентов коммерческой чистоты в лабораторной вакуумной печи сопротивления с графитовым нагревателем. Плавку вели в алундовом керамическом тигле объемом 0.5 л (керамика Al_2O_3). Технология выплавки включала стадию металлургической очистки: вакуумирование расплава, рафинирование с использованием гелий-водородной смеси и перегрев расплава до $1650^{\circ}C$ для достижения равновесного состояния расплава. После завершения процесса плавки проводили отбор прекурсоров. Соответствие отобранных прекурсоров исходному составу контролировали методом химического анализа. Отклонение полученного состава от расчетного не превышало 0.2% [8]. Наилучшие прекурсоры были использованы для получения лент, из которых были изготовлены быстро закаленные литые стержни длиной 40-50 см. Из них с помощью модернизированного метода Улитовского–Тейлора были получены микропровода в стеклянной оболочке.

Были изучены следующие микропровода:

1. $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ в стекле и без стекла с диаметром магнитной жилы, равной 120, 90 и 55 мкм, магнитострикцией насыщения $\lambda_S = +25 \times 10^{-6}$;
2. $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ без стекла с диаметром магнитной жилы, равной 200, 140, 95, 65 и 55 мкм, магнитострикцией насыщения $\lambda_S = +15 \times 10^{-6}$.

Влияние стеклянной оболочки на свойства микропроводов было изучено путем ее удаления механическим способом.

2.2 Методы исследования образцов.

Рентгеновский анализ изучаемых образцов был выполнен на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН–4–07 с использованием монохроматизированного CoK_{α} излучения. Соответствие структуры полученных проводов аморфному состоянию контролировали также методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на микрокалориметре Setaram Setsys Evolution (скорость нагрева 20 К/мин).

Фрактографические исследования боковой поверхности и изломов проводов были проведены методом растровой электронной микроскопии в режиме вторичных электронов.

Уровень пластичности при изгибе оценивался по технологической пробе на способность микропровода к образованию узла. В этом случае противоположные концы микропровода с предварительно завязанным узлом растягивали со скоростью порядка 0.02 м/мин. Характер уменьшения узла контролировался оптическим методом. За критический диаметр, d_{cr} , принимали диаметр узла, фиксируемый до разрушения микропровода.

Объемные магнитные характеристики образцов были измерены на вибрационном магнитометре (ВМ) с чувствительностью 10^{-6} Гс см³, позволяющем проводить измерения при комнатной температуре в диапазоне магнитных полей вплоть до ± 10 кЭ при дискретности изменения поля в диапазоне ± 10 Э, равной 0.02 Э.

Информация о приповерхностных магнитных характеристиках изучаемых образцов была получена с помощью магнитооптического микромагнетометра, описанного в работе [36]. Известно, что магнитооптический эффект Керра чувствителен к намагниченности приповерхностного слоя определенной толщины, соответствующей «глубине проникновения света в среду», $t_{пр}$. Величина $t_{пр}$ определяется из соотношения: $t_{пр} = \lambda / 4\pi k$, где λ – длина волны падающего света, а k – коэффициент поглощения среды. Согласно существующим экспериментальным данным [37], для металлических магнитных материалов в области энергии квантов падающего света 0.5 - 6 эВ значение $t_{пр}$ не превышает 10-30 нм. В нашем случае толщина изучаемого приповерхностного слоя была порядка 20 нм. Измеряемые образцы имели длину 20 мм. Внешнее перемещающее магнитное поле было приложено параллельно длине изучаемых микропроводов. Измерение приповерхностных петель гистерезиса было выполнено с помощью экваториального эффекта Керра (ЭЭК), δ . Здесь $\delta = (I - I_0) / I_0$, где I и I_0 интенсивность света, отраженного от намагниченного и ненамагниченного образца, соответственно. Фактически регистрировались зависимости $\delta(H) / \delta_S \sim M(H) / M_S$, где δ_S – значение ЭЭК при $M = M_S$, M_S – намагниченность насыщения образца. Петли гистерезиса измерялись при изменении внешнего магнитного поля от $+H$ до $-H$ и от $-H$ до $+H$, причем значение H существенно превышало величину H_S (H_S – поле насыщения измеряемого образца).

Блок-схема магнитооптической установки, собранной на базе микроскопа МИС-11, приведена на рисунке 2.1.

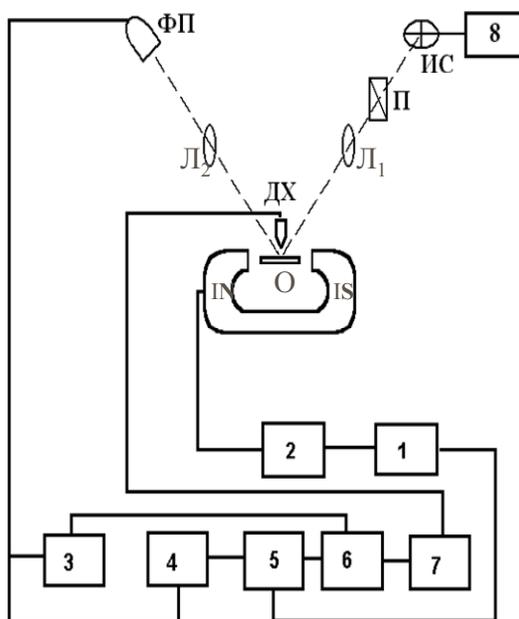


Рис. 2.1. Блок-схема магнитооптической установки, собранной на базе микроскопа МИС-11.

- | | |
|---|----------------------------|
| 1 - Генератор звуковых частот ЗГ-102 | О – образец |
| 2 - Усилитель мощности УМ-50 | ИС – источник света |
| 3 - Микровольтметр постоянного тока В2-11 | П - поляризатор |
| 4 - Селективный усилитель У2-8 | Л1 – первая линза |
| 5 - Синхронный детектор СД-1 | ДХ – датчик Холла |
| 6 - Блок деления | Л2 - вторая линза |
| 7 - Аналого-цифровой преобразователь Е-24 | ФП – фотоприемник |
| 8 - Блок питания лампы | |

Принцип действия установки 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, расположенный 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.

Отраженный от образца свет системой линз L_2 второго тубуса собирается в плоскости изображения микроскопа, где расположен приемник излучения ФП (германиевый фотодиод). Сигнал, пропорциональный интенсивности падающего на фотодиод света, поступает на вход измерительной системы.

В работе использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических сигналов. Преимущество данного метода заключается в том, что его применение позволяет устранить влияние колебаний интенсивности источника света, влияние флуктуаций фототока, и в силу того, что он является дифференциальным, чувствительность его увеличивается по сравнению со статическим методом на 2 – 3 порядка. В результате возможно, измерение относительного изменения интенсивности отраженного света от перемагничиваемого образца вплоть до $10^{-4} - 10^{-5}$.

Сущность применяемой методики заключается в следующем. Исследуемый образец с помощью магнита перемагничивается переменным магнитным полем с частотой $f = 80$ Гц. Питание магнита осуществляется от генератора звуковых частот ЗГ-102. Изменение намагниченности засвеченного участка поверхности под действием периодически изменяющегося внешнего магнитного поля приводит к изменению интенсивности света за счет магнитооптического эффекта. Это изменение интенсивности регистрируется фотоприемником.

В цепи приемника излучения возникают два сигнала:

U_0 - постоянное напряжение, пропорциональное интенсивности света I_0 , отраженного от образца в отсутствие магнитного поля;

U_{\sim} - переменное напряжение с частотой f , пропорциональное глубине модуляции интенсивности отраженного от образца света, ΔI , за счет магнитооптического эффекта, возникающего при изменении намагниченности от $+M$ до $-M$ под действием внешнего переменного магнитного поля.

