

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»

Автореферат на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Черноголовка — 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук» (ИФТТ РАН)

**Научный руководитель:** **Аронин Александр Семенович**  
Доктор физико-математических наук,  
профессор

**Официальные оппоненты:** **Исхаков Рауф Садыкович**  
доктор физико-математических наук,  
профессор, заведующий лабораторией  
физики магнитных плёнок Института  
физики им. Л. В. Киренского Сибирского  
отделения Российской академии наук –  
обособленного подразделения ФИЦ КНЦ  
СО РАН

**Морозов Юрий Георгиевич**  
доктор физико-математических наук,  
ведущий научный сотрудник  
Федерального государственного  
бюджетного учреждения науки Института  
структурной макрокинетики и проблем  
материаловедения им. А.Г. Мержанова  
РАН.

**Ведущая организация:** Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования «Национальный  
исследовательский технологический  
университет «МИСиС»

Защита состоится «\_\_» \_\_\_\_\_ 2021 г. в \_\_ ч. \_\_ мин. на заседании диссертационного совета Д.002.114.01 при ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН по адресу: 119333, г. Москва, Ленинский пр-кт, д. 59, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН <https://www.kif.ras.ru>.

Автореферат разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2021 года.

Ученый секретарь диссертационного  
совета Д.002.114.01  
кандидат физико-математических  
наук

Фролов К.В.

©Аксенов О.И. 2021 г.  
©ИФТТ РАН, 2021

## Общая характеристика работы

### Актуальность темы.

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. Позже А.И. Губанов 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.

Аморфные ферромагнетики обладают магнитной упорядоченностью в ориентации нескомпенсированных спинов, но при этом не имеют кристаллической решетки (отсутствует дальний порядок в расположении атомов). Одним из способов их получения является скоростная закалка 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.

Аморфные ферромагнитные микропровода обладают широким спектром магнитных и высокочастотных свойств, таких как естественный ферромагнитный резонанс (поглощение электромагнитного излучения в гигагерцовом диапазоне), бистабильное перемагничивание (прямоугольная петля гистерезиса), эффект гигантского магнитного импеданса (увеличение полного сопротивления во внешнем магнитном поле до нескольких сотен процентов), малая коэрцитивная сила (порядка сотых эрстеда) выделяют аморфные микропровода среди других аморфных ферромагнетиков [1]. 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. Эти и многие другие причины подчеркивает 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. 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. Проведение комплексного исследования магнитной доменной структуры и гистерезисных свойств микропроводов в зависимости от уровня внутренних напряжений обеспечит полное понимание процессов эволюции магнитных характеристик микропроводов для задания желаемых свойств. Это и определило актуальность данной работы.

#### **Цель работы:**

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 структуры и эволюции магнитных свойств;
- изучение влияния магнитострикции на магнитные свойства и доменную структуру микропроводов.

#### **Для достижения поставленной 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 отожженных 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.

#### **Практическая значимость.**

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

#### **Достоверность полученных результатов:**

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, широким набором экспериментальных данных и использованием статистических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

#### **Апробация работы:**

Результаты работы докладывались на: XXVI российской конференции по электронной микроскопии (РКЭМ-2016) в рамках международного форума «Техноюннити – РКЭМ 2016» (Зеленоград, 2016), II Международном форуме "Техноюннити – Электронно-лучевые технологии для микроэлектроники",

(Зеленоград, 2017), VII Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (Москва, 2017), Молодежной научной школы 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 Международной конференции "Фазовые превращения и прочность кристаллов" (ФППК-2018) (Черноголовка, 2018), Конференции «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-2018) (Москва, 2018), XXVII Российской конференции по электронной микроскопии (РКЭМ-2018) (Черноголовка, 2018), IV Междисциплинарном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (Москва, 2018), VIII Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (Черноголовка, 2019), V междисциплинарном научном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (Москва, 2019), конференции с международным участием «Электронно-лучевые технологии» (КЭЛТ–2019) (Черноголовка, 2019), 24th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM-2017) (Spain, 2017).

**На защиту выносятся:**

1. Результаты исследования влияния механических напряжений и величины магнитострикции на магнитную структуру микропроводов с положительной магнитострикцией.
2. Зависимости коэрцитивной силы аморфных микропроводов состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  и  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$  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.

## **Публикации**

По результатам диссертационной работы опубликовано 6 статей в рецензируемых научных журналах.

## **Структура и объем работы**

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.

