

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

АКСЕНОВ ОЛЕГ ИГОРЕВИЧ

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ НА МАГНИТНУЮ
ДОМЕННУЮ СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА АМОРФНЫХ И
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Специальность 01.04.07 «Физика конденсированного состояния»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических
наук

Научный руководитель:
Профессор, доктор физ.-мат. наук
Аронин Александр Семенович

Черноголовка 2021

Оглавление

Введение.....	5
Глава 1. Литературный обзор	14
1.1. Аморфные ферромагнетики	14
1.2. Изготовление аморфных микропроводов	17
1.3. Современное состояние исследований аморфных микропроводов.....	22
1.3.1. Измерение магнитострикции аморфных микропроводов	22
1.3.2. Исследование явления ферромагнитного резонанса.....	24
1.3.3. Исследование эффекта гигантского магнитного импеданса.....	25
1.3.4. Исследования влияния механических напряжений на магнитные свойства аморфных микропроводов	26
1.3.5. Исследование магнитной доменной структуры аморфных микропроводов	27
1.3.6. Исследование влияния магнитных покрытий на свойства аморфных микропроводов	30
1.3.7. Прикладные свойства аморфных микропроводов.....	31
1.4. Механические напряжения в аморфном микропроводе	33
1.5. Модель магнитной доменной структуры аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией	38
Глава 2. Материалы, методы их обработки и исследования	46
2.1. Удаление стеклянной оболочки.....	46
2.2. Метод индукционной магнитометрии	47
2.2.1. Флюксметр для измерения петель гистерезиса	48
2.2.2. Метод вибрационной магнитометрии.....	49
2.3. Метод магнитооптических индикаторных пленок	52

2.4. Магнитные измерения при растяжении <i>in situ</i>	55
2.5. Рентгеноструктурный анализ.....	57
2.6. Сканирующая электронная микроскопия.....	60
Глава 3. Эволюция магнитной доменной структуры аморфных микропроводов на основе Fe.....	65
3.1. Исследование структуры методом рентгеноструктурного анализа.....	65
3.2. Исследование состояния поверхности микропроводов методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа.....	67
3.3. Исследование магнитной доменной структуры микропроводов при их растяжении <i>in situ</i>	71
3.4. Исследование изменения магнитной доменной структуры в зависимости от изменения диаметра аморфного микропровода и величины магнитострикции.....	73
3.5. Изучение эволюции магнитной доменной структуры при отжиге микропроводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$	75
Выводы по главе 3.....	85
Глава 4. Эволюция гистерезисных свойств аморфных микропроводов при их растяжении.....	87
4.1. Оценка величины компонент тензора напряжений в микропроводах, полученных методом Улитовского–Тейлора.....	87
4.2. Расчет эволюции средних напряжений при растяжении аморфных микропроводов.....	91
4.3. Изучение зависимости коэрцитивной силы аморфных микропроводов при их растяжении <i>in situ</i>	99
4.4. Роль адгезии между аморфным микропроводом и стеклянной оболочкой в изменении тензора напряжений.....	110

4.5. Измерение адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода	113
Выводы по главе 4.....	115
Заключение	123
Список литературы	125

Введение

Одним из наиболее перспективных типов материалов на данный момент являются аморфные магнитные сплавы. Впервые явление ферромагнетизма в аморфном материале наблюдал А. Бреннер в 1947 году [1]. Позже А.И. Губанов [2] теоретически показал, что для упорядоченности магнитных моментов регулярность и симметрия атомных конфигураций необязательны. Тем самым обосновано, что ферромагнетизм может проявляться не только в кристаллах, но и в жидкостях и аморфных твердых телах.

Существенный интерес к изучению аморфных металлов начался с работы П. Дювеза [3]. В данной статье были представлены новые методы достижения быстрой закалки из расплавленного состояния, приводящей к образованию структуры, не имеющей дальнего порядка в расположении атомов.

Аморфные ферромагнетики обладают магнитной упорядоченностью в ориентации нескомпенсированных спинов, но при этом не имеют кристаллической решетки (отсутствует дальний порядок в расположении атомов) [4]. Одним из способов их получения является быстрое охлаждение жидкого расплава. Эта методика получила широкое распространение при изготовлении подобных материалов в виде лент. Однако особый интерес имеют аморфные материалы, изготовленные в виде микропроводов, состоящих из аморфного металлического провода, покрытого тонким слоем стекла.

Одним из наиболее распространенных методов изготовления микропроводов является метод Улитовского–Тейлора. Структура аморфных микропроводов, полученных таким методом является неравновесной. При получении в них возникают области с неоднородным распределением напряжений в объеме материала. Напряжения являются стопорами движения доменных границ. Их неоднородное распределение приводит к образованию локальной магнитной анизотропии. Наличие ненулевой магнитострикции в таких материалах может приводить к образованию сложной магнитной доменной структуры.

Неоднородное распределение внутренних напряжений (от 100 до 2000 МПа) по объему возникает вследствие закалки, вытягивания и смотки микропроводов в процессе охлаждения. Последний фактор обусловлен разницей коэффициентов термического расширения аморфного микропровода и покрывающей его стеклянной оболочки.

Аморфные ферромагнитные микропровода обладают широким спектром магнитных и высокочастотных свойств, таких как естественный ферромагнитный резонанс (поглощение электромагнитного излучения в гигагерцовом диапазоне) [5-7], бистабильное перемагничивание (прямоугольная петля гистерезиса) [8-9], эффект гигантского магнитного импеданса (увеличение полного сопротивления во внешнем магнитном поле до нескольких сотен процентов) [10-12], малая коэрцитивная сила (порядка сотых эрстеда). Такой набор свойств выделяет аморфные микропровода среди других аморфных ферромагнетиков.

Перспективы в применении микропроводов, покрытых стеклом, связаны с тем, что стеклянная оболочка играет особую роль в биологически совместимых приложениях микропроводов. Она делает возможным введение проводов в живую ткань, минуя опасность отторжения инородного тела организмом. Кроме того, изменение толщины стеклянной оболочки по отношению к диаметру металлического провода позволяет варьировать напряженное состояние таких объектов. Эти и многие другие причины подчеркивают особую привлекательность применения микропроводов в стеклянной оболочке.

В последние 20 лет значительное внимание уделяется изучению магнитных свойств аморфных микропроводов в зависимости от изменения их напряженного состояния путем отжига, скручивания, растяжения и т.д. [13-15]. Однако на данный момент практически отсутствуют работы по влиянию напряжений в аморфных микропроводах на их магнитную доменную структуру. По этой причине отсутствует полное понимание взаимосвязи между доменной структурой таких объектов и их магнитными свойствами. При этом установление данной взаимосвязи является принципиальным для создания и применения новых приборов и устройств, использующих микропровода в качестве

магниточувствительных элементов. Отсутствие таких данных во многом обусловлено методическими трудностями при изучении свойств и магнитной доменной структуры микропроводов. Это связано как с размерами образцов, так и с необходимостью многократной аттестации микропроводов на различных этапах исследования. Кроме того, в настоящее время недостаточно данных для адекватного описания процессов перемагничивания и, в частности, движения доменных стенок в поле переменных механических напряжений.

В данной работе исследуются ферромагнитные микропровода двух составов: $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$. Эти сплавы имеют положительную магнитострикцию насыщения и характерный для аморфных ферромагнетиков состав. Все исследованные микропровода обладали различными геометрическими характеристиками (толщина стеклянной оболочки, диаметр аморфного провода), что необходимо для учета влияния различного напряженного состояния в проводах одинакового состава. Сплавы $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ являются высокоиндукционными и обладают положительной магнитострикцией около 30×10^{-6} . Их намагниченность насыщения достигает 200 епу/г. Коэрцитивная сила таких материалов составляет десятые единицы эрстед. Такой набор магнитных свойств делает аморфные материалы на основе сплава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ крайне привлекательными для применения в устройствах магнитной электроники. Аморфные сплавы состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ служат основой для создания нанокристаллических сплавов. Одним из примеров таких сплавов является сплав состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$. По мере контролируемой кристаллизации аморфного сплава данного состава в нем образуются нанокристаллы твердого раствора кремния в железе $\text{Fe}(\text{Si})$ с объемноцентрированной кубической решеткой (ОЦК). Магнитострикция нанокристаллов твердого раствора кремния в железе $\text{Fe}(\text{Si})$ отрицательна. Магнитострикция аморфного сплава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ положительна. По мере увеличения доли нанокристаллов при кристаллизации происходит взаимная компенсация магнитострикции аморфной матрицы и выделяющихся нанокристаллов. При доле нанокристаллов 70-80 % сплав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ обладает необычайно высокой магнитной проницаемостью

(до сотен тысяч единиц) и близкой к нулю магнитострикцией. Близкая к нулю магнитострикция должна обеспечивать меньшее влияние механических напряжений на магнитные характеристики сплава. Такой набор свойств определяет перспективность изучения и применения микропроводов на основе сплава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$.

Таким образом, **целью** работы является определение влияния механических напряжений на магнитную структуру и магнитные гистерезисные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с положительной магнитострикцией:

- установление роли характера распределения напряжений в микропроводе в формировании магнитной доменной структуры и эволюции магнитных свойств;
- изучение влияния магнитострикции на магнитные свойства и доменную структуру микропроводов.

Для реализации **цели** решались следующие **задачи**:

1. Разработка методик исследования гистерезисных свойств и магнитной доменной структуры методом магнитооптических индикаторных пленок (МОИП) при растяжении *in situ*.
2. Изучение магнитной доменной структуры исходных и отожденных микропроводов (аморфных и частично нанокристаллических) методом МОИП.
3. Изучение эволюции магнитной доменной структуры и гистерезисных свойств микропроводов при их растяжении *in situ*.
4. Разработка метода измерения адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью провода, и изучение влияния адгезии на эволюцию магнитных свойств при растяжении микропровода.

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения по основным результатам исследования и списка литературы. Она изложена на 136 страницах машинописного текста, включает 70 рисунков, 9 таблиц, и содержит список литературы из 107 наименований.

В главе один приведен обзор литературы, посвященной свойствам аморфных ферромагнитных микропроводов, их магнитной доменной структуре, напряженному состоянию, методикам изготовления микропроводов и вариантам их применения в электронных устройствах.

В главе два описываются основные методики исследования, обработки и подготовки образцов.

Глава три посвящена изучению эволюции магнитной доменной структуры микропроводов в зависимости от напряженного состояния и величины магнитострикции. Описано изучение эволюции атомной структуры микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ при их отжиге из аморфного состояния. Приведены результаты исследования магнитной доменной структуры микропроводов методом магнитооптических индикаторных пленок и методом магнитно-силовой микроскопии.

В главе четыре представлены полученные результаты исследования методами вибрационной и индукционной магнитометрии гистерезисных магнитных свойств микропроводов в зависимости от их напряженного состояния и величины магнитострикции. В главе описан количественный анализ эволюции средних напряжений в микропроводах при их растяжении и проведена оценка влияния адгезии на процесс растяжения микропроводов в стеклянной оболочке.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Результаты исследования влияния механических напряжений и величины магнитострикции на магнитную структуру микропроводов с положительной магнитострикцией.
2. Зависимости коэрцитивной силы аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ от растягивающих напряжений.
3. Результаты расчета эволюции средних напряжений при растяжении аморфных микропроводов и сопоставление данных результатов с экспериментальными данными.
4. Результаты исследования влияния адгезии на эволюцию коэрцитивной силы при растяжении микропроводов в оболочке.

Научная новизна

1. На основании данных магнитооптических исследований структуры микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ определены характерные размеры доменов для микропроводов с различными геометрическими параметрами. Установлено, что ширина поверхностных доменов может существенно варьироваться в зависимости от уровня внутренних механических напряжений и величины магнитострикции (от 2,5 мкм до 15 мкм).

2. Исследовано влияние уровня механических напряжений на эволюцию доменной структуры аморфных микропроводов. Установлено, что рост величины средних напряжений в приповерхностном слое провода в процессе растяжения приводит к уменьшению среднего размера доменов поверхностного слоя, а уменьшение среднего уровня напряжений и величины магнитострикции – к увеличению среднего размера поверхностных доменов.

3. Изучена эволюция магнитных гистерезисных свойств аморфных микропроводов с разным напряженным состоянием при растяжении. Экспериментально установлено, что зависимость коэрцитивной силы от величины приложенных растягивающих напряжений в случае микропроводов без оболочки может быть описана степенной функцией. Впервые обнаружено, что аналогичная зависимость для микропроводов в стеклянной оболочке состоит из линейной и степенной частей, при этом протяженность линейной области зависимости коррелирует с уровнем механических напряжений. Полученные экспериментальные зависимости могут лечь в основу построения новых датчиков напряжений на основе микропроводов.

4. Проведен расчет эволюции средних напряжений в аморфном микропроводе при растяжении. Установлено, что величина средних напряжений в микропроводе при растяжении изменяется по закону, близкому к линейному. При этом скорость роста механических напряжений в центральной части аморфного провода оказывается выше, чем на его поверхности.

5. На основе проведенных расчетов и измерений гистерезисных характеристик сделан вывод о влиянии адгезии между стеклом и аморфным

металлическим микропроводом на эволюцию среднего уровня напряжений при растяжении провода. Показано, что при растяжении микропровода в стеклянной оболочке адгезия уменьшает средний уровень механических напряжений в проводе.

Практическая значимость

Полученная связь между величиной напряжений, магнитострикцией, геометрическими параметрами (диаметром, толщиной стеклянной оболочки) проводов и видом магнитной доменной структуры позволяет расширить понимание процессов, лежащих в основе эволюции магнитных характеристик микропроводов. Установленные зависимости изменения гистерезисных свойств от величины растягивающих напряжений в совокупности с проведенной оценкой величины средних напряжений дают полный набор данных, необходимый для проектирования магнитно-упругих датчиков напряжений на основе исследованных микропроводов. Установленное влияние сил связи между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом на особенности изменения коэрцитивной силы микропроводов при их растяжении открывает широкие перспективы контроля магнитных параметров данного типа материалов для различных практических приложений.

Личный вклад автора состоит в разработке методов исследования эволюции магнитных свойств и доменной структуры при растяжении микропроводов *in situ*, метода измерения адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода, разработке и создании флюксметра для индукционных магнитных измерений, проведении экспериментов и получении экспериментальных результатов, их анализе, обработке, отработке метода расчета средних напряжений в микропроводах, участии в интерпретации и обсуждении результатов, подготовке докладов на научных конференциях и написании статей.

Апробация работы

Результаты работы были доложены на следующих конференциях:

XXVI российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ-2016) в рамках международного форума «Техноюнити – РКЭМ 2016», Зеленоград, 2016

II Международный форум "Техноюнити – Электронно-лучевые технологии для микроэлектроники", Зеленоград, 2017

VII Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», Москва, 2017

Молодежная научная школа для молодых ученых, аспирантов и студентов старших курсов по современным методам исследований наносистем и материалов «Синхротронные и нейтронные исследования» (СИН-НАНО-2017), Москва, 2017

X Международная конференция "Фазовые превращения и прочность кристаллов" (ФППК-2018), Черноголовка, 2018

Конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-2018), Москва, 2018

XXVII Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ-2018), Черноголовка, 2018

IV Междисциплинарный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», Москва, 2018

VIII Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», Черноголовка, 2019

V междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», Москва, 2019

Конференция с международным участием «Электронно-лучевые технологии» (КЭЛТ–2019), Черноголовка, 2019

24th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM-2017), Spain, San Sebastian, 2017

Публикации

1. The change of domain structure of the amorphous microwire of $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ composition under thermal treatment / O.I. Aksenov, G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, N.N. Orlova, M.N. Churyukanova, V.A. Zhukova, A.P. Zhukov // Journal of Applied Physics. – 2017. – Vol. 122, Iss. 23. – P. 235103.

2. Non-contact method for stress monitoring based on stress dependence of magnetic properties of Fe-based microwires / M. Churyukanova, S. Kaloshkina, E. Shuvaeva, A. Stepashkina, M. Zhdanova, A. Aronin, O. Aksenov, P. Arakelov, V. Zhukov, A. Zhukov // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. – Vol. 748. – P. 199–205.

3. Измерение петель гистерезиса микропроводов, зафиксированные в растянутом состоянии, с помощью вибрационной магнитометрии / О.И. Аксенов, Н.Н. Орлова, Ю.П. Кабанов, А.С. Аронин // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2018. – Т. 84, № 5. – С. 32–35.

4. The Method of Hysteresis Properties Measurement for Magnetic Microwires under Stretching in Situ / O.I. Aksenov, N.N. Orlova, A.S. Aronin // *Instruments and Experimental Techniques*. – 2019. – Vol. 62, Iss. 5. – P. 723–725.

5. Stress state effect on the magnetic properties of amorphous microwires / O.I. Aksenov, N. Orlova, M.N. Churyukanova, A.S. Aronin // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2020. – Vol. 495. – P. 165878.

6. The effect of stress distribution in the bulk of a microwire on the magnetization process / O.I. Aksenov, A.A. Fuks, A.S. Aronin // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2020. – Vol. 836. – P. 155472.

Благодарности

Автор выражает глубокую благодарность своему научному руководителю Аронину Александру Семеновичу за поддержку и помощь при подготовке и проведении экспериментальной работы, а также при обсуждении полученных результатов, Абросимовой Галине Евгеньевне за помощь и консультации в рентгеноструктурных исследованиях, их обсуждении и анализе результатов. Также хочу поблагодарить Орлову Надежду Николаевну за помощь в освоении методик исследования аморфных микропроводов, Постнову Евгению Юрьевну за помощь в электронно-микроскопических исследованиях, Шашкова Ивана Владимировича, Горнакова Владимира Степановича и Кабанова Юрия Петровича за неоценимую помощь в проведении исследований магнитных свойств и доменной структуры. Автор признателен всему коллективу лаборатории

структурных исследований за всестороннюю помощь, внимание и поддержку в работе.

Глава 1. Литературный обзор

1.1. Аморфные ферромагнетики

Аморфные ферромагнетики обладают особой спецификой, связанной с отсутствием в них дальнего упорядочения в расположении атомов. Такие материалы можно рассматривать как переохлажденную жидкость большой вязкости. Ферромагнетизм аморфных сплавов обусловлен наличием в них одного или нескольких переходных металлов Fe, Co или Ni, то есть элементов с незаполненной d- или f- оболочкой. Также как и в кристаллических материалах, в аморфных материалах носителями локальных магнитных моментов оказываются электроны частично заполненной оболочки, образующие узкую зону. По мере роста концентрации Fe, Co или Ni (более 40 %) за счет обменного взаимодействия между электронами частично заполненной оболочки возникает ферромагнитное упорядочивание магнитных моментов атомов [17]. Чаще всего аморфные магнитомягкие сплавы состоят на 60-80 % из переходных металлов (Fe, Co, Ni) и на 20-40 % из стеклообразователей и иных примесных атомов. Так, введение металлоидов позволяет как варьировать физические свойства (частотные, коррозионные, механические, магнитные и другие), так и создавать условия для дальнейшей нанокристаллизации из аморфного состояния [16, 88]. Для аморфных ферромагнетиков характерны малые значения коэрцитивной силы (от 0,001 А/м и выше), высокие значения намагниченности насыщения (сотни етл/г), удельного сопротивления, прочности и твердости [19]. Отсюда следует, что, с одной стороны, в аморфных ферромагнетиках наблюдаются малые потери на гистерезис, а с другой стороны – низкие потери на вихревые токи (из-за высокого удельного сопротивления). Эти причины привели к широкому внедрению аморфных ферромагнетиков в электронную технику.

Ключевыми параметрами аморфных ферромагнетиков являются температура Кюри и средний магнитный момент, оказывающиеся для аморфных

материалов ниже, чем для кристаллических при том же соотношении компонентов. Кроме того, величина температуры Кюри T_C у аморфных сплавов свободна от влияния фазовых превращений в отличие от T_C для кристаллических сплавов, например, в случае перехода из фазы ОЦК в фазу ГЦК в кристаллических сплавах Fe-Ni. Принято считать, что такое изменение T_C и среднего магнитного момента связано с сильной зависимостью обменного интеграла от конфигурации связей между соседними атомами и расстоянием между ними. Тогда, вследствие неупорядоченного расположения атомов и, в значительной мере, изменения расстояния между атомами переходных элементов, имеют место флуктуации обменного взаимодействия, одноионной анизотропии и локального магнитного момента.

В общем случае, магнитная анизотропия ферромагнетика определяется вкладом четырех компонент [20]:

1. Магнитокристаллической анизотропии, отражающей влияние симметрии материала на намагниченность.
2. Анизотропии формы, учитывающей размагничивающий фактор, непосредственно связанный с формой образца.
3. Магнитоупругой анизотропии, обусловленной напряженным состоянием материала.
4. Обменной анизотропии, возникающей в случае взаимодействия антиферромагнитной и ферромагнитной подрешеток.

Отсутствие периодичности в расположении атомов приводит к тому, что в аморфных ферромагнетиках отсутствует магнитокристаллическая анизотропия, а также вакансии, дислокации и другие дефекты, характерные для кристаллических материалов.

В естественных условиях аморфные вещества изотропны. Анизотропия их свойств (механических, магнитных, электрических и других) возникает только как результат внешних воздействий. Например, анизотропия аморфных сплавов, полученных закалкой из расплава, зависит от распределения закалочных

напряжений в объеме материала. Также анизотропия может быть связана с химической неоднородностью полученного сплава (например, в электроосажденных аморфных сплавах). Очевидно, что полная анизотропия может определяться набором факторов, поэтому сложным оказывается установление полной физической картины магнитной анизотропии для конкретного сплава. Однако эксперименты показывают, что доминирующую роль в формировании магнитной анизотропии аморфных сплавов играют магнитоупругая анизотропия и направленное упорядочение. Данный механизм состоит в ориентировании пар ближайших соседних атомов в образце вдоль определенного направления, задаваемого приложенным внешним магнитным полем или механическим напряжением.

Принято считать, что ключевую роль в формировании магнитной анизотропии аморфных микропроводов с ненулевой магнитострикцией играют напряжения в материале. Это в значительной мере упрощает как оценку величины магнитной анизотропии, так и других связанных с ней параметров. Так, считая, что константа эффективной анизотропии соответствует константе магнитоупругой анизотропии, можно записать следующее общее выражение для коэрцитивной силы аморфных ферромагнетиков:

$$H_C = F * \lambda_S \sigma / M_S \sim K / M_S \quad (1),$$

где H_C – коэрцитивная сила;

λ_S – магнитострикция насыщения материала;

σ – величина напряжений;

M_S – намагниченность насыщения материала;

F – параметр, характерный для данного образца;

K – константа анизотропии материала.

При этом важно учитывать, что в общем случае коэрцитивная сила аморфных ферромагнетиков определяется рядом конкурирующих вкладов:

1. Вклад, обусловленный аморфной структурой и связанный с флуктуациями значения обменного интеграла и анизотропии. В случае

магнитомягких материалов данная компонента мала и составляет около 1,5 мкА/см.

2. Вклад, обусловленный химическим ближним порядком в расположении атомов. В аморфных материалах данная компонента составляет около 1 мА/см.

3. Вклад, обусловленный поверхностными дефектами. В случае аморфных лент данный вклад может составлять до 5 мА/см в зависимости от качества поверхности.

4. Вклад, связанный с эффектами релаксации, приводящими к смещению свободного объема и переориентации осей атомных пар (до 10 мА/см).

5. Вклад, связанный с объемным пиннингом. Данный вклад определяется величиной и распределением напряжений в материале и может достигать величины около 80 мА/см [19].

Таким образом, можно заключить, что преимущественный вклад в величину коэрцитивной силы вносит фактор, связанный с напряженным состоянием материала. Это упрощает оценку взаимного изменения ключевых магнитных и механических параметров аморфного ферромагнитного сплава.

1.2. Изготовление аморфных микропроводов

Впервые тонкие металлические проволоки были получены Г.Ф. Тейлором в 1924 году [21]. В 1948 году появился новый способ изготовления литых микропроводов, предложенный А.В. Улитовским, до сих пор носящий название «метод Улитовского–Тейлора» [22]. Схема данного метода приведена на рисунке 1.

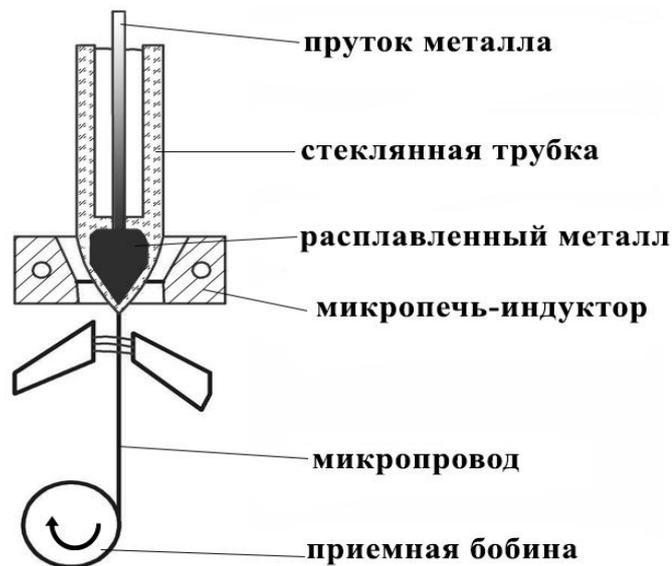


Рисунок 1 – Схема метода Улитовского–Тейлора

Метод Улитовского–Тейлора состоит в заполнении жидким металлом капилляра, который в это время вытягивается из вертикально расположенной трубки. Расплав металла и покрывающая его вязкая стеклянная оболочка образуют микрованну, которая состоит из двух конусов растягивания (первичного и вторичного). Формирование микропровода происходит из вторичного конуса растягивания. Под действием растягивающих усилий микропровод образуется в виде заполненного металлической жилой стеклянного капилляра. Пройдя через кристаллизатор – струю охлаждающего агента (воды или масла) – провод поступает на бобину приемного механизма. Стеклянный капилляр формируется непрерывно из стягиваемого с поверхности микрованны стекла. Подача стеклянной трубки подающим механизмом в зону микропечи-индуктора компенсирует убыль стекла в процессе изготовления микропровода. Результатом такого процесса изготовления являются аморфные микропровода, покрытые стеклянной оболочкой (рисунок 2).

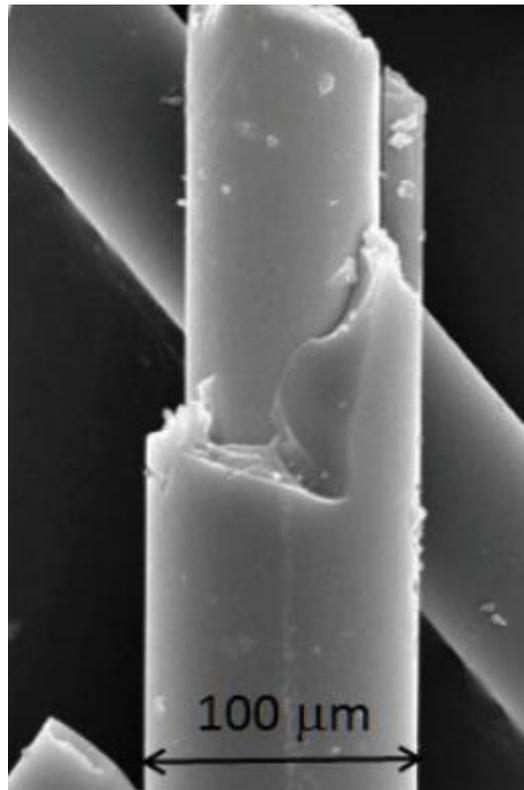


Рисунок 2 – Электронная микрофотография микропровода в стеклянной оболочке [23]

С одной стороны, данный метод обеспечивает всестороннее охлаждение расплава. С другой стороны, стеклянная оболочка вызывает снижение скорости закаливания вследствие подавления диффузионных процессов, что позволяет использовать дешевое коммерческое сырье без необходимости применения высокочистых компонентов.

Метод «Улитовского–Тейлора» был усовершенствован усилиями советских ученых, таких как Аверин Н.М., Красиньков В.Г., Бадинтер Е.Я. и других [24-25]. В настоящее время стало возможным получение аморфных микропроводов в больших объемах (в виде катушек с длиной намотки порядка километров) с диаметром провода от 1 до 70 мкм и толщиной стекла вплоть до 15 мкм, что открыло широкие перспективы в варьировании свойств таких объектов и их изучении.

Основным недостатком метода Улитовского–Тейлора является его нестационарность. В процессе изготовления микропровода количество расплавленного металла меняется непрерывно. Это приводит к изменению

положения формирующейся капли расплава, ее температуры, искажению оптимальной температурной зоны литья. Вышеперечисленные факторы усложняют процесс изготовления и зачастую с трудом подвергаются контролю. Это приводит к уменьшению стабильности геометрических параметров и свойств микропроводов.

Существуют различные модификации метода Улитовского–Тейлора, возникшие с целью устранения вышеперечисленных недостатков [25-27]. Одним из ключевых подходов является применение непрерывного способа литья провода [26]. Данный подход заключается в непрерывном восстановлении состава материала в микрованне путем регулирования скорости введения в нее стержня исходного сплава. Данная методика позволила расширить область геометрических параметров получаемых микропроводов вплоть до проводов с диаметром жилы до 200 мкм (толстые микропровода).

Другой подход заключается в воздействии на зону литья провода ультразвуковыми колебаниями [27]. При этом ультразвуковые колебания пропускаются на расплав через стержень исходного сплава, стеклянную трубку или через струю охлаждающей жидкости (рисунок 3).

Индуктор наводит высокочастотные токи в металлической трубке, что приводит к ее постепенному размягчению. При этом происходит постепенное вытягивание капилляра из размягченного конца. Ввод ультразвуковых колебаний одной частоты (более низкой, в частности 18-20 кГц) на жилу микропровода в зоне его затвердевания осуществляется через струю охлаждающей жидкости (масла). Ультразвуковые колебания частоты 20-30 кГц подаются на струю масла с помощью источника ультразвуковых колебаний (например, магнитно-стрикционного). В зону расплава металла подаются ультразвуковые колебания более высокой частоты. Акустический контакт между излучателем и стеклянной трубкой реализуется через прослойку масла. Применение ультразвуковых колебаний двух частот в зоне облучения позволяет повысить механическую прочность микропровода и спая стекла с металлом. Такая методика литья также

подходит для изготовления кристаллических микропроводов и более оптимальна в сравнении с методикой Улитовского–Тейлора.

Другим распространенным методом изготовления аморфных микропроводов является метод спиннингования (выдавливания) струи расплава из кварцевой ампулы через калиброванное отверстие во вращающийся слой закалочной жидкости [28]. Данный метод позволяет получать провода с диаметром от 40 до 200 мкм. Главными недостатками данной методики являются необходимость использования дорогостоящих высокочистых компонентов и низкая стабильность геометрических параметров.

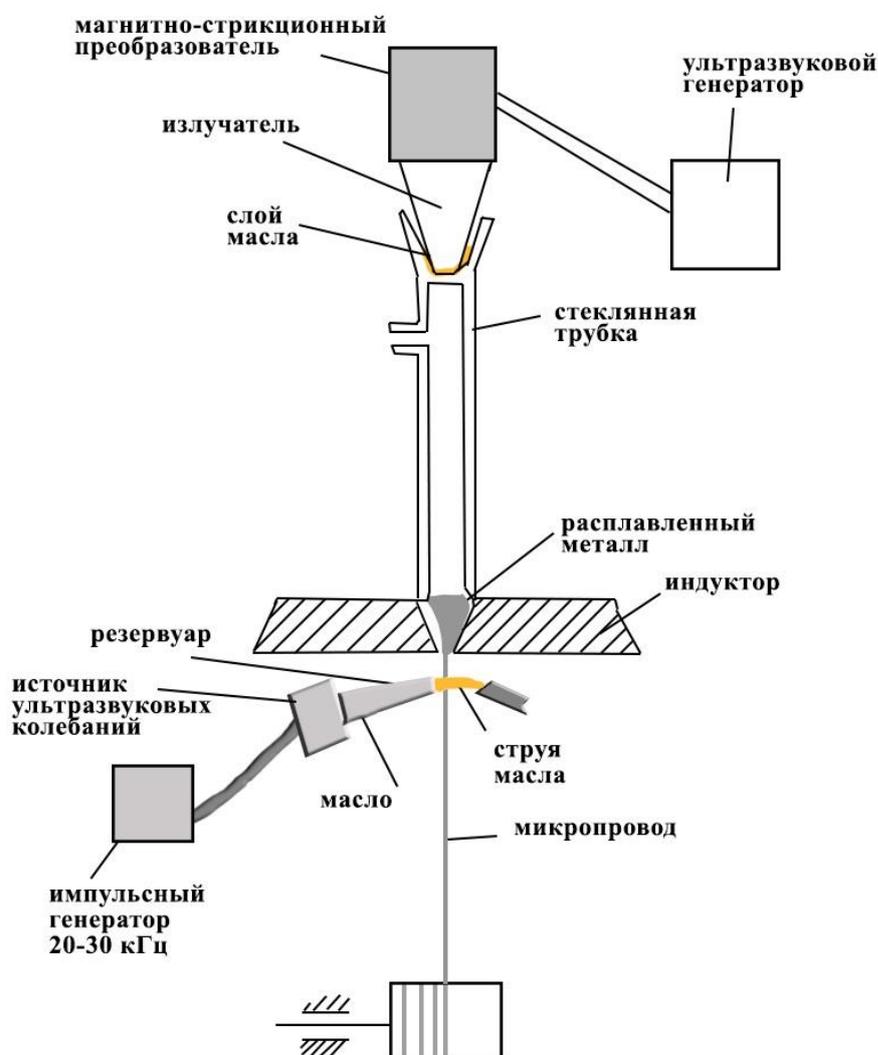


Рисунок 3 – Метод непрерывного изготовления микропровода с ультразвуковым контролем качества литья

Все микропровода, исследованные в рамках данной работы, были получены методом Улитовского–Тейлора с реализацией непрерывного литья провода.

1.3. Современное состояние исследований аморфных микропроводов

Первые работы по исследованию аморфных микропроводов появились в 60-е годы XX века. Большая их часть проводилась в СССР, и сама тематика исследования аморфных микропроводов не была столь популярна, как сейчас. Кроме того, существовали технологические ограничения в изготовлении материалов данного типа. Наиболее широко изучение аморфных микропроводов началось с 1980-х годов, что было обусловлено развитием новых методик изготовления аморфных материалов и совершенствованием старых. В результате появилась возможность исследований структурных и магнитных свойств аморфных микропроводов.

1.3.1. Измерение магнитострикции аморфных микропроводов

Одним из ключевых параметров ферромагнитных материалов является магнитострикция. Однако ее измерение в случае тонких аморфных лент и микропроводов представляло определенные методические трудности. В работе [29] впервые обсуждалось использование методики малоуглового вращения вектора намагниченности для измерения магнитострикции насыщения тонких аморфных лент. Этот метод заключается в создании малого вращения вектора намагниченности в плоскости ленты под действием слабого переменного магнитного поля, приложенного перпендикулярно ее плоскости, и постоянного магнитного поля, приложенного вдоль оси ленты и достаточного для полного намагничивания образца (рисунок 4).

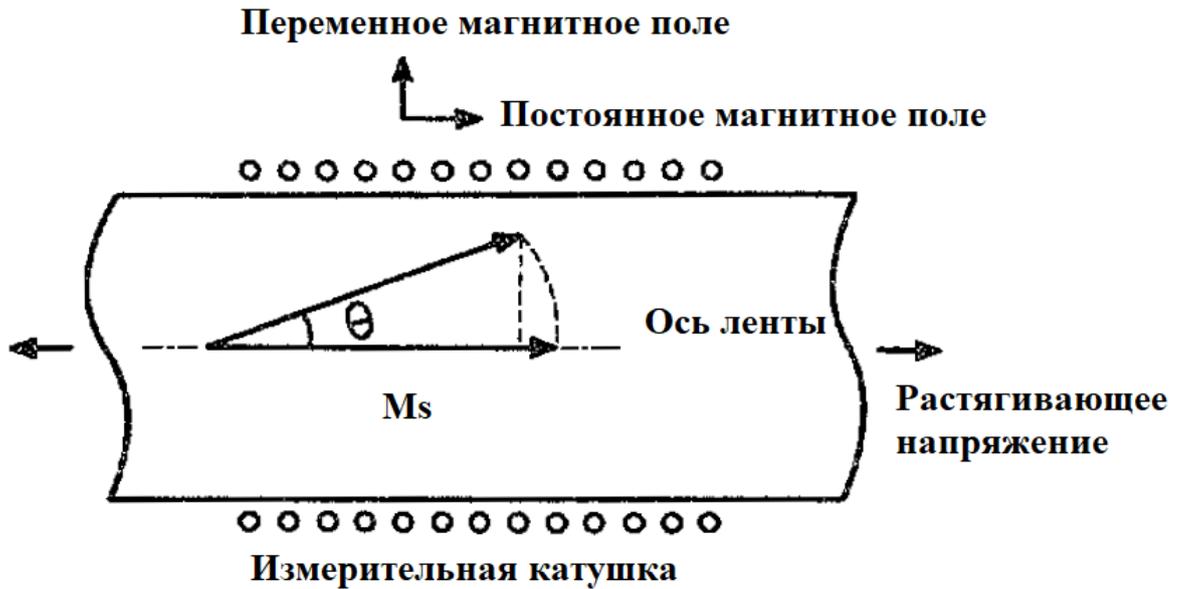


Рисунок 4 – Схема метода малоуглового вращения намагниченности

Измерительная катушка регистрирует колебание вектора намагниченности под действием поперечного переменного магнитного поля. Если приложить вдоль оси ленты растягивающее напряжение, то оказывается, что уменьшение угла вращения вектора намагниченности соответствует росту поля анизотропии материала. Это, в свою очередь, можно зарегистрировать измерением амплитуды сигнала на измерительной катушке. Увеличением постоянного поля вдоль оси ленты можно компенсировать уменьшение угла вращения вектора намагниченности и вернуть амплитуду измеряемого сигнала к исходному значению. Разница в величине постоянного магнитного поля исходной ленты и при приложении растягивающего напряжения вдоль оси определяет величину поля анизотропии материала. Зная величину приложенной нагрузки и значение поля анизотропии, оказывается возможным оценить величину магнитострикции насыщения материала λ_s по следующему соотношению:

$$\lambda_s = \frac{1}{3} \frac{H_k}{\sigma} M_S \quad (2),$$

где H_k – поле анизотропии материала;

σ – приложенное растягивающее напряжение;

M_S – намагниченность насыщения материала.

В дальнейшем этот метод активно использовался для измерения магнитострикции насыщения аморфных микропроводов. Он отличается достаточно высокой чувствительностью, которая позволяет измерять магнитостриксию с точностью порядка единиц 10^{-7} степени.

В работе [30] проводилось измерение коэффициента магнитострикции с помощью метода малоуглового вращения намагниченности в аморфных ферромагнитных микропроводах в стеклянной оболочке на основе Fe, Co, FeCo и FeCoNi. Определено, что для микропроводов на основе Fe с добавлением Co с магнитостриксией в пределах $(10-30) \times 10^{-6}$ изменение напряженного состояния провода практически не сказывается на величине магнитострикции.

Исходя из результатов работы [31], можно утверждать, что магнитострикция аморфных микропроводов с содержанием железа выше 70 % (с положительной магнитостриксией) может варьироваться в пределах $(25-40) \times 10^{-6}$ в зависимости от содержания других компонентов сплава и напряженного состояния. Величина магнитострикции в таких сплавах в зависимости от приложенных к материалу напряжений определяется известным соотношением:

$$\lambda_{s,\sigma} = \lambda_{s,0} - B\sigma \quad (3),$$

где $\lambda_{s,\sigma}$ – коэффициент магнитострикции при приложении напряжения σ к материалу;

$\lambda_{s,0}$ – исходное значение магнитострикции насыщения;

B – коэффициент, характерный для данного материала, порядка 10^{-10} МПа.

Исходя из формулы (3), нетрудно заметить, что изменение напряженного состояния микропроводов с положительной магнитостриксией более 10×10^{-6} мало сказывается на величине магнитострикции насыщения материала, что позволяет считать данный параметр постоянным.