Постоянное напряжение U_0 измеряется микровольтметром постоянного тока В2-11, а переменное напряжение U_{\sim} - усилителем-преобразователем У2-8 с синхронным детектором СД-1. Роль детектора сводится к подавлению сигналов с частотой следования, отличающейся от частоты опорного сигнала, задаваемого генератором ЗГ-102, и регистрации изменения фазы сигнала. С выхода СД-1 и В2-11 сигналы подаются на вход блока деления. С блока деления сигнал, пропорциональный отношению переменной и постоянной составляющих интенсивности отраженного света, подается

на один из входов аналого-цифрового преобразователя (АЦП) Е-24. На второй вход АЦП Е-24 подается напряжение, пропорциональное напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита. Магнитное поле регистрируется датчиком Холла (ДХ), закрепленным между тубусами микроскопа таким образом, чтобы фиксировать значение поля на участке проведения измерения. АЦП осуществляет преобразование аналоговых сигналов в цифровые, регистрация которых осуществляется компьютером. Программное обеспечение <<Power Graph>> позволяет визуализировать и упрощать процессы регистрации, обработки и анализа данных.

Изучаемые образцы вместе с электромагнитом устанавливаются на предметном столике микроскопа, снабженном двумя микроподачами, позволяющими перемещать образец в двух взаимно перпендикулярных направлениях с точностью до ± 5 мкм. Поляризация света осуществляется с помощью поляризатора Глана-Томсона (степень поляризации $\sim 10^{-4}$), снабженного лимбом, позволяющим выставлять угол поляризации с точностью $\sim 0.5^\circ$.

Основные технические характеристики установки:

- минимальная величина регистрируемого относительного изменения интенсивности отраженного от перемагничиваемого образца света составляет $5 \cdot 10^{-5}$;
- минимальный диаметр изучаемого локального участка образца с учетом увеличения микроскопа равен 20 мкм.

2.3 Анализ погрешностей эксперимента.

Погрешности эксперимента бывают двух видов – случайные и систематические.

Случайные ошибки могут быть обусловлены как самой измерительной установкой, так и влиянием внешних условий (вибрации, колебания температуры и т.д.). Многократные измерения одной и той же величины позволяют уменьшить влияние этого класса погрешностей. При наших измерениях случайная ошибка не превышала $\pm 2\%$.

К основным источникам систематических погрешностей, которые существуют при измерении магнитооптических эффектов, относятся:

1. Появление шумов в измерительной системе, вносимых электромагнитными наводками на сетевой частоте $f = 50$ Гц. Уменьшение этих наводок достигалось за счет проведения измерений на частоте $f = 80$ Гц. Для устранения резонансных наводок, индуцированных сигналом в цепи намагничивания с частотой звукового генератора, проводилось тщательное заземление всех измерительных приборов. Фотоприемник помещался в кожух из мягкого железа и удалялся на максимальное расстояние от звукового генератора и магнита. Для уменьшения полей рассеивания магнит был изготовлен в форме тороида. Вместе с тем, уровень шумов и наводок экспериментальной установки постоянно контролировался. При измерении ЭЖ этот контроль осуществлялся по оценке величины эффекта на s-компоненте падающего света, поскольку для гирозлектрических сред величина ЭЖ на p-компоненте на два порядка больше, чем на s-компоненте. Таким образом, поворот поляризатора на 90° от p- к s-компоненте позволял оценить уровень шумов системы. Настройка считалась удовлетворительной, если величина δ_s не превышала 1% от величины δ_p .

2. Неточная настройка оптической системы установки. Степень поляризации света для используемых нами поляризаторов Глана-Томпсона составляла 10^{-4} , и поэтому этой погрешностью можно пренебречь.

3. Класс точности используемых приборов. К систематическим ошибкам приводят колебания коэффициента усиления усилителя и синхронного детектора. Эта ошибка определяется классом точности прибора и составляет 5 %. Для уменьшения этой ошибки усилитель периодически настраивался, а величина коэффициента усиления контролировалась внешним измерителем напряжения. Измерение постоянной составляющей сигнала проводилось с точностью до 0,1 мВ.

В целом, общая ошибка эксперимента не превышала 5 %.

Глава 3. Результаты исследований и их обсуждение

3.1. Структурные свойства изучаемых аморфных микропроводов.

Результаты рентгеноструктурных исследований, а также данные, полученные с помощью метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), показали, что изучаемые толстые микропровода сохраняют аморфную структуру вплоть до диаметра магнитной жилы, равного 200 мкм (см. приведенный для иллюстрации рисунок 3.1). При этом было найдено, что скорость вытяжки аморфного микропровода почти на два порядка ниже, чем скорости, используемые в других методах быстрой закалки расплава при изготовлении микропроводов с аналогичным значением поперечного сечения.

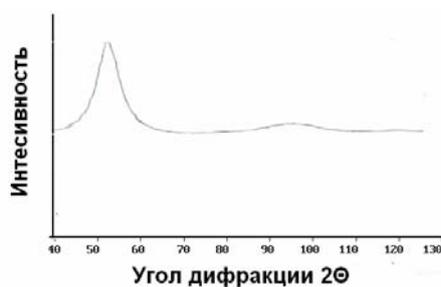


Рис. 3.1. Типичные результаты рентгеноструктурного анализа изучаемых микропроводов.

Было установлено также, что в этих проводах стеклянная оболочка слабо сцеплена с металлической жилой и может быть легко удалена механически. Сама жила имеет стабильные по длине геометрические параметры, обладает гладкой блестящей зеркальной поверхностью, практически не содержащей дефектов (см. рис. 3.2). Кроме того, она имеет высокую прочность на растяжение вплоть до 4.8 ГПа и очень высокую среди аморфных сплавов пластичность при изгибе, характеризующуюся способностью провода стягиваться в узел без разрушения (см. рисунок 3.3).

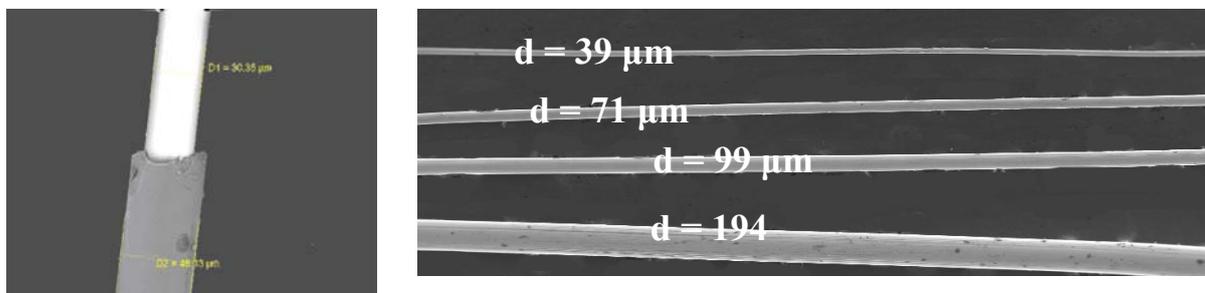
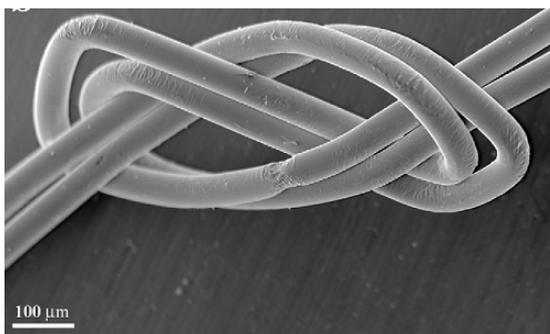
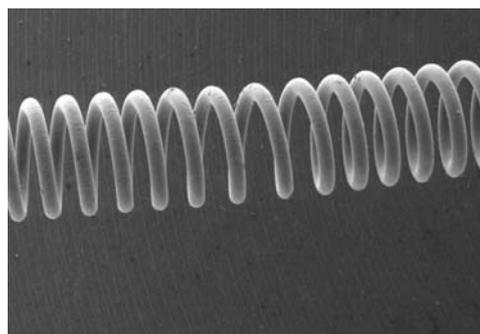


Рис. 3.2. Вид «толстых» железо-обогащенных аморфных микропроводов различных диаметров, полученных с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора (справа) и вид микропровода с частично удаленной стеклянной оболочкой (слева).