## **Основное содержание работы**

**Во введении** дана общая характеристика диссертационной работы, обоснована актуальность темы исследования, сформулирована цель исследований, изложены новизна и практическая значимость работы, сформулированы основные защищаемые положения.

**Первая глава** представляет собой аналитический обзор литературы, посвященной магнитной структуре и свойствам аморфных микропроводов, и их применению в качестве чувствительных элементов электронных устройств. Приводятся актуальные данные по изученным магнитным свойствам и установленным закономерностям в их эволюции. Выделяются актуальные вопросы и проблемы, не рассмотренные в существующей литературе.

Глава заканчивается выводами и постановкой задач исследования.

**Во второй главе** рассматриваются используемые методики исследования атомной и магнитной структуры и магнитных свойств аморфных микропроводов.

В качестве объектов исследования были выбраны аморфные 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 различным диаметром и толщиной стеклянной оболочки, полученные методом Улитовского-Тейлора. Аморфный сплав  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  обладает высокими значениями магнитной индукции насыщения, имеет широкое распространение в электронной технике и является основой для создания нанокристаллических сплавов. Одним из таких нанокристаллических сплавов является сплав  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ . При отжиге аморфного сплава данного состава при температуре выше  $500\text{ }^\circ\text{C}$  в нем

образуются нанокристаллы твердого раствора кремния в железе. При этом исходная аморфная матрица обладает положительной магнитострикцией. Нанокристаллы твердого раствора кремния в железе обладают отрицательной магнитострикцией. Таким образом, по мере увеличения доли нанокристаллов твердого раствора кремния в железе магнитострикция сплава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  понижается. Создание нанокристаллической структуры в сплаве  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  путем отжига из аморфного состояния приводит к существенному улучшению магнитных свойств (повышению магнитной проницаемости, уменьшению коэрцитивной силы), происходящим вследствие уменьшения эффективной магнитной анизотропии.

Изученные в рамках данной работы микропровода исследовались в двух состояниях: в стеклянной оболочке и без нее. Такой подход позволял исследовать микропровода одинакового состава и диаметра с различным уровнем внутренних напряжений. Кроме того, это позволило изучить влияние стеклянной оболочки на процессы эволюции напряженного состояния и, как следствие, магнитных свойств.

Для исследования магнитных гистерезисных свойств были использованы следующие методики индукционной магнитометрии.

1) Магнитные измерения с помощью флюксметра. Этот метод позволил провести измерения эволюции гистерезисных свойств микропроводов при их растяжении *in situ*.

2) Вибрационная магнитометрия. Данный метод использовался нами для измерения величины остаточной намагниченности и намагниченности насыщения микропроводов.

Магнитооптический метод индикаторных пленок (МОИП) был использован для изучения магнитной доменной структуры микропроводов с различным исходным уровнем внутренних напряжений (различным диаметром), величиной магнитострикции, а также при растяжении проводов *in situ*.

Структура и фазовый состав исходных и отожженных образцов исследовались методом рентгенографии на дифрактометре SIEMENS D-500 с



использованием  $\text{Co K}_\alpha$ -излучения. 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.

Контроль снятия стеклянной оболочки микропроводов, определение геометрических параметров (толщина стекла, диаметр аморфного микропровода), контроль качества образцов до и после деформационных испытаний, определение состава микропроводов проводилось с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP с приставкой для рентгеноспектрального микроанализа.

**В главе 3** представлены результаты: 1) аттестации изученных образцов микропроводов (рентгеновские спектры; результаты сканирующей электронной микроскопии); 2) исследования магнитной доменной структуры микропроводов с положительной магнитострикцией при изменении уровня внутренних механических напряжений и величины магнитострикции.

**В разделе 3.1.** приведены результаты рентгеновских исследований структуры изученных микропроводов.

Отжиг аморфного сплава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$  приводит к формированию в нем нанокристаллической структуры, что сопровождается уменьшением магнитострикции материала. Для изучения влияния магнитной анизотропии микропроводов на их магнитную доменную структуру была проделана серия отжигов аморфных микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$  при температуре 550 °C (0,5, 1, 2 и 5 часов). Для оценки влияния среднего уровня внутренних механических напряжений на магнитную структуру также был проведен релаксационный отжиг проводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$  при температуре 270 °C в течение часа. Исходные образцы были аморфными (рисунок 1, 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.