1.3.2. Исследование явления ферромагнитного резонанса

В работе [32] Л. Краусом была представлена теория ферромагнитного резонанса (ФМР) в тонких проводах. Данное явление также характерно для аморфных ферромагнитных микропроводов и проявляется в избирательном

поглощении энергии электромагнитного поля с частотой, совпадающей с собственной частотой прецессии магнитных моментов электронной системы в эффективном магнитном поле материала. Кроме того, для аморфных микропроводов характерно явление естественного ферромагнитного резонанса, проявляющегося в отсутствии внешнего магнитного поля. В данном случае роль эффективного магнитного поля выполняет поле магнитной анизотропии материала.

В работах [33-34] проводились исследования ФМР в аморфных микропроводах на основе Fe, Co и Fe-Co. Установлено, что в диапазоне частот порядка единиц ГГц наблюдается существенное поглощение электромагнитного излучения (порядка десятков дБ) (рисунок 5).

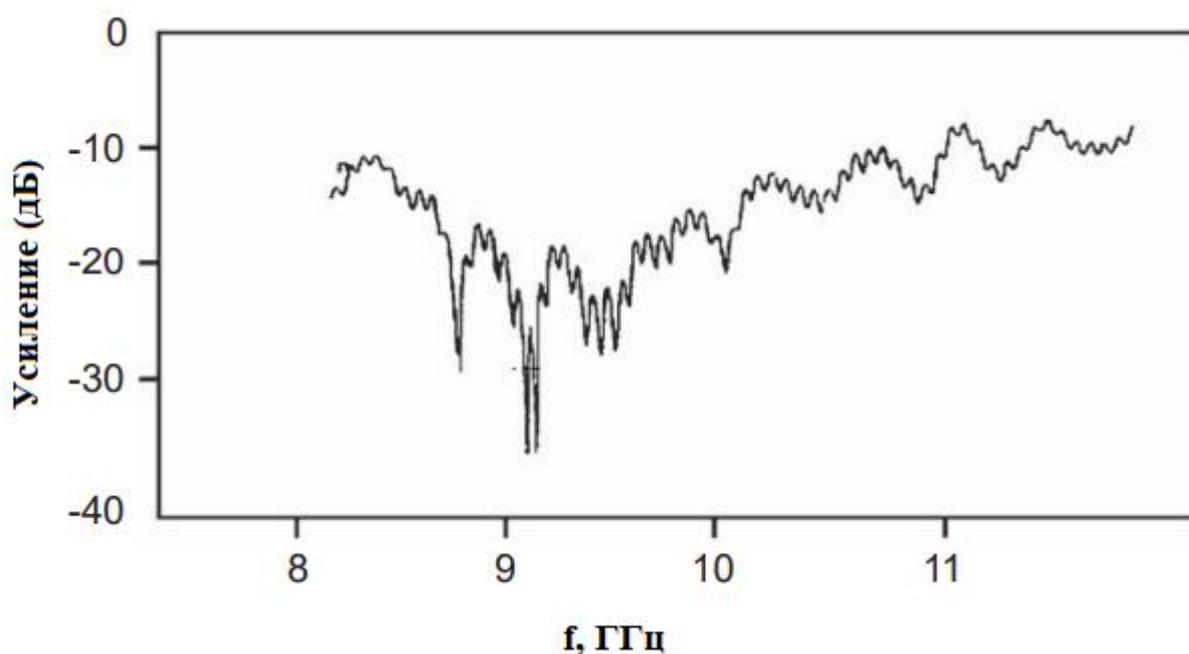


Рисунок 5 – Поглощение электромагнитного излучения различной частоты матрицей микропроводов, помещенных в слой полимера [33]

1.3.3. Исследование эффекта гигантского магнитного импеданса

Одним из важнейших свойств аморфных микропроводов является эффект магнитного импеданса, в частности гигантского магнитного импеданса (ГМИ), заключающийся в многократном увеличении сопротивления материала переменному току при внесении его во внешнее магнитное поле.

В 1994 году появилась одна из первых работ [35], в которой было описано исследование явления ГМИ в микропроводах. Авторы этой работы достигли увеличения сопротивления микропроводов на 50 %. В работе [10] для микропроводов состава $\text{Fe}_{4,3}\text{Co}_{68,2}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$ было достигнуто увеличение сопротивления на 370 % при частоте 1 МГц.

В работе [36] было показано существование критической длины микропровода, ниже которой действительная компонента импеданса имеет значительно меньшую чувствительность к колебаниям частоты. Кроме того, доказана возможность использования зависимости ГМИ-эффекта от длины провода. Показано, что даже в диапазоне частот 1-10 МГц величина эффекта ГМИ значительно зависит от длины образца и в более коротких микропроводах (порядка 5 мм) достигает наибольшей величины. Кроме того, авторами предложена теоретическая модель, позволяющая предсказать изменение импеданса в зависимости от размеров проводов.

В работе [37] описано применение метода комбинированного отжига при токовой модуляции для улучшения ГМИ-эффекта и чувствительности к внешнему полю аморфных микропроводов на основе Со. Применение данного метода позволило добиться смещения максимума ГМИ-отношения до 10 МГц, а также в 3 раза повысить чувствительность микропроводов к внешнему полю.

1.3.4. Исследования влияния механических напряжений на магнитные свойства аморфных микропроводов

В работе [38], посвященной моделированию распределения внутренних напряжений в микропроводах в стеклянной оболочке, авторами было показано, что тензор напряжений в микропроводах неоднороден, а его характер меняется вдоль радиуса провода. Причем наибольшие отличия наблюдаются при приближении к поверхности микропровода. Данная работа легла в основу современных теоретических представлений о напряженном состоянии микропроводов.

В работе [39], посвященной изучению влияния механических напряжений на величину переключающего поля («switching field») и коэрцитивной силы в аморфных микропроводах, было показано, что увеличение механических напряжений в аморфном микропроводе должно приводить к увеличению коэрцитивной силы и переключающего поля. На данный момент принято считать, что величина переключающего поля и коэрцитивной силы связаны с величиной механических напряжений соотношением вида:

$$H = A\sigma^x \quad (4),$$

где H – величина переключающего поля или коэрцитивной силы;

A – константа, характерная для данного магнитного материала;

σ – величина напряжений, $x \in [0,5; 1)$ [40-41].

В работе [42] впервые была проведена оценка поля анизотропии микропроводов путем анализа петель гистерезиса и кривых ГМИ. Было установлено, что для микропроводов состава $\text{Co}_{68,15}\text{Fe}_{4,35}\text{Se}_{12,5}\text{B}_{15}$ с диаметром 125 мкм величина поля циркулярной анизотропии составляла около 2,5 Эрстед. При этом делается вывод о сложном распределении анизотропии по объему материала.

В работе [43] было показано, что в микропроводах с отрицательным знаком константы магнитострикции приложение комбинации скручивающих и растягивающих напряжений вызывает рост эффективного поля циркулярной анизотропии. Это приводит к образованию геликоидальной магнитной доменной структуры, что обуславливает возникновение гистерезиса и необратимых скачков на кривых гигантского магнитного импеданса.

1.3.5. Исследование магнитной доменной структуры аморфных микропроводов

В работе [44] было исследовано влияние диаметра микропровода на его магнитные свойства. Авторами были изучены петли гистерезиса проводов различной толщины, произведена оценка константы анизотропии и получены одни из первых изображений магнитной доменной структуры проводов с

положительной магнитострикцией. В работе [45], исходя из анализа индукционных кривых перемагничивания микропровода на основе Co , делается вывод о циркулярной ориентации намагниченности в поверхностном доменном слое микропроводов с отрицательной магнитострикцией.

Активное исследование свойств тонких микропроводов (с диаметром порядка десятков мкм) привело к необходимости изучения их магнитной доменной структуры. В работе [46] методом Керра была изучена доменная структура аморфных микропроводов с нулевой магнитострикцией. Причем авторами было проведено исследование проводов как в стеклянной оболочке (что является довольно трудной задачей для других магнитооптических методов), так и без нее. В работе [46] предполагается, что образцы имеют однодоменную структуру, однако полученные изображения имеют недостаточное качество для полноценной оценки. К сожалению, в дальнейшем было проделано мало работ с получением подобных изображений микропроводов. Возможно, это было связано с техническими ограничениями метода.

В работе [47] описано магнитооптическое исследование магнитной доменной структуры проводов на основе Co с отрицательной магнитострикцией методом Керра. Авторами были изучены аморфные микропровода диаметром 10-50 мкм. Было показано существование доменов с поперечной круговой намагниченностью. Кроме того, было установлено, что поверхностная доменная структура претерпевает изменения при увеличении механических нагрузок (рисунок 6).

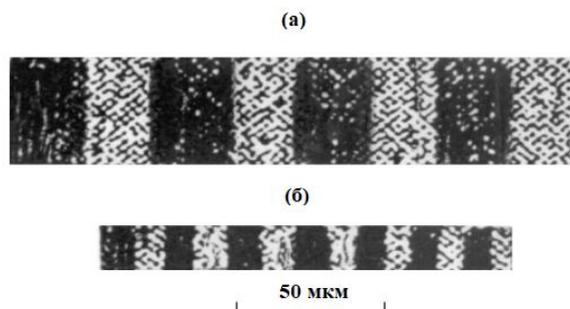


Рисунок 6 – Магнитооптическое изображение магнитной доменной структуры микропроводов с отрицательной магнитострикцией с диаметром 50 (а) и 20 (б) мкм

В работе [48] описано исследование поверхностной доменной структуры отожженных аморфных микропроводов с отрицательной магнитострикцией. Работа состояла в анализе ГМИ-зависимостей микропроводов, отожженных с помощью импульсного лазера. Варьируя режимы отжига, были получены изменения зависимостей импеданса. Авторами была произведена количественная оценка размеров доменов сердцевины провода. Утверждается, что доменная структура сердцевины провода имеет геликоидальную структуру.

В работе [49] была исследована магнитная доменная структура аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{73,9}\text{V}_{13,2}\text{Si}_{10,9}\text{C}_2$. Определено, что кольцевой магнитный слой представляет собой радиально намагниченные небольшие магнитные домены (рисунок 7).

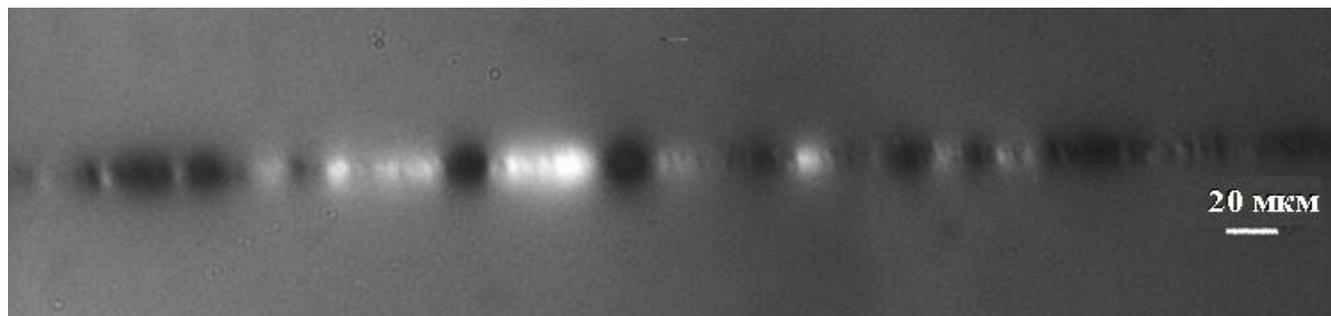


Рисунок 7 – Магнитооптическое изображение доменной структуры микропровода с положительной магнитострикцией

Впервые были определены геометрические характеристики магнитной доменной структуры микропровода. Авторами установлено, что толщина доменного кольца составляет около 5 мкм, а поверхностного слоя – 2 мкм. Показано, что магнитное ядро микропровода состоит из крупных доменов не менее 500 мкм в длину, а их вектор спонтанной намагниченности отклоняется от главной оси. Предложена модель магнитной доменной структуры для микропроводов с положительной константной магнитострикции. Это первая работа по применению метода магнитооптических индикаторных пленок для исследования доменной структуры аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией.

В работе [50] было показано, что при осевом намагничивании микропроводов с положительной магнитострикцией угол наклона магнитного момента в доменах поверхностного доменного слоя постепенно меняет свое направление по отношению к оси провода (рисунок 8).

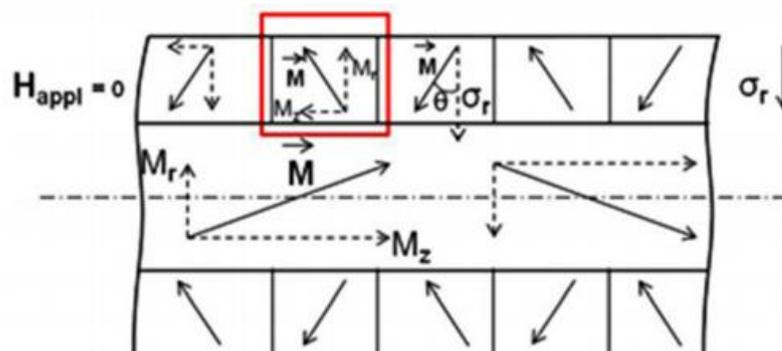


Рисунок 8 – Схема изменения ориентации магнитного момента в кольцевом домене поверхностного доменного слоя [50]

1.3.6. Исследование влияния магнитных покрытий на свойства аморфных микропроводов

Уникальным направлением в исследовании и применении аморфных микропроводов является изготовление и анализ композитов из бимагнитных микропроводов и электроосажденного магнитного слоя. Так, в работе [51] исследуется композит, состоящий из аморфного микропровода (на основе Fe или Co), стеклянной оболочки (на основе Pуtex`а), слоя золота (в несколько десятков нанометров), а также слоя $Co_xNi_{(1-x)}$, нанесенного на провод при помощи электроосаждения. Авторами был произведен синтез материала, а также измерение его магнитных свойств. Наблюдается двухступенчатый процесс намагничивания, связанный с разными полями намагничивания аморфного микропровода и оболочки. Кроме того, осажденный слой CoNi создает внутренние напряжения в аморфном проводе. Подобный материал может быть использован в различных сенсорах. Кроме того, значительный интерес представляет возможность довольно тонкого варьирования магнитных свойств посредством электроосаждения. К сожалению, на данный момент очень мало работ, посвященных исследованию и внедрению композита такого типа.

Критической характеристикой магнитных сплавов является чувствительность к магнитному полю. Авторы работы [52] предприняли попытку искусственного увеличения чувствительности аморфных микропроводов путем покрытия их магнитной жидкостью. Это позволило понизить частоту намагничивающего поля, при котором достигалась максимальная величина ГМИ с 5 МГц до 1 МГц.

1.3.7. Прикладные свойства аморфных микропроводов

По мере роста числа работ, посвященных изучению свойств микропроводов, рос потенциал применения данных материалов в качестве различных датчиков [53, 54]. В частности, оказалось, что провода с нулевой магнитострикцией подходят для использования в магнитометрах, датчиках потока, тока. Кроме того, перспективным является применение проводов с положительной магнитострикцией $(20-45) \times 10^{-6}$ в ультразвуковых датчиках, магнитных сенсорах механических напряжений и магнитных энкодерах. Также возможно использование аморфных микропроводов в качестве элементов генераторов импульсов и в системах передачи данных.

Открытие эффектов, описанных в предыдущих подразделах, расширило потенциал применения аморфных микропроводов. В работе [55] рассматривается использование явлений ферромагнитного резонанса и ГМИ для создания электронных устройств на основе аморфных микропроводов в виде датчиков магнитных полей. Затрагиваются вопросы магнитомеханических эффектов, при которых механические воздействия (растягивание, скручивание) приводят к изменению магнитных свойств. Приводятся собранные сведения о теоретическом моделировании распределения внутренних напряжений в аморфном микропроводе, возникающих в процессе изготовления. Также в работе исследуется магнитная доменная структура микропроводов. Раскрытие потенциала применения сложного напряженного состояния аморфных микропроводов привело к необходимости построения модели распределения напряжений в данном типе материалов.

В работе [56] предлагается применение аморфных микропроводов с различной величиной коэрцитивной силы для систем кодировки информации путем использования микропроводов с различной величиной коэрцитивной силы (рисунок 9).

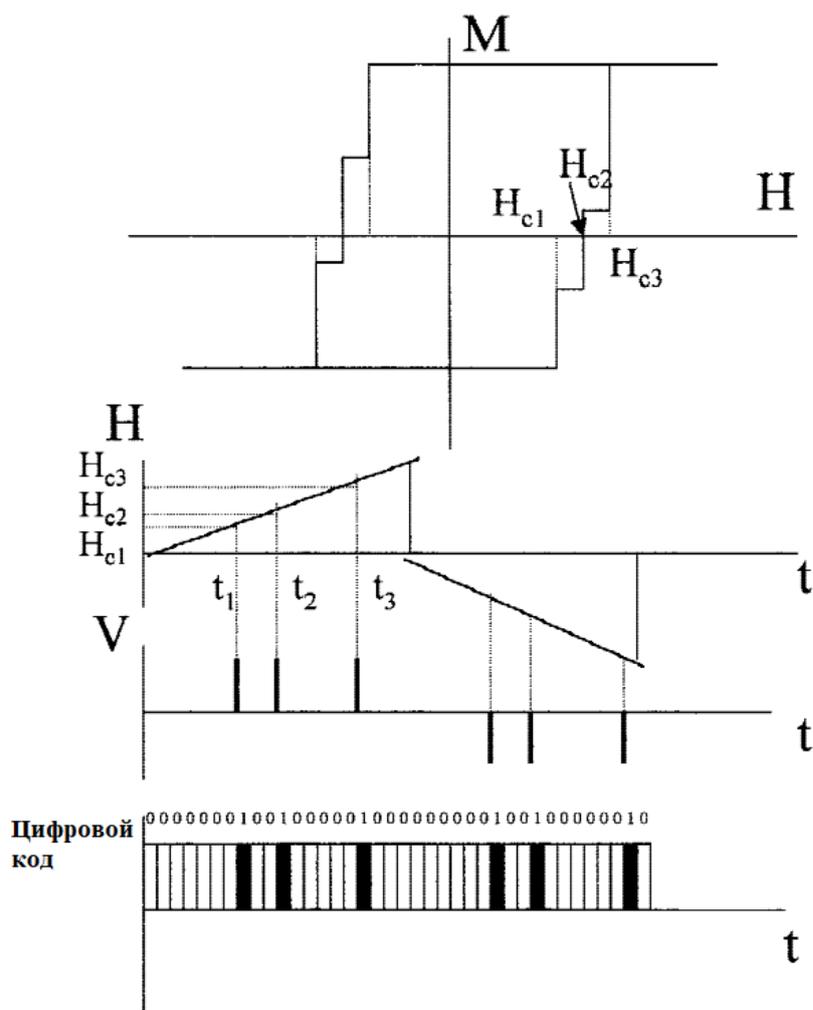


Рисунок 9 – Схема цифровой кодировки магнитной меткой на основе аморфных микропроводов с различной величиной напряжений

В работе [57] была представлена модель магнитоупругого сенсора. В его основу легла зависимость ГМИ-эффекта в микропроводах на основе кобальта от механических напряжений, приложенных к проводу. Эту работу можно считать одной из первых попыток создания прототипа устройства данного типа на основе аморфных микропроводов.

В работе [58] было предложено создание массивов из аморфных микропроводов с целью практического применения эффекта ферромагнитного

резонанса для поглощения электромагнитных сигналов различной мощности в заданном диапазоне частот.

Авторами работы [59] описано применение аморфных микропроводов в качестве датчиков растяжения-сжатия, встраиваемых в «умные» бетонные конструкции. Предлагается размещение микропроводов внутри композитных составов на основе цемента. Авторами работы были изготовлены прототипы сенсора, выполненные в виде цилиндра на цементной основе, в главной оси которого размещен аморфный микропровод. Измерение характеристик такого сенсора показало, что с помощью него возможна оценка изменения давления в пределах 1-30 МПа. Получены выходные характеристики датчиков в виде зависимости напряжения от прикладываемого к датчику давления. При помощи не разрушающего метода была установлена механическая устойчивость датчика к воздействию внешних давлений. Произведены оценка чувствительности и времени отклика датчика по отношению к измеряемому давлению.

В работе [60] произведены анализ и обоснование применимости аморфных проводов, исполненных в устройствах КМОП ИС (интегральные схемы комплементарных металлооксидных полупроводников), в качестве датчиков магнитоимпеданса. Показана применимость материала данного типа в производстве чипов электронных компасов для мобильных устройств как замена чипам на основе датчиков Холла, наиболее распространенных в настоящее время. Авторами работы приведены прототипы миниатюрных устройств, спроектированных на основе аморфных проводов диаметром 10-30 мкм: датчики направления, магнитного поля, биомагнитного поля с разрешением в 1 пикотесла, электронный компас.

1.4. Механические напряжения в аморфном микропроводе

Как уже упоминалось, литые микропровода в стеклянной оболочке характеризуются неоднородным тензором внутренних напряжений, возникающих вследствие смотки, закалки и разницы коэффициентов термического расширения стеклянной оболочки и аморфного микропровода. В работе [38] был проведен расчет распределения внутренних напряжений в микропроводах в оболочке и без

нее. Было показано, что средняя величина различных компонент тензора напряжений может колебаться в пределах 250-600 МПа. На рисунках 10-11 приведены графики распределения компонент тензора напряжений по диаметру провода.

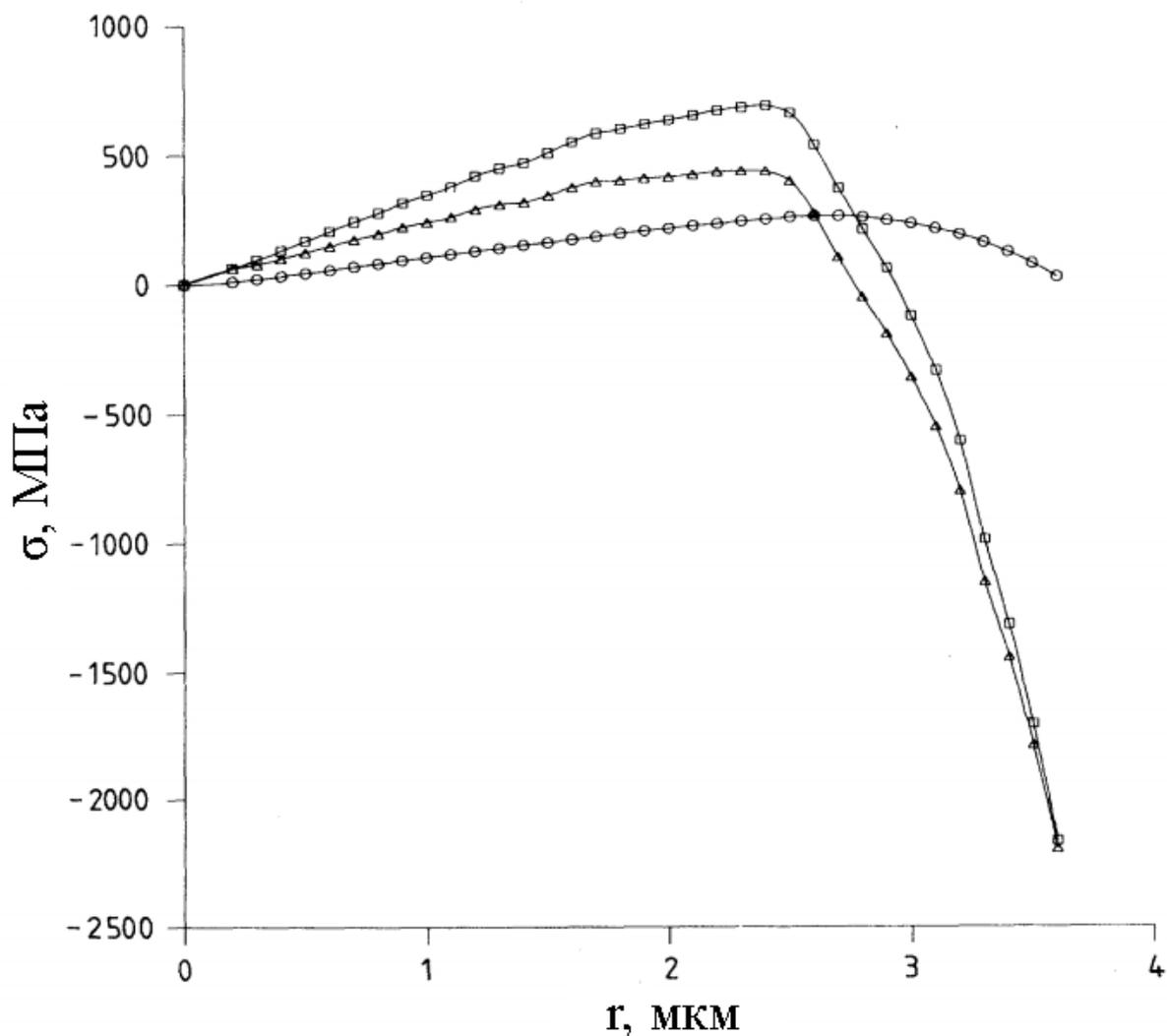


Рисунок 10 – Распределение компонент тензора напряжений по радиусу аморфного микропровода в стеклянной оболочке: σ_{rr} (\circ), $\sigma_{\theta\theta}$ (Δ) и σ_{zz} (\square) [38]

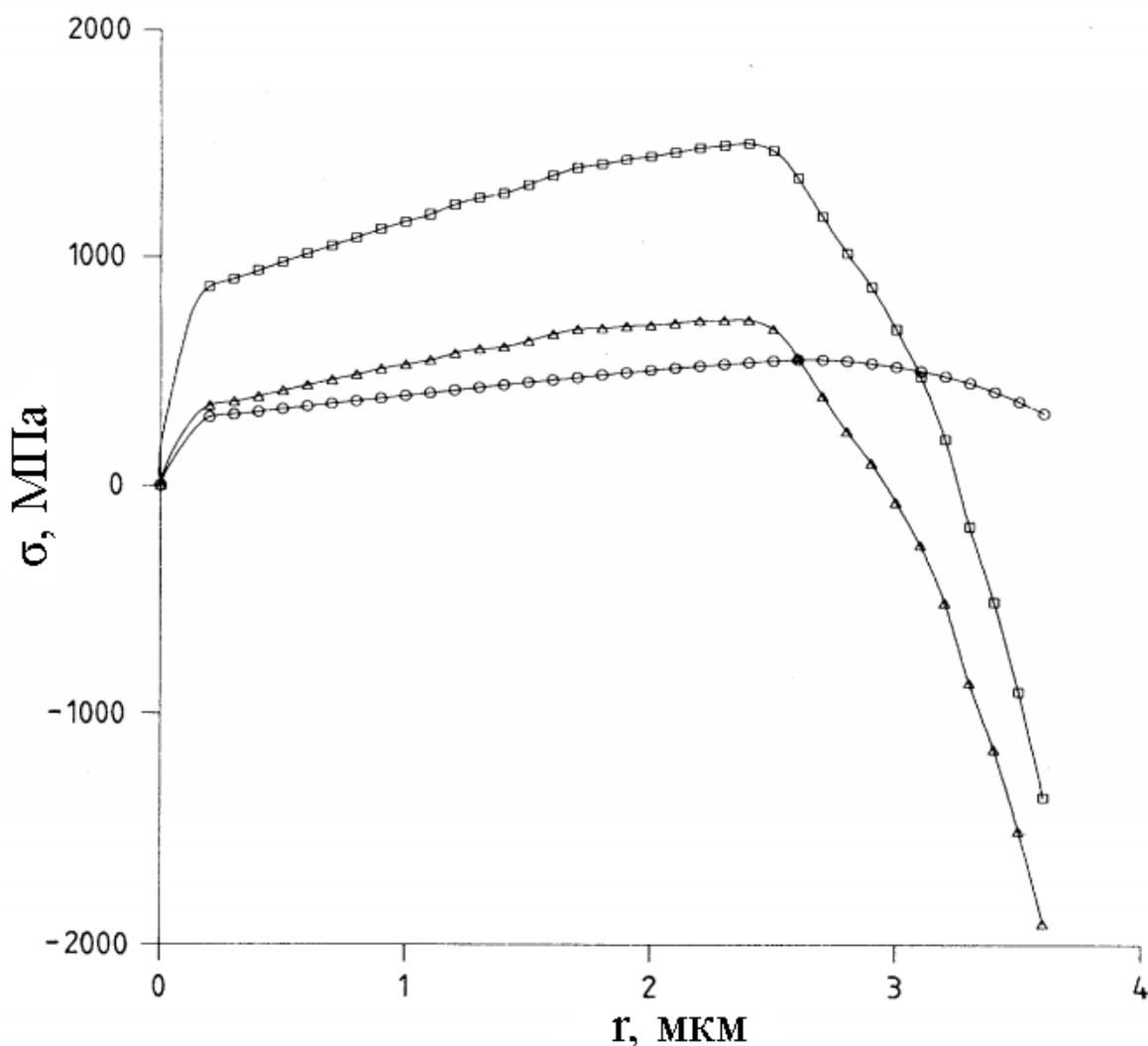


Рисунок 11 – Распределение компонент тензора напряжений по радиусу аморфного микропровода без оболочки: $\sigma_{rr}(\circ)$, $\sigma_{\theta\theta}(\Delta)$ и $\sigma_{zz}(\square)$ [38]

Как видно из рисунка 11, наибольшей стабильностью обладает радиальная компонента напряжений σ_{rr} , которая вдоль всего диаметра составляет несколько сотен МПа. В поверхностном слое провода в значительной мере преобладают осевые сжимающие напряжения σ_{zz} , находясь на уровне единиц ГПа. Следует отметить, что подобных значений эта компонента достигает именно в приповерхностном слое. При этом величина и направление осевых напряжений изменяются от поверхности к центральной части провода как по величине, так и по направлению. Величина касательной компоненты тензора напряжений $\sigma_{\theta\theta}$ ведет себя схожим образом.

Расчетные данные из работы [38] для проводов с различным соотношением диаметра и толщины стекла приведены в таблице 1.

Таблица 1

Максимальные значения внутренних напряжений шести образцов микропроводов в стеклянной оболочке

№	Размеры, мкм	Индукцированные в процессе затвердевания металла					Индукциро- ванные в процессе охлаждения стекла		Суммарное напряжение					$\frac{r(\sigma_{rr} = \sigma_{zz})}{R}$ [%]
		$\sigma_{\text{макс}}$ rr	$\sigma_{\text{макс}}$ zz	$\sigma_{\text{пов}}$ zz	$\sigma_{\text{макс}}$ $\theta\theta$	$\sigma_{\text{пов}}$ $\theta\theta$	$\sigma_{rr} =$ $\sigma_{\theta\theta}$	σ_{zz}	$\sigma_{\text{макс}}$ rr	$\sigma_{\text{макс}}$ zz	$\sigma_{\text{пов}}$ zz	$\sigma_{\text{макс}}$ $\theta\theta$	$\sigma_{\text{пов}}$ $\theta\theta$	
1	$d_M = 5$	354	793	-1680	486	-1752	309	903	663	1696	-777	796	-1442	83,3
	$\Delta d_{\text{ст}} = 10$													
	$D = 25$													
2	$d_M = 5$	345	783	-1658	487	-1727	316	937	662	1720	-721	803	-1410	83,7
	$\Delta d_{\text{ст}} = 15$													
	$D = 35$													
3	$d_M = 7,3$	266	693	-2164	440	-2195	287	807	553	1500	-1357	727	-1907	84,6
	$\Delta d_{\text{ст}} = 7,5$													
	$D = 22,3$													
4	$d_M = 15,3$	133	338	-2047	212	-2089	190	465	323	803	-1582	402	-1899	86,3
	$\Delta d_{\text{ст}} = 4,75$													
	$D = 24,8$													
5	$d_M = 20$	100	245	-1516	159	-1592	170	404	270	649	-1112	328	-1423	90,1
	$\Delta d_{\text{ст}} = 5$													
	$D = 30$													
6	$d_M = 4$	188	443	-728	310	-934	286	804	474	1246	-150	596	-648	83,4
	$\Delta d_{\text{ст}} = 4,5$													
	$D = 13$													

Максимальные значения компонент тензора напряжений в таблице 1 приведены для проводов с указанием их диаметра аморфного микропровода d_m , толщины стекла $\Delta d_{ст}$ и внешнего диаметра D (включающего стеклянную оболочку). Добавление стеклянной оболочки в расчетах работы [38] приводит к росту компонент тензора напряжений σ_{rr} и $\sigma_{\theta\theta}$ на равную величину. Кроме того, происходит прирост осевой компоненты σ_{zz} . Это связано с тем, что коэффициент термического расширения α аморфного микропровода составляет $(8-9) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, а для стеклянной оболочки $\alpha = (3-4) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [38]. Добавление стеклянной оболочки оказывается эквивалентным введению дополнительной растягивающей нагрузки вдоль всех направлений тензора напряжений. Это приводит к подъему кривых компонент тензора напряжений в область растягивающих напряжений (положительных), что и наблюдается на рисунках 10-11.

В случае, когда аморфный микропровод обладает положительной магнитострикцией, такое неоднородное распределение напряжений приводит к формированию областей с различной магнитной анизотропией. Запишем известное выражение для плотности энергии E магнитоупругой анизотропии [20]:

$$E = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta \quad (5),$$

где θ – угол между осью провода и намагниченностью;

σ – величина напряжений в материале;

λ_s – магнитострикция насыщения.

Магнитострикция насыщения материала λ_s определяется составом микропровода. Отсюда следует, как и упоминалось ранее, что магнитная анизотропия определяется характером распределения напряжений в аморфном микропроводе.

Так, в центральной части провода образуется область с осевой магнитной анизотропией, что связано с относительным постоянством и положительной величиной компонент тензора напряжений в этой части провода.

Поверхностный слой провода характеризуется сжимающими напряжениями порядка 1-2 ГПа. Это, как показывает эксперимент, приводит к формированию

поверхностного доменного слоя с ориентацией магнитного момента перпендикулярно оси провода [49-50].

Таким образом, неоднородные внутренние напряжения играют ключевую роль в формировании доменной структуры аморфных микропроводов с ненулевой магнитострикцией. Кроме того, напряжения являются стопорами движения границ доменов ферромагнетика. Это подчеркивает мысль о том, что и коэрцитивная сила аморфных проводов в первую очередь зависит от величины внутренних напряжений.

1.5. Модель магнитной доменной структуры аморфных микропроводов с положительной магнитострикцией

На основании результатов работ [39, 61-64] принято считать, что магнитная доменная структура микропроводов состоит из доменов сердцевины, магнитный момент которых ориентирован вдоль оси провода, и поверхностных доменов, ориентация магнитного момента в которых зависит от знака магнитострикции: $\lambda_s < 0$ – циркулярная ориентация; $\lambda_s > 0$ – радиальная ориентация; $\lambda_s = 0$ – отсутствие поверхностного доменного слоя (рисунок 12).

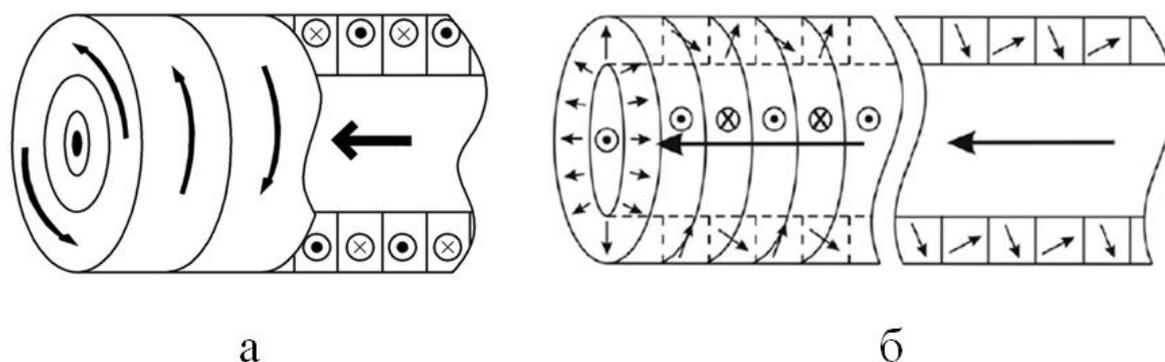


Рисунок 12 – Модели магнитной доменной структуры аморфных микропроводов в стеклянной оболочке: а) с отрицательной магнитострикцией;
б) с положительной магнитострикцией

Большую известность получил ряд работ по исследованию магнитной доменной структуры микропроводов с положительной и отрицательной магнитострикцией магнитооптическими методами, основанными на эффектах Керра и Фарадея [46-50]. Они в той или иной мере подтверждают существующие

представления о доменной структуре таких объектов. В частности, в работе [49] с помощью различных видов микроскопии (магнитооптики, магнитно-силовой микроскопии) было экспериментально показано, что в проводах с положительной магнитострикцией существует поверхностный доменный слой с радиальной ориентацией намагниченности доменов относительно оси. Для проводов с отрицательной магнитострикцией ожидается циркулярная ориентация намагниченности поверхностного доменного слоя [61].

Линейные и поперечные размеры поверхностных доменов и доменов сердцевины зависят от величины и характера распределения внутренних напряжений, значения магнитострикции насыщения материала и анизотропии формы микропровода. Ширина доменов зависит от величины константы анизотропии материала и в общем случае определяется выражением:

$$D = F \sqrt[4]{A/K} \quad (6),$$

где K – константа анизотропии;

A – константа обменной энергии;

F – параметр, характерный для данного образца [20].

Одни из наиболее качественных изображений магнитной доменной структуры микропроводов с положительной магнитострикцией были получены с помощью метода магнитооптических индикаторных пленок на проводах с диаметром 10-20 мкм. При этом осуществлялась прямая оценка размера поверхностных доменов. В частности, в работе [50] реализована попытка оценки величины магнитоупругой анизотропии при комбинировании анализа полной петли гистерезиса микропровода и эволюции его доменной структуры при перемагничивании.

Размер доменных областей можно оценить из отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения петли гистерезиса [39]:

$$R_C/R_m = (M_r/M_S)^{1/2} \quad (7),$$

где R_C – радиус центрального доменного слоя;

R_m – радиус аморфного микропровода;

M_r – величина остаточной намагниченности;

M_s – величина намагниченности насыщения.

Установлено, что для аморфных проводов с положительной магнитострикцией перемагничивание наиболее корректно описывается механизмом незакрепленной доменной стенки [66-67]. При перемагничивании микропровода происходит отрыв одного из замыкающих доменов на торце провода. При своем движении доменная стенка сохраняет плоскую форму, а ее скорость может составлять величину порядка 1000 м/с. Минимальные измеренные поля начала движения стенки составляют единицы А/м.

Однако на данный момент в литературе достаточно мало сведений об эволюции доменной структуры микропроводов в зависимости от их напряженного состояния, величины магнитострикции и геометрических параметров.

1.6. Применение аморфных ферромагнитных микропроводов

Исходя из анализа литературы, варианты применения аморфных ферромагнитных микропроводов могут быть подразделены на несколько основных групп в зависимости от свойств, которые предполагается использовать:

1) Применение явления бистабильного перемагничивания микропровода.

Известно, что аморфные ферромагнитные провода с положительной магнитострикцией перемагничиваются одним скачком Баркгаузена, то есть петля гистерезиса имеет прямоугольную форму. В ряде работ [68-70] показано, что существует критическая длина, в пределах которой сохраняется бистабильность. Это параметр можно варьировать посредством термообработки микропровода для достижения необходимых свойств. Явление бистабильности позволяет рассматривать микропровода как потенциальный чувствительный элемент магнитных меток. В таком случае набор микропроводов различной длины (от единиц до десятков миллиметров) с заранее фиксированными магнитомеханическими свойствами позволяет кодировать уникальную кодовую информацию для идентификации пользователя метки.

2) Применение эффекта гигантского магнитного импеданса.