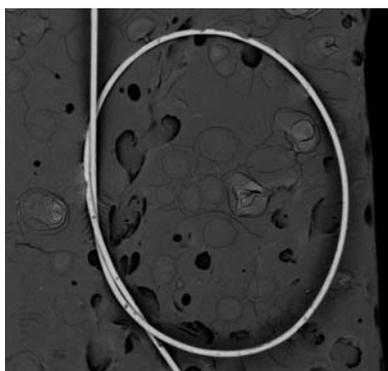
(а)



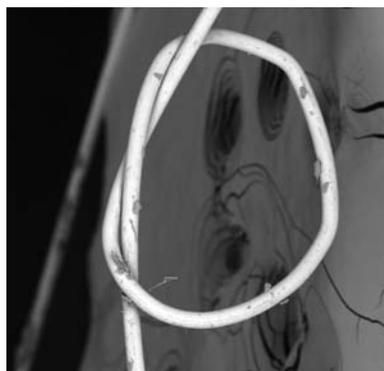
(б)

Рис. 3.3. Изображения толстых железо-обогащенных микропроводов, иллюстрирующих их способность стягиваться в узел без разрушения (а) и вид пружины диаметром 0.6 мм, демонстрирующая способность микропровода к пластической деформации (б.)

На рис. 3.4 показаны стадии формирования узла.



(а)

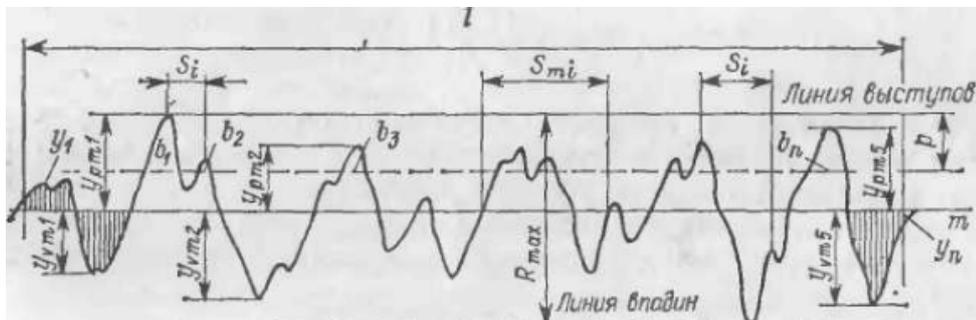


(б)

Рис. 3.4. Стадии процесса формирования узла при стягивании провода: а) упругая деформация. б) пластическая деформация.

Кроме того, морфология поверхности изучаемых микропроводов была изучена с помощью атомного силового микроскопа (АСМ). Полученные АСМ изображения были обработаны с использованием математических операций и фильтров программы «Nova», представленной изготовителями АСМ. Для понимания того, как проводится расчет шероховатости поверхности, приведем следующую информацию. Шероховатость поверхности принято определять по ее профилю, который образуется в сечении этой поверхности плоскостью, перпендикулярной к номинальной поверхности.

При этом профиль рассматривается на длине базовой линии, используемой для выделения неровностей и количественного определения их параметров. Ниже на рисунке приведен для примера профиль шероховатости и его характеристики.



Для оценки шероховатости поверхности наиболее часто используют высотные параметры: R_z и R_a . R_z — высота неровностей профиля по десяти точкам; представляет сумму средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины l :

$$R_z = \frac{(\sum_{i=1}^5 y_{pmi} + \sum_{i=1}^5 |y_{vmi}|)}{10}$$

где y_{pmi} — высота i -го наибольшего выступа профиля; y_{vmi} — глубина i -й наибольшей впадины профиля.

R_a — среднее арифметическое абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины l :

$$R_a = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^n |y_{pmi}| + \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^n |y_{vmi}|$$

где n — число выбранных точек на базовой длине.

Параметр R_a является предпочтительным, так как его определяют по значительно большему числу точек профиля, чем R_z . Помимо R_z и R_a существует среднее квадратичное отклонение профиля. R_q — среднее квадратичное значение отклонений профиля в пределах базовой длины l :

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{2n} \sum_{i=1}^n (y_{pmi})^2 + \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^n (y_{vmi})^2}$$

Численные значения шероховатости, установленные по критериям R_a и R_q , близки между собой и определяются соотношениями: $R_a \cong 0,8 R_q$. По ГОСТу принято

обозначать шероховатость как Ra . Ниже на рисунке 3.5 представлено типичное АСМ изображение, наблюдаемое для изучаемых микропроводов.

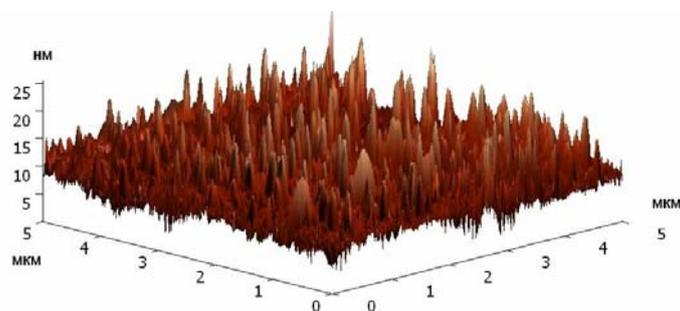


Рис. 3.5. Типичное АСМ изображения поверхности, наблюдаемое для изучаемых микропроводов.

Анализ полученных данных показал, что среднее значение шероховатости Ra поверхности изучаемых микропроводов порядка 1.3 - 2.7 нм. Этот экспериментальный факт свидетельствует о достаточно хорошем качестве поверхности образцов.

3.2. Магнитные свойства железо-обогащенных лент и микропроводов.

Магнитные измерения изучаемых микропроводов и лент были выполнены на образцах длиной 10 мм.

На рисунке 3.6 и 3.7 представлены типичные локальные кривые намагничивания гистерезиса, полученные для $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ аморфных лент.