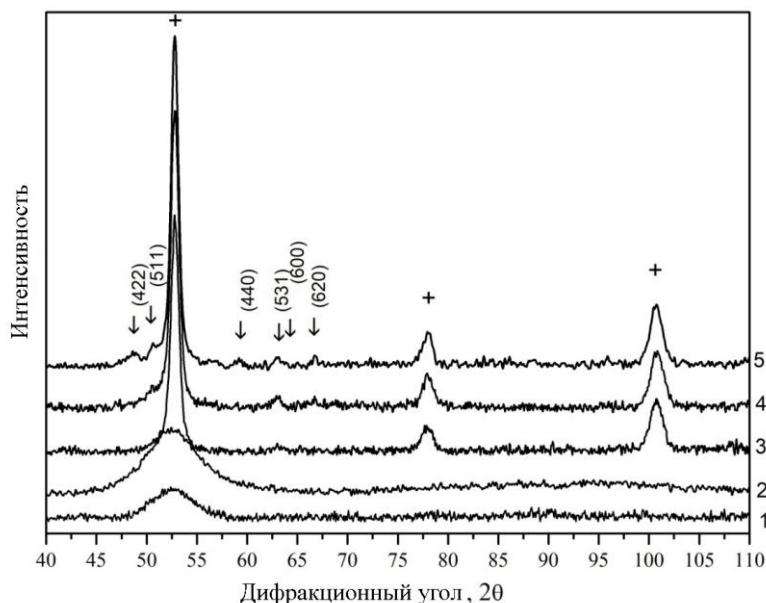


Рисунок 1 – Рентгенограммы: исходного микропровода состава  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$  (1); исходного микропровода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  (2); и отожженных при 550°С в течение 1, 2 и 5 часов (кривые 3, 4, 5, соответственно) образцов микропровода  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ .

При увеличении температуры отжига начинается кристаллизация аморфной фазы. На рис. 1 кривые 3-5 представляют собой рентгенограммы образцов, отожженных при температуре при 550°С в течение 1, 2 и 5 часов, соответственно. На начальной стадии кристаллизации (рис. 1 кривая 3) происходит образование нанокристаллов твердого раствора кремния в железе  $Fe(Si)$ , дифракционные отражения от этой фазы помечены на рентгенограмме крестиками.

**В разделе 3.2.** приведены результаты исследования состояния поверхности микропроводов методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа. Проведено измерение геометрических параметров микропроводов (диаметра микропровода, толщины стеклянной оболочки).

Кроме определения 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 провода осуществлялась на куске микропровода длиной 10 мм с шагом около 75 мкм вдоль длины провода. 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. %). Такая неоднородность в распределении элементов сплава может приводить как к локальным изменениям доменной структуры аморфного микропровода, так и к различиям в структуре отдельных участков при кристаллизации из аморфного состояния.

**В разделе 3.3.** приведены результаты исследования магнитной структуры микропроводов при их растяжении *in situ*. На рисунке 2 представлены МОИП изображения доменной структуры исходного микропровода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  под действием растягивающих напряжений от 0 до 1,6 ГПа и соответствующие Фурье-образы полученного доменного контраста. Темные и светлые области соответствуют участкам доменной структуры микропровода, имеющим выходящие и входящие (по отношению к поверхности провода) компоненты локальных магнитных полей рассеяния. Фурье-образы были получены с полосы доменного контраста, наблюдаемого на МОИП изображении. Наличие интенсивных симметричных пиков на Фурье-образе свидетельствует о наличии характерного размера доменов. Положение пиков на Фурье-образе позволяет оценить характерный средний размер доменов.

Установлено, что средняя величина поверхностных доменов в исходном состоянии составляет 5,5 мкм. По мере растяжения под действием осевых напряжений размер поверхностных доменов уменьшается. При осевом растягивающем напряжении 1600 МПа средний размер поверхностных доменов составляет 4 мкм. То есть наблюдается уменьшения размера на 30 процентов.