Этот эффект состоит в значительном росте полного сопротивления проводника переменному току во внешнем магнитном поле. Чувствительность магнитоимпедансных сенсоров может достигать лучших показателей современных датчиков Холла (не более 1 мГс). Относительная величина эффекта ГМИ часто определяется следующим соотношением:

$$\frac{\Delta Z}{Z} (\%) = \frac{Z(H) - Z(H = H_{нас})}{Z(H = H_{нас})} \quad (8),$$

где $Z(H)$ – импеданс образца в магнитном поле H ;

$Z(H=H_{нас})$ – импеданс образца в магнитном поле насыщения.

При этом величина ГМИ-отношения $\Delta Z/Z$ всегда положительна, и может достигать значений больших, чем 100 %.

ГМИ-отношение может быть также рассчитано следующим образом:

$$\frac{\Delta Z}{Z} (\%) = \frac{Z(H) - Z(H = 0)}{Z(H = 0)} \quad (9),$$

где $Z(H=0)$ – величина импеданса образца в отсутствии внешнего магнитного поля.

При такой оценке ГМИ-отношения его величина может быть как положительной, так и отрицательной.

В литературе различают поперечный и продольный ГМИ-эффекты [69]. Продольный ГМИ-эффект возникает при приложении внешнего магнитного поля параллельно направлению протекающего электрического тока. Поперечный эффект ГМИ наблюдается при приложении внешнего магнитного поля перпендикулярно направлению протекания электрического тока.

ГМИ-эффект возникает вследствие влияния внешнего магнитного поля на распределение плотности переменного тока по сечению провода. Иными словами, данное явление может быть описано в терминах скин-эффекта. Толщина скин-слоя δ , определяющая глубину проникновения переменного тока в объем проводника, определяется по формуле:

$$\delta = \sqrt{\frac{c^2}{2\pi\Omega\omega\mu\theta}} \quad (10),$$

где c – скорость света в вакууме;

Ω – удельная проводимость;

ω – циклическая частота переменного тока;

μ_0 – эффективная магнитная проницаемость.

Существенной величины скин-эффект достигает при высоких частотах (10-100 МГц). Миниатюрные магнитоимпедансные датчики на основе аморфных микропроводов могут служить основой для создания приборов магнитной дефектоскопии и различных устройств автоматики и робототехники. Такие датчики могут обладать малыми размерами и не содержать катушек индуктивности, также как и датчики Холла.

Магнитоимпедансные датчики магнитного поля обладают высокой температурной стабильностью, что исключает необходимость использования схем температурной компенсации. Это выделяет их в сравнении с датчиками Холла, лишенных этого преимущества.

3) Применение микропроводов в качестве датчиков механических напряжений.

Существуют работы [72, 73], в которых описано применение микропроводов в качестве стресс-чувствительных элементов бетонных блоков и составных датчиков напряжений. При этом построение таких устройств возможно как с позиции применения явления бистабильного перемагничивания и его изменения с приложением внешних напряжений, так и упомянутого выше эффекта магнитного импеданса, так как изменение напряженного состояния провода в целом меняет конфигурацию доменной структуры, а также характер распределения и величину магнитной анизотропии.

4) Применение круговой матрицы микропроводов в качестве магнитных энкодеров [74-75].

Датчик угла, или преобразователь угол–код, также называемый энкодером, – это устройство, предназначенное для преобразования угла поворота вращающегося объекта (вала двигателя) в электрические сигналы, позволяющие определить угол его поворота. На вал двигателя устанавливается постоянный

магнит или микрокатушка. Датчик выполняется в виде печатной платы с вырезом для крепления на валу двигателя. По контуру отверстия радиально запаиваются микропровода требуемого состава (рисунок 13). Потенциальная точность такого устройства может составлять сотые и десятые доли градуса при условии решения вопроса нелокальности и инертности магнитного поля при движении вала двигателя.

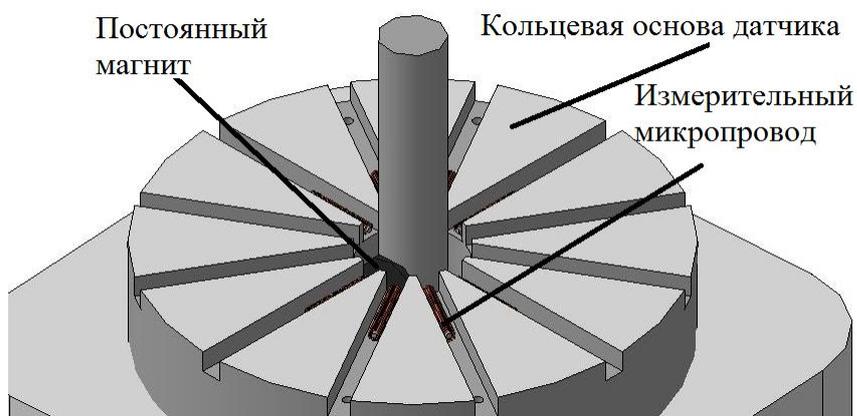


Рисунок 13 – Общий вид датчика угла поворота на основе матрицы аморфных микропроводов [75]

5) Применение микропроводов в биомедицинских приложениях.

Подбор материала стекла, покрывающего аморфный микропровод, – это достаточно простая технологическая задача. Применение боросиликатных стекол типа Pyrex, характеризующихся хорошей биосовместимостью, – основа одного из наиболее перспективных направлений применения микропроводов для биомедицинских приложений [76].

Таким образом, аморфные ферромагнитные микропровода характеризуются широким потенциалом применения в различных приложениях электронной техники, что подчеркивает перспективность исследования их магнитной доменной структуры и свойств.

1.7. Постановка задачи исследования

Исходя из проведенного анализа литературных данных, следует, что основная задача исследования, состоящая в изучении влияния механических

напряжений на магнитную структуру и гистерезисные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов, является актуальной и значимой. Ее решение может расширить возможности практического применения микропроводов и улучшить понимание эволюции их свойств. Особый интерес представляет изучение корреляции между магнитной доменной структурой и гистерезисными магнитными свойствами микропроводов. Ключевую роль в формировании магнитной доменной структуры и свойств аморфных ферромагнетиков играют внутренние напряжения. Поэтому можно ожидать, что изучение микропроводов в различном напряженном состоянии, в частности при их растяжении *in situ*, даст достаточный набор данных для расширения понимания взаимной корреляции доменной структуры и магнитных свойств. Учитывая тот факт, что компоненты тензора напряжений в объеме провода могут претерпевать изменения вплоть до единиц ГПа, а предел прочности на растяжение проводов на основе железа выбранных составов составляет около 3 ГПа, эксперименты на растяжение необходимо проводить в пределах данной величины. Кроме того, важно учитывать, что поле остаточных напряжений в микропроводах неоднородно. По этой причине интерес также представляет изучение микропроводов с различным диаметром и соотношением между толщиной стеклянной оболочки и диаметром аморфного провода. Другим важным моментом является учет взаимодействия между металлическим микропроводом и стеклянной оболочкой. С одной стороны, вид распределения внутренних напряжений для микропроводов в стеклянной оболочке и без нее имеет ряд отличий. С другой стороны, адгезия между металлическим микропроводом и стеклянной оболочкой потенциально может влиять на процессы деформации микропровода.

Таким образом, **целью** работы является определение влияния механических напряжений на магнитную структуру и магнитные гистерезисные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов с положительной магнитострикцией двух составов – $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ – с различной величиной внутренних механических напряжений.

Для реализации цели необходимо выполнение следующих задач:

1. Разработка методик исследования гистерезисных свойств и магнитной доменной структуры методом магнитооптических индикаторных пленок (МОИП) при растяжении *in situ*.

2. Изучение магнитной доменной структуры и гистерезисных свойств аморфных и нанокристаллических микропроводов методами МОИП.

3. Изучение эволюции магнитной доменной структуры и гистерезисных свойств микропроводов при их растяжении *in situ*.

4. Разработка метода измерения адгезии стеклянной оболочки и аморфного металлического провода и изучение влияния адгезии на магнитные свойства микропроводов при их растяжении.

Глава 2. Материалы, методы их обработки и исследования

В качестве объектов исследования были использованы микропровода составов $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с различными геометрическими характеристиками (диаметром и толщиной стеклянной оболочки). Перечень микропроводов, изученных в рамках исследования магнитных свойств и магнитной доменной структуры, приведен в таблице 2.

Таблица 2

Перечень исследованных микропроводов в стеклянной оболочке

Состав	Диаметр аморфного микропровода, d (мкм)	Внешний диаметр, D (мкм)	d/D соотношение	Магнитострикция, λ_s
$\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$	18	23,7	0,76	39×10^{-6}
	16,8	23,7	0,7	39×10^{-6}
	11,4	24	0,48	39×10^{-6}
	10,4	23,2	0,45	39×10^{-6}
	7,4	20,4	0,36	39×10^{-6}
$\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$	14,4	28,2	0,51	33×10^{-6}
	16,3	22,1	0,74	33×10^{-6}

Геометрические параметры, атомная структура и фазовый состав исследовались методами электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Магнитные свойства и доменная структура были изучены методами индукционной магнитометрии (вибрационным магнитометром и флюксметром), методом магнитооптических индикаторных пленок.

2.1. Удаление стеклянной оболочки

Все изученные микропровода были покрыты слоем стекла состава $\text{Si}_{37,7}\text{O}_{54}\text{B}_4\text{Na}_{2,8}\text{Al}_{1,1}\text{K}_{0,3}$ (Pugex). Для изучения микропроводов без стеклянной оболочки производилось ее удаление посредством химического травления. Для удаления слоя стекла был использован 70-процентный водный раствор плавиковой кислоты HF. При этом проводился тщательный подбор времени травления для каждого провода в зависимости от толщины покрывающего его стекла. Контроль осуществлялся проверкой состояния поверхности провода

с помощью сканирующей электронной микроскопии. Пример микропровода до и после травления приведен на рисунке 14.

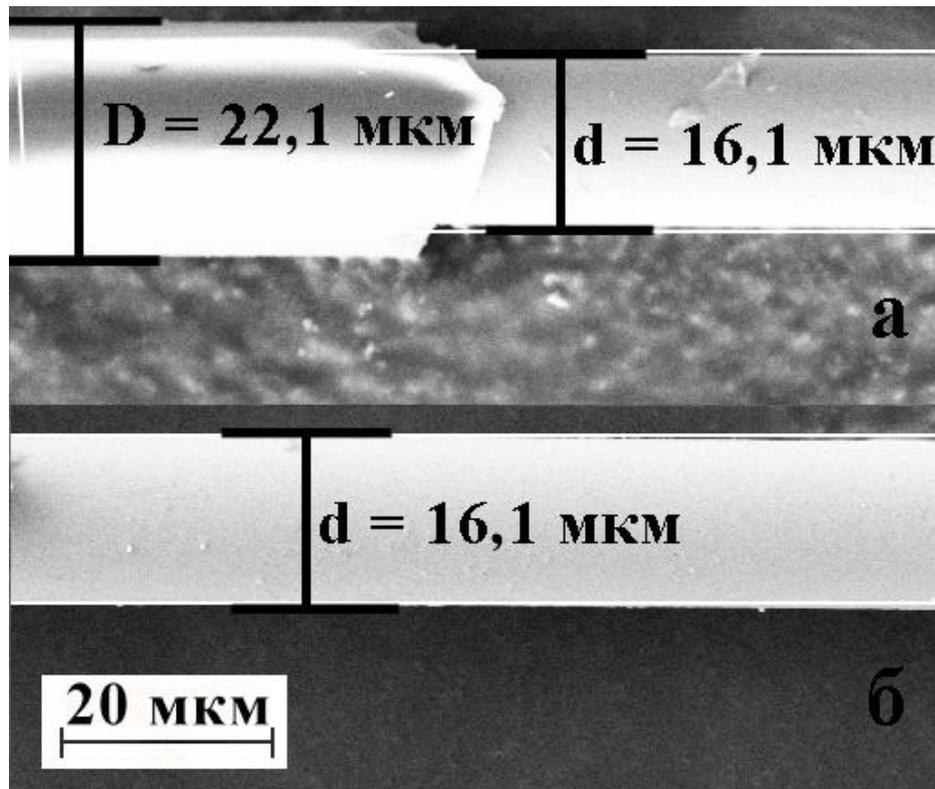


Рисунок 14 – Электронная микрофотография исходного микропровода состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ до (а) и после (б) удаления стеклянной оболочки путем химического травления

2.2. Метод индукционной магнитометрии

Метод индукционной магнитометрии основан на явлении электромагнитной индукции, связанном с возникновением электродвижущей силы в измерительной катушке при изменении пронизывающего ее контур магнитного потока. При этом изменение магнитного потока может быть связано с изменением:

- 1) величины (или направления) прикладываемого магнитного поля во времени (флюксометры, вариометры);
- 2) положения образца (с заданной периодичностью) вращением, колебанием измерительной катушки во внешнем магнитном поле (тесламетры, вибрационные магнитометры);
- 3) магнитного сопротивления измерительной катушки (ферро модуляционные магнитометры).

2.2.1. Флюксометр для измерения петель гистерезиса

В данной работе был использован флюксометр, схема которого приведена на рисунке 15.

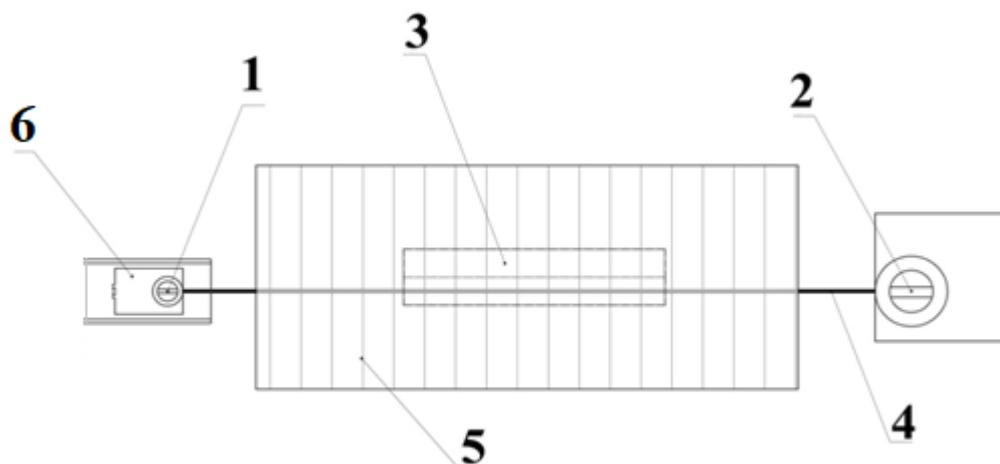


Рисунок 15 – Схема флюксометра: 1-2 – винтовые зажимы для аморфного провода, 3 – измерительная катушка, 4 – ферромагнитный образец, 5 – перемагничивающая катушка, 6 – подвижная каретка для крепления образца

Ферромагнитный образец закреплялся между винтовыми зажимами. Винтовой зажим 2 оставался неподвижным. Зажим 1 располагался на подвижной каретке. Измерительная катушка 3, намотанная восьмеркой, располагалась в середине перемагничивающей катушки. Микропровод, закрепленный винтовыми зажимами 1-2, натягивался вдоль оси одного из цилиндров измерительной катушки.

На перемагничивающую катушку 3 подавался переменный синусоидальный ток частотой 2,5 кГц, создающий внутри катушки перемагничивающее поле амплитудой 2000 А/м. Намотка измерительной катушки восьмеркой эквивалентна встречному включению двух идентичных катушек индуктивности, поэтому при нахождении ее в переменном магнитном поле напряжение, наблюдаемое на концах такой катушки, постоянно и равняется нулю. Таким образом, при нахождении ферромагнитного образца внутри одного из цилиндров

измерительной катушки на ее концах наблюдается напряжение, возникающее только за счет перемагничивания образца. При этом измеряемый сигнал пропорционален производной магнитного потока через исследуемый образец. Типичный вид измеренного сигнала приведен на рисунке 16.

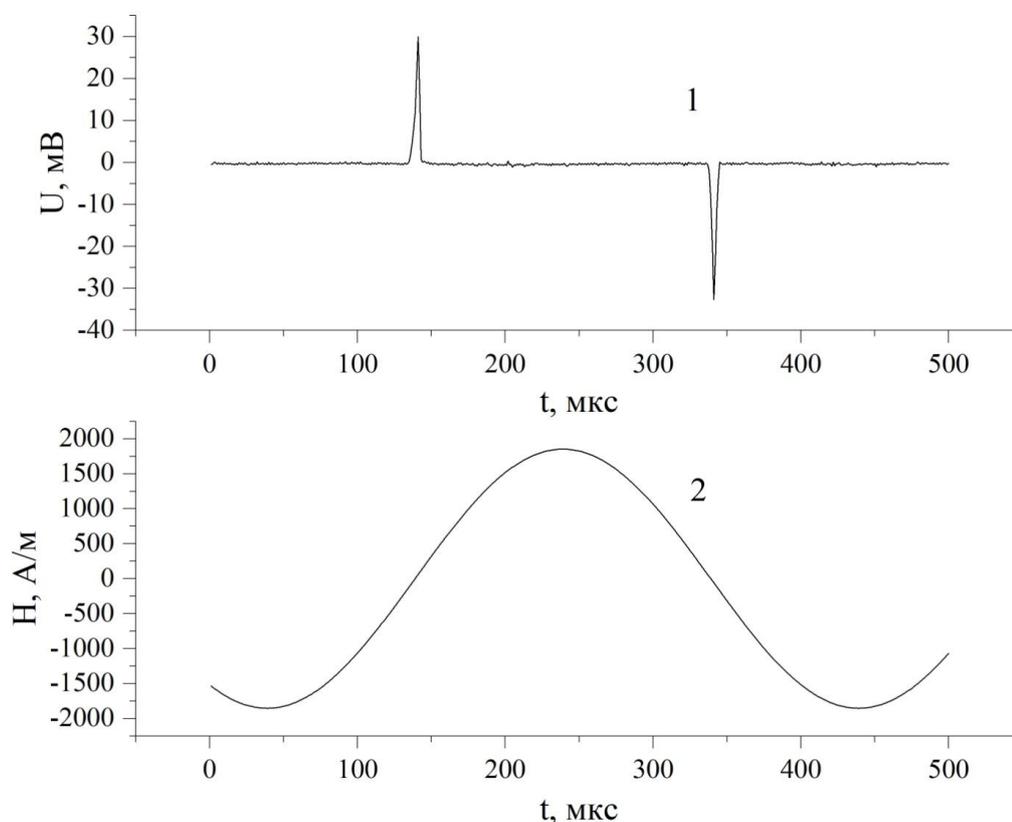


Рисунок 16 – 1) Зависимость напряжения на концах измерительной катушки от времени; 2) кривая изменения напряженности магнитного поля от времени

Сигнал напряжения с измерительной катушки регистрировался с помощью 16-битного аналогово-цифрового преобразователя, позволявшего добиться точности измерения напряженности поля около 8 А/м, что не являлось техническим пределом точности разработанного устройства. Интегрирование измеренного сигнала напряжения позволяет перейти от кривой производной магнитного потока от времени к кривой магнитного момента (или индукции), что позволяет проводить построение магнитной петли гистерезиса.

2.2.2. Метод вибрационной магнитометрии

Вибрационная магнитометрия является чувствительным и универсальным методом для исследования магнитного момента различных магнитных

материалов в зависимости от магнитного поля и температуры. Этот метод основан на законе электромагнитной индукции Фарадея. Вибрационный магнитометр фиксирует напряжение, индуцированное в измерительной катушке, возникающее вследствие вибрации исследуемого образца в однородном магнитном поле.

Если исследуемый образец является магнитным, постоянное магнитное поле будет намагничивать его, выстраивая магнитные домены (или отдельные магнитные спины) по полю. При перемещении образца вверх/вниз его магнитное поле рассеяния изменяется как функция времени и может быть измерено набором катушек.

Ток, возникающий в измерительных катушках, будет пропорционален намагниченности образца. Чем больше намагниченность, тем больше индуцированный ток.

Дипольный момент, возникающий в образце, в таком случае можно рассчитать как произведение магнитной восприимчивости на напряженность магнитного поля. При синусоидальном перемещении образца с фиксированной частотой и малой амплитудой колебаний (порядка 0,1 мм) величину электродвижущей силы (ЭДС) в измерительной катушке можно оценить по следующей формуле:

$$E = M * E_m * \omega * F \quad (11)$$

где M – магнитный момент;

E_m – амплитуда колебаний образца;

ω – частота колебаний образца соответственно;

F – коэффициент пропорциональности, зависящий от геометрии измерительной схемы.

Стандартная схема измерения образца выглядит следующим образом:

- установка предельной величины и шага магнитного поля;
- включение вибрации образца;

- сигнал с измерительных катушек на каждом шаге поля переводится в значение для магнитного момента образца (во время перехода от одного значения поля к другому данные не считываются);

- постоянное магнитное поле изменяется в заданном диапазоне, при этом происходит построение графика намагниченности M в зависимости от напряженности магнитного поля H .

Исследуемый образец колеблется в воздушном зазоре электромагнитна с низкой частотой около 10-100 Гц с амплитудой около 0,1-0,2 мм (рисунок 17). Как правило, измеряемый сигнал ЭДС индукции сравнивается с эталонным опорным сигналом, который измеряется с дополнительной пары катушек, между которыми располагается эталонный магнитный образец. В данной работе микропровода были исследованы с помощью вибрационного магнитометра модели P.A.R. (Princeton Applied Research) Model 155 Vibrating Sample Magnetometer.

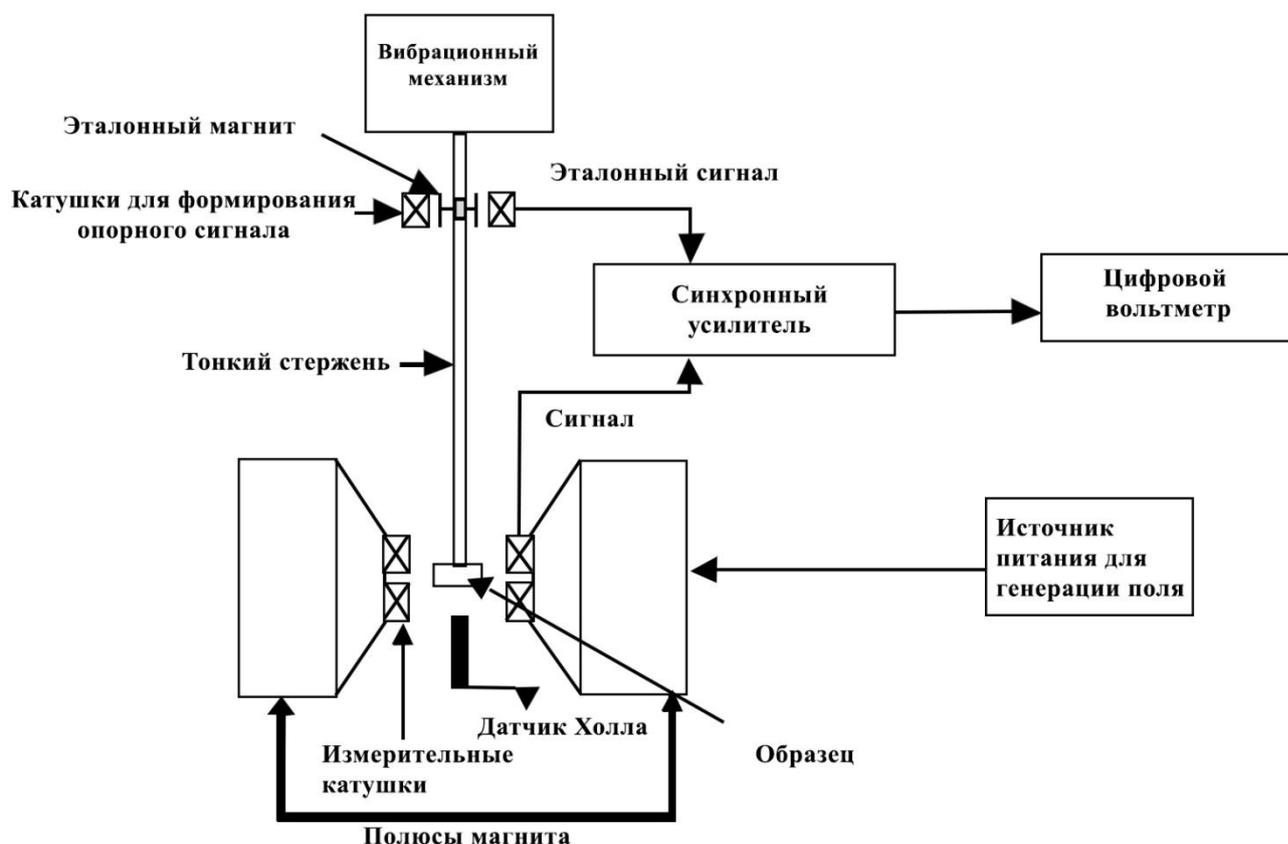


Рисунок 17 – Принципиальная схема вибрационного магнитометра

Исследуемый образец, фиксированный на немагнитном держателе, находится в центре зоны, расположенной между двумя полюсами электромагнита. Вертикальный жесткий стержень соединен с вибрационным механизмом. На нем располагается как держатель с исследуемым образцом, так и эталонный магнит, с которого считывается опорный сигнал измерительной схемы.

Вибрационный механизм задает синусоидальные вертикальные колебания тонкого стержня с расположенными на нем образцом и эталоном. При этом происходит регистрация сигнала с катушек для измерения опорного сигнала и измерительных катушек. Датчик Холла измеряет величину магнитного поля в воздушном зазоре. Вследствие варьирования амплитуды и частоты вибрации стержня значения момента оказываются искажены. Для решения этой проблемы в вибрационном магнитометре PAR VSM Model 155 применяется методика коррекции сигнала, основанная на использовании вибрационного конденсатора, емкость которого также зависит от амплитуды и частоты вибрации. Колебания конденсатора происходят синхронно со стержнем. Переменное напряжение на вибрационном конденсаторе сравнивается с измеряемым сигналом, что позволяет вычесть компоненту, за счет чего получаемые значения освобождаются от погрешностей указанного типа.

2.3. Метод магнитооптических индикаторных пленок

Метод магнитооптических индикаторных пленок (МОИП) был первоначально разработан для визуализации магнитного потока в сверхпроводниках. Феррит-гранатовая индикаторная пленка с анизотропией, лежащей в плоскости пленки, укладывается поверх образца. Вектор намагниченности в пленке находится в плоскости самой пленки при отсутствии внешних магнитных полей. При наличии нормальных компонент локальных магнитных полей рассеяния (по отношению к плоскости пленки) с поверхности исследуемого образца вектор намагниченности в пленке также приобретает нормальную компоненту. На рисунке 15 [77] приведено изображение магнитных полей рассеяния возле малой полости в многослойном магнитном образце,

полученное методом МОИП. Данный метод был разработан при активном участии сотрудников ИФТТ РАН и не имеет мировых аналогов [77, 78].

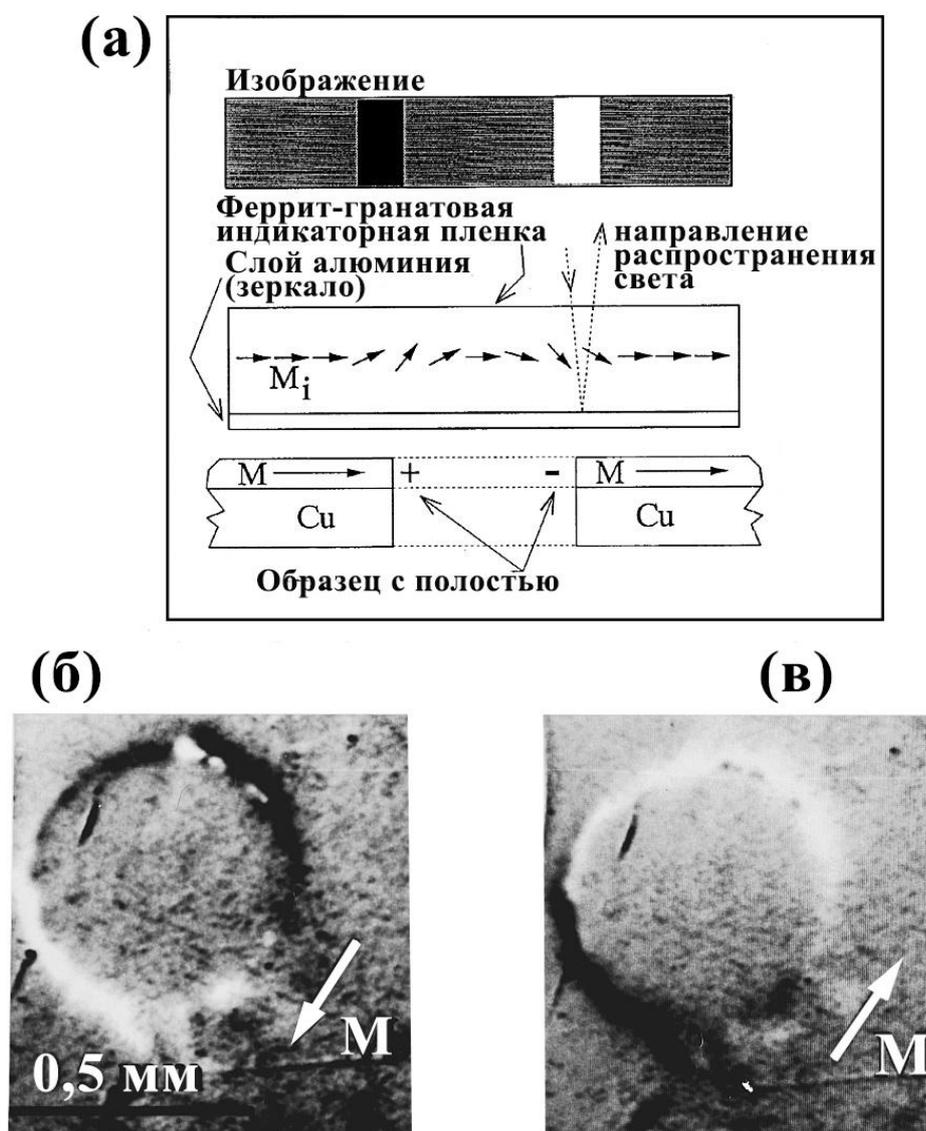


Рисунок 18 – (а) Схематическое изображение метода магнитооптических индикаторных пленок для исследования магнитных полей рассеяния вокруг полости в многослойном образце; (б) и (в) магнитооптические изображения полей рассеяния вокруг полости в 3-нм многослойном образце с противоположной ориентацией намагничивания [77]

При прохождении света через пленку и его отражении от нижнего зеркального слоя алюминия под действием локальных нормальных компонент

вектора намагниченности от исследуемого образца происходит двойной Фарадеевский поворот направления поляризации светового пучка на угол:

$$\theta_F = 2 \nu d B \quad (12),$$

где ν – постоянная Верде, характерная для данной магнитной среды;

d – толщина пленки;

B – компонента магнитного поля, параллельная направлению прохождения луча света.

Полученный угол рассчитывается в радианах. Попадающий на анализатор световой пучок оказывается раскрещенным относительно пучка в поляризаторе. По этой причине для достижения наилучшего эффекта, плоскость поляризации света выбирается параллельно плоскости пленки. Итоговое изображение регистрируется с помощью поляризационного оптического микроскопа. Расположение и интенсивность светлых и темных областей вокруг полости определяют направление намагниченности в образце. На рисунке 18(б, в) черный цвет соответствует магнитному полю, ориентированному вертикально вверх по отношению к плоскости пленки, белый – магнитному полю, ориентированному вниз. Такой анализ изображений может использоваться для составления карт напряженности магнитного поля.

Ранее уже проводились исследования доменной структуры микропроводов с положительной магнитострикцией методом МОИП. Характерное изображение доменного контраста для таких объектов приведено на рисунке 19 [79].

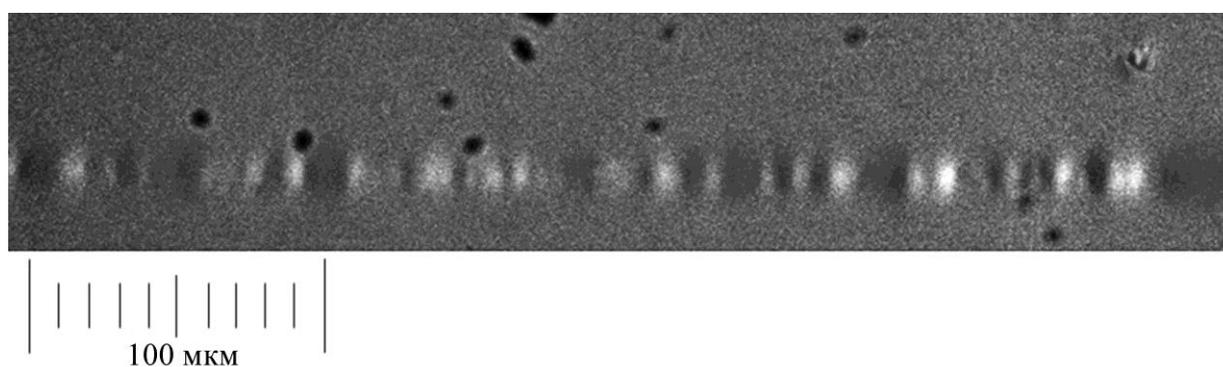


Рисунок 19 – Пример МОИП-изображения доменной структуры аморфного микропровода с положительной магнитострикцией

Как видно из рисунка 19, МОИП-изображение для микропровода с положительной магнитострикцией представляет собой набор чередующихся темных и светлых участков, представляющих собой кольцевые домены с радиальной ориентацией магнитного момента по отношению к оси провода.

В экспериментах, проведенных в рамках данной работы, намагничивание микропроводов проводилось вдоль оси микропровода. Изучение магнитной доменной структуры проводилось в пределах области плато установившегося магнитного поля между катушками (~ 2 см). Схема измерительной установки приведена на рисунке 20.

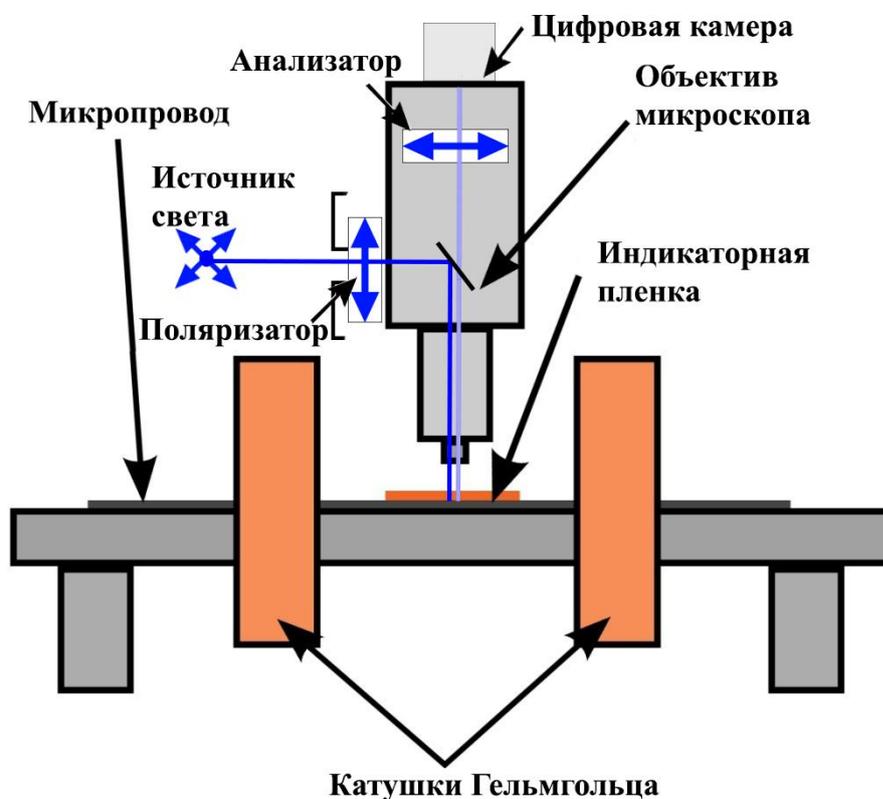


Рисунок 20 – Схема измерительной установки для исследования микропроводов методом МОИП

2.4. Магнитные измерения при растяжении *in situ*

На специально подготовленном экспериментальном устройстве, схема которого изображена на рисунке 21, производилось растягивание проводов с помощью подвесных грузов.

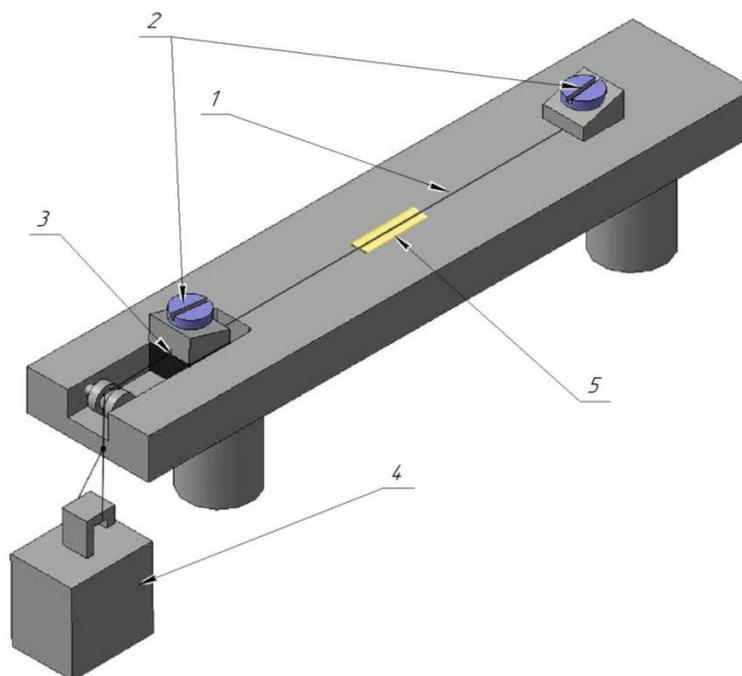


Рисунок 21 – Схема устройства для растяжения микропровода: 1) микропровод; 2) винтовые зажимы для фиксации провода; 3) подвижная каретка с нитью; 4) подвесной груз; 5) стеклотекстолитовая подложка

Такая конфигурация позволила нам осуществлять эксперименты при растяжении для двух выше описанных методик:

1. Флюксометром
2. Методом магнитооптических индикаторных пленок.

Геометрия расположения образцов, используемая в измерениях флюксометром, хорошо подходит для использования установки, приведенной на рисунке 21. Такая конфигурация позволяет разместить всю измерительную схему, приведенную на рисунке 15, добавив в нее возможность измерения кривых перемагничивания микропровода при его растяжении *in situ*. При этом растяжение происходит в вертикальном направлении для минимизации возможных контактных эффектов между подвижными элементами крепления провода и другими элементами установки растяжения.

Измерения при растяжении *in situ* при помощи метода магнитооптических индикаторных пленок также осуществимы с помощью установки для растяжения провода, приведенной на рисунке 21.

Установка для растяжения была изготовлена из алюминия, не вносящего существенных искажений в прикладываемое поле. Расположение микропровода и катушек Гельмгольца соответствует рисунку 20. Индикаторная пленка накладывалась в пределах сантиметровой области между катушками Гельмгольца, где поле наиболее однородно. Это позволяло нам фиксировать напряженное состояние на проводе и проводить *in situ* измерения доменной структуры.

2.5. Рентгеноструктурный анализ

Метод рентгеноструктурного анализа является одним из ключевых методов исследования структуры кристаллических и аморфных материалов. При использовании данного метода в случае аморфных материалов анализируются кривые рассеяния рентгеновских лучей аморфной фазой. Для описания структуры и структурно-чувствительных свойств аморфных тел используется зависимость интенсивности рассеяния $I(K)$ от волнового вектора K [80]:

$$I(K) = NF^2(K) \left\{ 1 + \int_0^{\infty} 4\pi R^2 [\rho(R) - \rho_0] (\sin KR / KR) dR \right\} \quad (13),$$

где N – число атомов в единице объема;

$F(K)$ – амплитуда рассеяния рентгеновского излучения;

$\rho(R)$ – количество атомов в единице объема на расстоянии R от выбранного атома;

ρ_0 – среднее число атомов в единице объема;

K – волновой вектор.