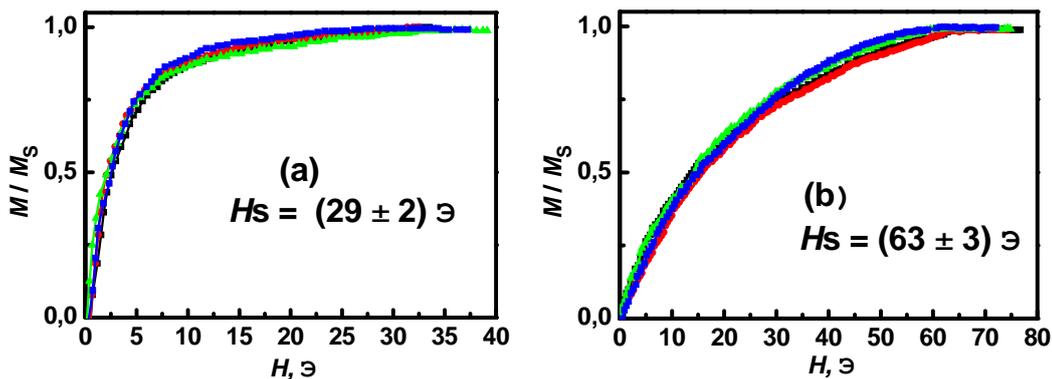
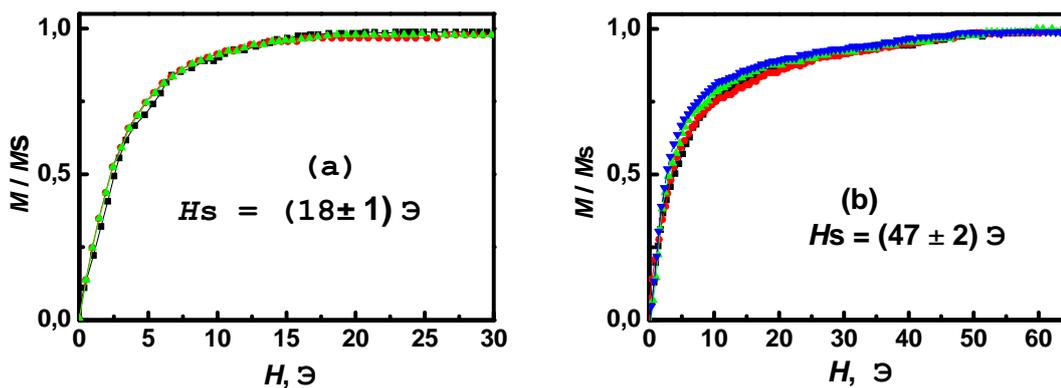


Рис. 3.6. Типичные приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые свободной (a) и контактной (b) сторон $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ аморфной ленты на магнитооптическом магнетометре при регистрации магнитооптического сигнала с участка поверхности диаметром 200 мкм в магнитном поле, приложенном параллельно длине ленты.



3.7. Типичные приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые для свободной (a) и контактной (b) сторон $Fe_{43}Co_{29}(NiSiB)_{28}$ аморфной ленты на магнитооптическом магнетометре при регистрации магнитооптического сигнала с участка поверхности диаметром 200 мкм в магнитном поле, приложенном параллельно длине ленты.

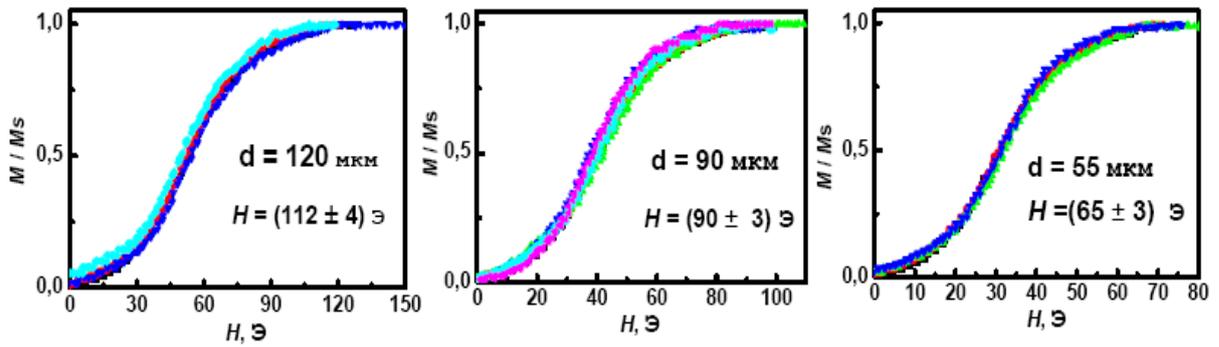
Анализ этих данных показал, что локальные кривые намагничивания и соответственно локальные значения полей насыщения H_s изучаемых лент в пределах ошибки эксперимента ($\sim 5\%$) совпадают. Этот результат свидетельствует о высокой однородности локальных магнитных характеристик, и соответственно о высоком качестве $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ лент, используемых в дальнейшем в качестве прекурсора при изготовлении толстых аморфных микропроводов.

Различие значений полей насыщения для свободной и контактной сторон ленты является результатом их микроструктурных особенностей, в частности, стохастической приповерхностной структурой, обусловленных технологией получения аморфных материалов. Такая специфика приповерхностных магнитных свойств наблюдается практически для всех аморфных лент [см., например, 38], полученных методом закалки расплава на быстро вращающемся барабане.

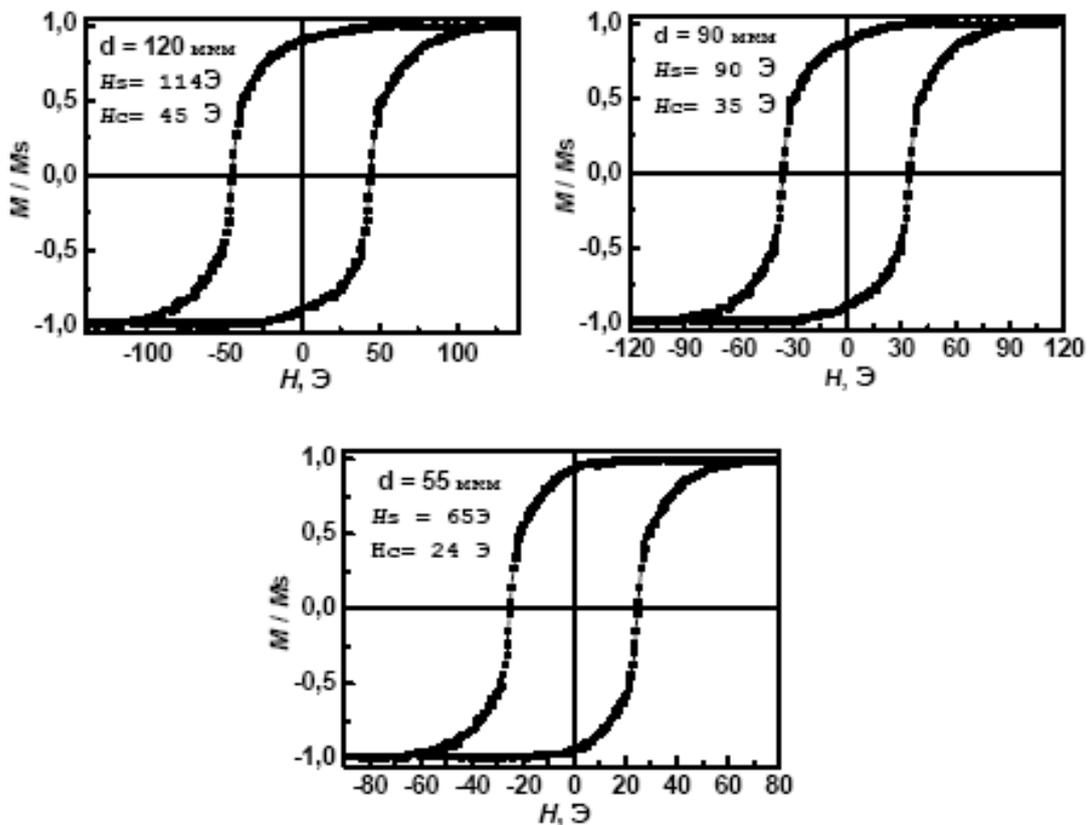
Результаты измерений магнитных свойств $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов.