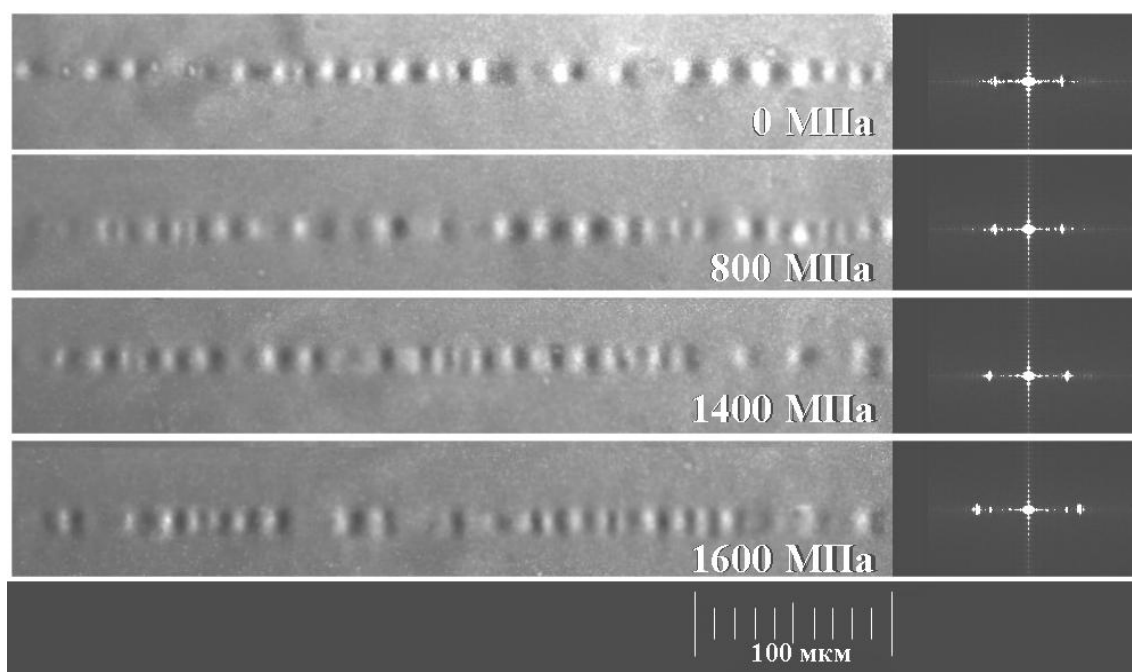


Рисунок 2 – Исходный микропровод. МОИП изображения доменной структуры провода без оболочки состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$  (диаметр микропровода  $d = 16,8$  мкм) при растяжении *in situ* и соответствующие им Фурье-образы доменного контраста при приложении растягивающего напряжения вдоль оси провода

**В разделе 3.4.** приведены результаты исследования магнитной структуры микропроводов в зависимости от изменения уровня закалочных напряжений (диаметра аморфного микропровода) в микропроводах и величины магнитострикции. На рисунке 3 представлены МОИП изображения доменной структуры микропроводов с различным диаметром микропровода.

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, что интересно, с учетом незначительного различия в диаметрах (16,8 и 16,3 соответственно), а также различия в магнитострикции насыщения ( $39 \times 10^{-6}$  и  $33 \times 10^{-6}$ ). Как и в предыдущем подразделе, с изображения доменного контраста были также получены Фурье-образы доменного контраста.