Расстояние до ближайшего соседнего атома (радиус первой координационной сферы) может быть определено по положению максимумов интенсивности рассеяния, причем:

$$R_1 = 7,73 / (K_1)_{max} = 14,06 / (K_2)_{max} = 20,46 / (K_3)_{max} = \dots \quad (14),$$

где $(K_i)_{\max} = 4\pi(\sin \theta / \lambda)$ – волновой вектор, соответствующий i -му ($i \in N$) максимуму кривой интенсивности рентгеновского рассеяния.

На практике, радиус первой координационной сферы чаще определяется по первому максимуму, имеющему наибольшую интенсивность. Для определения радиуса первой координационной сферы R_1 обычно используется уравнение Эренфеста, непосредственно вытекающее из уравнения (14):

$$1,23\lambda = 2R_1 \sin \theta \quad (15),$$

где θ – угол дифракции;

λ – длина волны рентгеновского излучения.

При ранних исследованиях структуры аморфных сплавов часто использовали функции радиального распределения атомов:

$$4\pi R^2 \rho(R) = 4\pi R^2 \rho_0 + (2R/\pi) \int_0^\infty K \{ [I(K) - NF^2(K)] / NF^2(K) \} \sin KR dK \quad (16),$$

однако позже было установлено, что их информационная ценность невелика.

В данной работе структура и фазовый состав исходных и отожденных образцов исследовалась методом рентгеновской дифрактометрии на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием $\text{Co } K_{\alpha}$ -излучения. Длина волны $\lambda \text{ Co } K_{\alpha 1} = 1,789 \text{ \AA}$. Исследуемые микропровода в виде отрезков длиной около 3 см укладывались на специальную подложку, формируя плоский образец. Для исследований использовалась подложка, изготовленная из монокристалла кремния с иррациональным срезом поверхности, не дающая собственных отражений и не приводящая к искажению реального дифракционного спектра. Отрезки микропроводов фиксировались на подложке с помощью специального клея, также не дающего собственных отражений.

Для съемки использовалась фокусировка по Брэггу–Брентано (рисунок 24).

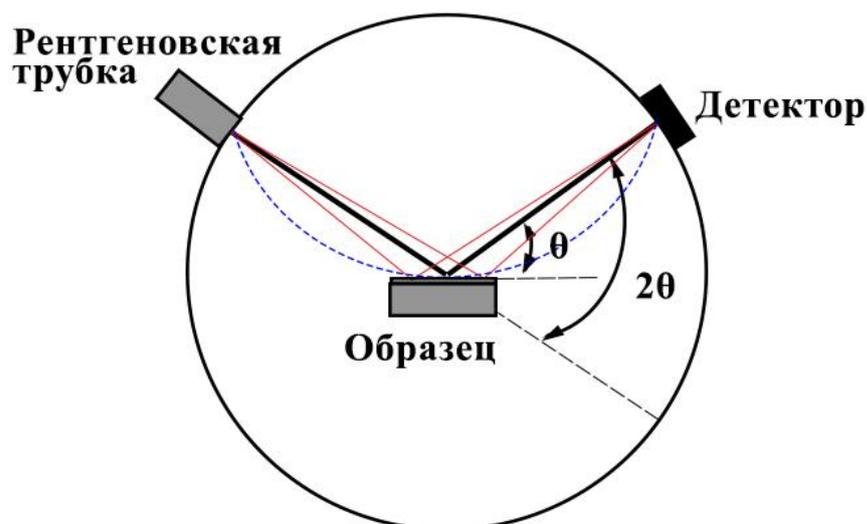


Рисунок 24 – Схема фокусировки по Брэггу–Брентано

При фокусировке по Брэггу–Брентано образец помещается на столик гониометра, расположенный на оси вращения гониометра. При этом рентгеновская трубка и детектор располагаются на окружности, в центре которой находится столик гониометра [81].

Полученные рентгенограммы обрабатывались с помощью стандартных программ, позволяющих проводить сглаживание, коррекцию фона, разделение перекрывающихся максимумов и др. В случаях, когда после обработки образцы являлись двухфазными и содержали аморфную и кристаллические фазы, проводилось разложение максимумов на диффузную и дифракционные составляющие. При разложении использовались данные о положении и полуширине диффузного максимума исходной аморфной фазы.

При анализе образцов, содержащих кристаллические фазы, использовался стандартный подход, учитывающий соответствие характерного набора пиков кристаллической фазы уравнению Вульфа–Брэгга [82]:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (17),$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние;

θ – угол падения рентгеновского пучка на образец;

λ – длина волны излучения.

Для расшифровки спектров использовались базы данных кристаллических структур PDF-2 и COD.

2.6. Сканирующая электронная микроскопия

Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) состоит в сканировании поверхности исследуемого образца с помощью электронного пучка. Взаимодействие электронов пучка с атомами образца приводит к возникновению излучения различных типов, которое позволяет получать информацию о топографии поверхности и составе. В общем случае получение СЭМ изображения сводится к сканированию поверхности образца электронным пучком в растровой развертке, при этом позиции пучка ставится в соответствие интенсивность измеренного сигнала [83].

При взаимодействии электронного пучка с атомами образца регистрируются сигналы:

- 1) вторичных электронов (исследование рельефа поверхности образца);
- 2) отраженных электронов (исследование рельефа образца, информация о среднем составе);
- 3) оже-электронов (информация о приповерхностной области исследуемого образца);
- 4) потери тока на образце (детектирование поглощенных электронов);
- 5) катодолюминесценции (информация о микропримесях, дефектах);
- 6) рентгеновского излучения (рентгеноспектральный микроанализ характеристического рентгеновского излучения от образца).

Любое измеримое взаимодействие электронного зонда с образцом может быть использовано для модуляции интенсивности получаемого изображения. Как правило, для получения информации о структуре поверхности исследуемого образца используются вторичные, отраженные и/или поглощенные электроны.

Схематическое изображение основных элементов сканирующего электронного микроскопа представлено на рисунке 25.

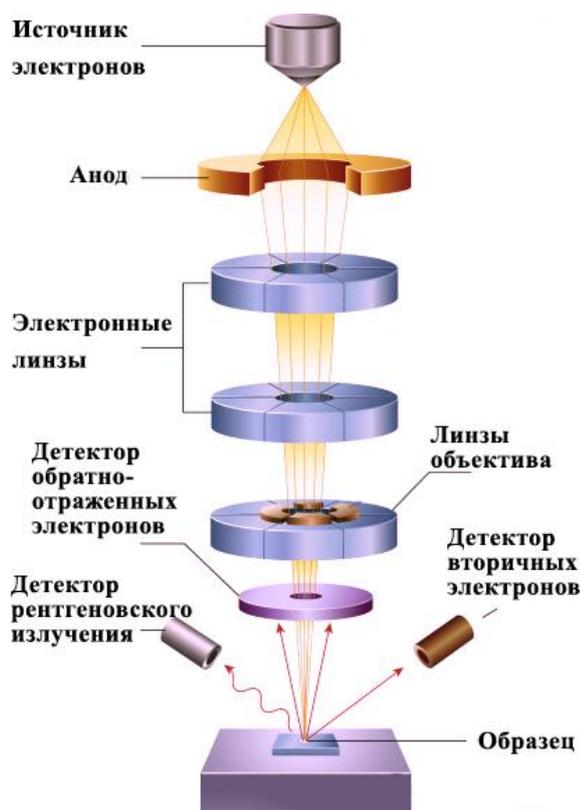


Рисунок 25 – Схема основных элементов сканирующего электронного микроскопа

Электронно-оптическая колонна сканирующего электронного микроскопа состоит из следующих ключевых элементов:

- 1) электронная пушка, которая позволяет создавать узкий остросфокусированный пучок электронов высокой плотности;
- 2) серия электронных линз (электромагнитных или электростатических), формирующая сфокусированный электронный зонд с энергиями от 0,1 до 60 кэВ. Размеры полученного таким образом электронного зонда менее 1000 Å в диаметре.

СЭМ использовалась для контроля снятия изоляции микропроводов, определения геометрических параметров (толщина стекла, диаметр аморфного микропровода), контроля качества образцов до и после деформационных испытаний, определения состава микропроводов. Формирование изображения происходило во вторичных электронах. Это наиболее распространенный подход, связанный с тем, что вторичные электроны выходят с довольно небольшой

глубины ($\sim 50-500 \text{ \AA}$). На такой глубине рассеяние пучка в плоскости изображения не столь значительно. Это позволяет получать изображение с наибольшим разрешением. Число регистрируемых вторичных электронов определяется углом падения электронного пучка на поверхность образца, то есть морфологией его поверхности. При этом наклонные участки поверхности оказываются более светлыми (за счет большего выхода вторичных электронов), а темные области соответствуют участкам поверхности перпендикулярным пучку.

При проникновении в материал образца электроны зонда многократно взаимодействуют с электронными оболочками атомов решетки, постепенно теряя энергию. В результате в образце формируется область, получившая название область взаимодействия, в которой происходит потеря энергии электронов зонда (рисунок 26). В соответствии с формулой Резерфорда:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2mv^2}\right)^2 \frac{1}{\sin^4 \theta/2} \quad (18),$$

где Z_1, Z_2 – заряды налетающей частицы и мишени;

m – масса налетающей частицы;

v – ее частота;

θ – двумерный угол рассеяния;

e – элементарный заряд;

$d\sigma$ – дифференциальное сечение;

Ω – телесный угол.

То есть сечение рассеяния частицы обратно пропорционально ее энергии. Чем выше энергия частицы, тем ниже вероятность рассеяния на большие углы. По этой причине изначально происходит неупругое рассеяние на малые углы. По мере потери энергий электронов при продвижении вглубь образца возрастает угол рассеяния. Поэтому область взаимодействия будет обладать большими поперечными размерами на большей глубине. Характерный вид области взаимодействия приведен на рисунке 26.



Рисунок 26 – Общий вид области взаимодействия электронного зонда с образцом: E_0 – энергия электронного зонда, d_3 – его диаметр, E и $E_{кр}$ – энергия электронов, образующих тормозное и характеристическое излучение, соответственно, x_d – глубина, в пределах которой формируются отраженные электроны, R – предельная глубина образования флуоресцентного излучения, $R(x)$ – предельная глубина образования тормозного рентгеновского излучения

В данной работе исследование микропроводов проводилось с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP. При ускоряющем напряжении 20 кВ разрешение микроскопа составляет 1 нм. Диапазон ускоряющих напряжений 0,1-30 кВ. Вакуумный режим 1-133 Па. Максимальное увеличение до 900 000. Встроенные детекторы вторичных электронов: детектор Эверхарта–Торнли (SE), детектор вторичных электронов высокого вакуума (VPSE), детектор вторичных электронов, встроенный в пушку микроскопа (In-lens). In-lens детектор обеспечивает повышение разрешающей способности методики до 1 нм за счет регистрации вторичных электронов, не претерпевших

отклонения от падающего пучка. Также микроскоп оснащен энергодисперсионным спектрометром.

Состав образцов контролировался с помощью рентгеноспектрального микроанализа. Данный метод основан на том, что при воздействии тонкого электронного пучка на образец в нем возбуждается тормозной и характеристический рентгеновский спектр. Полученный спектр раскладывается по длинам волн с помощью рентгеновского спектрометра. При этом возможно идентифицировать химические элементы в образце их количественное содержание с помощью закона Мозли:

$$\lambda = A/(Z - b)^2 \quad (19),$$

где λ – длина волны спектральной линии;

A и b – константы, зависящие от типа линии (K, L и т.д.);

Z – атомный номер элемента.

Чувствительность такого метода находится в пределах 0,001-0.1 % в зависимости от условий анализа и определяемого элемента.

В основе количественного рентгеноспектрального микроанализа лежит предположение о пропорциональности концентрации атомов исследуемого элемента Z интенсивности регистрируемого характеристического излучения I_Z . Применение эталона из чистого элемента Z позволяет записать:

$$C_Z = I_Z/I \quad (20),$$

где C_Z – концентрация исследуемого элемента Z;

I_Z – интенсивность самой яркой линии, испускаемой данным элементом в исследуемом образце с атомами разных элементов;

I – интенсивность той же линии в чистом образце элемента Z (эталоне).

Однако в действительности данная зависимость имеет более сложный вид. Необходимо учитывать поправки на атомный номер элемента, поглощение квантов рентгеновского излучения, флюоресценцию, что выражается домножением исходного выражения (20) на соответствующие поправки, характерные для данного случая. Учет всех поправок позволяет определять элементный состав исследуемого образца с минимальной погрешностью.

Глава 3. Эволюция магнитной доменной структуры аморфных микропроводов на основе Fe

3.1. Исследование структуры методом рентгеноструктурного анализа

В соответствии с литературными данными отжиг при температуре 550 °С в течение 1 часа должен приводить к образованию в сплаве $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ структуры из нанокристаллической фазы ОЦК-Fe(Si) (с отрицательной магнитострикцией) и аморфной фазы (с положительной магнитострикцией). При этом величина магнитострикции приближается к нулевым значениям [88]. Однако существующие экспериментальные данные по фазовым превращениям в аморфных сплавах состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ относятся к образцам в форме ленты со свободной поверхностью, в которых величина внутренних напряжений невысока. При этом, как правило, исходные напряжения удаляются при релаксационном отжиге. В случае микропроводов уровень напряжений из-за стеклянной оболочки высокий, и он может оказывать влияние на структурные превращения.

Для изучения влияния магнитной анизотропии микропроводов на их магнитную доменную структуру и гистерезисные свойства была проделана серия отжигов аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ при температуре 550 °С (0,5, 1, 2 и 5 часов). Для оценки влияния среднего уровня внутренних механических напряжений на магнитную структуру и свойства также был проведен релаксационный отжиг проводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ при температуре 270 °С в течение часа. Исходные образцы были аморфными (рисунок 27, кривая 1, 2). На соответствующих рентгенограммах присутствуют только диффузное гало, отражений от кристаллических фаз не обнаружено. Проведение релаксационного отжига при температуре 270 °С в течение 1 часа не приводит к изменению их фазового состава.

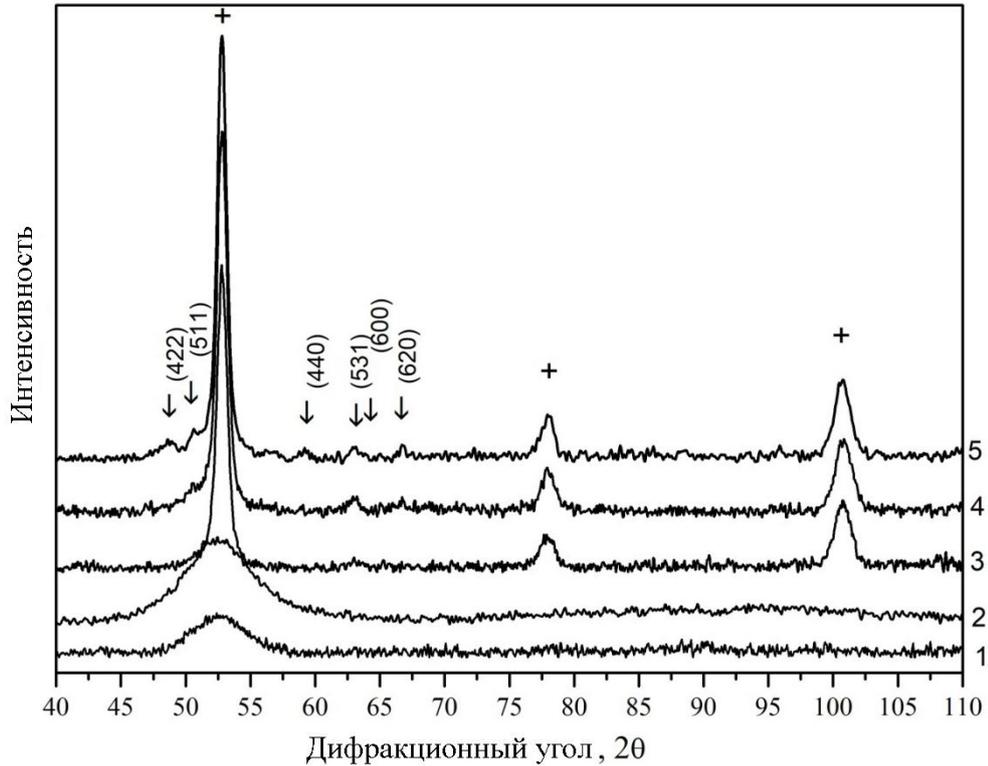


Рисунок 27 – Рентгенограммы: исходного микропровода состава Fe_{77.5}Si_{7.5}B₁₅ (1); исходного микропровода состава Fe_{73.8}Cu₁Nb_{3.1}B_{9.1}Si₁₃ (2); и отожженных при 550 °С в течение 1, 2 и 5 часов (кривые 3, 4, 5, соответственно) образцов микропровода Fe_{73.8}Cu₁Nb_{3.1}B_{9.1}Si₁₃

При увеличении температуры отжига начинается кристаллизация аморфной фазы. На рисунке 27 кривые 3-5 представляют собой рентгенограммы образцов, отожженных при температуре 550 °С в течение 1, 2 и 5 часов, соответственно. На начальной стадии кристаллизации (кривая 3) происходит образование кристаллов твердого раствора кремния в железе ОЦК-Fe(Si), дифракционные отражения от ОЦК фазы помечены на рентгенограмме крестиками. При увеличении продолжительности отжига наряду с фазой ОЦК-Fe(Si) выделяются кристаллы борида. Доля боридной фазы невысока, и на рентгенограммах присутствуют только отражения борида Fe₂₃B₆, на рисунке они помечены стрелками. Образование борида Fe₂₃B₆ наблюдалось и ранее в случае кристаллизации аморфных лент сплава Fe₈₅B₁₅ при скоростном нагреве [89], а также при кристаллизации сплава Fe_{73.8}Cu₁Nb_{3.1}B_{9.1}Si₁₃ [90].

Отсутствие боридной фазы при кристаллизации микропроводов сплава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ во время отжига при 550°C (0,5 и 1 час), приводящего к уменьшению магнитострикции при нанокристаллизации, делает образцы, полученные в таких условиях, наиболее подходящими для изучения эволюции магнитной доменной структуры.

3.2. Исследование состояния поверхности микропроводов методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа

Состояние поверхности всех исследованных микропроводов контролировалось методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Для изучения геометрических параметров микропроводов подготавливались куски провода длиной около 5-10 мм. Провода крепились на углеродный скотч и размещались на держателе. Для измерения диаметра аморфных микропроводов в стеклянной оболочке предварительно с части их длины (около 3 мм) удалялось стекло при помощи скальпеля. На рисунках 28-34 представлены СЭМ изображения всех исследованных микропроводов.

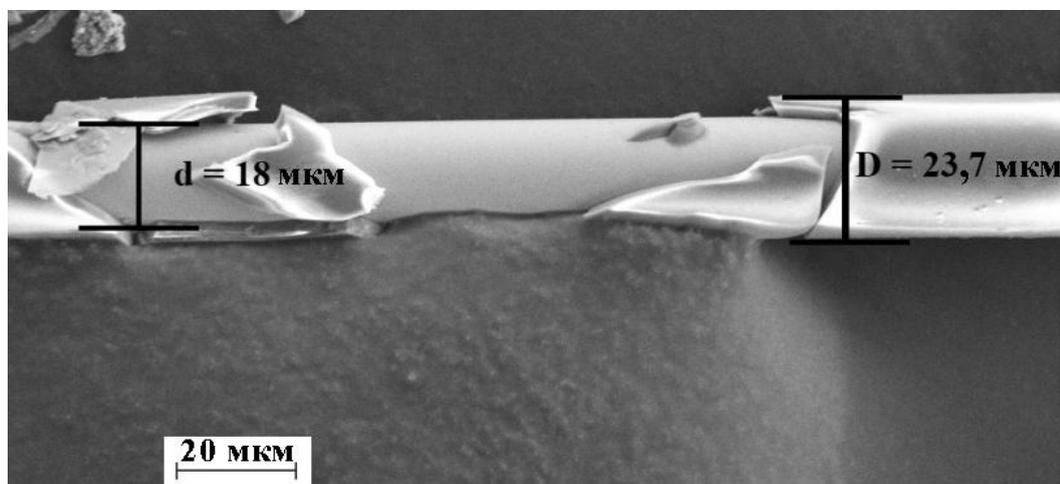


Рисунок 28 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,76$

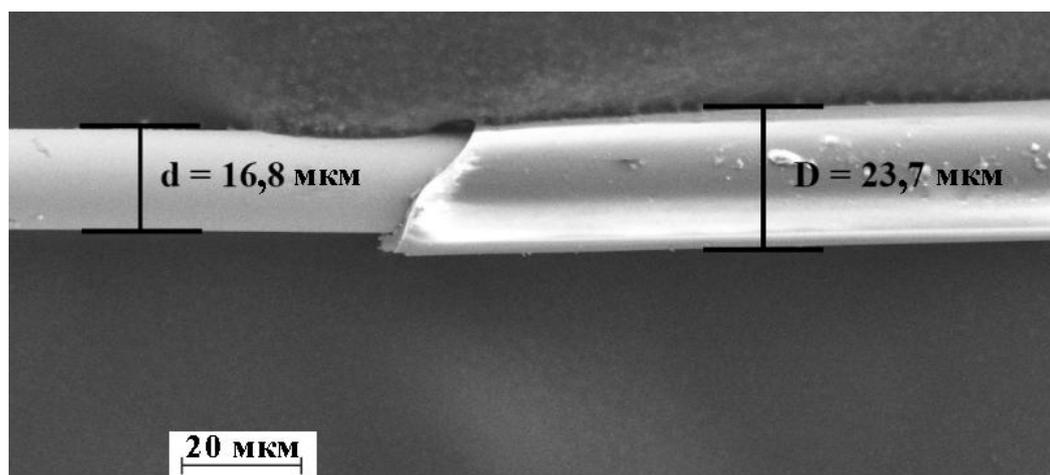


Рисунок 29 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,7$

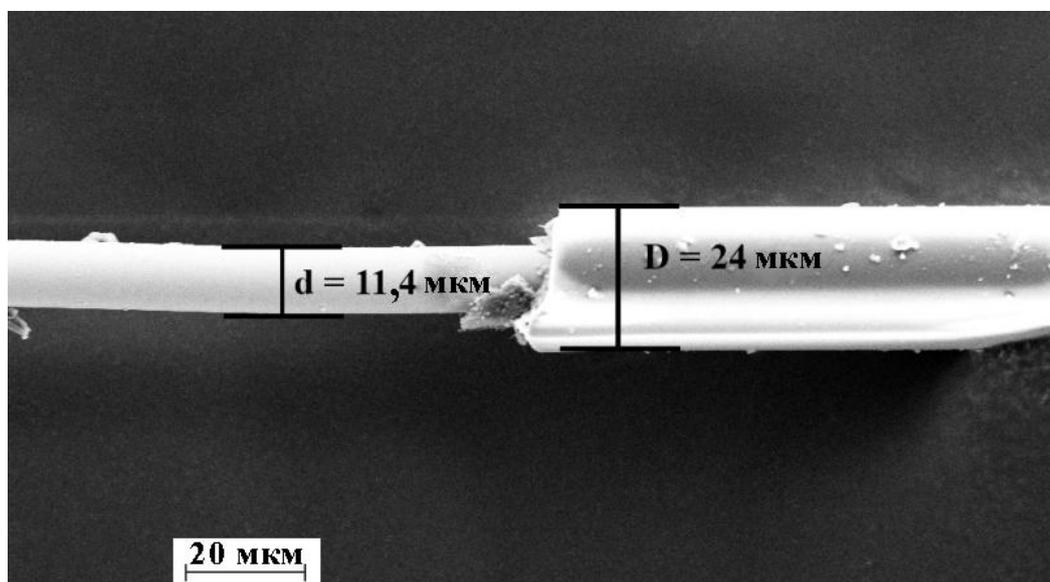


Рисунок 30 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,48$

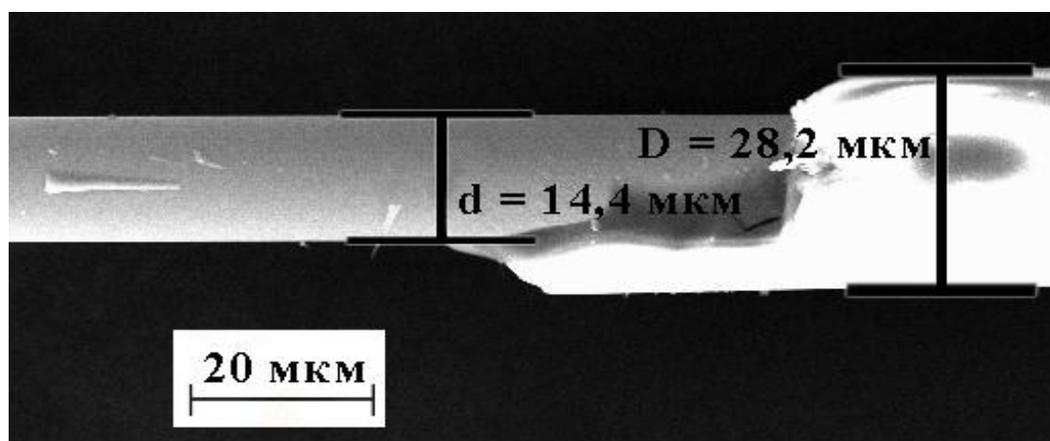


Рисунок 31 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ с соотношением $d/D = 0,51$

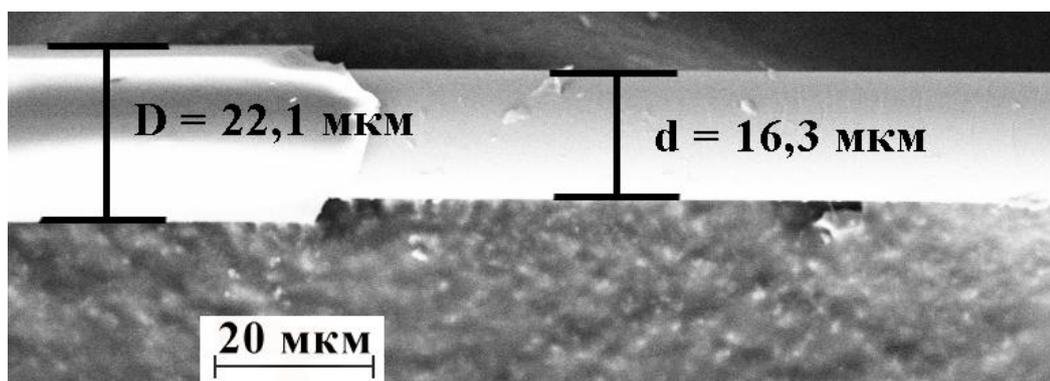


Рисунок 32 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ с соотношением $d/D = 0,74$

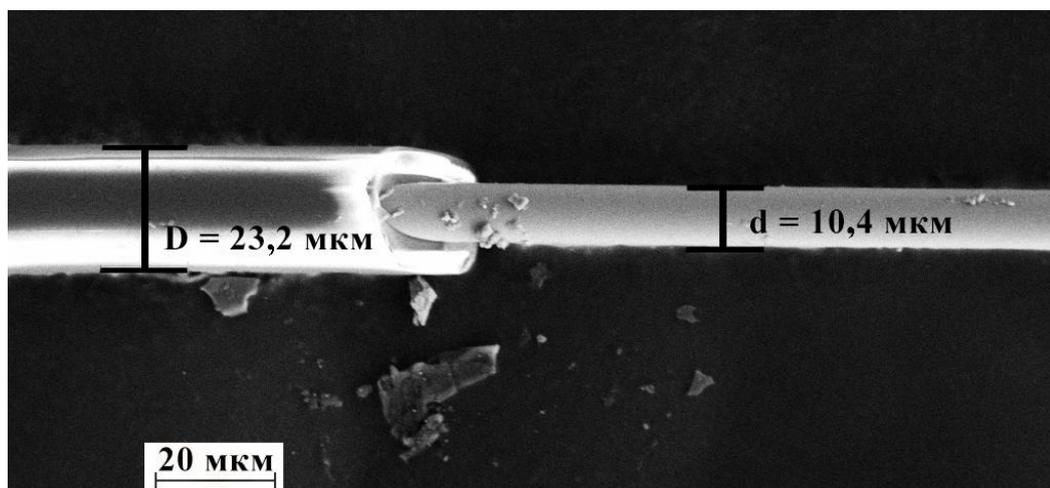


Рисунок 33 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,45$

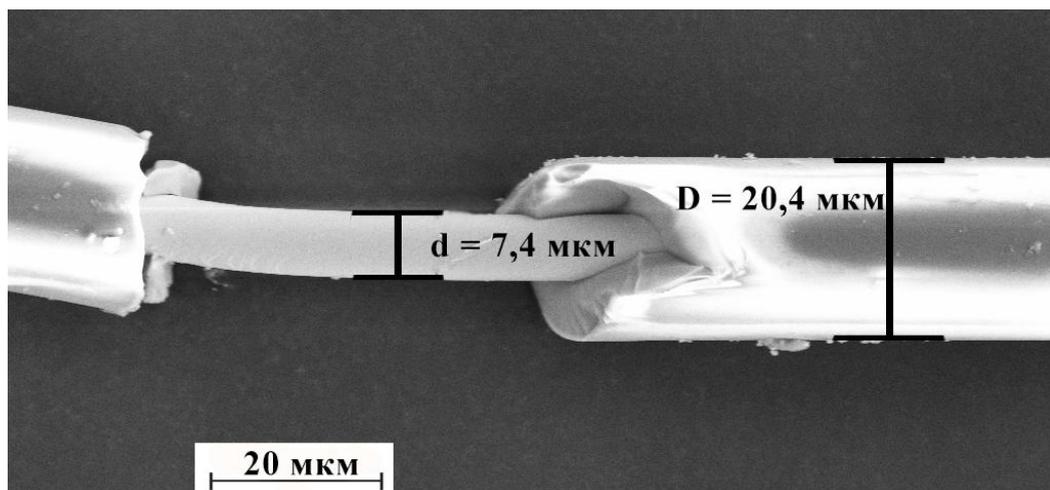


Рисунок 34 – СЭМ изображение микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,36$

На рисунках 29 и 32 видно, что микропровода состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ ($\lambda_s = 39 \times 10^{-6}$) с соотношением $d/D = 0,7$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ ($\lambda_s = 33 \times 10^{-6}$) с соотношением $d/D = 0,74$ имеют близкие геометрические параметры. При этом магнитострикция насыщения микропроводов состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ имеет наименьшее значение, отчего зависимость его магнитных параметров менее чувствительна к величине напряжений в сравнении с проводами состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$. Показательным будет сравнение микропроводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ с соотношением $d/D = 0,48$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ с соотношением $d/D = 0,51$. Анализ влияния уровня закалочных напряжений на доменную структуру проводов одного состава будет наиболее нагляден при исследовании микропроводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ с соотношением $d/D = 0,45$ (диаметр $d = 10,4$ мкм) и $0,36$ (диаметр $d = 7,4$ мкм).

Кроме оценки геометрических параметров, для всех исследованных проводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ проводился микроанализ для проверки элементного состава и изучения его постоянства вдоль длины провода. Проверка постоянства состава вдоль длины осуществлялась на образце микропровода длиной 10 мм. С шагом около 75 мкм вдоль длины провода проводилось исследование состава провода методом рентгеновского микроанализа. В таблице 3 приведены данные по элементному составу для четырех участков микропровода номинального состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$.

Таблица 3

Данные рентгеновского микроанализа микропроводов состава
 $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$.

Элемент	Атомные % (участок 1)	Атомные % (участок 2)	Атомные % (участок 3)	Атомные % (участок 4)
Fe	79,4	78,1	76,4	77,8
Si	13,5	13,7	15,3	14,3
Cu	3,8	4,6	4,7	4,2
Nb	3,3	3,5	3,5	3,7

Как видно из таблицы 3, для всех исследованных микропроводов наблюдается отклонение в элементном составе по Fe (76,4-79,4 ат. %), Si (13,5-

15,3 ат. %), Cu (3,8-4,7 ат. %) и Nb (3,3-3,7 ат. %). Результаты, приведенные в таблице 3, не учитывают содержание бора в сплаве, так как количественное определение концентрации бора с помощью используемого прибора невозможно. Полученные результаты позволяют судить об относительной неоднородности в распределении атомов различных элементов вдоль длины провода. Такая неоднородность может приводить как к локальным изменениям доменной структуры аморфного микропровода, так и к различиям в структуре отдельных участков при кристаллизации из аморфного состояния.

3.3. Исследование магнитной доменной структуры микропроводов при их растяжении *in situ*

На рисунке 35 представлены МОИП изображения доменной структуры исходного микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ при растяжении провода *in situ* от 0 до 1,6 ГПа и соответствующие Фурье-образы полученного доменного контраста. Все изображения получены в отсутствие внешнего магнитного поля, приложенного вдоль оси провода [86].

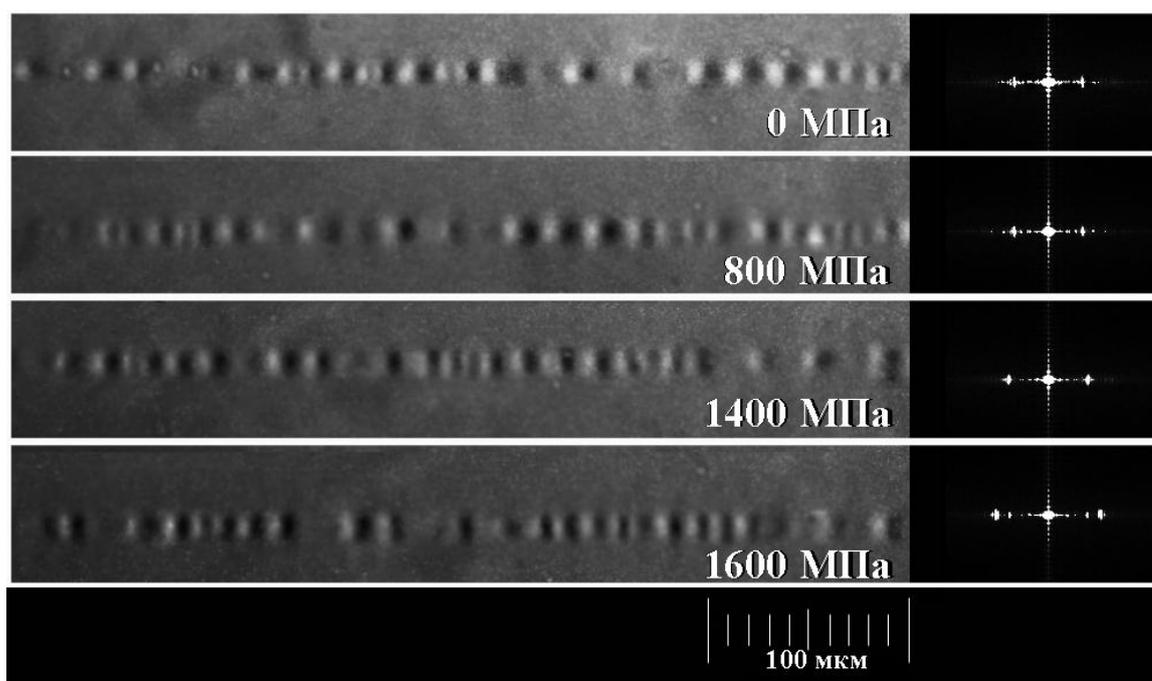


Рисунок 35 – Исходный микропровод. МОИП изображения доменной структуры провода без оболочки состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ (диаметр микропровода $d = 16,8$ мкм) и соответствующие им Фурье-образы доменного контраста при приложении растягивающего напряжения вдоль оси провода

Участки со светлым и темным контрастом на рисунке 35 соответствуют ориентации магнитного момента в образце вниз (по отношению к наложенной на микропровод пленке) и вверх, соответственно. В отсутствие внешнего поля практически не наблюдается фона от осевых доменов сердцевины провода. Это связано с тем, что нормальные компоненты магнитного момента доменов сердцевины провода малы и локальные поля рассеяния, связанные с ними, слабо влияют на ориентацию намагниченности в индикаторной пленке. Фурье-образы были получены с участков доменного контраста длиной 500 мкм с помощью программ графической обработки данных. При этом Фурье-образ представляет собой набор светлых пиков. Положение пиков соответствует характерной частоте в расположении поверхностных доменов. Пересчет данной частоты в период позволяет оценить средний размер поверхностных доменов. Наблюдаемое на рисунке 35 увеличение расстояния между наиболее интенсивными пиками Фурье-образов (рост частоты) по мере роста величины растягивающего напряжения соответствует уменьшению среднего размера поверхностных доменов.

Из рисунка 35 установлено, что средняя величина поверхностных доменов в микропроводах в исходном состоянии составляет 5,5 мкм. По мере увеличения осевых напряжений размер поверхностных доменов уменьшается. При растягивающем напряжении 1600 МПа средний размер поверхностных доменов составляет 4 мкм. То есть при увеличении растягивающего напряжения до значений, близких к половине предела прочности на растяжение материала, наблюдается уменьшение размера поверхностных доменов на 30 процентов.

Наблюдаемое на рисунке 35 малое изменение доменного контраста при растяжении свидетельствует о незначительном влиянии поверхностного доменного слоя на процесс перемагничивания микропровода, что хорошо согласуется с рядом работ [91-94]. Это приводит к мысли о том, что именно центральный доменный слой и напряжения в нем играют ключевую роль при перемагничивании микропроводов и формировании гистерезисных свойств.

3.4. Исследование изменения магнитной доменной структуры в зависимости от изменения диаметра аморфного микропровода и величины магнитострикции

На рисунке 36 представлены МОИП изображения доменной структуры микропроводов с различным диаметром.

На рисунке 36 (а, б) видно, что доменная структура микропроводов составов $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ имеет схожий вид. Данный результат интересен с учетом незначительного различия в диаметрах (16,8 и 16,3 мкм, соответственно), а также различия в магнитострикции насыщения (39×10^{-6} и 33×10^{-6}).