Предварительные измерения показали, что магнитные характеристики изучаемых микропроводов в стекле и без стекла в пределах ошибки эксперимента совпадают. Эта особенность «толстых» микропроводов объясняется тем, что, как было показано выше, метод Улитовского-Тейлора при получении «толстого» провода не обеспечивает полного сцепления металлической жилы со стеклом. В результате, напряжения, обусловленные взаимодействием магнитной жилы со стеклянной оболочкой, не оказывают влияния на магнитно-полевое поведение образцов. Следует отметить, что аналогичные данные были получены в нашей лаборатории при изучении магнитополевого поведения кобальт-обогащенных толстых проводов [9]. В связи с этим в дальнейшем будут представлены результаты магнитных измерений, полученные на микропроводах без стеклянной оболочки.

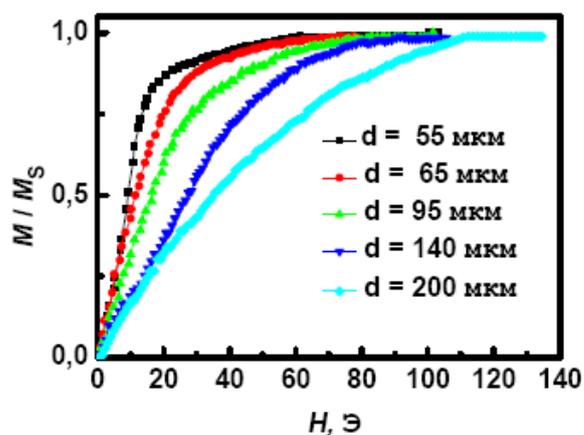
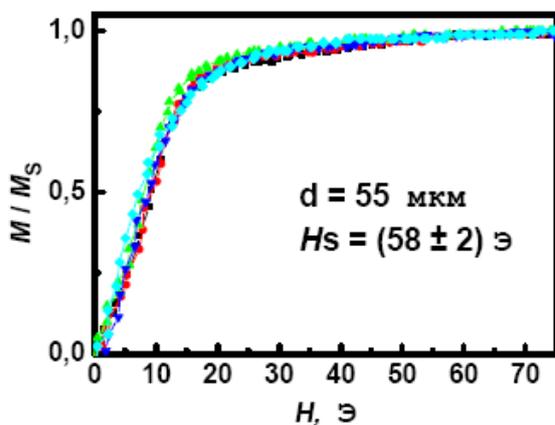
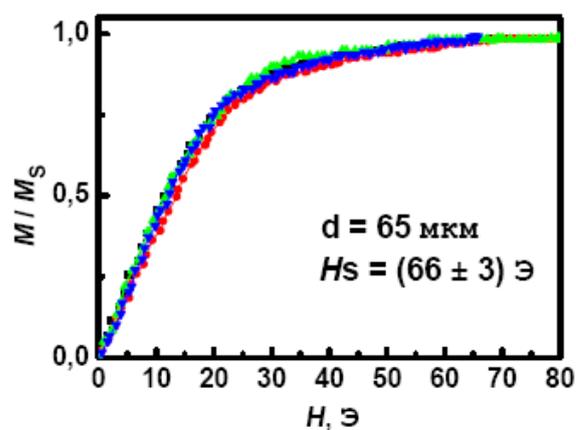
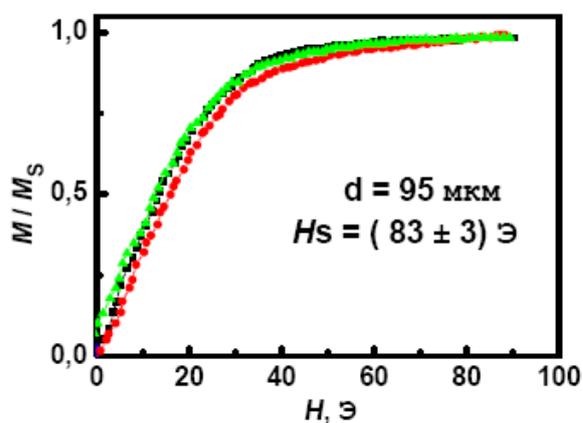
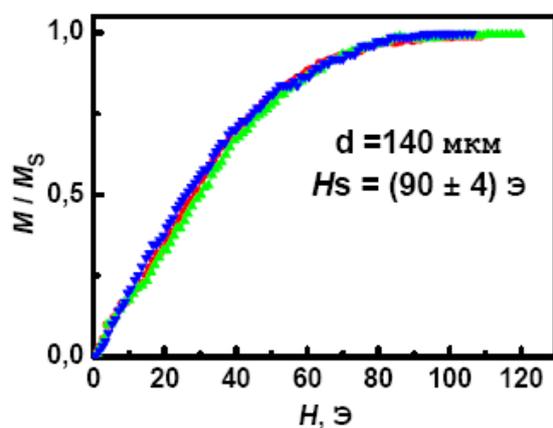
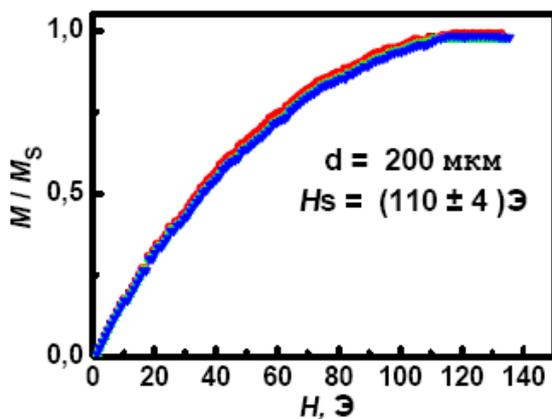
На рисунках 3.8 и 3.9 представлены соответственно результаты измерений типичных приповерхностных локальных кривых намагничивания и петель гистерезиса $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ микропроводов. Результаты аналогичных измерений, полученные для $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов, приведены на рисунках 3.10 и 3.11.



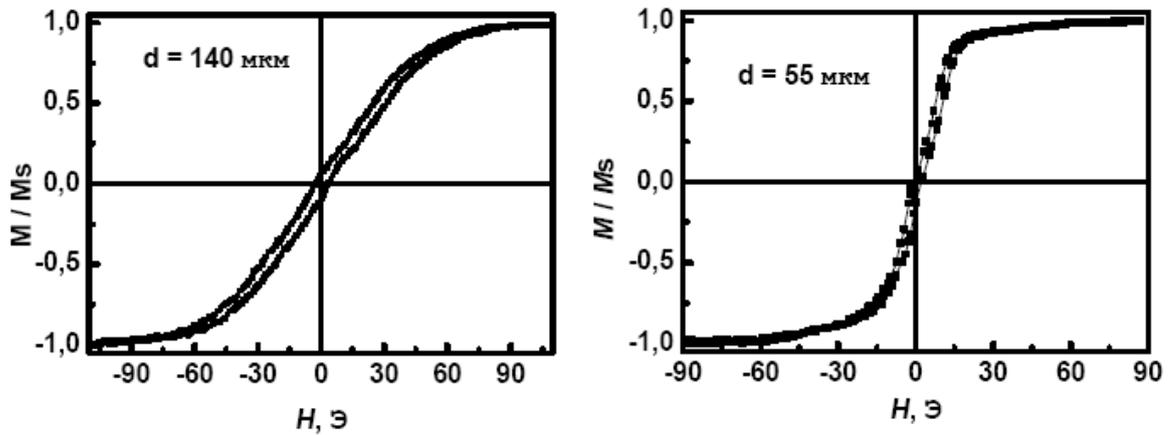
3.8. Типичные приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые для $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ микропроводов на магнитооптическом магнетометре при регистрации магнитооптического сигнала с участка поверхности площадью (1×0.01) $мм^2$ в магнитном поле, приложенном параллельно длине микропровода.



3.9. Типичные приповерхностные петли гистерезиса, наблюдаемые для $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ микропроводов на магнитооптическом магнетометре при регистрации магнитооптического сигнала с участка поверхности площадью (1×0.01) $мм^2$ в магнитном поле, приложенном параллельно длине микропровода.