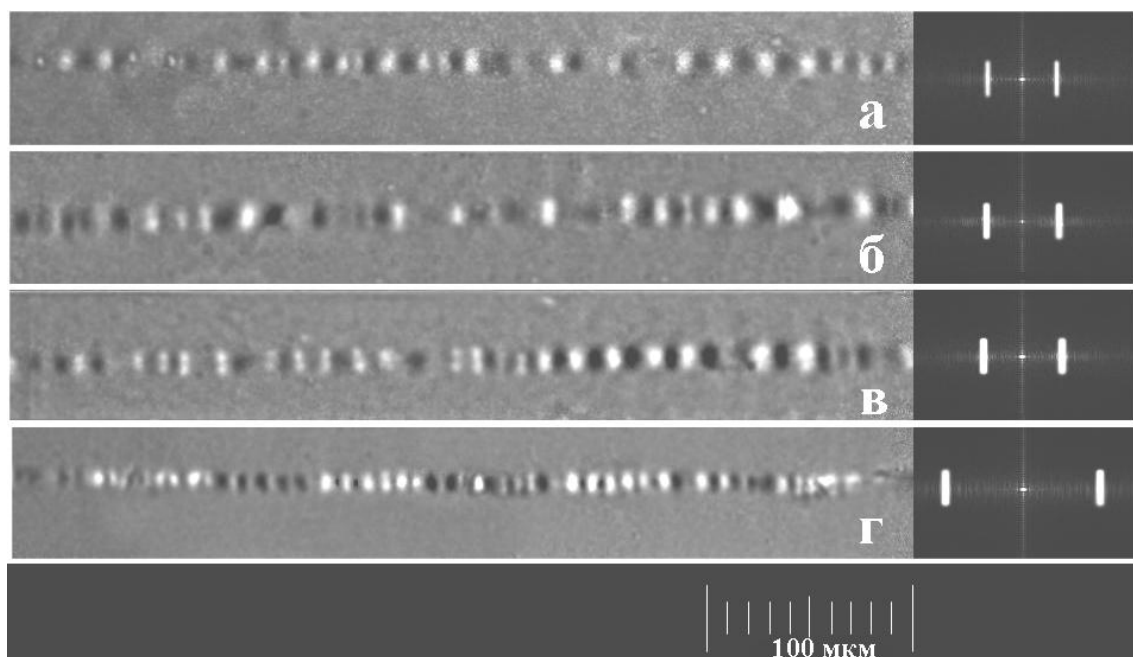


Рисунок 3 – МОИП изображения доменной структуры проводов без оболочки и соответствующие им Фурье-образы с полосы доменного контраста шириной 440 мкм: а) состав  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ , диаметр  $d = 16,8$  мкм; б) состав  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ , диаметр  $d = 16,3$  мкм; в) состав  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ , диаметр  $d = 10,4$  мкм; г) состав  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ , диаметр  $d = 7,4$  мкм

Средний размер поверхностных доменов для провода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  с диаметром 16,8 мкм составляет 5,5 мкм. Средний размер поверхностных доменов для провода состава  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$  с диаметром 16,3 мкм отличается незначительно и составляет 5,7 мкм, что соответствует приросту размера на 4 % относительно провода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ . Для микропровода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  и диаметром  $d = 10,4$  мкм средний размер поверхностных доменов составляет 5 мкм. Для провода  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  и 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.

**В разделе 3.5.** приведены результаты исследования эволюции магнитной структуры при отжиге микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ . На рисунке 4 представлены Фурье-образы доменного контраста на МОИП-изображениях всех исследованных микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ .

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

Наблюдаемое увеличение размера поверхностных доменов в проводах, подвергнутых релаксационному отжигу, связано с уменьшением в них уровня внутренних напряжений и, как следствие, константы магнитоупругой анизотропии. Существование поверхностной доменной структуры на МОИП изображениях микропроводов, отожженных при 550 °С в течение 1 часа, свидетельствует о том, что магнитострикция проводов еще остается положительной, что соответствует литературным данным [2].

Наблюдаемое на МОИП изображениях увеличение размера доменов в результате отжига при температуре 550 °С в течение 0,5 и 1 ч объяснено в предположении об уменьшении магнитоупругой энергии за счет уменьшения уровня: 1) внутренних напряжений вследствие отжига; 2) магнитострикции в результате нанокристаллизации.

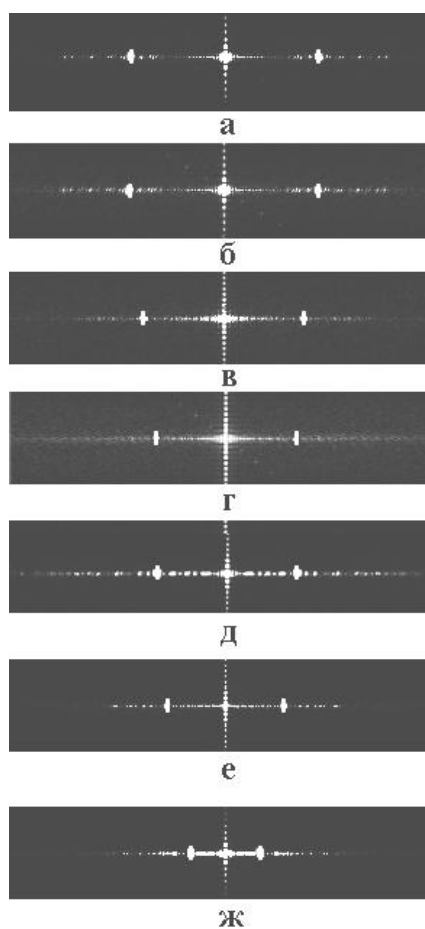


Рисунок 4 – Фурье-образы МОИП-изображений микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ : а) исходный, без поля; б) исходный, в поле 80 Э; в) отожженный в оболочке при 270 °С в течение 1 ч, приложено поле 80 Э; г) отожженный без оболочки при 270 °С в течение 1 ч, приложено поле 27 Э; д) отожженный без оболочки при 270 °С в течение 1 ч, приложено поле 80 Э; е) отожженный без оболочки при 550 °С в течение 0,5 ч, приложено поле 80 Э; ж) отожженный без оболочки при 550 °С в течение 1 ч, приложено поле 80 Э.