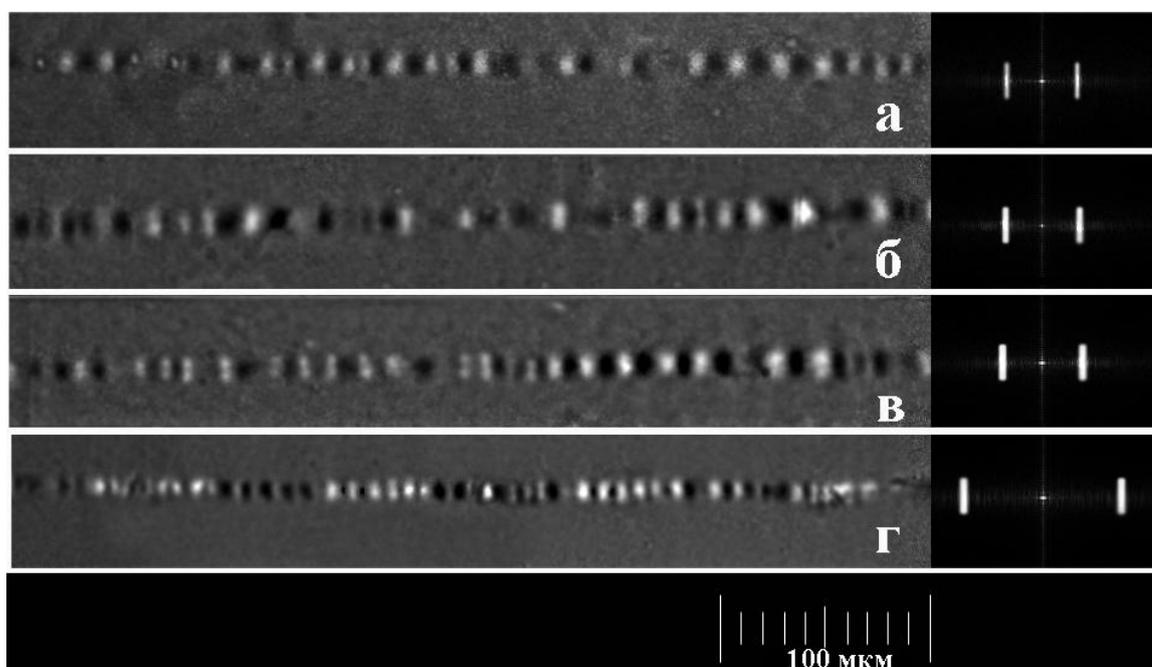


Рисунок 36 – МОИП изображения доменной структуры проводов без оболочки и соответствующие им Фурье-образы с полосы доменного контраста шириной 440 мкм: а) состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$, диаметр $d = 16,8$ мкм; б) состав $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$, диаметр $d = 16,3$ мкм; в) состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$, диаметр $d = 10,4$ мкм; г) состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$, диаметр $d = 7,4$ мкм

Как и в предыдущем подразделе, с изображения доменного контраста были также получены Фурье-образы. Средний размер поверхностных доменов для провода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с диаметром 16,8 мкм составляет 5,5 мкм (как и было установлено ранее). Средний размер поверхностных доменов для

провода состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ с диаметром 16,3 мкм отличается незначительно и составляет 5,7 мкм, что соответствует приросту размера на 4 % относительно провода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$. Из формул (5) и (6) следует, что величина константы магнитоупругой анизотропии пропорциональна произведению величины напряжений на магнитострикцию, а размер доменов обратно пропорционален корню четвертой степени из этой величины. Тогда можно утверждать, что рост среднего размера доменов в данном случае может быть обусловлен уменьшением константы магнитоупругой анизотропии. Такое падение величины константы магнитоупругой анизотропии обеспечено меньшим значением величины магнитострикции у проводов состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$. Магнитострикция аморфных проводов $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ составляет 39×10^{-6} и 33×10^{-6} . Тогда можно утверждать, что относительное увеличение размера доменов только за счет уменьшения величины магнитострикции на 15 % должно было составить около 4 %. Этот результат находится в хорошем согласии с экспериментом. Отсюда можно сделать вывод, что относительный прирост средних закалочных напряжений для провода меньшего диаметра (16,3 мкм) относительно провода с диаметром 16,8 мкм должен быть незначительным по сравнению с изменением магнитострикции. В соответствии с результатами работы [38] изменение среднего уровня закалочных напряжений не должно превысить 50 МПа, поэтому данный результат находится в согласии с теоретическими предсказаниями.

На рисунке 36 (в, г) видно, что частота доменного контраста заметно увеличивается по мере уменьшения диаметра аморфного микропровода (расстояние между интенсивными пиками Фурье-образа растет). Это соответствует уменьшению среднего размера поверхностных доменов. Для микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с диаметром $d = 10,4$ мкм средний размер поверхностных доменов составляет 5 мкм. Для провода $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с диаметром $d = 7,4$ мкм средняя величина поверхностных доменов составляет 2,8 мкм. В случае провода диаметром 10,4 мкм такое уменьшение размера доменов должно соответствовать увеличению

магнитоупругой анизотропии провода на 50 %, в случае провода диаметром 7,4 мкм – на 85 %. Полагая величину магнитострикции постоянной, такое увеличение анизотропии может быть обусловлено соответствующим ростом величины внутренних напряжений, что согласуется с данными таблицы 1.

Кроме того, из рисунка 36 (г) видно, что существуют протяженные области преимущественно светлого и темного контраста. Их размер составляет около 55 мкм. При этом такие области неразличимы на рисунке 36 (а-в). Принято считать, что магнитный момент сердцевины провода не имеет строгой осевой ориентации и изменяется по спирали, период которой может варьироваться для проводов с различным напряженным состоянием и размерами [31]. Тогда наблюдаемые области преимущественного темного или светлого контраста могут соответствовать характерному периоду спирали домена сердцевины. Однако данное предположение требует дополнительной проверки.

3.5. Изучение эволюции магнитной доменной структуры при отжиге микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$

Микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с диаметром 16,8 мкм, подверженные изотермическому отжигу при температуре 270 °С и 550 °С, были исследованы методом индикаторных пленок. При получении МОИП изображений провода в магнитных полях разной напряженности было выяснено, что при увеличении поля по крайней мере до 80 Э на изображениях наблюдается усиление доменного контраста (рисунки 37-40). При этом размеры доменов остаются неизменными. Для исследованных образцов были получены МОИП изображения при разной величине поля.

На рисунках 37 и 38 представлены МОИП изображения доменной структуры исходного микропровода без поля и в поле 80 Э, приложенном вдоль оси, соответственно. На рисунке 39 приведены кривая интенсивности доменного контраста, ее первая производная и соответствующей ей Фурье-образ (рисунок 39).

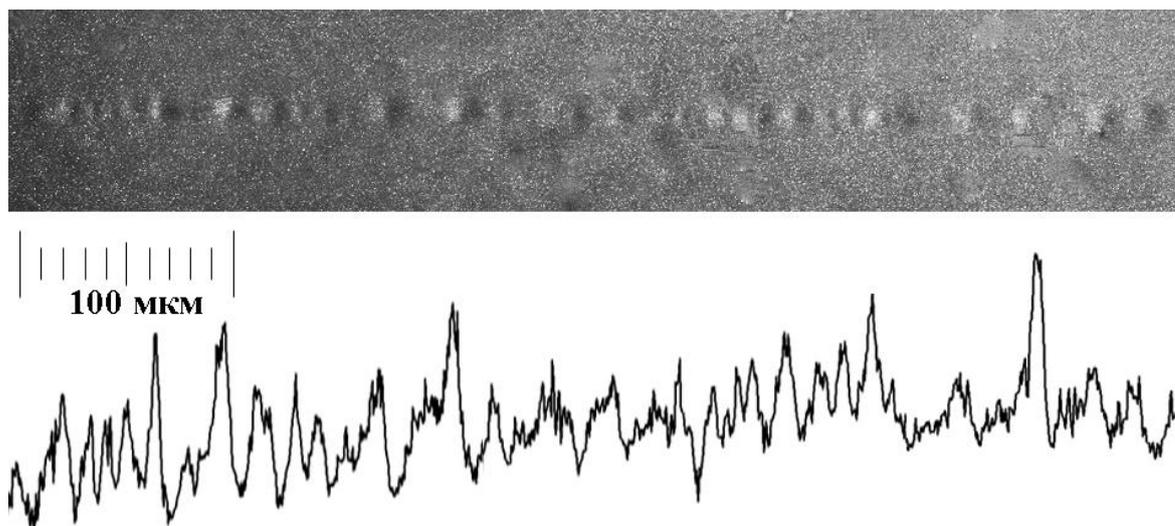


Рисунок 37 – Исходный микропровод. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

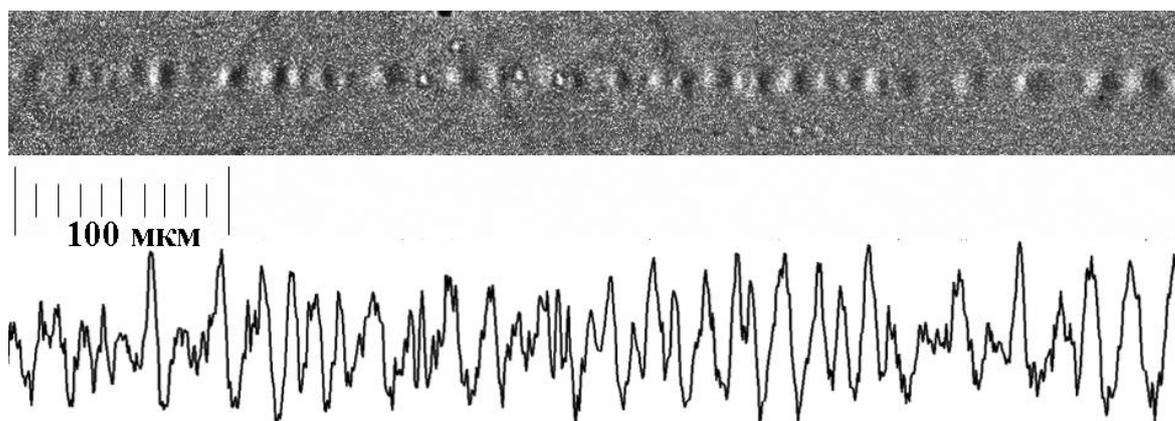


Рисунок 38 – Исходный микропровод в поле 80 Э, приложенном вдоль оси. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

В силу низкой интенсивности полученного доменного контраста и сложности графической интерпретации полученных данных, кроме использованного ранее графического Фурье-преобразования применялась дополнительная Фурье-обработка в средах математической обработки данных. Для этого с полосы доменного контраста шириной 500 мкм считывался линейный профиль изменения интенсивности. Для получения более интенсивной картины доменного контраста бралась первая производная линейного профиля. Впоследствии выполнялось ее Фурье-преобразование с помощью математических пакетов обработки данных (рисунок 39).

На рисунках 40-41 приведены МОИП изображения микропровода, отожженного без оболочки в вакууме при температуре 270 °С в течение 1 часа. Полученное изображение Фурье-образа первой производной интенсивности доменного контраста (рисунок 42) свидетельствует об увеличении размера доменов до 7,5 мкм (на 36 %).

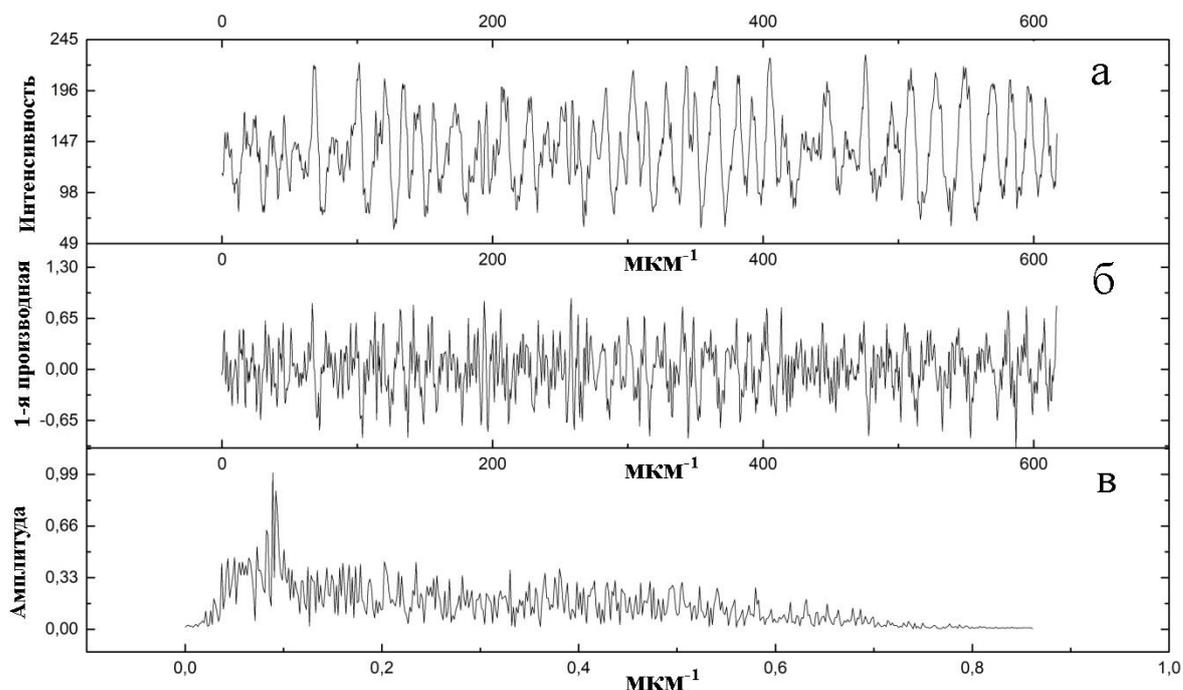


Рисунок 39 – Исходный микропровод в поле 80 Э, приложенном вдоль оси:

- а) линейный профиль интенсивности доменного контраста; б) первая производная линейного профиля интенсивности доменного контраста; в) правая ветвь Фурье-образа первой производной линейного профиля интенсивности доменного контраста

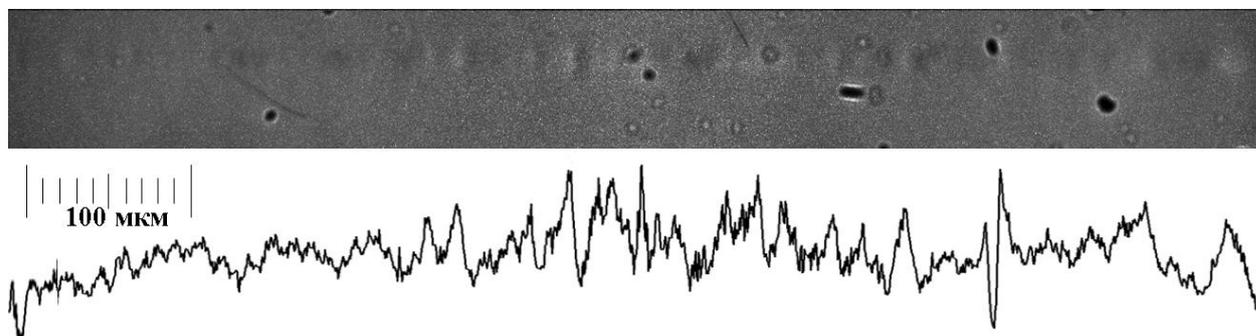


Рисунок 40 – Микропровод, отожженный при 270 °С без оболочки. Вдоль оси приложено поле 27 Э. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

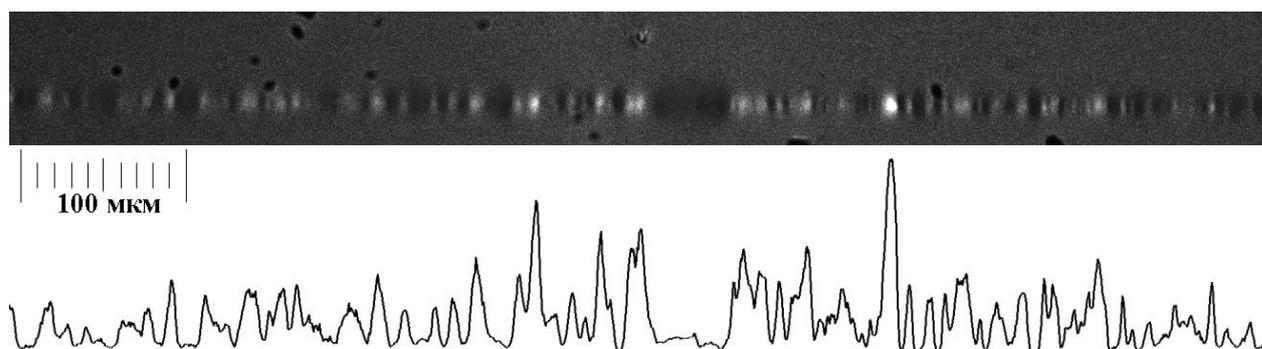


Рисунок 41 – Микропровод, отожженный при 270 °С без оболочки. Вдоль оси приложено поле 80 Э. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

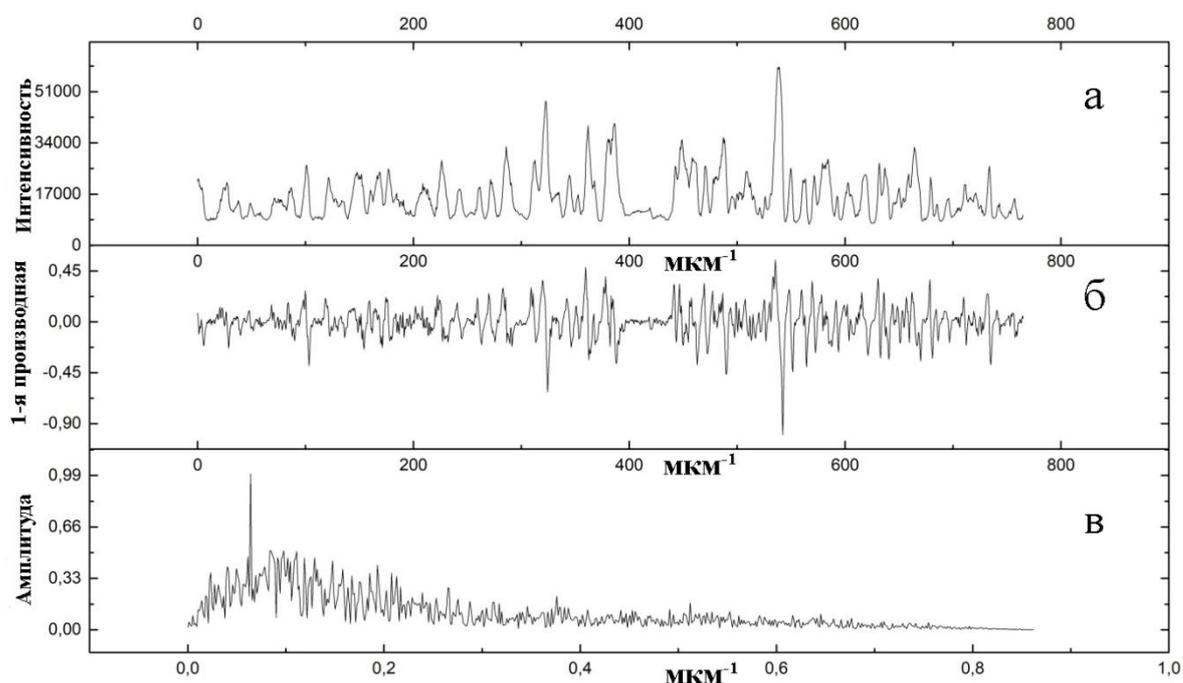


Рисунок 42 – Микропровод, отожженный при 270 °С без оболочки. Вдоль оси приложено поле 80 Э: а) линейный профиль интенсивности доменного контраста; б) первая производная линейного профиля интенсивности доменного контраста; в) правая ветвь Фурье-образа первой производной линейного профиля интенсивности доменного контраста

На рисунке 43 приведено МОИП изображение микропровода, отожженного в оболочке при температуре 270 °С в течение 1 часа. Полученное изображение свидетельствует об увеличении размера доменов до 6-6,5 мкм (на 14 %). При этом

размер доменов меньше измеренного для образцов, отожженных при температуре 270 °С без оболочки, на 1-1,5 мкм.

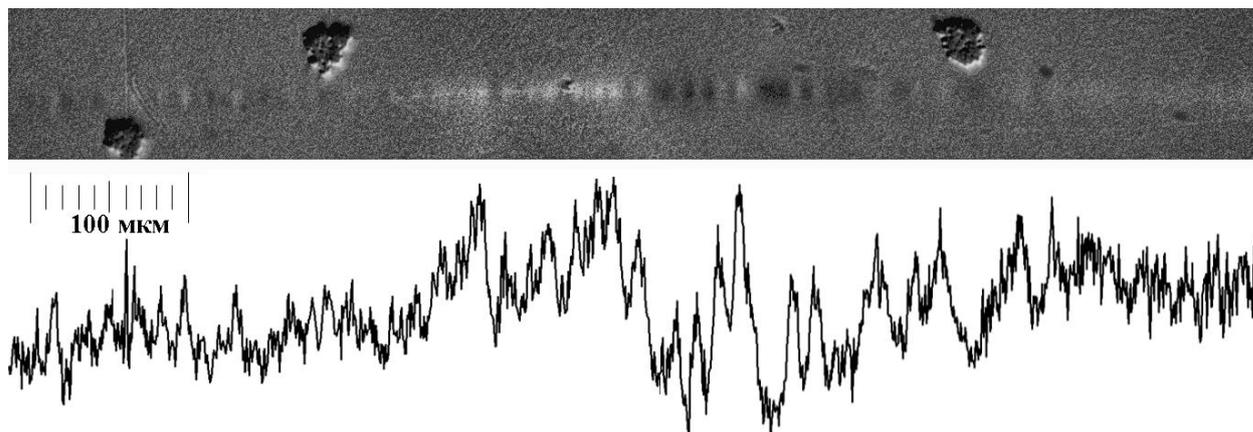


Рисунок 43 – Микропровод, отожженный при 270 °С в оболочке. Вдоль оси приложено поле 80 Э. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

На рисунках 44-45 приведены МОИП изображения доменной структуры микропроводов, отожженных при температуре 550 °С в течение 0,5 и 1 часа. В этом случае структура микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ состоит из аморфной матрицы и нанокристаллов твердого раствора кремния в железе ОЦК-Fe(Si). Как отмечалось ранее, магнитострикция аморфной матрицы положительна, при этом магнитострикция нанокристаллов твердого раствора кремния в железе отрицательна. Поэтому при кристаллизации микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ его магнитострикция оказывается меньше, чем у исходного провода.

Из литературных данных следует, что при отжиге аморфного сплава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ при температуре 550 °С в течение 1 часа его магнитострикция достигает близких к нулю значений. На рисунках 44-45 видно, что по мере увеличения времени отжига происходило укрупнение поверхностных доменов вплоть до 15 мкм (отжиг 1 час). Кроме того, наблюдается появление (и увеличение с течением времени отжига) областей, в которых не видно доменного контраста (области указаны красными стрелками на рисунках 44-45).

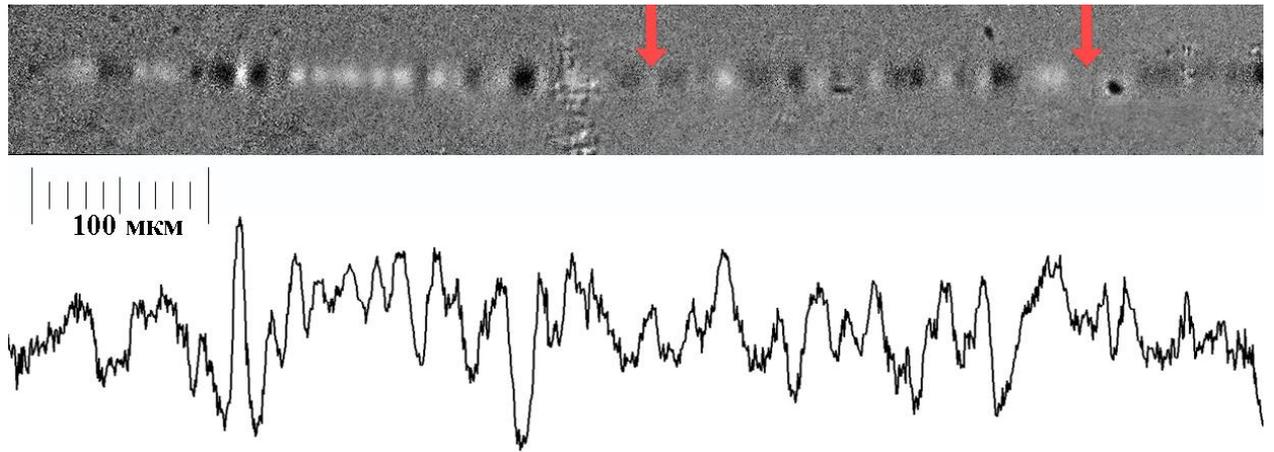


Рисунок 44 – Микропровод, отожженный при 550 °С в течение 0,5 часа. Вдоль оси приложено поле 80 Э. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

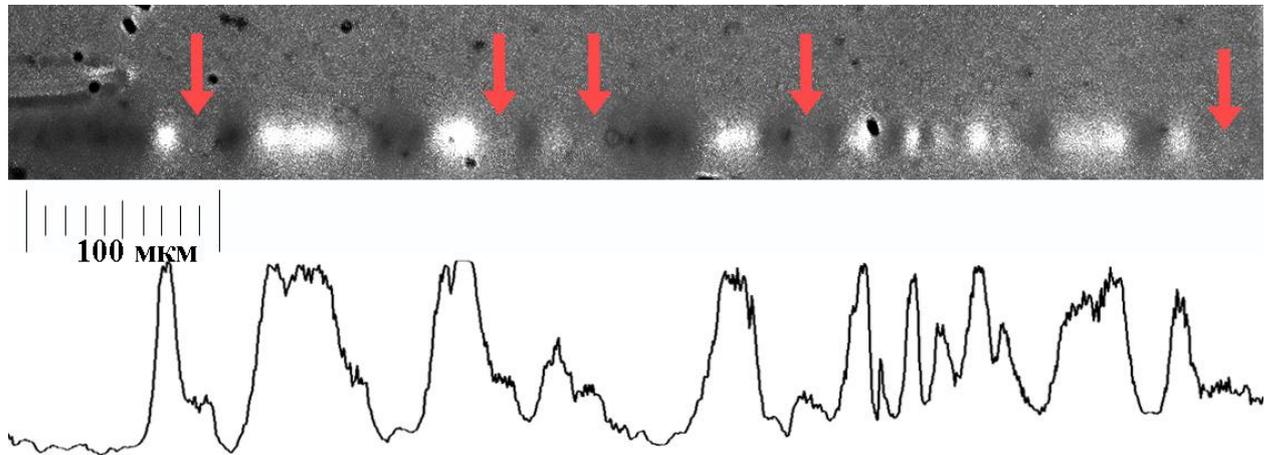


Рисунок 45 – Микропровод, отожженный при 550 °С в течение 1 часа. Вдоль оси приложено поле 80 Э. МОИП изображение доменной структуры и соответствующего ему профиля интенсивности контраста

На рисунке 46 представлены Фурье-образы доменного контраста микропроводов, полученные на основе МОИП изображений, приведенных на рисунках 37-38, 40-41, 43-45. Наличие интенсивных симметричных пиков на Фурье-образов свидетельствует о наличии характерного размера доменов. Как упоминалось ранее, положение наиболее интенсивных пиков Фурье-образов соответствует характерной частоте повторения доменного контраста исходного изображения. При этом половина периода повторения доменного контраста соответствует характерному среднему размеру доменов.

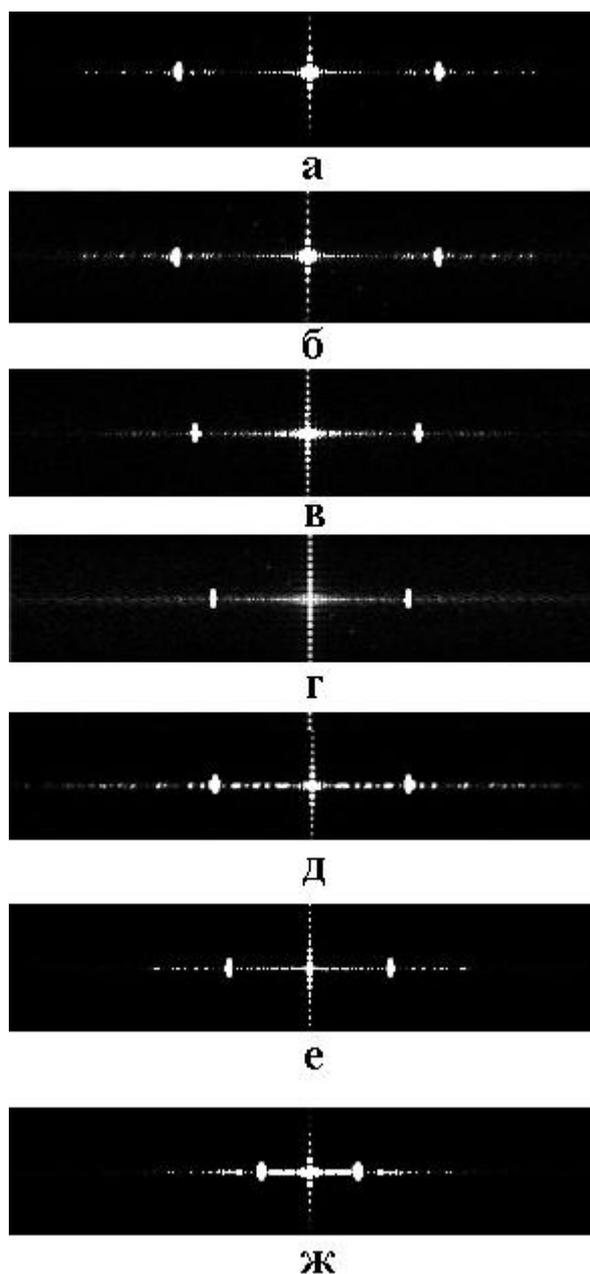


Рисунок 46 – Фурье-образы МОИП изображений микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$: а) исходный, без поля; б) исходный, в поле 80 Э; в) отожженный в оболочке при 270°C в течение 1 часа, приложено поле 80 Э; г) отожженный без оболочки при 270°C в течение 1 часа, приложено поле 27 Э; д) отожженный без оболочки при 270°C в течение 1 часа, приложено поле 80 Э; е) отожженный без оболочки при 550°C в течение 0,5 часа, приложено поле 80 Э; ж) отожженный без оболочки при 550°C в течение 1 часа, приложено поле 80 Э

Из рисунка 46 следует, что для всех исследованных микропроводов характерно следующее распределение по размерам: 1) исходный микропровод –

5,5 мкм; 2) микропровод, отожженный в оболочке при 270 °С в течение 1 часа – 6,5 мкм; 3) микропровод, отожженный без оболочки при 270 °С в течение 1 часа – 7,5 мкм; 4) микропровод, отожженный при 550 °С в течение 0,5 часа – 9 мкм; 5) микропровод, отожженный при 550 °С в течение 1 часа – 15 мкм.

Как уже упоминалось, доменная структура микропроводов состоит из доменов сердцевины, магнитный момент которых ориентирован вдоль оси провода, и поверхностных доменов, ориентация магнитного момента в которых зависит от знака магнитострикции. Такое сложное строение определяется высоким уровнем напряжений и ненулевой магнитострикцией. В работе [38] был проведен расчет распределения внутренних напряжений в микропроводах в оболочке. Было показано, что средняя величина разных компонент тензора напряжений может колебаться в пределах 250-600 МПа. Наибольшей стабильностью обладает радиальная компонента напряжений, которая вдоль всего диаметра составляет сотни МПа. В поверхностном слое провода, в который включен и поверхностный доменный слой, в значительной мере преобладают осевые сжимающие напряжения, находясь на уровне 1-2 ГПа. Подобных значений эта компонента достигает именно в приповерхностном слое. При этом величина и направление осевых напряжений изменяются от поверхности к центральной части провода как по величине, так и по направлению.

Ранее было установлено наличие аксиальной и радиальной компонент вектора магнитного момента у доменов поверхностного слоя [50]. При осевом намагничивании происходит вращение вектора магнитного момента (рисунок 47). При увеличении магнитного поля на МОИП изображениях возникает усиление доменного контраста (увеличение нормальной компоненты магнитных полей рассеяния к плоскости индикаторной пленки). Максимальная интенсивность доменного контраста наблюдалась в поле около 160 Э. При дальнейшем увеличении приложенного магнитного поля происходит ослабление контраста (намагничивание до насыщения) Полное намагничивание провода состава $Fe_{73,9}V_{13,2}Si_{10,9}C_2$ было достигнуто в поле порядка 200 Э. [50]. При этом не

происходит изменения размеров доменного контраста при сравнении проводов в поле и без него.

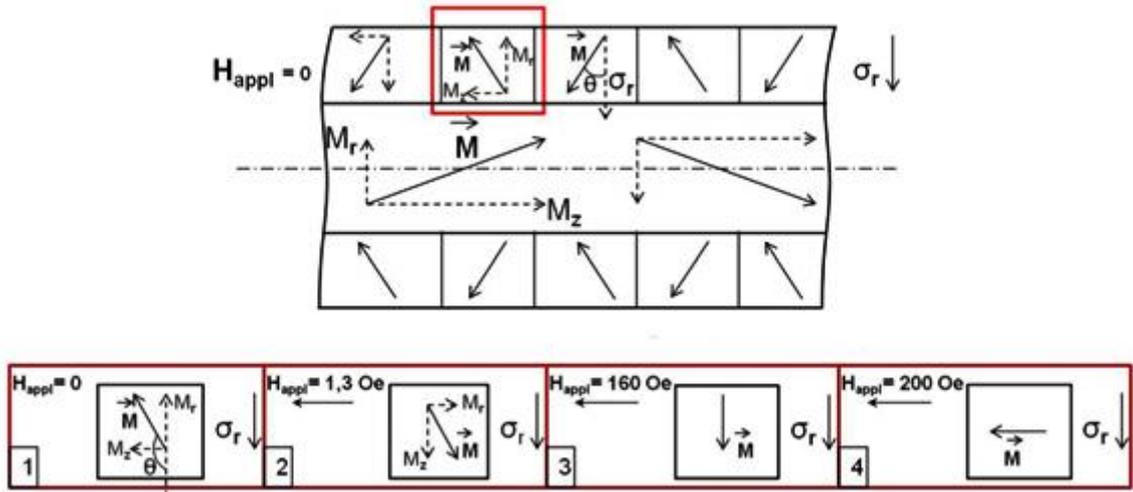


Рисунок 47 – Модель перемагничивания микропровода на основе железа и схема изменения ориентации магнитного момента в единичном кольцевом домене поверхностного доменного слоя при перемагничивании [50]

Фурье-образы доменного контраста исходного провода и провода, отожженного при 270 °С (рисунок 46 а-б, г-д) свидетельствуют о постоянстве величины характерного размера доменов для проводов в поле и в его отсутствии. Это позволяет нам проводить изучение доменной структуры, используя более контрастные изображения, полученные в поле 80 Э.

Из рисунков 39, 43 и 46 видно, что полученные Фурье-образы содержат в себе не только пики с наибольшей амплитудой, соответствующей характерному размеру доменов, но и значительное количество менее интенсивных пиков, которые могут быть связаны как с наличием доменов больших или меньших размеров, так и с дефектами обработки изображения. Рассмотрим возможные причины формирования неоднородной поверхностной доменной структуры. Наличие доменов с размерами, отличающимися от среднего, возможно, если состав вдоль провода изменяется. Наблюдаемое по результатам, приведенным в таблице 3, колебание состава может приводить к образованию областей с отличающейся по величине магнитострикцией и, соответственно, различным размером доменов.

Наблюдаемое увеличение размера поверхностных доменов в проводах, подвергнутых релаксационному отжигу, связано с уменьшением в них уровня внутренних напряжений.

В общем случае энергия анизотропии материала определяется как сумма энергий кристаллической E_k , магнитоупругой E_a и наведенной E_n анизотропии [20]:

$$E = E_a + E_k + E_n \quad (21).$$

Однако в случае аморфного материала константа кристаллической анизотропии равняется нулю. Если наведенная анизотропия также отсутствует, то константа анизотропии становится равной константе магнитоупругой анизотропии, которая, в свою очередь, связана с магнитострикцией и уровнем внутренних напряжений.

Таким образом, падение внутренних напряжений при релаксационном отжиге приводит к уменьшению константы магнитоупругой анизотропии. Это, в свою очередь, приводит к увеличению размера доменов, что и наблюдается в эксперименте. При этом в проводах, отожженных в оболочке, размер доменов составляет 6,5 мкм, а в проводах, отожженных без нее, – 7,5 мкм. Это может быть связано с тем, что в проводах, отожженных в стеклянной оболочке, величина внутренних напряжений оказывается выше, чем в проводах, отожженных без оболочки. Наличие стеклянной оболочки могло привести к неполной релаксации напряжений вследствие отжига или к возникновению напряжений в процессе остывания. Это, в свою очередь, привело к большему значению константы магнитоупругой анизотропии и меньшему размеру доменов у проводов, отожженных в стеклянной оболочке (относительно проводов, отожженных без оболочки).

Как упоминалось ранее, отжиг при температуре 550 °С в течение 1 часа должен приводить к образованию в сплаве $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ структуры из нанокристаллической фазы ОЦК-Fe(Si) (фаза с отрицательной магнитострикцией) и аморфной фазы (фаза с положительной магнитострикцией).

При этом суммарная величина магнитострикции приближается к близким к нулю значениям $(2-4) \times 10^{-6}$ [88, 90].

Существование поверхностной доменной структуры у микропроводов, отожженных при $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 часа (рисунок 45), свидетельствует о том, что магнитострикция проводов остается положительной. Однако на изображениях проводов также наблюдаются области, в которых отсутствует доменный контраст (рисунки 44, 45). Выше отмечалось, что состав провода вдоль длины непостоянен. Из таблицы 3 видно, что процентное соотношение элементов в сплаве может различаться в пределах 1-2 %. Вследствие этого процесс кристаллизации в различных участках микропровода может протекать с разной скоростью. Кроме того, различное соотношение между Fe и Si в отдельных участках провода при кристаллизации может приводить к одновременному существованию областей с положительной и нулевой магнитострикцией (областей без доменного контраста). Следовательно, могут возникать как области провода с поверхностным доменным слоем, так и промежуточные области, направление магнитного момента в которых не имеет нормальных к плоскости индикаторной пленки компонент магнитных полей рассеяния.

Наблюдаемое на МОИП изображениях увеличение размера доменов при проведении отжига при $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 0,5 и 1 часа (рисунки 44, 45) может быть объяснено в предположении об уменьшении магнитоупругой энергии за счет уменьшения уровня: 1) внутренних напряжений вследствие отжига; 2) магнитострикции в результате нанокристаллизации.

Полученные результаты свидетельствуют о значительном влиянии как величины магнитострикции, так и атомной структуры на магнитную структуру микропроводов. Уменьшение уровня внутренних напряжений в проводах приводит к увеличению размеров поверхностных доменов.

Выводы по главе 3

1. Исследованы магнитная доменная структура аморфных и нанокристаллических микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и ее зависимость от различных условий термообработки:

- экспериментально показано, что ширина поверхностных доменов в исходных аморфных проводах составляет около 5,5 мкм;

- установлено, что релаксация внутренних напряжений в аморфной фазе при отжиге при температуре 270 °С, не приводящем к кристаллизации, ведет к увеличению среднего размера поверхностных доменов;

- показано, что образование нанокристаллической структуры приводит к существенному увеличению среднего размера поверхностных доменов (до 15 мкм).

2. Установлено, что:

- при растяжении микропровода до напряжений, близких к половине предела прочности средний размер поверхностных доменов уменьшается на 30 % по сравнению с исходным ненагруженным состоянием;

- увеличение исходного напряженного состояния микропроводов приводит к уменьшению размера поверхностных доменов.

3. Обнаружено, что уменьшение константы магнитострикции микропроводов как за счет изменения состава аморфного микропровода, так и за счет фазовых превращений при нанокристаллизации приводит к увеличению среднего размера поверхностных доменов.

Глава 4. Эволюция гистерезисных свойств аморфных микропроводов при их растяжении

4.1. Оценка величины компонент тензора напряжений в микропроводах, полученных методом Улитовского–Тейлора

На основе данных таблицы 1 можно составить калибровочные кривые, которые позволят проводить оценку компонент тензора напряжений микропроводов с различными геометрическими характеристиками (диаметром, толщиной стеклянной оболочки). Эти калибровочные кривые показаны на рисунках 48-54.