3.10. Типичные приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые для $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов на магнитооптическом магнетометре при регистрации магнитооптического сигнала с участка поверхности площадью $(1 \times 0.01) \text{ мм}^2$ в магнитном поле, приложенном параллельно длине микропровода.



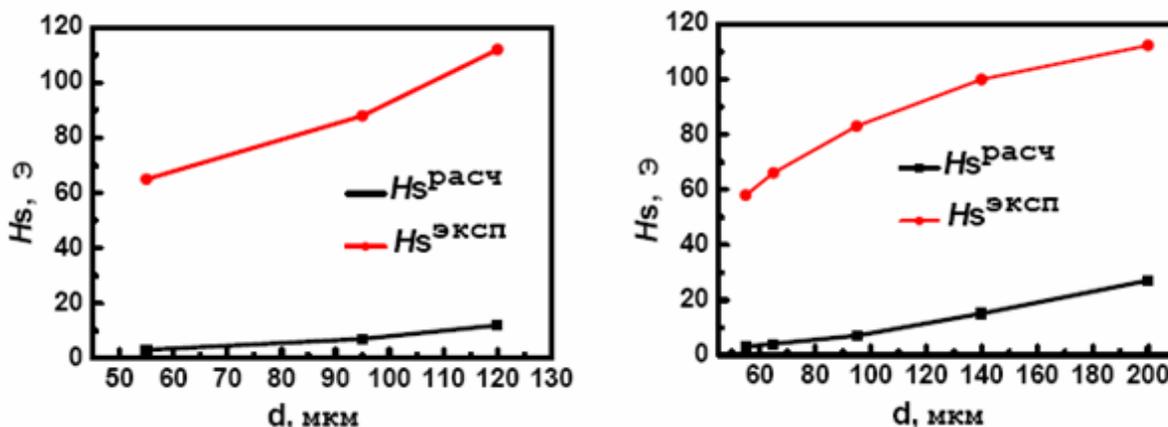
3.11. Типичные приповерхностные петли гистерезиса, наблюдаемые для $Fe_{43}Co_{29}(NiSiB)_{28}$ микропроводов на магнитооптическом магнетометре в магнитном поле, приложенном параллельно длине микропровода.

Анализ полученных данных показал, что приповерхностные локальные кривые намагничивания изучаемых образцов в пределах ошибки эксперимента совпадают. Этот экспериментальный факт свидетельствует о высоком качестве микропроводов, что, безусловно, является следствием стабильности геометрических параметров металлической жилы и относительно малой шероховатости ее поверхности, описанных выше.

Кроме того, было найдено, что с увеличением диаметра микропроводов значения поля насыщения и коэрцитивной силы увеличиваются. Этот экспериментальный результат можно объяснить усилением влияния размагничивающего поля $H_N = -NM_S$ на магнитные свойства изучаемых образцов. Здесь N - макроскопический размагничивающий фактор, M_S - намагниченность насыщения. Выражение для макроскопического размагничивающего фактора N микропроводов было получено в теоретической работе [39]:

$$H_N = -4\pi \frac{\ln\left(2\frac{L}{D} - 1\right)}{\left(\frac{L}{D}\right)^2} M_S$$

С помощью выше приведенной формулы были рассчитаны значения полей насыщения изучаемых микропроводов. На рисунке 3.12 приведены экспериментально найденные и рассчитанные зависимости $H_S(d)$.

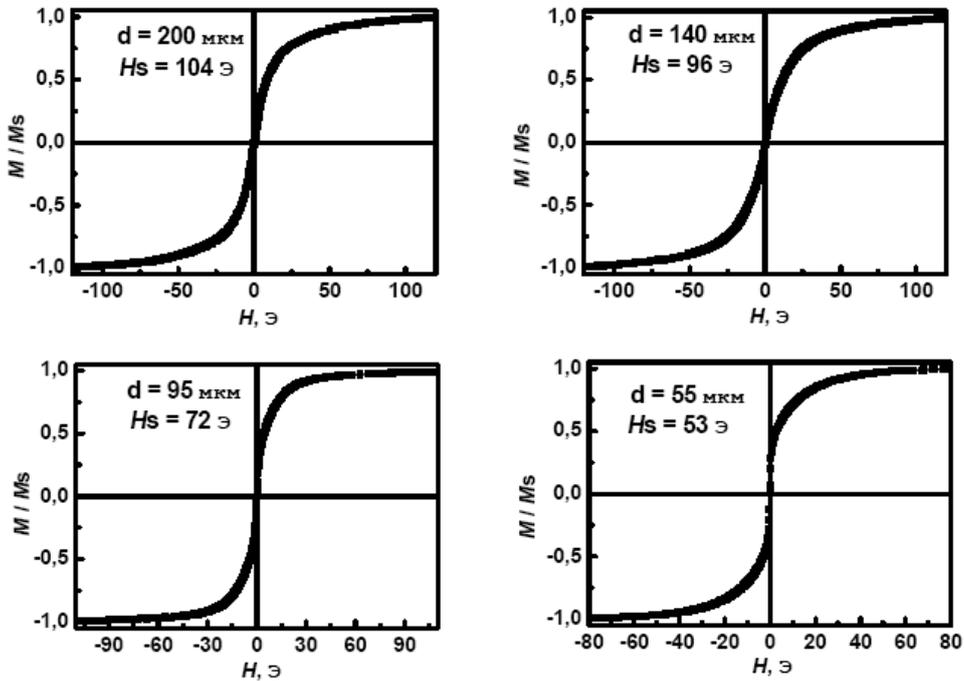


3.12. Рассчитанные и экспериментально найденные значения поля насыщения $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ (слева) и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов (справа).

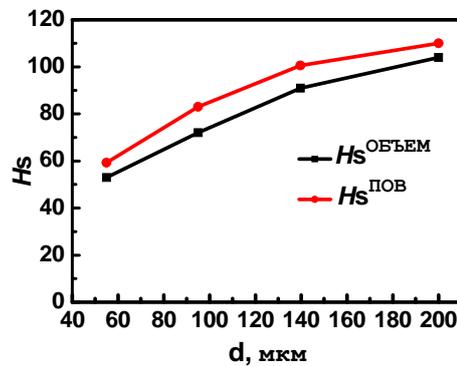
Из рисунка 3.12 можно видеть, что ход экспериментально найденной кривой $H_S(d)$ качественно согласуется с расчетной, но экспериментальные значения H_S значительно больше рассчитанных. Это количественное расхождение $H_S^{расч}$ и $H_S^{эксп}$, по-видимому, можно объяснить тем, что расчет H_N выполнен без учета доменной структуры образца и, в частности, приповерхностной области. Решение этой микромагнитной задачи достаточно сложное и не найдено нами в литературе.

Чтобы лучше понять магнитополевое поведение толстых микропроводов, их магнитные характеристики были измерены также на вибрационном магнетометре. На рисунке 3.13 приведены объемные петли гистерезиса, наблюдаемые для $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов.

Результаты магнитооптических измерений кривых намагничивания и петель гистерезиса, а также выполненные на вибрационном магнетометре позволили получить зависимости приповерхностных и объемных значений поля насыщения от диаметра микропроводов (см. рисунок 3.14).



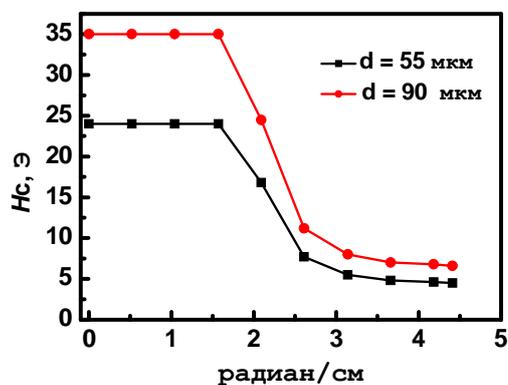
3.13. Объемные петли гистерезиса, наблюдаемые для $Fe_{43}Co_{29}(NiSiB)_{28}$ микропроводов в магнитном поле, приложенном параллельно длине микропровода.



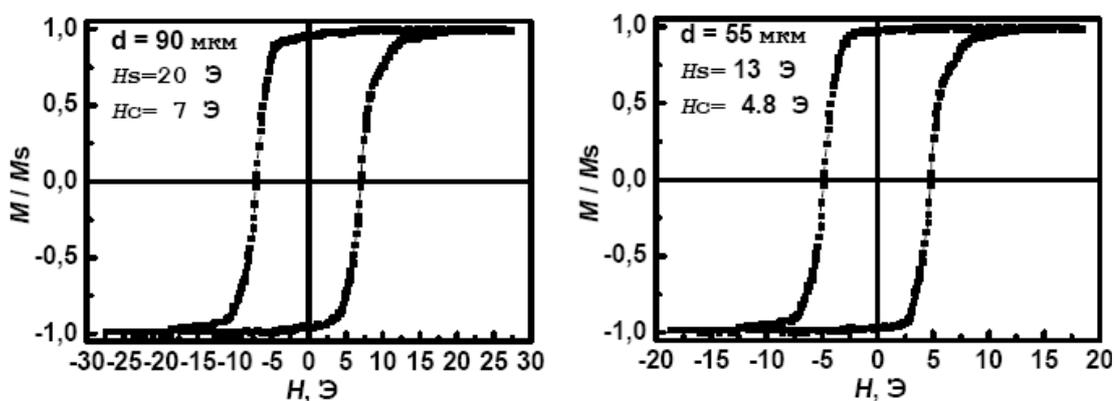
3.14. Зависимости приповерхностных и объемных значений поля насыщения $Fe_{43}Co_{29}(NiSiB)_{28}$ микропроводов от их диаметра.

Следует отметить, что вид зависимостей приповерхностных и объемных значений коэрцитивной силы от диаметра микропровода, а также соотношение $H_s^{ПОВ}$ и $H_s^{OБЪЕМ}$ аналогичны приведенным на рисунке 3.14. Из рисунка 3.14 видно, что значения $H_s^{OБЪЕМ}$ больше $H_s^{ПОВ}$. Это различие объемных и приповерхностных значений H_s и H_c (несмотря на высокую стабильность геометрических параметров микропроводов и их зеркальную поверхность) может быть следствием стохастической приповерхностной структуры микропроводов, характерной для всех аморфных материалов.

Наконец, как отмечалось выше, изучаемые микропровода характеризуются высоким значением магнитоупругости. Эта особенность микропроводов должна предопределять сильное влияние упругих напряжений на их магнитные свойства. В связи с этим было изучено влияние закручивающих напряжений на магнитополовое поведение $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ микропроводов. Для выполнения этих исследований был использован следующий способ приготовления образцов. Один конец провода жестко закреплялся, а второй поворачивался на 30° , причем для каждого последующего образца угол поворота увеличивался еще на 30° . Магнитооптические измерения петель гистерезиса на таких образцах позволили получить зависимость магнитных характеристик от приложенных напряжений (см. приведенные для иллюстрации этого факта рис. 3.15 и 3.16).



3.15. Зависимость коэрцитивной силы H_c от закручивающих напряжений, наблюдаемая для микропроводов диаметром 90 и 55 мкм.



3.16. Петли гистерезиса, наблюдаемые для $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ микропроводов при наличии закручивающего напряжения, равного 3.7 радиан/см.

Из рисунков 3.15 и 3.16 видно, что с ростом напряжений от 1.5 до 3 радиан/см значения поля насыщения и коэрцитивной силы уменьшаются. Этот экспериментальный факт подтверждает возможность модификации магнитных характеристик железо-обогащенных микропроводов за счет закручивающих напряжений.

Учитывая выше приведенные данные, можно перечислить возможные области использования железо-обогащенных микропроводов.

«Толстые» высокопрочные пластичные микропровода диаметром 50 – 200 мкм могут найти новые применения в качестве конструкционных материалов и композитов на их основе, обладающих высоким уровнем магнитных свойств, чувствительных к упругим деформационным воздействиям. В частности, они могут быть использованы в

- различных видах композитов, содержащих микропровод в качестве силового армирующего элемента;
- в качестве встроенного бесконтактного датчика для непрерывного контроля уровня напряжений в ответственных узлах летательных аппаратов;
- в изделиях из полимеров (трубы, панели, арматура), содержащие микропровод для контроля давления, уровня растягивающих напряжений, поиска повреждений.
- в датчиках, основанных на контроле напряжений методом упругого закручивания нити (приборы контроля потока, вязкости и т.п.)

Основные результаты и выводы.

1. Толстые железо-обогащенные аморфные микропровода с диаметром магнитной жилы, равной 50 – 200 мкм, обладает рядом существенных преимуществ по сравнению с тонкими микропроводами, в частности:

- микропровода имеют стабильную геометрию, гладкую блестящую поверхность;
- среднее значение шероховатости Ra поверхности изучаемых микропроводов порядка 1.3 - 2.7 нм;
- микропровода сохраняют высокий уровень прочностных свойств по всей длине при наложении напряжений вплоть до 4800 МПа;
- микропровода характеризуются высокой пластичностью, оцениваемой по способности образовывать узел без разрушения;
- стеклянная оболочка, приводящая к значительной неоднородности магнитных и механических свойств, практически не влияет на их магнитные свойства и может быть легко удалена.

2. Локальные значения полей насыщения H_s изучаемых лент в пределах ошибки эксперимента ($\sim 5\%$) совпадают, что свидетельствует о высокой однородности их магнитных характеристик, и соответственно о высоком качестве $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ лент, используемых в дальнейшем в качестве прекурсора при изготовлении толстых аморфных микропроводов.

3. Локальные значения полей насыщения $Fe_{73}(CuNbSiB)_{27}$ и $Fe_{43}Co_{29}Ni_6(SiB)_{22}$ микропроводов в пределах ошибки эксперимента совпадают, что является следствием высокого качества используемого прекурсора, а также стабильности геометрических параметров металлической жилы и относительно малой шероховатости ее поверхности.

4. Значения поля насыщения, H_s , и коэрцитивной силы, H_c , зависят от диаметра металлической жилы микропровода, d . В частности, с ростом d значения H_s и H_c увеличиваются.

5. Ход экспериментально найденной кривой $H_s(d)$ качественно согласуется с расчетной, но экспериментальные значения H_s значительно больше рассчитанных. Этот факт

объяснен тем, что расчет H_S выполнен без учета доменной структуры образца и, в частности, приповерхностной области.

6. Значения приповерхностных значений поля насыщения H_S и коэрцитивной силы H_C изучаемых микропроводов больше объемных. Это различие объемных и приповерхностных магнитных характеристик, несмотря на высокую стабильность геометрических параметров микропроводов и их зеркальную поверхность может быть следствием стохастической приповерхностной структуры изучаемых образцов, характерной для всех аморфных материалов.

7. Значения поля насыщения и коэрцитивной силы с ростом закручивающих напряжений от 1.5 до 3 радиан/см уменьшаются. Этот экспериментальный факт подтверждает возможность модификации магнитных характеристик железо-обогащенных микропроводов за счет закручивающих напряжений.