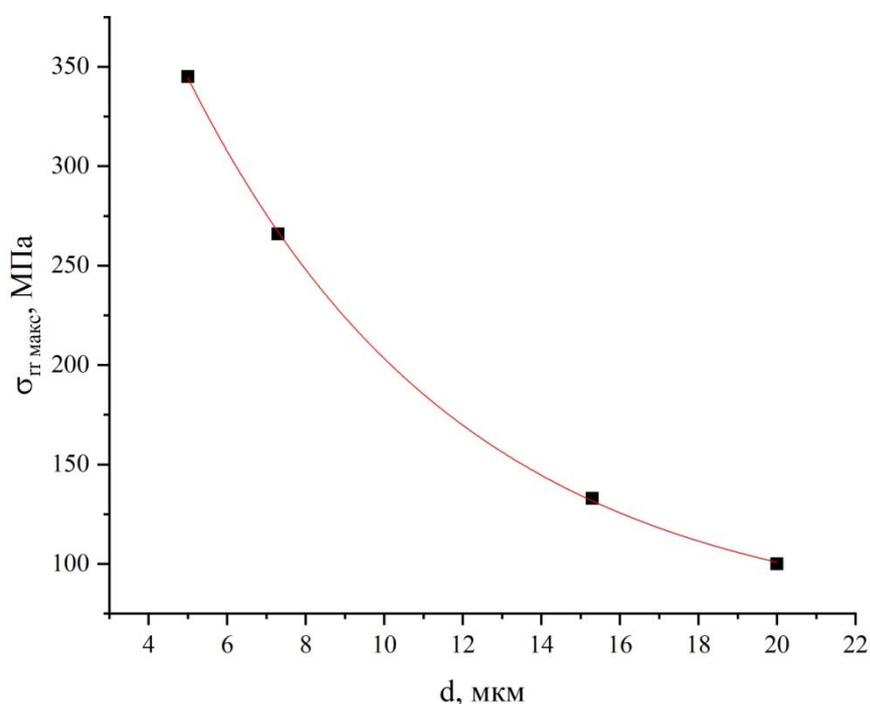


Рисунок 48 – Зависимость максимального значения радиальной компоненты тензора напряжений от диаметра аморфного микропровода

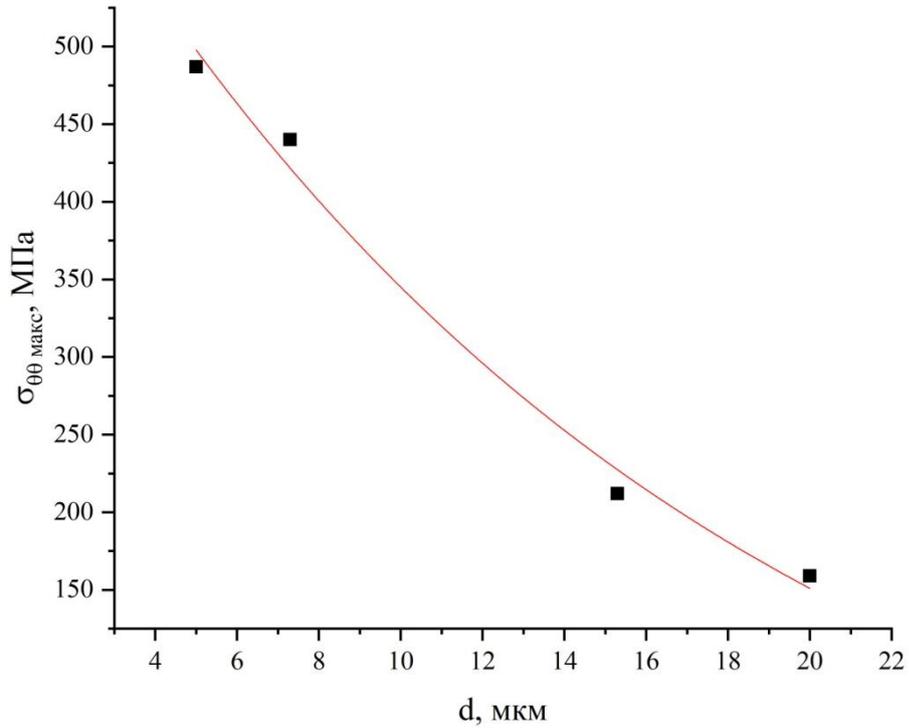


Рисунок 49 – Зависимость максимального значения касательной компоненты тензора напряжений от диаметра аморфного микропровода

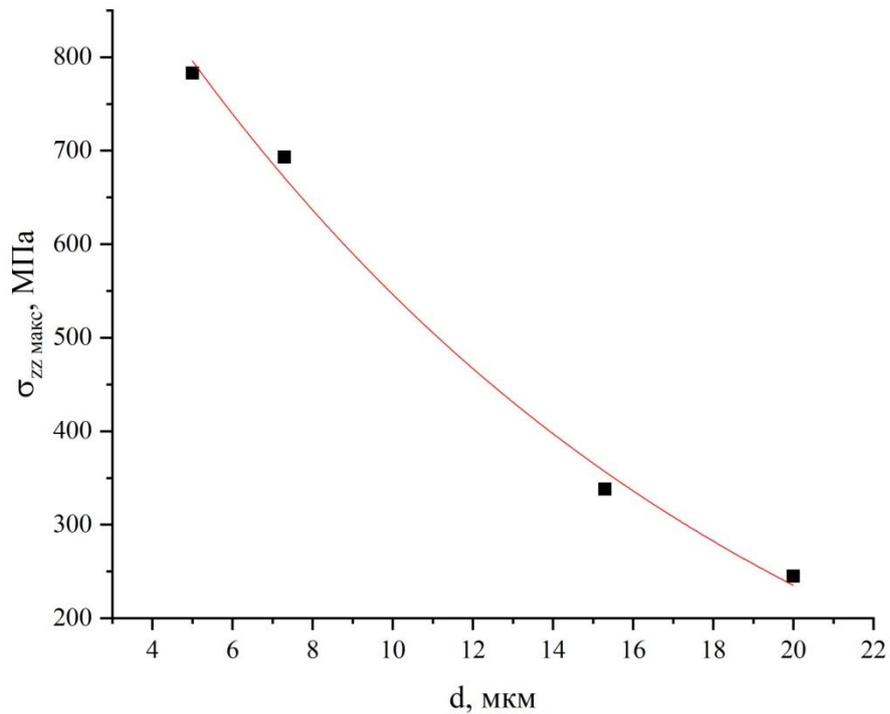


Рисунок 50 – Зависимость максимального значения осевой компоненты тензора напряжений от диаметра аморфного микропровода

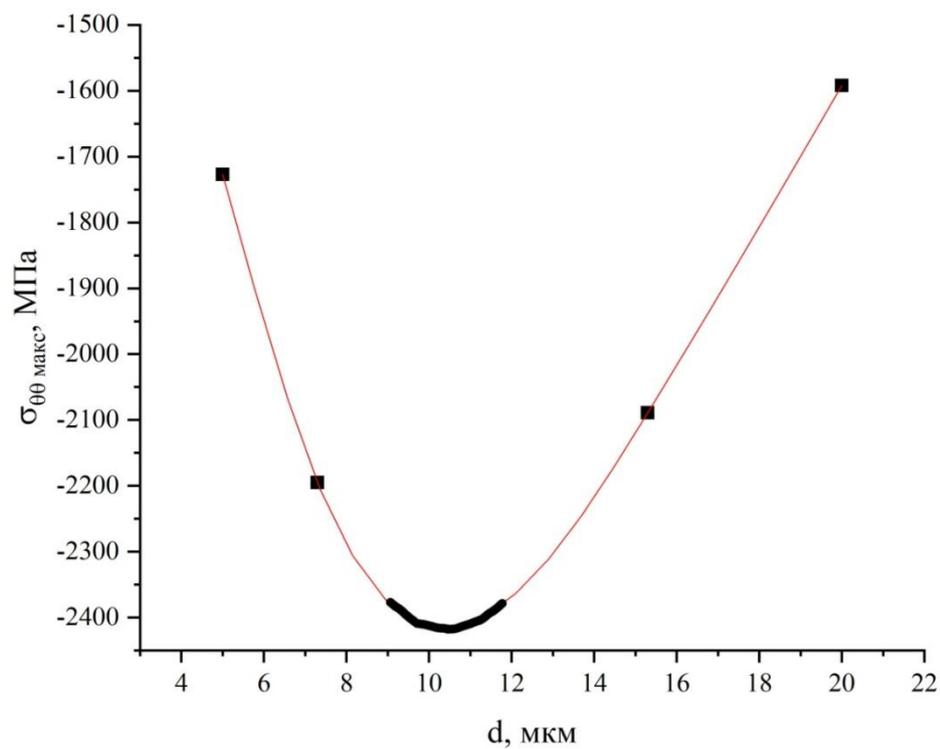


Рисунок 51 – Зависимость значения касательной компоненты тензора напряжений на поверхности аморфного микропровода от его диаметра

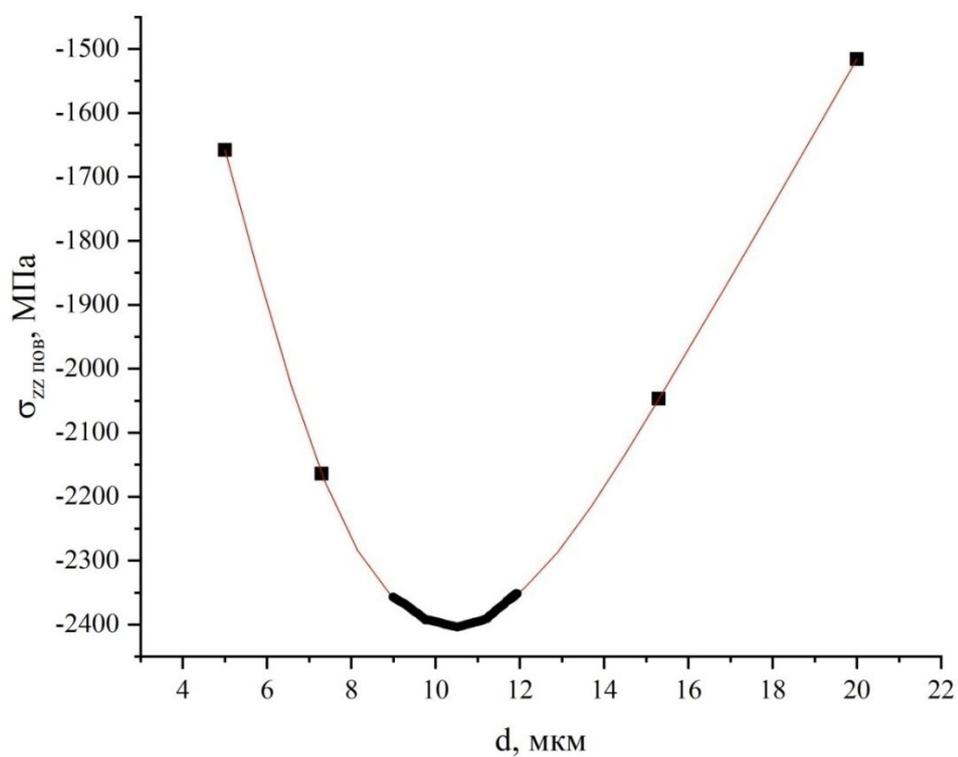


Рисунок 52 – Зависимость значения осевой компоненты тензора напряжений на поверхности аморфного микропровода от его диаметра

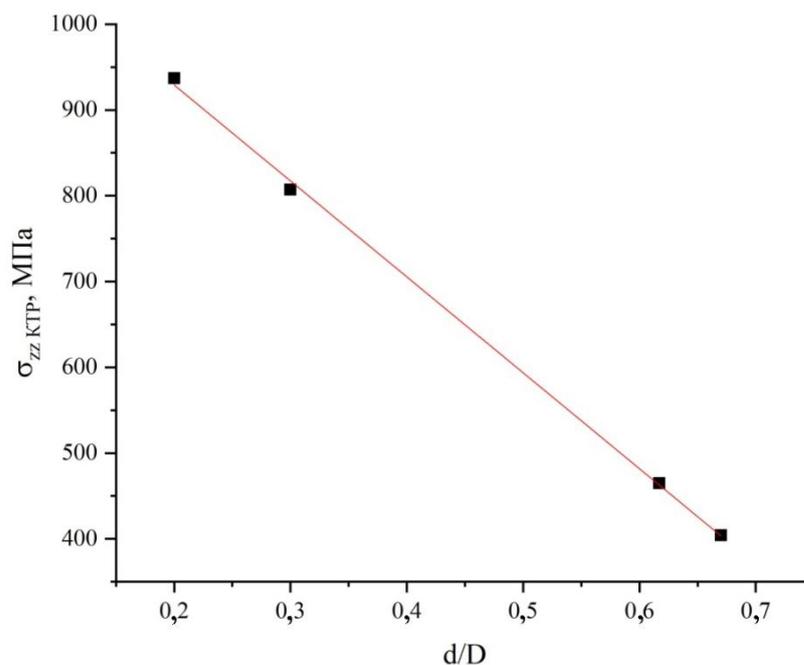


Рисунок 53 – Зависимость добавочного осевого напряжения, возникающего вследствие разницы коэффициентов термического расширения стеклянной оболочки и аморфного микропровода, от отношения диаметра аморфного микропровода d к его внешнему диаметру D

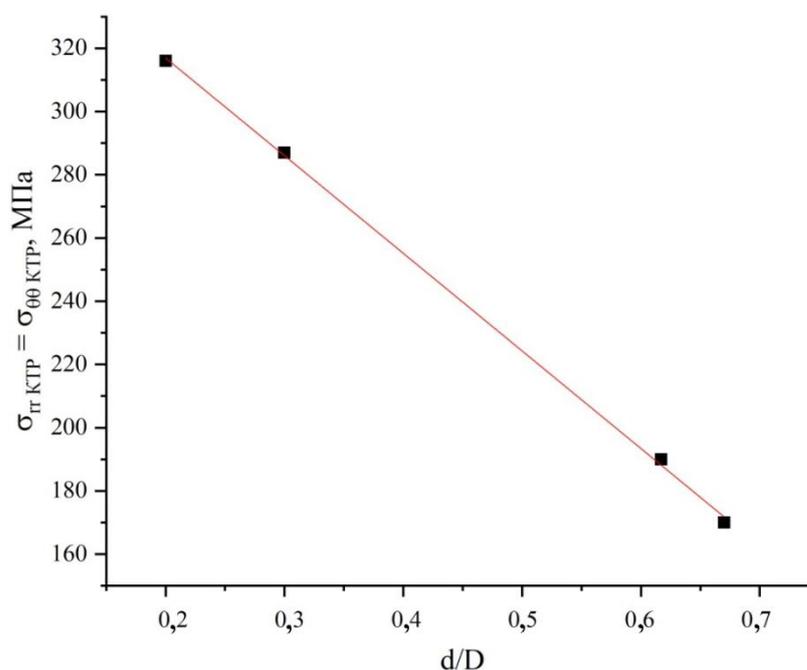


Рисунок 54 – Зависимость добавочной касательной/радиальной компоненты напряжения, возникающей вследствие разницы коэффициентов термического расширения стеклянной оболочки и аморфного микропровода, от отношения диаметра аморфного микропровода d к его внешнему диаметру D

Как видно из рисунков 48-50, максимальные значения всех компонент напряжений, связанных с закалкой провода, достаточно предсказуемы для проводов с различным диаметром микропровода и легко описываются показательной функцией. Зависимости касательной и осевой компонент тензора напряжений на поверхности провода (рисунки 51, 52) имеют более сложный вид, и наилучший результат предсказания промежуточных значений в данном случае дает их интерполяция сплайнами (сплошная линия на рисунках 51-52). Жирной линией на рисунках 51-52 выделена область вблизи экстремума, значение которого выбрано произвольно в связи с отсутствием данных в данном интервале диаметров микропроводов в работе [38]. Значения для данного интервала диаметров не использовались для обработки результатов, полученных в диссертации. Напряжения, обусловленные разницей коэффициентов термического расширения (КТР) стеклянной оболочки и аморфного микропровода, описываются линейной функцией. Применение полученных калибровочных кривых удобно для оценки предельных значений компонент тензора напряжений в микропроводах с различным диаметром и толщиной стеклянной оболочки [38].

4.2. Расчет эволюции средних напряжений при растяжении аморфных микропроводов

В работе [38] ранее уже проводилась оценка напряженного состояния микропроводов в стекле и без него. Однако теоретическая и экспериментальная оценки диаметра центрального доменного слоя в данной работе расходятся на 10-15 %, что является принципиальным моментом при оценке величины средних напряжений в микропроводе. Теоретическая оценка должна быть скорректирована в соответствии с реальным размером доменных областей. Это принципиальный момент для определения средних напряжений в микропроводе.

Известно, что диаметр центрального доменного слоя можно оценить из отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения петли гистерезиса [39, 95]:

$$D_C/D_m = (M_r/M_S)^{1/2} \quad (22),$$

где D_C – диаметр центрального доменного слоя;

D_m – диаметр микропровода;

M_r – величина остаточной намагниченности;

M_S – величина намагниченности насыщения.

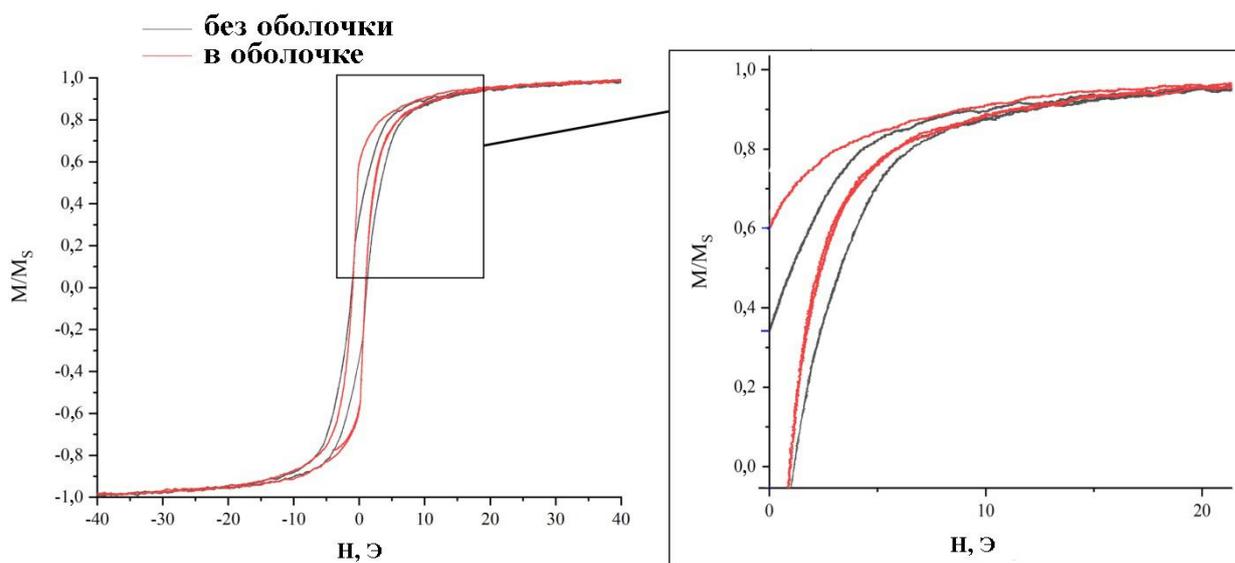


Рисунок 55 – Петля гистерезиса микропровода с соотношением $d/D = 0,7$ в оболочке и после ее удаления

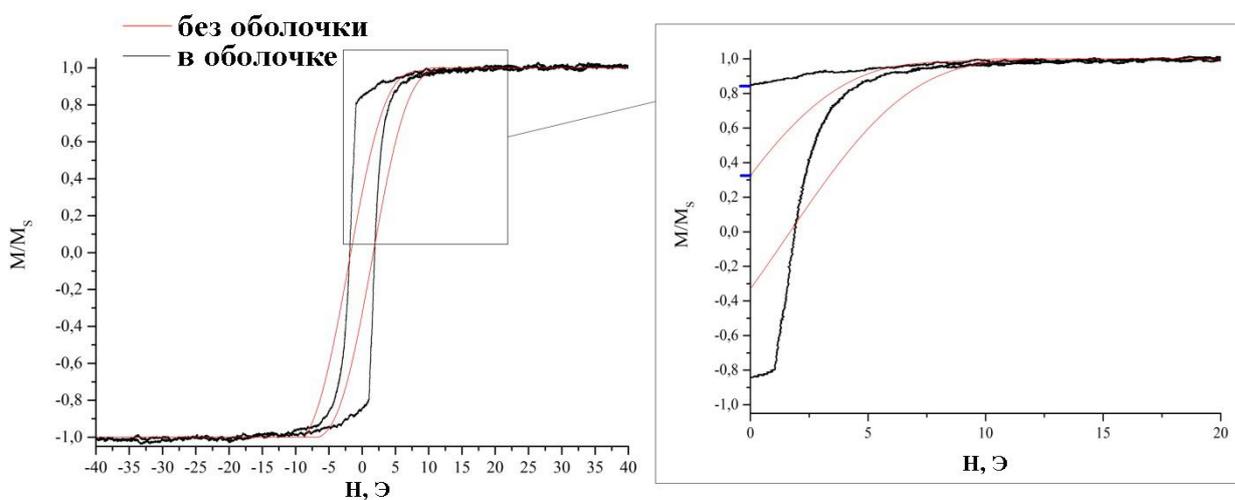


Рисунок 56 – Петля гистерезиса микропровода с соотношением $d/D = 0,48$ в оболочке и после ее удаления

На рисунках 55-56 представлены петли гистерезиса для рассматриваемых микропроводов в оболочке и после ее удаления. На врезках кривых видно, что при уменьшении соотношения d/D в проводах в оболочке увеличивается величина остаточной намагниченности. По полученным значениям намагниченности насыщения и остаточной намагниченности была произведена оценка радиуса центрального доменного слоя и толщины поверхностного доменного слоя. Полученные результаты приведены в таблице 4.

Таблица 4

Величины радиуса центрального R_C и поверхностного доменного слоя $R_{пов}$ микропроводов

d/D	Наличие оболочки	M_r/M_s	$R_C/R_{ам}$	$R_{пов}/R_{ам}$
0,7	В оболочке	0,6	0,77	0,23
0,7	Без оболочки	0,33	0,57	0,43
0,48	В оболочке	0,82	0,9	0,1
0,48	Без оболочки	0,34	0,58	0,42

В работе [38] граница между центральным доменным слоем и поверхностным соответствует участку микропровода, на котором радиальная и осевая компоненты тензора напряжений равны друг другу. Опираясь на результаты, приведенные в таблице 4, проведем корректировку распределения компонент напряжений в микропроводах с соотношением d/D 0,7 и 0,48 (рисунки 57, 58) путем сдвига графиков таким образом, чтобы точка пересечения радиальной и осевой компоненты напряжений соответствовала экспериментальным значениям. Результаты такой корректировки показаны на рисунках 57-58.

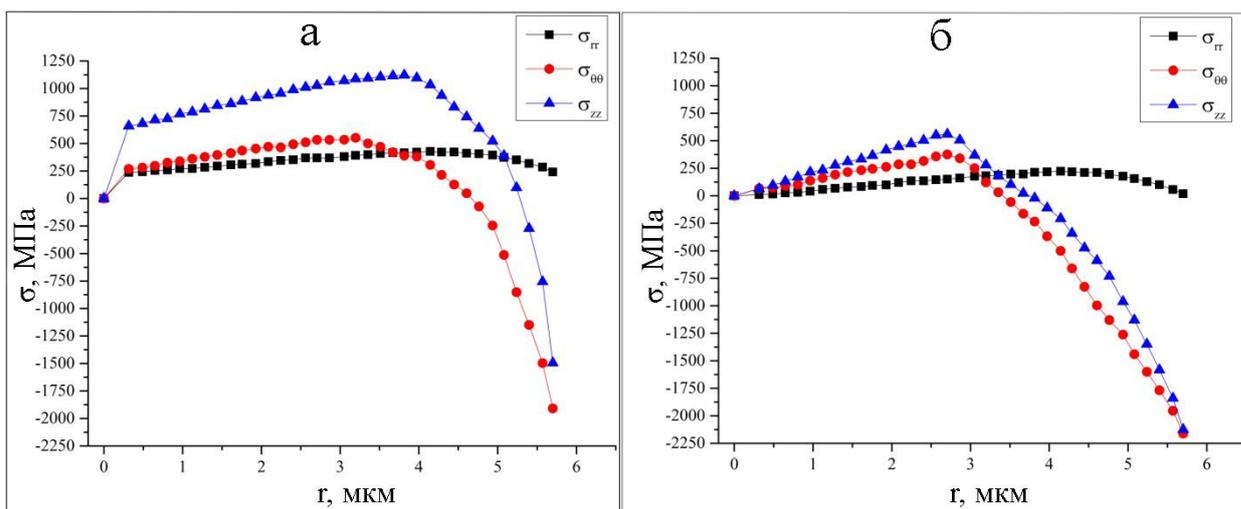


Рисунок 57 – Распределение компонент внутренних напряжений по радиусу аморфного микропровода с соотношением $d/D = 0,48$: а) в оболочке; б) без оболочки

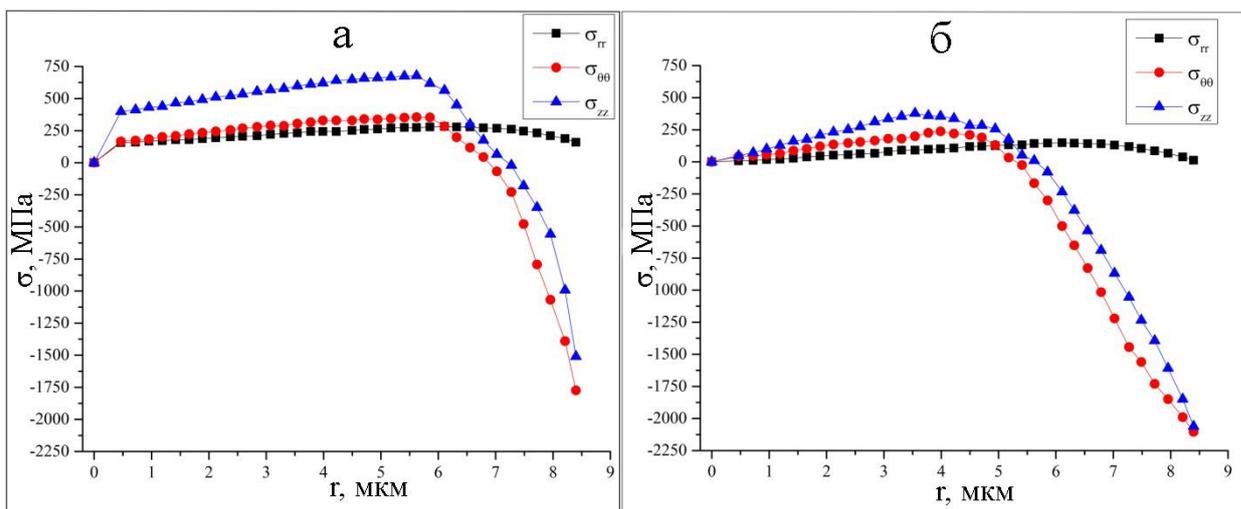


Рисунок 58 – Распределение компонент внутренних напряжений по радиусу аморфного микропровода с соотношением $d/D = 0,7$: а) в оболочке; б) без оболочки

На рисунках 57-58 видно, что кривые зависимостей компонент тензора напряжений от радиуса микропровода переходят в область положительных напряжений тем больше, чем меньше величина соотношения d/D (вклад, обусловленный разницей КТР стеклянной оболочки и аморфного провода) и чем меньше исходный радиус микропровода (вклад, связанный с закалочными напряжениями). Данный подход является приближенным и позволяет лишь разграничить области сжимающих и растягивающих напряжений для проведения

сравнительной качественной оценки распределения напряжений в микропроводах.

Как видно из относительного положения графиков компонент тензора напряжений на рисунках 57 и 58, снятие оболочки приводит к падению уровня тангенциальных и радиальных напряжений на 100-150 МПа. Из рисунка 57 следует, что в более напряженном состоянии ($d/D = 0,48$) величина осевых напряжений после удаления оболочки снизилась почти на 500 МПа. На рисунке 58 видно, что удаление оболочки с менее напряженного провода ($d/D = 0,7$) привело к падению осевой компоненты напряжений менее чем на 300 МПа. То есть особенности изменения тензора напряжений, а, следовательно, и средней величины напряжений в материале отличается для микропроводов с большим и малым соотношением d/D , что должно сказаться на эволюции доменной структуры при растяжении.

Кроме исходного напряженного состояния, необходимо рассмотреть влияние напряжений, возникающих в материале при его перемагничивании. Как упоминалось ранее, микропровода состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ обладают положительной магнитострикцией $\lambda_s = 39 \times 10^{-6}$. Модуль Юнга $E_a = 154$ ГПа [96]. Внешнее намагничивающее поле прикладывается вдоль оси микропровода. При этом изменение линейных размеров будет соответствовать случаю осевого растяжения. Тогда в соответствии с законом Гука для случая осевого растяжения:

$$\sigma = \varepsilon E_a \quad (23),$$

где ε – относительное удлинение материала.

Максимальное относительное удлинение ферромагнетика в магнитном поле насыщения соответствует величине магнитострикции насыщения. Тогда можно считать, что $\lambda_s = \varepsilon$. Выполняя подстановку известных значений λ_s и E_a в (23), оценим максимальную величину осевых напряжений, возникающих при намагничивании микропровода в поле насыщения. Тогда величина $\sigma = 6$ МПа, что существенно меньше величины средних напряжений в материале, находящихся на уровне 250-600 МПа [38]. Кроме того, данная величина

существенно меньше растягивающих напряжений, прикладываемых к микропроводу в наших экспериментах (от 100 до 2000 МПа).

Величину средних напряжений σ_a для аморфного микропровода при растяжении можно оценить, применяя классическое выражение для напряжений Мизеса [97]:

$$\sigma_a = \sqrt{\frac{(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta})^2 + (\sigma_{\theta\theta} - \sigma_{zz} - \sigma_t)^2 + (\sigma_{zz} + \sigma_t - \sigma_{rr})^2}{2}} \quad (24),$$

где σ_{rr} , $\sigma_{\theta\theta}$ и σ_{zz} – радиальная, тангенциальная и осевая диагональные компоненты тензора напряжений, оценка которых проведена в работе [38];

σ_t – добавка к осевой компоненте, связанная с растягивающими напряжениями, отнесенными к сечению аморфного металлического микропровода.

Существует два принципиально разных пути оценки средних напряжений в микропроводе, что напрямую связано с композиционной магнитной доменной структурой такого объекта. С одной стороны, можно оценивать величину средних напряжений по всему объему. С другой стороны, возможно разбиение объема микропровода на две области с различным характером перемангничивания, размером доменов и распределением напряжений (центральный и поверхностный доменный слой). На рисунках 57-58 видно, что в пределах центральной части провода все компоненты тензора напряжений являются положительными. В случае поверхностного доменного слоя наблюдаются преимущественно отрицательные касательные и осевые компоненты напряжений. Отсюда следует, что анизотропия поверхностного и центрального доменного слоя существенно отличается друг от друга.

Проведем расчет величины средних напряжений в поверхностном и центральном доменном слое в случае осевого растяжения. При этом будем учитывать, что приложенное растягивающее напряжение изменяет размеры доменных областей. По аналогии с работой [38] будем считать, что переход от доменов центрального слоя к поверхностному доменному слою происходит при равенстве радиальной и осевой компонент тензора напряжений.

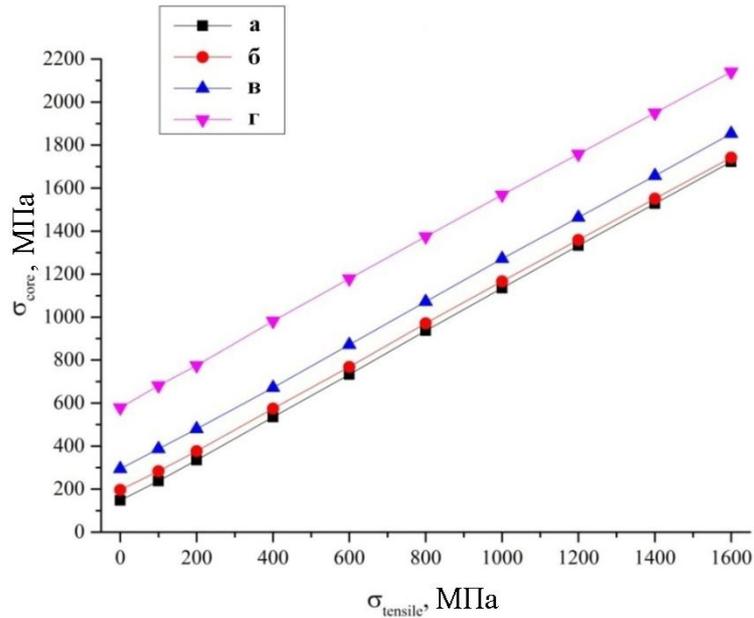


Рисунок 59 – Изменение напряжений при растяжении в центральном доменном слое в микропроводах: а) $d/D = 0,7$ без оболочки; б) $d/D = 0,48$ без оболочки; в) $d/D = 0,7$; г) $d/D = 0,48$

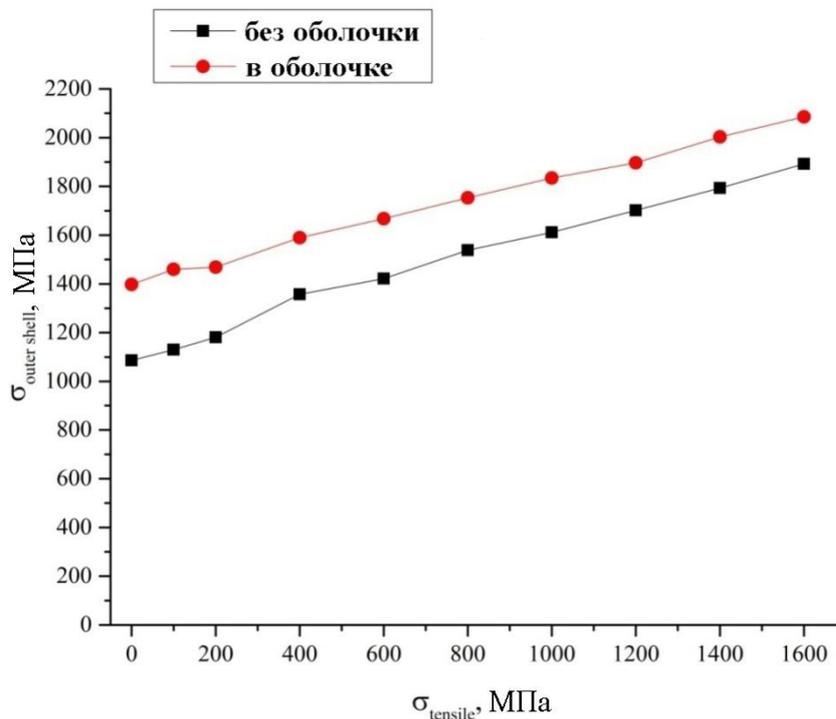


Рисунок 60 – Изменение напряжений при растяжении в поверхностном слое микропровода с соотношением $d/D = 0,48$

На рисунках 59-60 приведены графики рассчитанных зависимостей величины внутренних напряжений в центральном и поверхностном доменном

слое от приложенных внешних растягивающих напряжений σ_t . Как видно на рисунках 59-60, кривые зависимостей средних напряжений в центральном доменном слое от внешних растягивающих напряжений описываются линейной функцией. При этом скорость роста средних напряжений в центральном доменном слое для всех микропроводов примерно одинакова. В микропроводах с более высоким исходным напряженным состоянием достигается более высокий уровень напряжений по мере растяжения. Величина средних напряжений в поверхностном доменном слое в среднем в 3 раза выше, чем величина напряжений в центральном доменном слое. При растяжении до нагрузки 1600 МПа (близкой к половине предела прочности на растяжение) величина напряжений в поверхностном доменном слое увеличивается примерно на 70 %, при этом в центральном доменном слое прирост напряжений составляет 270 %. В таблице 5 приведены ключевые результаты, соответствующие полученным зависимостям.

Таблица 5

Основные характеристики кривых внутренних напряжений в центральном доменном слое от внешних растягивающих напряжений

d/D	Область провода	Наличие оболочки	Исходный σ , МПа
0,48	Центральный доменный слой	В оболочке	578
		Без оболочки	196
	Поверхностный доменный слой	В оболочке	1400
		Без оболочки	1086
0,7	Центральный доменный слой	В оболочке	294
		Без оболочки	148

Из таблицы 5 следует, что величина средних напряжений в центральном доменном слое на уровне 150-200 МПа характерна для микропроводов

без оболочки. Для микропроводов в стеклянной оболочке данная величина увеличивается и для проводов с соотношением $d/D = 0,48$ превышает 550 МПа.

4.3. Изучение зависимости коэрцитивной силы аморфных микропроводов при их растяжении *in situ*

Изучение зависимости коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений было исследовано на микропроводах составов $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ ($\lambda_s = 39 \times 10^{-6}$) и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ ($\lambda_s = 33 \times 10^{-6}$), находящихся в различном напряженном состоянии и обладающих различной магнитострикцией насыщения.

На рисунке 61 приведена типичная зависимость коэрцитивной силы микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ в стеклянной оболочке в зависимости от величины растягивающих напряжений.

Следует отметить полную обратимость зависимости, т.е. значения коэрцитивной силы соответствуют определенному уровню механических напряжений и не зависят от того, как эти напряжения были достигнуты (при увеличении нагрузки или при ее уменьшении).

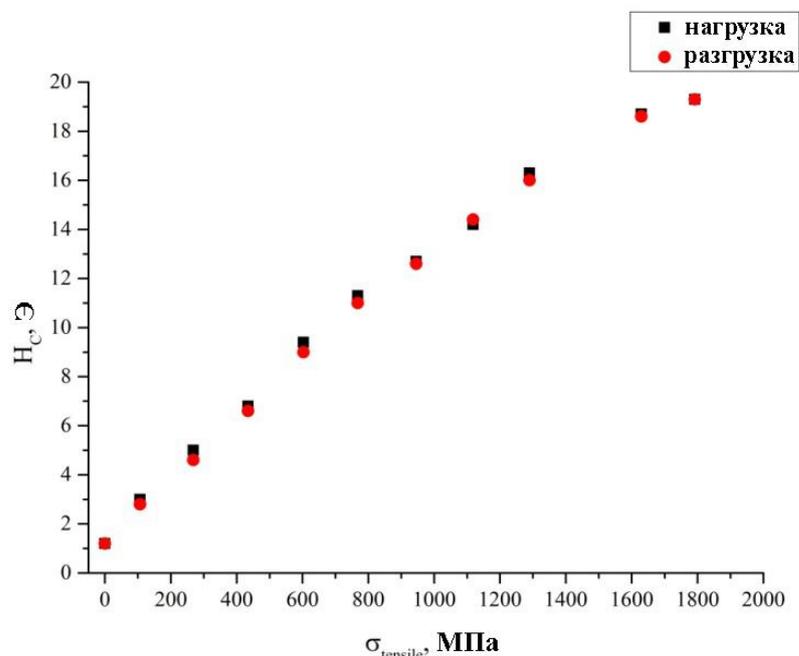


Рисунок 61 – Зависимость коэрцитивной силы от приложенных растягивающих напряжений при нагружении и разгрузке для микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ в оболочке с соотношением $d/D = 0,7$

Величина растягивающих напряжений σ_t , приложенных к аморфному металлическому проводу, для микропроводов в стеклянной оболочке рассчитывалась из соотношения:

$$\sigma_t = F / (S_a + S_g E_g / E_a) \quad (25),$$

где F – приложенная сила;

S_a – площадь сечения аморфного микропровода;

S_g – площадь сечения стеклянной оболочки;

E_a и E_g – модули Юнга аморфного провода и стекла, соответственно [98, 99].

Принято считать, что коэрцитивная сила аморфных микропроводов пропорциональна энергии, необходимой для формирования доменной стенки в центральном доменном слое, возникающей при бистабильном перемагничивании провода. Исходя из [100], коэрцитивная сила выражается соотношением:

$$H_C = F [A(3/2)\lambda_s(\sigma_t + \sigma_i)]^{1/2} / \cos \alpha \quad (26),$$

где A – константа обменного взаимодействия;

λ_s – магнитострикция насыщения материала;

σ_t – величина приложенных растягивающих напряжений;

σ_i – величина внутренних напряжений;

α – угол между намагниченностью и направлением прикладываемого поля;

F – параметр для данного образца.

То есть при значениях σ_t , превышающих величину внутренних напряжений, и малых углах α коэрцитивная сила оказывается пропорциональной квадратному корню от величины приложенных напряжений [40].

Как отмечалось выше, в более поздних работах было показано, что зависимость коэрцитивной силы микропроводов может отличаться от вида функции квадратного корня [41]. Более общим можно считать выражение (4), представляющее собой степенную функцию. Как будет показано дальше, выражение (26) может хорошо выполняться в микропроводах без оболочки.

На рисунке 62 представлены графики изменения коэрцитивной силы от приложенных растягивающих напряжений для микропроводов: 1) состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,7$ (диаметр провода $d = 16,8$ мкм) в оболочке, без оболочки и после релаксационного отжига; 2) состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ с соотношением $d/D = 0,51$ (диаметр провода $d = 14,4$ мкм) в оболочке и без оболочки.

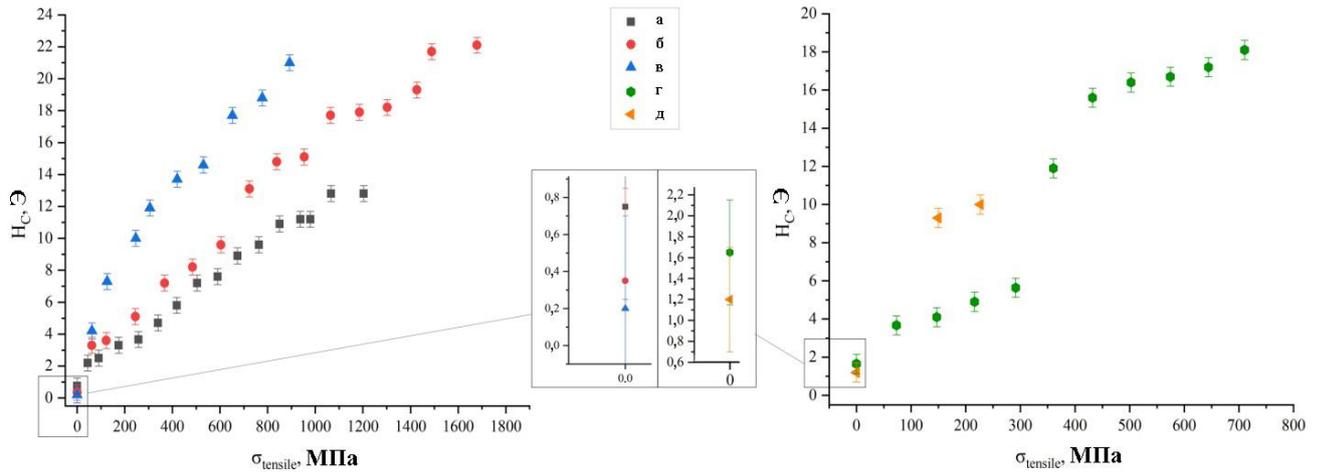


Рисунок 62 – Зависимости изменения коэрцитивной силы микропроводов в зависимости от приложенных растягивающих напряжений: а) микропровод состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ в оболочке с соотношением $d/D = 0,7$; б) микропровод состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ без оболочки; в) микропровод в оболочке состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ после релаксационного отжига; г) микропровод состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ в оболочке с соотношением $d/D = 0,51$; д) микропровод состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ без оболочки

На рисунке 62 во всех случаях наблюдается увеличение коэрцитивной силы при росте растягивающих напряжений. Снятие стеклянной оболочки и релаксационный отжиг приводят к уменьшению коэрцитивной силы в исходном состоянии (таблица 6).

Если в первом приближении интерполировать полученные наборы точек $H_c(\sigma_{\text{tensile}})$ линейной зависимостью, то наблюдаемый угол наклона прямых, соответствующих наименее напряженному состоянию, заметно больше, чем угол наклона прямых для проводов с наибольшим исходным уровнем напряжений,

т.е. в них зависимость коэрцитивной силы от прикладываемых напряжений более резкая. Кроме того, видно, что угол наклона такой прямой для провода состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ в оболочке больше, чем у провода состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ (в проводе состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ уровень механических напряжений выше).

Таблица 6

Величина коэрцитивной силы микропроводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ до растяжения

Состав	Тип	H_c , Э
$Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$	Исходный	0,75
	Без оболочки	0,4
	После релаксационного отжига	0,2
$Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$	Исходный	1,7
	Без оболочки	1,4

Существенный интерес также представляет излом на графике зависимости $H_c(\sigma_{\text{tensile}})$, наблюдаемый на рисунке 62 (д). Такой излом указывает на изменение механизма роста коэрцитивной силы при растяжении провода в оболочке. Данный результат может быть связан с особенностями деформации провода в стеклянной оболочке при растяжении. Этот вопрос требует дополнительного исследования и будет дополнительно рассмотрен в разделе 4 главы 4.

Принимая во внимание, что изменение коэрцитивной силы микропроводов коррелирует с изменением их напряженного состояния, нами была проведена оценка распределения внутренних напряжений в проводах составов $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ и $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ как в оболочке, так и после ее снятия. Установлено, что уровень средних напряжений в проводах в оболочке состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ ($d/D = 0.51$) больше величины средних напряжений в проводах состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ ($d/D = 0.7$) в 2 раза. Это связано с тем, что толщина стеклянной оболочки в проводах состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ по отношению к диаметру

аморфного микропровода существенно больше аналогичного соотношения в проводах состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$. При этом величины средних напряжений в проводах состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{V}_{15}$ после удаления оболочки близки и отличаются не более чем на 100 МПа, что связано с близкими составами ($\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{V}_9$ и $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{V}_{15}$) и диаметрами аморфного микропровода (16,8 и 14,4 мкм). Компоненты тензора напряжений в микропроводах в оболочке после релаксационного отжига принимались равными напряжениям, возникающим вследствие разницы коэффициентов термического расширения стекла и аморфного микропровода. Для провода состава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{V}_9$ после релаксационного отжига уровень внутренних напряжений оказывается меньше, чем для провода состава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{V}_9$ без оболочки. Таким образом, исследуемые образцы можно разместить по убыванию среднего напряженного состояния в следующем порядке: состав $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{V}_{15}$ – исходный, состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ – исходный, состав $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{V}_{15}$ – без оболочки, состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ – без оболочки, состав $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ – после релаксационного отжига.

Исходя из данных на рисунке 62, коэрцитивная сила увеличивается быстрее в образцах с наименьшим исходным уровнем внутренних напряжений. При этом начальная величина коэрцитивной силы для более напряженных образцов всегда больше. По мере увеличения растягивающих напряжений зависимости коэрцитивной силы от напряжений для микропроводов без оболочки и в оболочке пересекаются, причем кривая $H_C(\sigma_{\text{tensile}})$ для проводов без оболочки после пересечения лежит выше соответствующей кривой для проводов в оболочке.

Для уточнения полученного результата рассмотрим микропровода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с различными геометрическими характеристиками (таблица 7).

Как видно из таблицы 7, оценка будет проводиться на микропроводах одного состава, однако с различным исходным уровнем напряжений. В частности, напряженное состояние провода состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением d/D

= 0,48 оказывается близким к напряженному состоянию рассмотренного выше провода состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ с соотношением $d/D = 0,51$.

Начальные значения коэрцитивной силы для микропроводов с различным соотношением d/D в оболочке и после ее удаления приведены в таблице 7. Различное соотношение d/D соответствует различному уровню внутренних напряжений, возникших в результате изготовления микропровода. Это связано с различием коэффициентов термического расширения (КТР) стеклянной оболочки и аморфного микропровода. Чем меньше соотношение d/D , тем выше уровень напряжений в материале.

Таблица 7

Микропровода состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ с различным соотношением d/D и их начальное значение коэрцитивной силы

d/D	Наличие оболочки	H_C, Э
0,48	В оболочке	2
	Без оболочки	1,5
0,7	В оболочке	1,1
	Без оболочки	0,5
0,76	В оболочке	1

На рисунке 63 приведены зависимости коэрцитивной силы от внешних растягивающих напряжений для микропроводов состава $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ с различным исходным напряженным состоянием в оболочке и без оболочки.

Экспериментальные точки на рисунке 63 были аппроксимированы выражением вида:

$$H_C = A\sigma^x \quad (27),$$

где A – константа, характерная для данного образца;

σ – величина растягивающего напряжения, приложенного вдоль оси провода;

x – показатель степени.

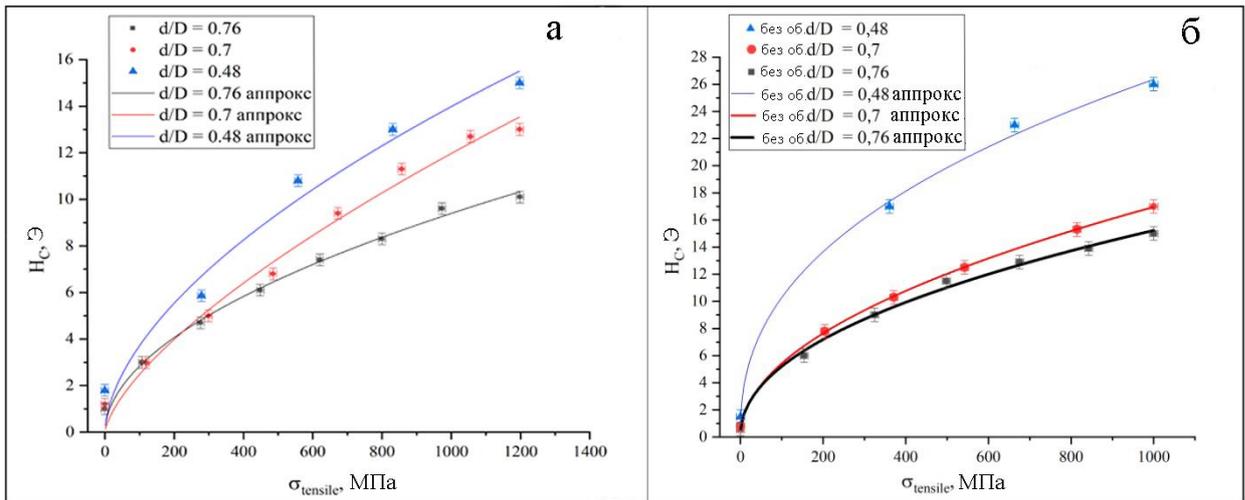


Рисунок 63 – Зависимости коэрцитивной силы от приложенных растягивающих напряжений для микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$: а) в оболочке; б) без оболочки

Результаты аппроксимации данных рисунка 63 приведены в таблице 8.

Таблица 8

Результаты аппроксимации экспериментальных данных, приведенных на рисунке 63

d/D	Наличие стеклянной оболочки	A	x
0,48	В оболочке	$0,26 \pm 0,16$	$0,58 \pm 0,09$
	Без оболочки	$1,56 \pm 0,6$	$0,41 \pm 0,06$
0,7	В оболочке	$0,1 \pm 0,03$	$0,68 \pm 0,04$
	Без оболочки	$0,55 \pm 0,02$	$0,5 \pm 0,005$
0,76	В оболочке	$0,26 \pm 0,03$	$0,58 \pm 0,09$
	Без оболочки	$0,61 \pm 0,1$	$0,47 \pm 0,02$

Как видно из таблицы 8, зависимость коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений строго соответствует корневому закону ($x = 0,5$) для микропроводов без оболочки состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с соотношением $d/D = 0,7$ (диаметр микропровода $d = 16,8$ мкм). Зависимость $H_c(\sigma)$ также близка

к корневому виду ($x = 0,47$) для проводов без оболочки с исходным соотношением $d/D = 0,76$ (диаметр микропровода $d = 18$ мкм). Более слабый рост коэрцитивной силы в зависимости от уровня напряжений ($x = 0,41$) наблюдается для проводов без оболочки с соотношением $d/D = 0,48$ (диаметр микропровода $d = 11,4$ мкм). Однако в пределах ошибки зависимость $H_C(\sigma)$ для провода с диаметром $d = 11,4$ мкм также может быть описана корневой зависимостью.

В случае проводов в стеклянной оболочке зависимость оказывается более сложной. Существенное отклонение от корневого закона наблюдается для проводов с соотношением $d/D = 0,7$ ($x = 0,68$). Ранее в работе [41] уже отмечалось отличие зависимости $H_C(\sigma)$ от корневого вида. В работе [41] функция, описывающая зависимость $H_C(\sigma)$ имела форму:

$$H_C = B + \sigma^y \quad (28),$$

где B – константа;

σ – величина растягивающих напряжений в МПа;

y – показатель степени.

В работе [41] было установлено, что показатель степени y для микропровода с соотношением $d/D = 0,88$ равняется $0,74$. Однако в данной работе нет объяснения причин такому изменению вида зависимости $H_C(\sigma)$.

Кроме того, на рисунке 63(a) видно, что аппроксимация степенной функцией плохо описывает экспериментальные точки для проводов в оболочке. Этот результат наиболее очевиден для микропроводов с наибольшей толщиной стеклянной оболочки по отношению к диаметру аморфного металлического микропровода. Так, для провода с соотношением $d/D = 0,48$ отклонение параметра A составляет 60% от его заданной величины, а сама кривая, описывающая набор экспериментальных данных, не полностью укладывается на исходные точки.

Кроме описания степенной зависимостью, нами была предпринята попытка описания набора экспериментальных точек для проводов в оболочке с соотношением $d/D = 0,48$ линейной функцией (рисунок 64).

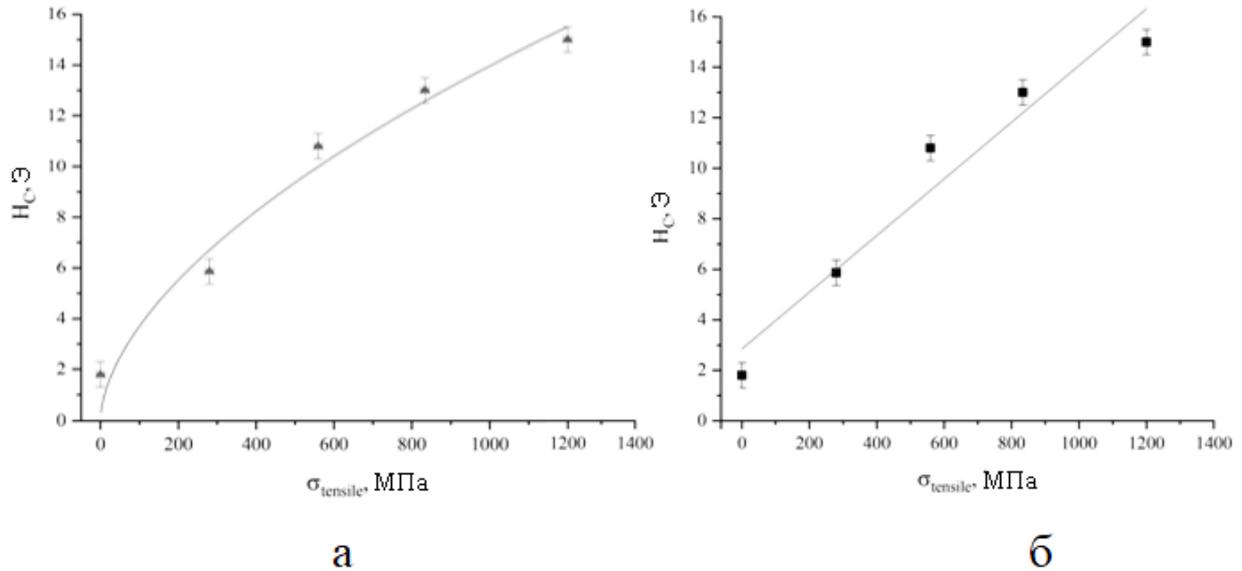


Рисунок 64 – Описание экспериментальных точек зависимости $H_c(\sigma)$ микропровода в оболочке с соотношением $d/D = 0,48$: а) степенной функцией; б) линейной функцией

По результатам аппроксимации (рисунок 64) было установлено, что среднеквадратическое отклонение (СКО) в случае описания степенной функцией составляет 1,1 Э. СКО в случае описания линейной функцией составил 1,2 Э.

Наилучшее соответствие экспериментальных результатов и аппроксимационных зависимостей для проводов в оболочке наблюдаются в случае, если считать, что начальный участок зависимости $H_c(\sigma)$ представляет собой линейную функцию (вплоть до 600-800 МПа), а последующий – степенную (рисунок 65).

Такая аппроксимация обеспечивает среднеквадратическое отклонение на уровне 0,1 Э, что ниже ошибки измерений в нашем эксперименте (0,25 Э). При этом величина линейного участка растет по мере роста толщины стеклянной оболочки (например, до 250 МПа для провода с соотношением $d/D = 0,76$ или до 550 МПа для провода с соотношением $d/D = 0,48$) (рисунок 66).

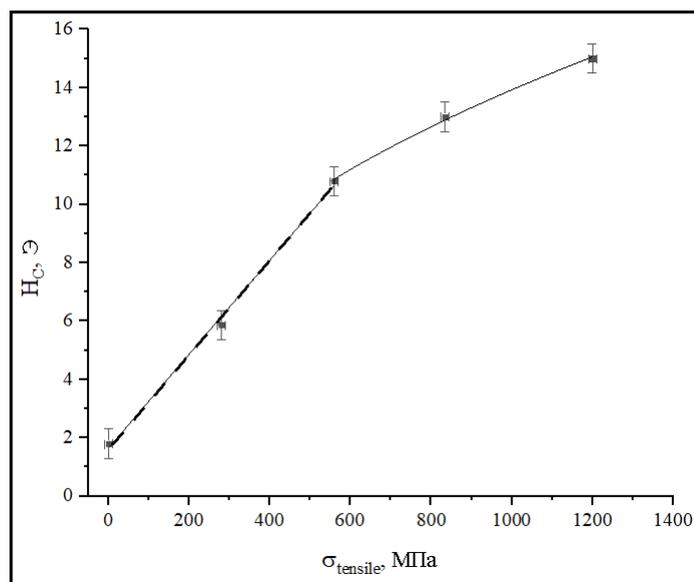


Рисунок 65 – Аппроксимация зависимости $H_C(\sigma)$ кусочно-заданными линейной и степенной функциями

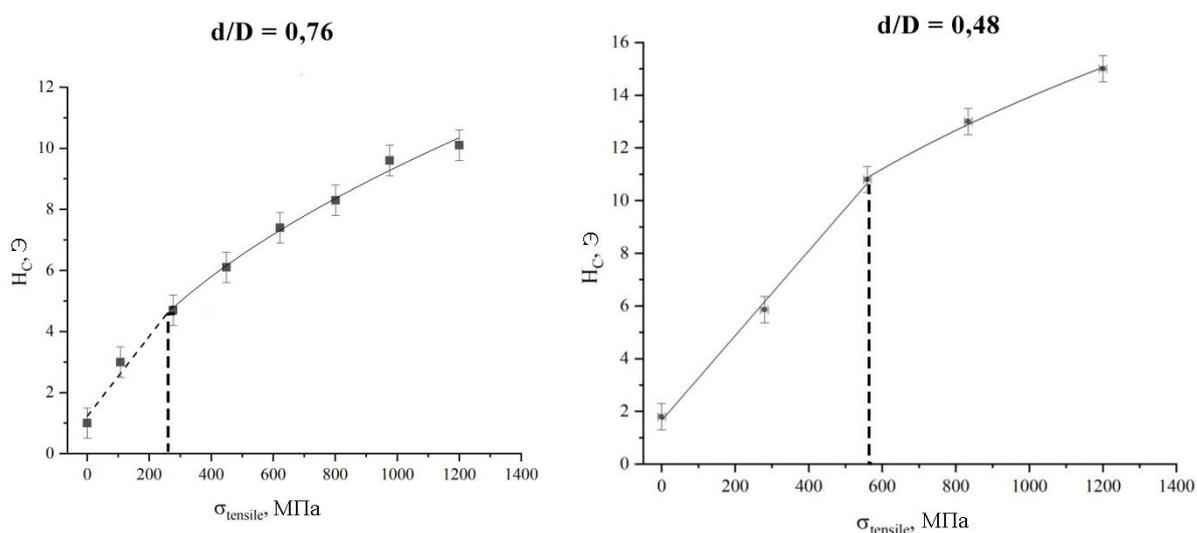


Рисунок 66 – Аппроксимация экспериментальных точек зависимости $H_C(\sigma)$ кусочно-заданными линейной и степенной функциями для проводов в стеклянной оболочке с соотношением $d/D = 0,76$ и $0,48$

Таким образом, зависимость $H_C(\sigma)$ является сложной и состоит из «линейной» и «степенной» рабочих областей. Этот результат принципиально важен с точки зрения применения микропроводов в качестве чувствительных элементов датчиков напряжений.

Как видно из сравнения рисунков 64 (а) и 65, аппроксимация начального участка линейной функцией дает наилучшее соответствие с экспериментальными

данными. Это дополнительно указывает на вероятную смену механизма изменения коэрцитивной силы при растяжении микропроводов в стеклянной оболочке, что будет рассмотрено далее при анализе влияния адгезии при растяжении микропроводов в стеклянной оболочке.

Как видно на рисунках 62-63, скорость роста коэрцитивной силы на графиках $H_C(\sigma)$ проводов без оболочки выше, чем для проводов в оболочке. То есть при растяжении проводов без оболочки наблюдается более быстрый рост внутренних напряжений. При этом зависимость коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений в микропроводах с наименьшим соотношением d/D , а, следовательно, и с более высоким уровнем напряжений более резкая, чем в проводах с большим соотношением d/D . Также верным будет заметить, что в проводах без оболочки с наименьшим диаметром, а, следовательно, с наибольшим остаточным уровнем закалочных напряжений скорость роста коэрцитивной силы на зависимостях $H_C(\sigma)$ выше, чем в проводах с большим диаметром. Таким образом, наблюдается очевидное различие в эволюции напряжений при растяжении проводов в оболочке и без оболочки. Для корректной оценки данного явления необходимо учесть взаимодействие между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом при растяжении. Учет этого взаимодействия будет рассмотрен в разделе 4.4. главы 4.

Таким образом, зависимость коэрцитивной силы от величины приложенных внешних напряжений для проводов без оболочки хорошо описывается зависимостью $H_C(\sigma)$ корневого вида. Аналогичная зависимость для проводов в оболочке удовлетворительно описывается степенной функцией в случае, если толщина стекла невелика. В случае увеличения толщины стеклянной оболочки по отношению к диаметру микропровода (например, для проводов с соотношением $d/D = 0,48$) на начальных этапах растяжения возникает участок, хорошо описывающийся линейной зависимостью $H_C(\sigma)$ и при увеличении растягивающей нагрузки переходящий в функцию степенного вида.

4.4. Роль адгезии между аморфным микропроводом и стеклянной оболочкой в изменении тензора напряжений

Открытым остается вопрос, связанный с взаимным расположением на рисунках 62-63 зависимостей коэрцитивной силы от напряжений в оболочке и без оболочки. Как было показано на рисунках 62-63, скорость роста коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений в микропроводах без оболочки оказалась выше, чем в проводах в оболочке. Очевидно, что этот результат противоречит зависимостям эволюции средних напряжений в центральном доменном слое провода при растяжении (рисунок 59).

Для ответа на данный вопрос необходимо учесть особенности растяжения микропроводов в стеклянной оболочке. Во-первых, исходя из работы [38], тензор напряжений микропроводов в стеклянной оболочке отличается от тензора напряжений провода без оболочки положительной добавкой в σ_{zz} , σ_{rr} и $\sigma_{\theta\theta}$ компоненты, связанной с разницей коэффициентов термического расширения стеклянной оболочки и аморфного микропровода при охлаждении. При этом необходимо учесть особенности деформации стекла и аморфного металлического микропровода при растяжении, поскольку из-за различных коэффициентов Пуассона и модулей Юнга при одной и той же внешней нагрузке эти части микропровода будут деформироваться по-разному.

Все дальнейшие оценки и расчеты соответствуют случаю упругой деформации, описываемой законом Гука. Учитывая, что концы микропровода закреплены вне измерительной катушки, предполагается, что при расчете напряжений в проводе можно пренебречь краевыми эффектами.

По аналогии с (25) запишем для стеклянной оболочки:

$$\sigma_{ст} = F / (S_{ст} + S_{ам} E_{ам} / E_{ст}) \quad (29),$$

где $\sigma_{ст}$ – растягивающее напряжение, приложенное к стеклянной оболочке;

F – приложенная сила;

$S_{ам}$ – площадь сечения аморфного металлического микропровода;

$S_{ст}$ – площадь сечения стеклянной оболочки;

$E_{ам}$ и $E_{ст}$ – модули Юнга аморфного микропровода и стекла, соответственно. Также запишем общее выражение для коэффициента Пуассона [97]:

$$\nu = \frac{\Delta d}{d} \frac{E}{\sigma} \quad (30),$$

где ν – коэффициент Пуассона;

Δd – изменение диаметра;

d – диаметр провода;

E – модуль Юнга;

σ – приложенное напряжение.

Из (25), (29) и (30) очевидно следуют выражения для изменения диаметра аморфного микропровода d и стекла:

$$\Delta d_{ст} = \frac{\nu_{ст} \sigma_{ам}}{E_{ам}} d_{ст} \quad (31),$$

$$\Delta d_{ам} = \frac{\nu_{ам} \sigma_{ам}}{E_{ам}} d_{ам} \quad (32),$$

где $\Delta d_{ст}$ и $\Delta d_{ам}$ – изменение внутреннего диаметра стекла и диаметра аморфного микропровода, соответственно;

$\nu_{ст}$ и $\nu_{ам}$ – коэффициенты Пуассона стекла и аморфного провода;

$\sigma_{ам}$ – напряжение, приложенное к аморфному проводу.

Будем считать коэффициент Пуассона для стекла равным 0,2, а для аморфного провода – 0,3. Такие значения являются типичными для этих материалов [101]. При этом будем полагать, что взаимодействие между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом отсутствует. Выполним построение кривых изменения диаметра аморфного провода и внутреннего диаметра стекла в зависимости от величины растягивающих напряжений, отнесенных к сечению аморфного металлического микропровода с соотношением $d/D = 0,7$ (рисунок 67).

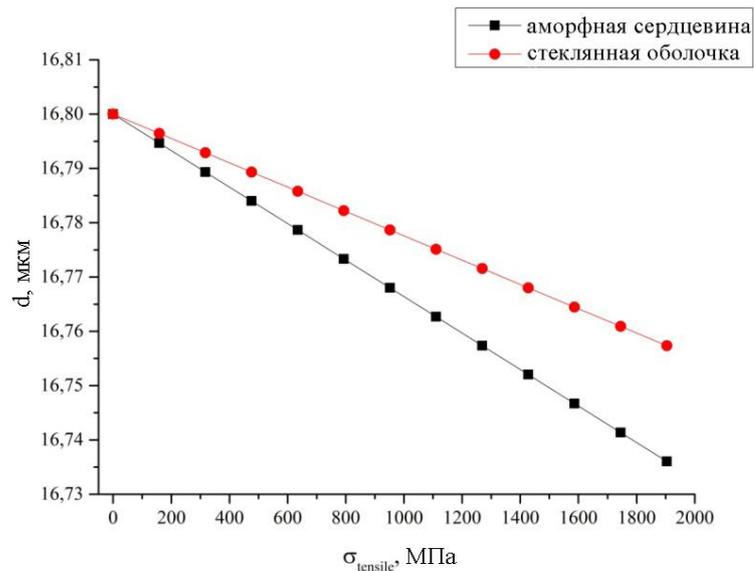


Рисунок 67 – Изменение внутреннего диаметра стекла и диаметра аморфного металлического микропровода в зависимости от растягивающих напряжений, приложенных к сечению микропровода

Из рисунка 67 становится очевидным, что поперечная деформация аморфного металлического микропровода происходит быстрее поперечной деформации стеклянной оболочки. При этом на всем диапазоне растягивающих напряжений изменения диаметра составляют сотые доли микрона. Такое изменение трудно считать значительным, однако необходимо учесть, что между аморфным проводом и стеклом должна существовать адгезия, препятствующая отделению стекла от аморфного микропровода. Напряжения, возникающие вследствие влияния адгезии, должны вносить изменения в тензор напряжений микропровода.

Как упоминалось ранее, в результате различных значений КТР стеклянной оболочки и аморфного провода по всему объему микропровода в стеклянной оболочке возникают дополнительные положительные вклады во все компоненты тензора напряжений. Однако, как было установлено из рисунка 67, при растяжении провода в стеклянной оболочке поперечная деформация аморфного микропровода оказывается больше, чем поперечная деформация покрывающего его стекла. Тогда можно предположить, что по мере изменения поперечных размеров микропровода при растяжении происходит постепенное

уменьшение вклада в компоненты тензора напряжений, обусловленного разницей КТР стекла и аморфного провода. Таким образом, с одной стороны, при растяжении микропровода происходит рост осевой компоненты тензора напряжений. С другой стороны, по мере изменения поперечных размеров микропровода при растяжении происходит постепенное уменьшение вклада в компоненты тензора напряжений, обусловленного разницей КТР стеклянной оболочки и аморфного металлического провода. Тогда можно предположить, что наличие линейного и степенного участков на кривых $H_c(\sigma)$ (рисунки 65, 66) обусловлено одновременным ростом и падением различных компонент тензора напряжений при растяжении микропровода.

4.5. Измерение напряжения адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода

Для оценки влияния адгезии на процесс растяжения микропроводов в стеклянной оболочке необходимо проведение измерения адгезии между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом. В работе [102] отмечают, что в случае измерения адгезии двух жестких твердых тел наиболее показателен метод отрыва, при котором разрушающая нагрузка прикладывается в направлении, перпендикулярном плоскости контакта поверхностей (отрыв) или параллельном ей (сдвиг). При этом производится оценка силы, отнесенной к площади контакта. Однако малые геометрические характеристики тонких микропроводов (диаметр микропровода и толщина стекла – единицы микрон) не позволяет использовать стандартные методы оценки адгезии. В данной работе были проведены эксперименты по измерению напряжения отрыва стеклянной оболочки от аморфного микропровода в соответствии со схемой, приведенной на рисунке 68.

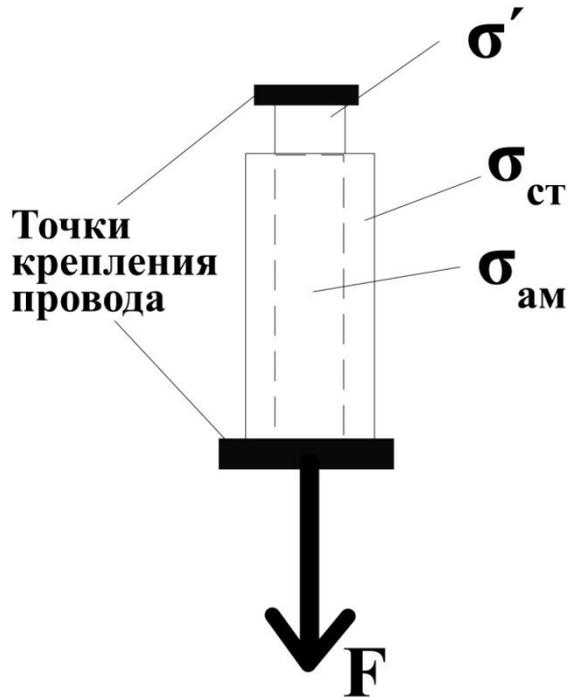


Рисунок 68 – Схема измерения напряжения отрыва стеклянной оболочкой от аморфного металлического микропровода

С одного из концов микропроводов оболочка удалялась. Свободный конец провода без стекла крепился неподвижным зажимным держателем. Другой (свободный) конец микропровода, покрытый стеклом, также крепился к зажимному держателю с возможностью подвешивания с этой стороны грузов различной массы. Последовательным увеличением массы груза достигался рост растягивающей силы F . С одной стороны, так как при данной схеме эксперимента деформации стекла и аморфного микропровода одинаковы, можем записать уравнения равновесия для такой системы:

$$\sigma_{ст}/E_{ст} = \sigma_{ам}/E_{ам} \quad (33)$$

$$\sigma_{ам}S_{ам} + \sigma_{ст}S_{ст} = F \quad (34),$$

где $\sigma_{ам}$, $\sigma_{ст}$ – напряжения в аморфном микропроводе и стекле, соответственно.

С другой стороны, в части провода, с которого удалена стеклянная оболочка, деформация, а, следовательно, и величина растягивающего напряжения определяются лишь величиной растягивающей силы (без необходимости учета модуля упругости стеклянной оболочке). То есть:

$$\sigma' S_{ам} = F \quad (35),$$

где σ' – величина напряжений в части аморфного микропровода без стеклянной оболочки.

Тогда можно записать:

$$\sigma' S_{\text{ам}} = \sigma_{\text{ам}} S_{\text{ам}} + \sigma_{\text{ст}} S_{\text{ст}} \quad (36).$$

Переходя от уравнения (36) к выражению деформации конца микропровода без стеклянной оболочки ε' , получим:

$$\varepsilon' = \varepsilon_{\text{ам}} + \sigma_{\text{ст}} S_{\text{ст}} / E_{\text{ам}} S_{\text{ам}} \quad (37),$$

где $\varepsilon_{\text{ам}}$ – деформация аморфного металлического микропровода в части, покрытой стеклом.

В соответствии со схемой, приведенной на рисунке 6б, и уравнением равновесия (36) оказывается, что разница деформаций аморфного микропровода в части, с которой стеклянная оболочка удалена, и в части провода, покрытой стеклянной оболочкой, приводит к возникновению сдвигового напряжения, стремящегося оторвать стеклянную оболочку от аморфного провода. Путем последовательного увеличения силы F можно добиться разрыва провода. По аналогии с выражением (24) для аморфного микропровода величина напряжений в стеклянной оболочке при растяжении определяется следующим выражением:

$$\sigma_{\text{ст}} = F / (S_{\text{ст}} + E_{\text{ам}} S_{\text{ст}} / E_{\text{ст}}) \quad (38).$$

Выполняя подстановку из (38) в (37), получим:

$$\varepsilon' = \varepsilon_{\text{ам}} + F S_{\text{ст}} / [E_{\text{ам}} S_{\text{ам}} (S_{\text{ст}} + E_{\text{ам}} S_{\text{ам}} / E_{\text{ст}})] \quad (39).$$

При этом второй член выражения (39) соответствует искомой разнице деформаций аморфного микропровода в стекле и без стекла. Тогда напряжение $\sigma_{\text{отр}}$, соответствующее данной деформации, можно рассчитать по следующей формуле:

$$\sigma_{\text{отр}} = F S_{\text{ст}} / S_{\text{ам}} (S_{\text{ст}} + E_{\text{ам}} S_{\text{ам}} / E_{\text{ст}}) \quad (40).$$

Данное напряжение в случае разрыва провода должно соответствовать напряжению отрыва стеклянной оболочки от аморфного микропровода. При этом важно также учитывать величину растягивающего напряжения. Оценка

напряжения отрыва $\sigma_{отр}$ будет корректной в том случае, если растягивающее напряжение, приложенное в момент разрыва провода, меньше предела прочности материала.

В соответствии со схемой, приведенной на рисунке 68, был проведен эксперимент по измерению напряжения отрыва для микропроводов, список которых приведен в таблице 9.

Таблица 9

Перечень микропроводов, изученных в рамках исследования напряжения отрыва стеклянной оболочки от металлической части провода

№	Состав	Диаметр d аморфного металлического микропровода, мкм	Внешний диаметр D , включающий стеклянную оболочку, мкм	d/D
1	$Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$	16,8	21,1	0,8
2	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	9	17,5	0,51
3	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	11,7	14	0,84
4	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	11,6	16,4	0,71
5	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	13,1	18,1	0,72
6	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	10,5	14,9	0,7
7	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	13,8	16,9	0,82
8	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	6,9	18,7	0,37
9	$Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$	11,7	15,6	0,75

Модуль Юнга аморфного микропровода принят равным 154 ГПа [96]. Модуль Юнга стеклянной оболочки состава Рутех составляет 64 ГПа [103]. На рисунке 69 представлены результаты измерения напряжения отрыва в зависимости от соотношения d/D .

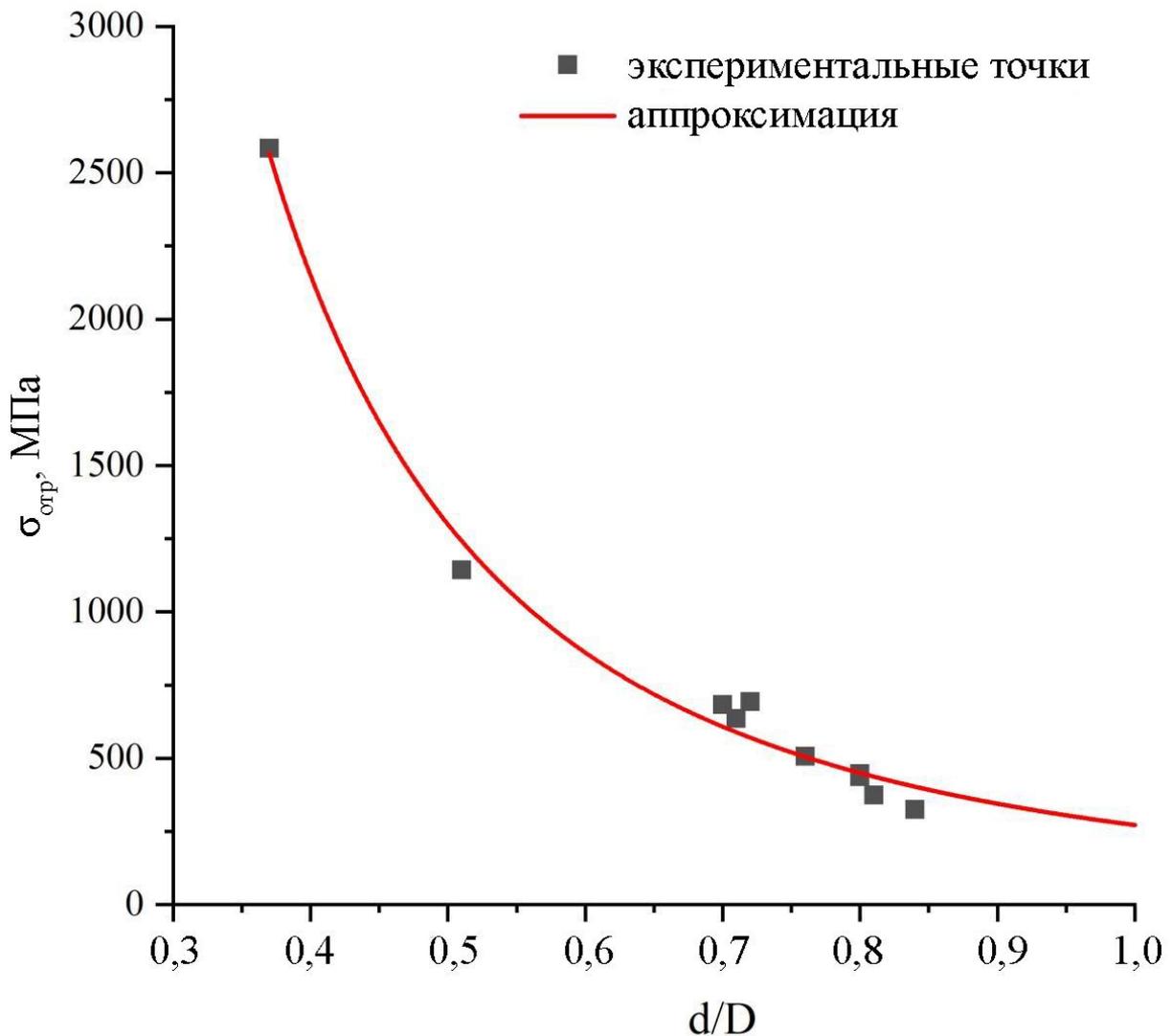


Рисунок 69 – Зависимость напряжения отрыва стеклянной оболочки от металлической части микропровода в зависимости от соотношения d/D

Из рисунка 69 видно, что по мере уменьшения соотношения d/D происходит увеличение напряжения отрыва стекла от аморфного микропровода. Необходимо учитывать, что микропровод в стеклянной оболочке находится в сложном деформированном состоянии, обусловленном охлаждением при получении. Металлическая часть исходного микропровода подвержена поперечной деформации сжатия, связанной с тем, что коэффициент термического расширения металлической части превышает коэффициент термического расширения стеклянной оболочки. Это приводит к тому, что в процессе растяжения микропровода по схеме, приведенной на рисунке 68, возникает сила трения между стеклянной оболочкой и аморфным металлическим проводом. Величина

силы трения окажется тем выше, чем больше величина сжимающего напряжения. В случае микропроводов с наименьшим соотношением d/D (то есть наиболее толстой стеклянной оболочкой) деформация сжатия оказывается наибольшей [38]. Кроме того, важно учесть факт отсутствия отделения металлической части микропровода от стеклянной оболочки при растяжении. Тогда, так как коэффициенты Пуассона металлической и стеклянной части микропровода различаются, при растяжении микропровода должны возникать дополнительные радиальные напряжения и соответствующая им поперечная деформация. Воспользуемся выражением для радиального смещения u_{rg} цилиндрической оболочки, подвергнутой внутреннему давлению (что соответствует возникающему радиальному напряжению) и осевой растягивающей нагрузке [106]:

$$u_{rg} = \frac{1-\mu_g}{E_g} \frac{r^2 \sigma_{ra}}{R^2-r^2} x + \frac{1+\mu_g}{E_g} \frac{r^2 R^2 \sigma_{ra}}{R^2-r^2} \frac{1}{x} - \frac{\mu_g \sigma_a}{E_a} x \quad (41),$$

где σ_a – осевое растягивающее напряжение в металлической части микропровода, μ_g – коэффициент Пуассона стеклянной оболочки, r и R – радиус металлической части провода и внешний радиус, включающий стеклянную оболочку, σ_{ra} – радиальное напряжение, возникающее между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом в процессе растяжения x – радиальная координата ($x = 0$ соответствует оси микропровода). Выражение (41) записано с учетом выражения (33), то есть осевая деформация стекла и аморфного провода предполагаются равными друг другу. Очевидно, что радиальные смещения стеклянной оболочки и аморфного металлического провода на границе между стеклом и аморфным проводом ($x = r$) равны друг другу. Тогда, в соответствии с обобщенным законом Гука для цилиндрического стержня запишем:

$$\frac{u_{rg}}{r} = \frac{\sigma_{ra} - \mu_a(\sigma_{\theta a} + \sigma_a)}{E_a} \quad (42),$$

где μ_a – коэффициент Пуассона аморфного металлического провода, $\sigma_{\theta a}$ – тангенциальное напряжение в аморфном металлическом проводе. Однако в случае деформации цилиндра $\sigma_{\theta a} = \sigma_{ra}$ [106]. Тогда выражение 42 упрощается. Подстановка выражения 41 в 42 позволяет выразить напряжение σ_{ra} :

$$\sigma_{ra} = \frac{E_g(\mu_g - \mu_a)(R^2 - r^2)\sigma_a}{E_a[r^2(1 - \mu_g) + R^2(1 + \mu_g)] - E_g(R^2 - r^2)(1 - \mu_a)} \quad (43).$$

Подставляя значения коэффициентов Пуассона $\mu_g = 0,2$, $\mu_a = 0,3$ [103, 107] и выражая (43) через $\rho = d/D = r/R$, получим:

$$\sigma_{ra} = \frac{6,4(\rho^2 - 1)\sigma_a}{168\rho^2 + 140} \quad (44).$$

На рисунке 70 представлены рассчитанные зависимости $\sigma_{ra}(\sigma_a)$ для микропроводов с различным соотношением d/D .