Список литературы

1. Faxiang Qin, Hua-Xin Peng “Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials”. *Progress in Materials Science*, 58 (2013) 181-259.
2. Bushida K., Mohri K., Uchiyama T. “Sensitive and quick response micro magnetic sensor using amorphous wire MI element Colpitts oscillator”. *IEEE Trans Magn*, 31 6 (1995) 3134-3136.
3. Hika K., Panina L.V., Mohri K. “Magneto-Impedance in Sandwich Film for Magnetic Sensor Heads”. *IEEE Trans Magn*, 32 5 (1996) 4594-4596.
4. Abe Y., Miyazawa K., Nakamura M., Ohashi. T. “Behavior of metal jet in the in-rotating-water spinning method”. *ISIJ*, 27 12 (1987) 929-935.
5. Taylor G.F. “A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses”. *Phys. Rev.*, 23 5 (1924) 655-660.
6. Ulitovski A.V., Maianski I.M., Avramenco A.I. “Method of continuous casting of glass coated microwire”. Patent No 128427 (USSR), *Bulletin*, 10 (1960) 14.
7. Ulitovski A.V., Avernin N.M. “Method of fabrication of metallic microwire”. Patent No 161325 (USSR), *Bulletin*, 7 (1964) 14.
8. Умнов П.П., Молоканов В.В., Шалимов Ю.С., Умнова Н.В., Чуева Т.Р., Заболотный В.Т. “Особенности получения аморфного провода методом Улитовского-Тейлора с использованием варианта непрерывного процесса литья”. *Перспективные материалы*, 2 (2010) 87.
9. Шалыгина Е.Е., Родионова В.В., Умнова Н.В., Умнов П.П., Молоканов В.В., Шалыгин А.Н., Рожновская А.А. “Особенности магнитных свойств «толстых» микропроводов, полученных методом Улитовского-Тейлора”. *ФТТ*, 54 2 (2012) 271-276.
10. Inoue A., Makino A., Mazushima T. “Ferromagnetic bulk glassy alloys”. *J. Magn. Magn. Mater*, 215-216 (2000) 246-252.
11. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. “Аморфные металлы”. М., *Металлургия*, (1987) 25-28.
12. Hasegava R. “Present status of amorphous soft magnetic alloys”. *J. Magn. Magn. Mater.*, 215-216 (2000) 240-245.
13. Дорофеева Е.А., Проношин А.Ф. “О формировании магнитной анизотропии и доменной структуры в аморфных металлических сплавах”. *ФММ*, 54 (1982) 946-952.

14. 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.
15. Wright J.G. "Amorphous transition metal films". *IEEE Trans. Magn.*, 12 (1976) 95-99.
16. Tsuei C.C., Lilienthal H. "Magnetization distribution in amorphous ferromagnet". *Phys. Rev.*, B 13 (1976) 4899-4901.
17. Gargill G.S., Cochrane R.W. "Amorphous cobalt phosphorus alloys: atomic arrangement and magnetic properties". *J. de Phys.*, 35 (1974) C4-269 - C4-278.
18. Kronmuller H. "Magnetic properties of amorphous ferromagnetic alloys". *J. Magn. Magn. Mater.*, 13 (1979) 53-65.
19. Yamasaki J., Humphrey F.B., Morhi K., Kawamura H., Takamura H. "Large Barkhausen discontinuities in Co-based amorphous wires with negative magnetostriction". *J. Appl. Phys.*, 63 (1988) 3949-3951.
20. Usov N., Antonov A., Dykhne A., Lagar'kov A. "Possible origin for the bamboo domain structure in Co-rich amorphous wires". *J. Magn. Magn. Mater.*, 174 (1997) 127-132.
21. Nderu N., Yamasaki J., Humphrey F.B. "Switching mechanism in Co-based amorphous wire". *J. Appl. Phys.*, 81 (1997) 4036-4038.
22. Chiriac H., Yamasaki J., Ovari T.A., Takajo M. "Magnetic domain structure in amorphous glass-covered wires with positive magnetostriction". *IEEE Trans. Magn.*, 35 (1999) 3901-3903.
23. Chiriac H., Ovari T.A., Vazquez M., Hernando A. "Magnetic hysteresis in glass-covered and water-quenched amorphous wires". *J. Magn. Magn. Mater.*, 177-181 (1998) 205-206.
24. Yamasaki J., Takajo M., Humphrey F.B. "Mechanism of re-entrant flux reversal in FeSiB amorphous wires". *IEEE Trans. Magn.*, 29 (1993) 2545-2547.
25. Mohri K., Humphrey F.B., Kauashima K., Kimura K., Mizutani M. "Large Barkhausen and Matteucci effects in FeCoSiB and FeNiSiB amorphous wires", *IEEE Trans. Magn.*, 26 (1990) 1789-1791.
26. Vazquez M., Chen D.-X. "The magnetization reversal process in amorphous wires". *IEEE Trans. Magn.*, 31 (1995) 1229-1238.
27. Panina L.V., Katoh H., Mizutani M., Mohri K., Humphry F.B. "Domain collapse in magnetostrictive wires". *IEEE Trans. Magn.*, 28 (1992) 2922-2924.
28. Vazquez M., Gomez-Polo C., Chen D.-X., Hernando A. "Magnetic bistability of amorphous wires and sensor applications". *J. Magn. Magn. Mater.*, 130 (1994) 907-912.

29. Nderu J.N., Shinokawa Y., Yamasaki J., Humphrey F.B., Ogasawara I. "Dependence of magnetic properties of $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50})_{78}\text{Si}_7\text{B}_{15}$ amorphous wire on the diameter". IEEE Trans. Magn., 32 (1996) 4878-4880.
30. Gibbs M.R.J., Day I.E., Lafford T.A. "P.T. Squire, Domain wall mobility in amorphous wires". J. Magn. Magn. Mater., 104-107 (1992) 327-328.
31. Gomez-Polo C., Vazquez M., Chen D.-X. "Directionally alternating domain wall propagation in bistable amorphous wires". Appl. Phys. Lett., 62 (1993) 108-109.
32. Garcia-Miquel H., Chen D.-X., Vazquez M. "Domain wall propagation in bistable amorphous wires", J. Magn. Magn. Mater., 212 (2000) 101-106.
33. Хандрик К., Кобе С. "Аморфные ферро- и ферримагнетики". М., Мир, (1983)
34. Taylor G.F. "Method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses". Phys. Rev., 23 (1924) 655-660.
35. Taylor G.F. "Process and apparatus for making Filaments". Patented Feb. 24, 1931, United States Patent Office, 1 793 529.
36. Шалыгина Е.Е., Комарова М.А., Молоканов В.В. "Магнитооптическое исследование Со-обогащенных аморфных микропроволок". ЖЭТФ, 122 3(9) (2002) 593-599.
37. Shalyguina E.E., Shin K.H. "Influence of nonmagnetic layer (Ti, Zr, Pt) on magnetic and magneto-optical properties of Fe/NML bilayers and Fe/NML/Fe trilayers". J. Magn. Magn. Mater., 220 (2000) 167-174.
38. Shalyguina E.E., Molokanov V.V., Komarova M.A., Melnikov V.A., Abrosimova N.M. "Inverted Near-surface Hysteresis Loops in Annealed $\text{Fe}_{80.5}\text{Nb}_7\text{B}_{12.5}$ Ribbons". J. Magn. Magn. Mater. 290-291 (2005) Part 2, 1438-1441.
39. Nderu J.N., Shinokawa Y., Yamasaki J., Humphrey F.B., Ogasawara I. "Dependence of magnetic properties of $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50})_{78}\text{Si}_7\text{B}_{15}$ amorphous wire on the diameter". IEEE Trans. Magn. **32** (1996) 4878-4880.