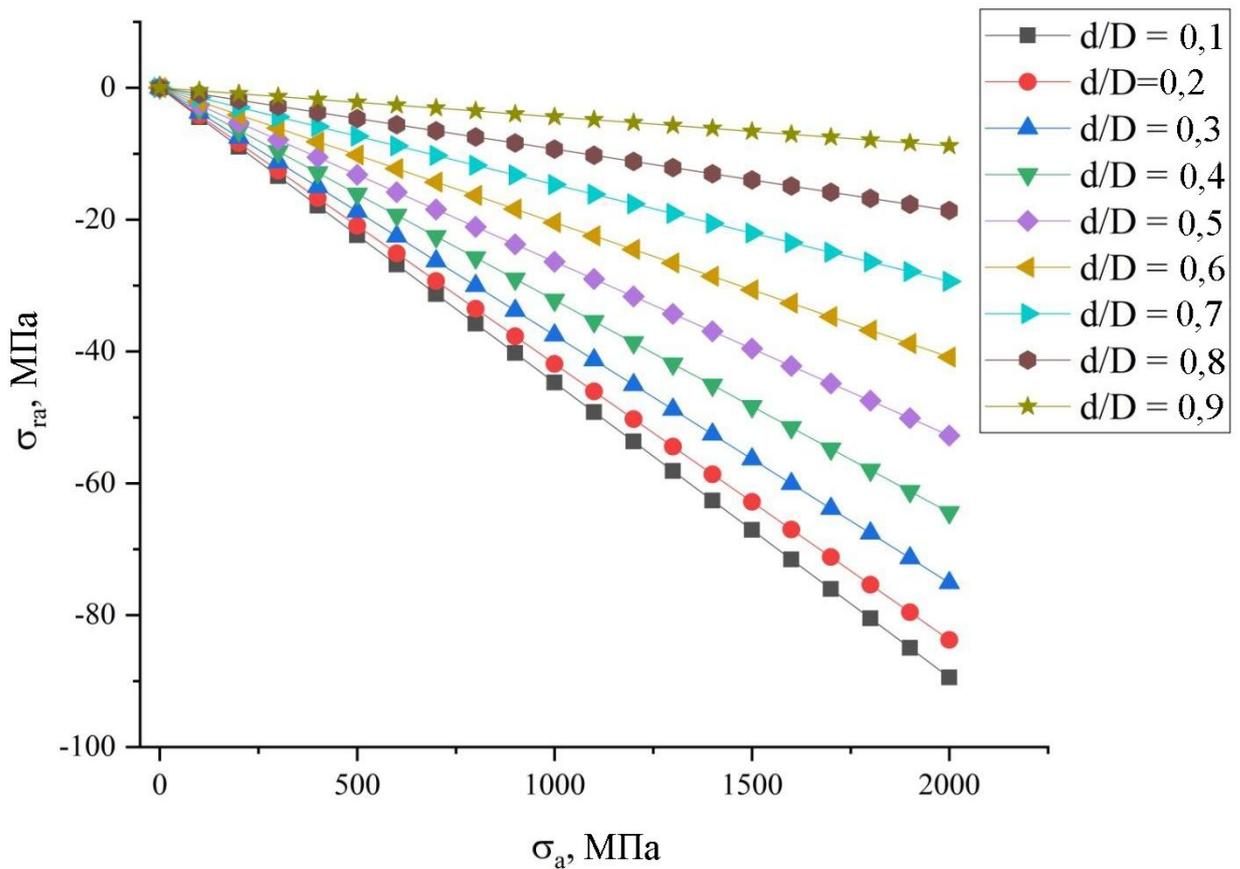


Рисунок 70 – Зависимости $\sigma_{ra}(\sigma_a)$ для микропроводов с различным соотношением d/D

Как видно из рисунка 70, радиальные напряжения, возникающие при растяжении микропроводов в стеклянной оболочке, составляют десятки МПа. В случае проводов с наиболее толстым стеклом ($d/D = 0,1$) радиальные напряжения достигают 90 МПа при максимальных нагрузках 2 ГПа. Сжимающие радиальные напряжения приводят к увеличению поперечной деформации сжатия микропровода и, как следствие, к росту силы трения. В случае проводов

с наименьшим соотношением d/D вклад добавочных радиальных напряжений оказывается наиболее существенным.

Таким образом, измеренные напряжения отрыва (рисунок 69), включают в себя напряжения, вызванные трением, связанным с разницей КТР металлического провода и стеклянной оболочки, трением, вызванным растяжением провода, а также адгезию материала. Можно заметить, что значения напряжений отрыва на рисунке 70 изменяются монотонно. Если аппроксимировать данную зависимость до соотношения близкого к $d/D = 1$, то можно предположить, что вклады, связанные с силой трения при таком соотношении нивелируются, так как стеклянная оболочка практически отсутствует. Коэффициент Chi аппроксимационной кривой, представленной на рисунке 69, равняется 0,99. Это подтверждает высокое соответствие экспериментальных точек и полученной аппроксимационной кривой. Значение напряжения отрыва по аппроксимационной кривой при $d/D = 1$ составляет 270 МПа. Данное значение соответствует величине адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода.

Из литературы [105] известно, что величина адгезии между железной и стеклянной поверхностями в воздухе составляет не менее 200 МПа и в ряде случаев может достигать единиц ГПа. Поэтому полученное значение адгезии хорошо соответствует известным экспериментальным данным.

Из литературы [104] известно, что при изготовлении аморфных микропроводов методом Улитовского-Тейлора между стеклянной оболочкой и металлической частью провода возникает промежуточный слой толщиной порядка сотен нм. Возникновение данного слоя обусловлено взаимной диффузией элементов металлической и стеклянной частей микропровода в процессе изготовления. В работе [104] показано, что для микропроводов состава $Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{10,6}Si_{14,5}$ с соотношением $d/D = 0,59$ толщина промежуточного слоя не превышает 500 нм. В пределах промежуточного слоя происходит постепенное изменение содержания элементов при переходе из стеклянной в металлическую часть провода: Fe от 0 до 70,8 wt %, Si от 30 до 14,5 wt %, O от 50 до 0 wt %. Как

отмечается в [104] основной причиной формирования промежуточного слоя в микропроводах на основе Fe является наличие несогласованных молекулярных сил на границе между стеклом и металлической частью провода. Вероятно, что наличие и размер промежуточного слоя также может влиять на величину адгезии. Мы предполагаем, что длительный отжиг микропровода ниже температуры кристаллизации должен привести к усилению взаимного проникновения элементов стеклянной и металлической частей провода и, соответственно, к увеличению размеров промежуточного слоя. Это, в свою очередь, должно привести к увеличению адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода. Для проверки данного предположения нами был проведен отжиг микропровода состава $Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$ ($d = 11,7$ мкм, $D = 15,6$ мкм, $d/D = 0,75$) при температуре 473 К в течение 7 суток (отжиг ниже температуры кристаллизации). По рентгенограмме отожженных микропроводов было установлено, что образцы микропровода остались после такого отжига аморфными.

Исходя из рисунка 69, величина напряжения отрыва для исходного микропровода состава $Fe_{70,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{16}$ с соотношением $d/D = 0,75$ составляет 515 МПа. После проведения отжига по схеме на рисунке 68 было измерено напряжение отрыва стекла от металлической части провода. Измеренная величина составила 865 МПа, что на 350 МПа выше исходной величины напряжения отрыва микропровода. Заметим, что отжиг не влиял на фазовый состав материала, а величина радиальных напряжений, возникающих при растяжении, зависит от свойств материала и соотношения d/D . Тогда, вероятно, что прирост напряжения отрыва на 350 МПа соответствует увеличению адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью провода. Данный результат особенно интересен с точки зрения применения микропроводов в стеклянной оболочке в датчиках напряжений. Увеличение адгезии между стеклянной и металлической частью провода может позволить добиться большей устойчивости микропроводов в стеклянной оболочке к воздействию внешних напряжений и, как следствие, расширить возможности их применения.

С учетом того, что средние напряжения в микропроводе находятся на уровне сотен МПа [38], величина адгезионного напряжения 270 МПа оказывается достаточной, чтобы, с одной стороны, обеспечить жесткую связь между аморфным микропроводом и стеклянной оболочкой, а с другой стороны, оказать влияние на изменение тензора напряжений при растяжении микропровода. Таким образом, вероятно, что именно связь между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом ответственна за различия в изменении коэрцитивной силы при растяжении микропроводов в оболочке и без оболочки.

Выводы по главе 4

1. Исследована эволюция магнитных гистерезисных свойств микропроводов состава $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ и $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ с различным исходным напряженным состоянием при их растяжении. Впервые экспериментально установлено, что:

- увеличение растягивающих напряжений приводит к росту коэрцитивной силы, при этом зависимость коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений в случае микропроводов без оболочки описывается степенной функцией;

- зависимость коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений для микропроводов в стеклянной оболочке состоит из линейной и степенной частей, при этом протяженность линейной области зависит от толщины стеклянной оболочки, и, как следствие, уровня напряжений, обусловленного разницей коэффициентов термического расширения металлического провода и стеклянной оболочки;

- уменьшение исходного напряженного состояния приводит к уменьшению скорости роста коэрцитивной силы при увеличении уровня напряжений;

- при растяжении микропроводов в стеклянной оболочке коэрцитивная сила растет медленнее, чем при растяжении проводов без оболочки, и достигает меньших значений, что связано с влиянием адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода.

2. Предложен способ измерения адгезии между металлическим микропроводом и стеклянной оболочкой. Установлено, что измеренная величина

адгезии составляет 270 МПа. Полученные значения находятся в хорошем согласии с существующими экспериментальными данными.

Заключение

1. Исследованы магнитная доменная структура аморфных и нанокристаллических микропроводов состава $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ и ее зависимость от условий термообработки. Установлено, что:

- релаксация внутренних напряжений приводит к увеличению среднего размера поверхностных доменов;
- образование нанокристаллической структуры приводит к существенному увеличению среднего размера поверхностных доменов (более чем в 3 раза) [1].

2. Показано, что при растяжении микропровода до напряжений, близких к половине предела прочности, средний размер поверхностных доменов уменьшается на 30 % по сравнению с исходным ненагруженным состоянием. Увеличение исходного напряженного состояния микропроводов тоже приводит к уменьшению размера поверхностных доменов [86].

3. Изучена эволюция средних напряжений в центральном и поверхностном слое аморфных микропроводов при растяжении. Установлено, что рост среднего уровня напряжений в поверхностном доменном слое происходит медленнее, чем в сердцевине [79].

4. Исследована эволюция коэрцитивной силы аморфных микропроводов состава $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ и $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ с различным исходным напряженным состоянием при их растяжении. Впервые экспериментально установлено, что уменьшение исходного напряженного состояния приводит к уменьшению скорости роста коэрцитивной силы [86].

5. Обнаружено, что для микропроводов без оболочки зависимость коэрцитивной силы от растягивающих напряжений описывается степенной функцией [79].

6. Установлено, что зависимость коэрцитивной силы от величины растягивающих напряжений для микропроводов в стеклянной оболочке состоит

из линейной и степенной частей, при этом протяженность линейной области зависит от толщины стеклянной оболочки и, как следствие, уровня напряжений, обусловленного разницей коэффициентов термического расширения металлического микропровода и стеклянной оболочки [79].

7. Показано, что при растяжении микропроводов в стеклянной оболочке коэрцитивная сила растет медленнее, чем при растяжении проводов без оболочки, и достигает меньших значений, что связано с влиянием адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода [79, 86].

Список литературы

1. Deposition of Nickel and Cobalt by Chemical Reduction / A. Brenner, G. Riddell // Journal of research of the National Bureau of Standards. – 1947. – Vol. 39 – P. 385.
2. Квазиклассическая теория аморфных ферромагнетиков / А.И. Губанов // ФТТ. – 1960. – Т.2. – С. 502-505.
3. Metastable Solid Solutions in the Gallium Antimonide-Germanium Pseudobinary System / P. Duwez, R.H. Willens, and W. Klement Jr. // Journal of Applied Physics. – 1960. – Vol. 31. – P. 1500.
4. Magnetic properties of amorphous ferromagnetic alloys // Journal of magnetism and magnetic materials / H. Kronmuller, M. Fahnle, M. Domann, H. Grimm, R. Grimm, B. Groger // Journal of magnetism and magnetic materials. – 1979. – Vol. 13. – pp. 53-70.
5. Specific natural ferromagnetic resonance in amorphous microwires covered by glass insulation / S.A. Baranov, V.S. Larin, A.V. Torcunov and A.N. Antonenco // Journal de Physique IV. – 1998. – Vol. 8. – pp. 265-268.
6. Ferromagnetic resonance, magnetic behaviour and structure of Fe-based glass-coated microwires / A. Zhukov, A.F. Cobeno, J. Gonzalez, A. Torcunov, E. Pina, M.J. Prieto, J.M. Blanco, V. Larin, S. Baranov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – Vol. 203. – pp. 238-240.
7. Ferromagnetic resonance study of FeCoMoB microwires during devitrification process / P. Klein, R. Varga, G. Infante, and M. Vazquez // Journal of Applied Physics. – 2012. – Vol. 111. – P. 0539920.
8. Magnetic bistability of glass-covered Fe-rich amorphous microwire: influence of heating treatments and applied tensile stress / J. Gonzalez, N. Murillo, V. Larin, J.M. Barandiaran, M. Vazquez, A. Hernando // Sensors and Actuators A: Physical. – 1997. – Vol. 59. – pp. 97-100.
9. Mechanisms of the ultrafast magnetization switching in bistable amorphous microwires / M. Ipatov, V. Zhukova, A.K. Zvezdin, and A. Zhukov // Journal of Applied Physics. – 2009. – Vol. 106. – P. 103902.

10. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire / R.S. Beach, A.E. Berkowitz // *Applied Physics Letters*. – 1994. – Vol. 64. – pp. 3652-3654.
11. Magneto-impedance effect in amorphous wires / L.V. Panina, and K. Mohri // *Applied Physics Letters*. – 1994. – Vol. 65. – P. 1189.
12. Evaluation of the linear magnetostriction in amorphous wires using the giant magneto-impedance effect / M. Knobel, C. Gomez-Polo, M. Vazquez // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1996. – Vol. 160. – pp. 243-244.
13. Influence of torsion and tensile stress on magnetoimpedance effect in Fe-rich amorphous microwires at high frequencies / C. Garcia, A. Chizhik, A. Zhukov, V. Zhukova, J. Gonzalez, J.M. Blanco, L.V. Panina // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2007. – pp. e896-e899.
14. Asymmetric magnetoimpedance in amorphous microwires due to bias current: Effect of torsional stress / N.A. Buznikov, A.S. Antonov, A.B. Granovsky // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2014. – Vol. 355. – pp. 289-294.
15. Impact of Stress Annealing on the Magnetization Process of Amorphous and Nanocrystalline Co-Based Microwires / A. Talaat, V. Zhukova, M. Ipatov, J.M. Blanco, J. Gonzalez, and A. Zhukov // *Materials*. – 2019. – Vol. 12. – P. 2644.
16. Magnetic Microstructure of Amorphous, Nanocrystalline, and Nanophase Ferromagnets / R.S. Iskhakov, S.V. Komogortsev // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2011. – Vol. 112. – pp. 666-681.
17. Физические свойства аморфных металлических материалов / Золотухин И.В.– М.: «Металлургия», 1986. – 176 с.
18. Металлические стекла / Под ред. Гильмана Дж.Дж. и Лими Х.Дж., США, 1978: Пер. с англ. – М.: Metallurgy, 1984. – 264 с.
19. Amorphous Metallic Alloys / F. Luborsky. – London: Butterwoths, 1983. – 496 p.
20. Physics of Ferromagnetism / S. Chikazumi. – New York: Oxford University Press, 1997. – 656 p.

21. A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses / Taylor G.F. // Phys. Rev. – 1924. – Vol. 23. – pp. 655-660.
22. Патент SU 165524 A1. СССР, МПК В22D 11/00. Способ получения микроизделия путем перетяжки: № 426016/22-2: заявл. 01.04.1948: опубл. 12.10.1964 / Н.М. Аверин, Ю.В. Денисов, А.В. Улитовский.
23. Wireless Stress Sensor Based on Magnetic Microwires / A. Marin //Book chapter in: Magnetic Sensors - Development Trends and Applications, London: InTech. – 2017. – pp. 17-38.
24. Патент SU 237941 A1. СССР, МПК Н01В 13/06. Способ производства литого микропровода из сплавов металлов в стеклянной изоляции: № 890645/24-7: заявл. 10.04.1964: опубл. 20.02.1969 / В.И. Заборовский, Е.Я. Бадинтер, Я.П. Борисов, В.Т. Брага, А.С. Быков, И. Зеликовский, О.А. Иванов, К.И. Копылов, В.И. Коробов, В.Г. Красиньков, А.М. Марютин, В.П. Матвеев, Л.П. Менчиков, С.В. Некраха, А.М. Пальчик, В.Н. Пархачев, Г.А. Понтов, Т.Н. Стасюк, П. В.Широков, К.А. Широкин, О.Г. Шишкин, В.А. Шпирнов, В.П. Цетенс.
25. Патент SU 630651 A1. СССР, МПК Н01В 13/16. Способ изготовления литого микропровода в сплошной стеклянной изоляции: № 2493636: заявл. 06.06.1977: опубл. 30.10.1978 / В.П. Клин, Б.П. Нам, Л.Я. Беленький, Н.А. Ковалева, И.С. Болгов.
26. Патент SU 128427 A1. СССР, МПК Н01В 13/06. Способ получения микропровода в стеклянной изоляции: № 426837: заявл. 08.09.1950: опубл. 10.10.1960 / А.И. Авраменко, И.М. Маянский, А.В. Улитовский.
27. Патент SU 427396 A1. СССР, МПК Н01В 13/06. Способ получения микропровода в стеклянной изоляции: № 1630787/24-7: заявл. 09.03.1971: опубл. 05.05.1974 / Т. Акабаез, В.В. Михалев, В.С. Тюньков, В.И. Филиппов, Т.Х. Чормонов.
28. Behavior of metal jet in the in-rotating-water spinning method / Y. Abe, K. Miyazawa, M. Nakamura, T. Ohashi // ISIJ. – 1987. – Vol. 27. – pp. 929-935.

29. Measurement of Saturation Magnetostriction of a Thin Amorphous Ribbon by Means of Small-Angle Magnetization Rotation/ K. Narita, J. Yamasaki, H. Fukunaga // IEEE Transactions on magnetic. – 1980. – Vol. Mag-16. – pp. 435-439.
30. Investigation of the magnetostriction coefficient of amorphous ferromagnetic glass coated microwires/ K. Chichay, V. Rodionova, V. Zhukova, S. Kaloshkin, M. Churyuknova, A. Zhukov // Journal of Applied Physics. – 2014. – Vol. 116. – P. 173904.
31. Non-contact method for stress monitoring based on stress dependence of magnetic properties of Fe-based microwires / M. Churyukanova, S. Kaloshkina, E. Shuvaeva, A. Stepashkina, M. Zhdanova, A. Aronin, O. Aksenov, P. Arakelov, V. Zhukov, A. Zhukov // Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – Vol. 748. – pp. 199-205.
32. Theory of ferromagnetic resonances in thin wires/ L. Kraus // Czech. J. Phys. – 1982. – Vol. 32. – pp. 1264-1282.
33. Glass-coated amorphous ferromagnetic microwires at microwave frequencies / M. Vazquez, A.-L. Adenot-Engelvin // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2009. – Vol. 321. – pp. 2066-2073.
34. Microwave properties of ferromagnetic composites and metamaterials / A.L. Adenot-Engelvin, C. Dudek, P. Toneguzzo, O. Acher // J. Eur. Ceram. Soc. – 2007. – Vol. 27. – P. 1029.
35. Magneto-impedance effect in amorphous wires/ L.V. Panina, K. Mohri // Appl. Phys. Lett. – 1994. – Vol. 65. – pp. 1189-1991.
36. Wire-length effect on GMI in $\text{Co}_{70,3}\text{Fe}_{3,7}\text{B}_{10}\text{Si}_{13}\text{Cr}_3$ amorphous glass-coated microwires/ F.X. Qina, H.X. Peng, M.H. Phan // Materials Science and Engineering B. – 2010. – Vol. 167. – pp. 129-132.
37. Combined current-modulation annealing induced enhancement of giant magnetoimpedance effect of Co-rich amorphous microwires/ J. Liu, F. Qin, D. Chen, H. Shen, H. Wang, D. Xing, M.-H. Phan, and J. Sun // Journal of Applied Physics. – 2014. – Vol. 115. – P. 17A326.

38. Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires/ H. Chiriac, T. A. Ovari, G. Pop // *Physical Review B*. – 1995. – Vol. 52. – pp. 10104-10113.
39. The stress dependence of the switching field in glass-coated amorphous microwires/ P. Aragonese, J.M. Blanco, L. Dominguez, J. Gonzalez, A. Zhukov, M. Vazquez // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1998. – Vol. 31. – pp. 3040-3045.
40. Magnetic behavior of glass-covered amorphous wires / H. Chiriac, T.A. Ovari, G. Pop // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1996. – Vol. 157-158. – pp. 227-228.
41. Stress dependence of the magnetic properties of glass-coated amorphous microwires / P. Corte-Leon, V. Zhukova, M. Ipatov, J.M. Blanco, J. Gonzalez, M. Churyukanova, J.M. Baraibar, S. Taskaev, A. Zhukov // *J. Alloy. Compd.* – 2019. – Vol. 789. – pp. 201-208.
42. Anisotropy and magnetization processes in Co-rich amorphous/ M. Rouabhi, R.W. Cochrane, D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu and A. Yelon // *Journal of Applied Physics*. – Vol. 85. – pp. 5441-5443.
43. Влияние упругих напряжений на сверхвысокочастотный магнитный импеданс аморфных магнитных микропроводов/ В.В. Попов, Е.В. Гомонай, В.Н. Бержанский // *Письма в ЖТФ*. – том 38, вып. 15. – 2012. – С. 67-73.
44. Dependence of magnetic properties of $(\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50})_{78}\text{Si}_7\text{B}_{15}$ amorphous wire on the diameter/ J.N. Nderu, Y. Shinokawa, J. Yamasaki // *IEEE Transactions on magnetic*. – 1996. – Vol. 32. – pp. 4878-4880.
45. Switching mechanism in Co based amorphous wire/ J.N. Nderu, J. Yamasaki, F.B. Humphrey // *J. Appl. Phys.* – 1997. – Vol. 81. – pp. 4036-4038.
46. Domain structure of ‘Thick’ amorphous microwire with nearly zero magnetostriction/ H. Chiriac, T.-A. Ovari, J. Yamasaki, A. Zhukov // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* – 2001. – Vol. 674. – pp. U.7.7.1-U. 7.7.6.
47. Magneto-optical Investigation of the Micromagnetic Structure and Magnetization Processes in $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{15}$ Amorphous Microwires / E.E. Shalygina, V.V. Molokanov, and M.A. Komarova // *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. – 2002. – Vol. 95, No. 3. - pp. 511-516.

48. Helical shell-domain structure in laser-annealed Co-based amorphous microwires analyzed by giant magnetoimpedance/ S.J. Ahn, Y.W. Rheem, S.S. Yoon, B.S. Lee, C.G. Kim, C.O. Kim // *Physica B.* – 2003. – Vol. 327. – pp. 410-414.
49. Magnetic structure and magnetization process of the glass-coated Fe-based amorphous microwire/ N.N. Orlova, A.S. Aronin, S.I. Bozhko, Yu.P. Kabanov, and V.S. Gornakov // *Journal of applied physics.* – 2012. – Vol. 111. – P. 073906.
50. Role of internal stresses in the formation of magnetic structure and magnetic properties of iron-based glass coated microwires / N.N. Orlova, V.S. Gornakov, and A.S. Aronin // *Journal of Applied Physics.* – 2017. – Vol. 121. – P. 205108.
51. Bi-magnetic microwires: a novel family of materials with controlled magnetic behavior / K.R. Pirota, M. Provencio, K.L. Garcia, R. Escobar-Galindo, P. Mendoza Zelis, M. Hernandez-Velez, M. Vazquez // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2005. – Vol. 290-291. – pp. 68-73.
52. Giant Magnetoimpedance (GMI) Effect and Field Sensitivity of Ferrofluid Coated $\text{Co}_{66}\text{Fe}_2\text{Si}_{13}\text{B}_{15}\text{Cr}_4$ Soft Magnetic Amorphous Microwire / Tarun Kumar Das, Sushil Kumar Mandal, Asish Kumar Panda, Soumya Bhattacharya, Pallab Banerji, Amitava Mitra // *Physics Procedia.* – 2014. – Vol. 54. – pp. 16-22.
53. Review on Recent Advances in the Field of Amorphous-metal Sensors and Transducers / K. Mohri // *IEEE Trans. Magn.* – 1984. – Vol. 20(5). – pp. 942-947.
54. Jitter-less pulse generator elements using amorphous bistable wires / K. Mohri, F. Humphrey, J. Yamasaki, K. Okamura // *IEEE Transactions on Magnetics.* – 1984. – Vol. 20. – pp. 1409-1411.
55. Amorphous wires and their applications/ P.T. Squire, D. Atkinson, R.J. M Gibbs, S. Atalay // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 1994. – Vol. 132. – pp. 10-21.
56. Microwires coated by glass: A new family of soft and hrd magnetic materials/ A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, M. Vazquez, V. Larin // *J. Mater. Res.* – 2000. – Vol. 15. – pp. 2107-2113.

57. Magnetoelastic sensor based on GMI of amorphous microwire/ A.F. Cobeno, A. Zhukov, J.M. Blanco, V. Larin, J. Gonzalez // *Sensors and actuators.* – 2001. – Vol. 91. – pp. 95-98.
58. Metamaterials Fabricated of Amorphous Ferromagnetic Microwires: Negative Microwave Permeability / A.V. Ivanov, V.Yu. Galkin, V.A. Ivanov, D.A. Petrov, Konstantin N. Rozanov, A.N. Shalygin, S.N. Starostenko // *Solid State Phenomena.* – 2009. – Vol. 152-153. – pp. 333-336.
59. An Embedded Stress Sensor for Concrete SHM Based on Amorphous Ferromagnetic Microwires / J. Olivera, M. Gonzalez, J.V. Fuente, R. Varga, A. Zhukov, and J.J. Anaya // *Sensors.* – 2014. – Vol. 14. – pp. 19963-19978
60. Recent advances of amorphous wire CMOS IC magneto-impedance sensors: Innovative high-performance micromagnetic sensor chip / K. Mohri, T. Uchiyama, L.V. Panina, M. Yamamoto // *Journal of Sensors.* – 2015. – Vol. 2015. – pp. 1-8.
61. Effects of longitudinal currents and torsion on the magnetization processes in amorphous wires / J.L. Costa, Y. Makino, K.V. Rao // *IEEE Transactions on Magnetics.* – 1990. – Vol. 26. – pp. 1792-1794.
62. Large Barkhausen discontinuities in Co-based amorphous wires with negative magnetostriction / J. Yamasaki, F. B. Humphrey, K. Mohri, H. Kawamura, H. Takamura, and R. Malmhall // *Appl. Phys.* – 1988. – Vol. 63. – P. 3949.
63. Magnetoelastic anisotropy distribution in glass-coated microwires / J. Velazquez, M. Vazquez, and A.P. Zhukov // *Journal of Materials Research.* – 1996. – Vol. 11. – pp. 2499-2505.
64. Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires / M. Vazquez, A.P. Zhukov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 1996. – Vol. 160. – pp. 223-228.
65. Giant magneto-impedance in Co-Rich amorphous wires and films / L.V. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, M. Noda // *IEEE Transactions on magnetic.* – 1995. – Vol. 31. – pp. 1249-1260.

66. Structure of magnetic domain wall in cylindrical microwire/ A. Janutka, P. Gawronski // Transactions on magnetic. – 2014. – Vol. 51. – P. 1500106.
67. Domain wall propagation in Fe-rich amorphous microwires / L.V. Panina, M. Ipatov, V. Zhukova, and A. Zhukov // Phys. B, Condens.Matter. – 2012. – Vol. 407. – pp. 1442-1445.
68. Fast magnetic domain wall in magnetic microwires / R. Varga, A. Zhukov, J.M. Blanco, and M. Ipatov // Physical Review B. – 2006. – Vol. 74. – P. 212405.
69. Mechanism of Magneto-Impedance effect in amorphous magnetic wires / L.V. Panina, K. Mohri // J. Mag. Soc. Japan. – 1994. – V. 18. – pp. 245-249.
70. Design of the Magnetic Properties of Fe-Rich, Glass-Coated Microwires for Technical Applications / A. Zhukov // Advanced Functional Materials. – 2006. – Vol. 16. – pp. 675-680.
71. The magnetization reversal process in amorphous wire / M. Vazquez, D.-X. Chen // IEEE Trans. Magn. – 1995. – Vol. 31. – pp. 1229-1238.
72. An embedded stress sensor for concrete SHM based on amorphous ferromagnetic microwires/ J. Olivera, M. González, V. Fuente José, R. Varga, A. Zhukov and J. Anaya José // Sensors. – 2014. – Vol. 14. – pp. 19963-19978
73. Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire / C. Herrero-Gomez, A.M. Aragon, M. Hernando-Rydings, P. Marin, A. Hernando // Applied Physics Letters. – 2014. - Vol. 105. – P. 092405.
74. Magneto-Impedance Element Using Amorphous Micro Wire / K. Bushida, M. Noda, L.V. Panina, H. Yoshida, T. Uchiyama, K. Mohri // IEEE Translation Journal on Magnetism in Japan. – 1994. – Vol. 9. – pp. 7-14.
75. Анализ возможностей использования аморфных микропроводов в магнитоимпедансных датчиках, предназначенных для информационно-измерительных и управляющих систем / О.И. Аксенов, А.В. Рыбаков // Прикаспийский журнал: управление и высокие технологии. – 2016. – №2. – С. 98-111.

76. Novel Applications of Bistable Magnetic Microwires / R. Sabol, P. Klein, T. Ryba, L. Hvizdos, R. Varga, M. Rovnak, I. Sulla, D. Mudronova, J. Galik, I. Polacek, J. Zivcak, R. Hudak // *Acta Physica Polonica A*. – 2017. – Vol. 131. – pp. 1150-1152.
77. Magneto-optical indicator film observation of domain structure in magnetic multilayers / L.H. Bennett, R.D. McMichael, L.J. Swartzendruber, S. Hua, D.S. Lashmore, A. J. Shapiro, V. S. Gornakov, L.M. Dedukh, and V. I. Nikitenko // *Applied Physics Letters*. – 1995. – Vol. 66. – P. 888.
78. Chirality of a forming spin spring and remagnetization features of a bilayer ferromagnetic system / V.S. Gornakov, Yu. P. Kabanov, V.I. Nikitenko, O.A. Tikhomirov, A.J. Shapiro, and R.D. Shull // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* volume. – 2004. – Vol. 99. – pp. 602-612.
79. The change of domain structure of the amorphous microwire of $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ composition under thermal treatment / O.I. Aksenov, G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, N.N. Orlova, M.N. Churyukanova, V.A. Zhukova, and A.P. Zhukov // *Journal of Applied Physics*. – 2017. – Vol. 122. – P. 235103.
80. Структурный анализ жидкостей и аморфных тел / Скрышевский А.Ф. – М.: Высшая школа, 1980. – 328 с.
81. Дифракционный структурный анализ / Суворов Э.В. – М.: ЮРАЙТ, 2019. - 273 с.
82. Рентгенография кристаллов. Теория и практика / Гинье А. – М.: Государственное издательство физико-математической литературы, 1961. – 604 с.
83. The Principles and Practice of Electron Microscopy / Watt I.M. – Cambridge: Cambridge University Press, 1997. – 484 p.
84. Металлические стекла / Кестер У., Герольд У.. – М.: Мир, 1983. – 376 с.
85. Atom probe tomography study of ultrahigh nanocrystallization rates in FeSiNbBCu soft magnetic amorphous alloys on rapid annealing / K.G. Pradeep, G. Herzer, P. Choi, D. Raabe // *Acta Materialia*. – 2014. – Vol. 69. – pp. 295-309.

86. Stress state effect on the magnetic properties of amorphous microwires / O.I. Aksenov, N. Orlova, M.N. Churyukanova, A.S. Aronin // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, – 2020. – Vol. 495. – P. 165878.
87. Interdomain wall in amorphous glass-coated microwires / H. Chiriac, T.-A. Ovari, S. Corodeanu, and G. Ababei // *Phys. Rev. B*. – 2007. – Vol. 76. – P. 214433.
88. Nanocrystalline soft magnetic materials / G. Herzer // *Phys. Scr.* – 1993. – Vol. T49. – pp. 307-314.
89. Кристаллизация аморфного сплава $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ выше температуры стеклования / Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, В.А. Стельмух // *Физика твердого тела*. – 1991. – Т. 33. – С. 3570-3576.
90. Crystallization behaviour of amorphous $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ / G. Rixecker, P. Schaaf, and U. Conser // *J. Phys.: Condens. Matter*. – 1992. – Vol. 4. – pp. 10295-10310.
91. Study of length of domain walls in cylindrical magnetic microwires / A. Chizhik, J. Gonzalez, A. Zhukov, P. Gawronski // *Journal of magnetism and magnetic materials*. – 2020. – Vol. 512. – P. 167060.
92. Transformation of magnetic structure in amorphous microwires induced by temperature and high frequency magnetic field / A. Chizhik, A. Stupakiewicz, V. Zablotskii, M. Tekielak, V. Stupakevich, A. Zhukova, J. Gonzalez, A. Maziewski // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – Vol. 632. – pp. 520-527.
93. Relating surface roughness and magnetic domain structure to giant magneto-impedance of Co-rich melt-extracted microwires / S.D. Jiang, T. Eggers, O. Thiabgoh, D.W. Xing, W.D. Fei, H.X. Shen, J.S. Liu, J.R. Zhang, W.B. Fang, J.F. Sun, H. Srikanth, and M.H. Phan // *Sci. Rep.* – 2017. – Vol. 7. – P. 46253.
94. Cryogenic Joule annealing induced large magnetic field response of Co-based microwires for giant magneto-impedance sensor applications / D.M. Chen, D.W. Xing, F.X. Qin, J.S. Liu, H.X. Shen, H.X. Peng, H. Wang, and J.F. Sun // *J. Appl. Phys.* – 2014. – Vol. 116. – P. 053907.

95. Influence of the sample length on the switching process of magnetostrictive amorphous wire / A.M. Severino, C. Gomez-Polo, P. Marin, and M. Vazquez // *J. Magn. Magn. Mat.* – 1992. – Vol. 103. – pp. 117-125.
96. Magnetomechanical properties in FINEMET type alloy / A.H. Duong, L. Malkinski, and R. Grossinger // *VACETS VTIC '97 proceedings.* – 1997. – P. 40.
97. Deformation Theory of Plasticity / R.M. Jones // Bull Ridge Corporation, Blacksburg, Virginia. – 2009. – 640 P.
98. The method of hysteresis properties measurement for magnetic microwires under stretching in situ / O.I. Aksenov, N.N. Orlova and A.S. Aronin // *Instruments and Experimental Techniques.* – 2019. - Vol. 62. – pp. 135-137.
99. Microwire and resistivity devices / E.Ia. Badinter and E.M. Lysko // *Shtinitsa, Kishinev.* – 1962. – pp. 52-62.
100. Tensor components of the magnetization in twisted Fe-rich amorphous wire / L. Kraus, S.N. Kane, M. Vazquez, G. Rivero, E. Fraga, and A. Hernando // *J. Appl. Phys.* – 1994. – Vol. 75. – pp. 6952-6954.
101. On Poisson's ratio of glass and liquid vitrification characteristics / G.P. Johari // *Philosophical Magazine.* – 2006. – Vol. 86. – pp. 1567-1579.
102. Adhesion Measurement of Films and Coatings / (ed.) K. L. Mittal // *VSP: Utrecht, The Netherlands.* – 1995. – 456 P.
103. Handbook of Glass Properties / N.P. Bansal, R.H. Doremus. – Amsterdam: Elsevier LTD, 1986. – 680 P.
104. Studies of interfacial layer and its effect on magnetic properties of glass-coated microwires / A. Zhukov, E. Shuvaeva, S. Kaloshkin, M. Churyukanova, E. Kostitsyna, M. Zhdanova, A. Talaat, M. Ipatov, and V. Zhukova // *Journal of Electronic Materials.* – 2016. – Vol. 45. – pp. 2381-2387.
105. Адгезия пленок и покрытий / Зимон А.Д. – М.: Химия, 1977. – 352 с.
106. Соппротивление материалов / Писаренко Г.С. – Киев: Вища школа, 1979. – 696 с.

107. Understanding the effects of Poisson's ratio on the shear band behavior and plasticity of metallic glasses / G.N. Yang, B.A. Sun, S.Q. Chen, J.L. Gu, Y. Shao, H. Wang, and K.F. Yao // *Journal of Materials Science*. – 2017. – Vol. 52. – P. 6789.