Таким образом, уменьшение уровня внутренних напряжений в микропроводах приводит к существенному (более чем в 3 раза) увеличению размера поверхностных доменов.

**В главе 4** приведены результаты исследования эволюции магнитных гистерезисных свойств аморфных микропроводов при их растяжении.

**В разделе 4.1.** проведено построение калибровочных кривых характерных значений компонент тензора внутренних напряжений для микропроводов

различного диаметра. Все кривые построены на основе теоретических расчетов из работы [3] и были использованы для дальнейшей оценки распределения внутренних напряжений в исследованных образцах.

В разделе 4.2. проведен расчет эволюции средних напряжений при растяжении аморфных микропроводов с использованием приведенных в разделе 4.1. калибровочных кривых. При этом проведена корректировка тензора напряжений с учетом реальных размеров центрального и поверхностного доменного слоя, оценка величины которых производилась по анализу петель гистерезиса.

При оценке величины средних напряжений объем микропровода условно разделялся на две области с различным характером перемангничивания, размером доменов и распределением напряжений (центральный и поверхностный доменный слой).

На рисунках 5-6 приведены графики рассчитанных зависимостей величины внутренних напряжений в центральном и поверхностном доменном слое от приложенных внешних растягивающих  $\sigma_t$ .

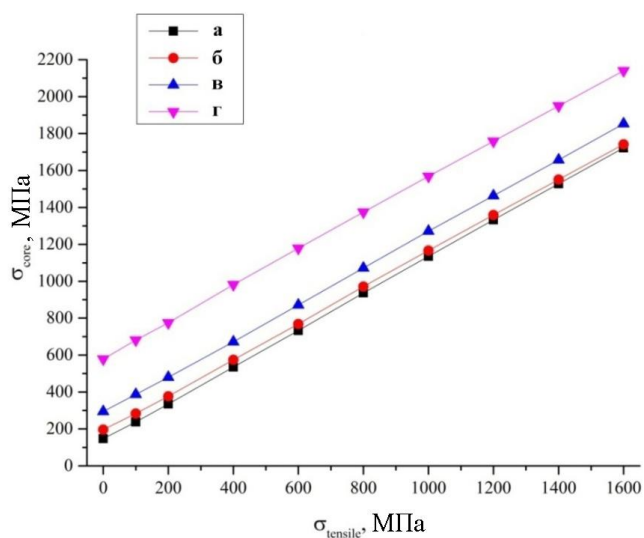


Рисунок 5 – Изменение напряжений при растяжении в «коре» в микропроводах: а)  $d/D = 0,7$  без оболочки; б)  $d/D = 0,48$  без оболочки; в)  $d/D = 0,7$ ; г)  $d/D = 0,48$



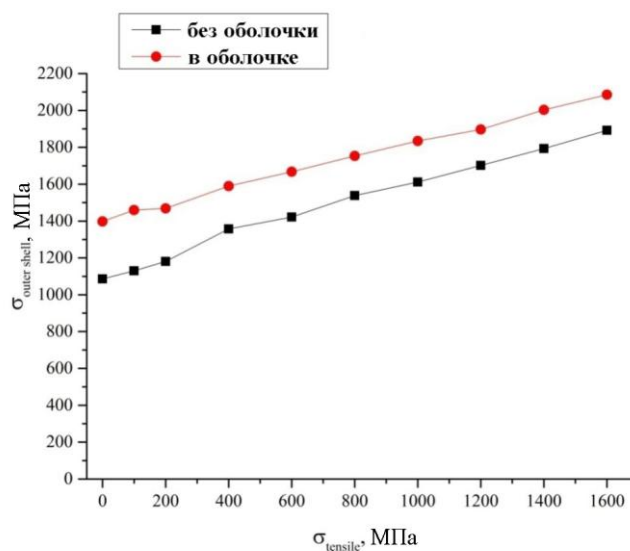


Рисунок 6 – Изменение напряжений при растяжении в поверхностном слое микропровода с соотношением  $d/D= 0,48$ .

Зависимости средних напряжений в центральном доменном слое от внешних растягивающих напряжений описываются линейной функцией. На основании расчетов установлено, что наибольший рост среднего уровня напряжений за счет растяжения происходит в проводах, с наибольшим исходным уровнем напряжений. 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 материала) величина напряжений в поверхностном доменном слое увеличивается примерно на 70 %, при этом в центральном доменном слое прирост напряжений составляет 270 %.

**В разделе 4.3.** приведены результаты изучения зависимости коэрцитивной силы аморфных микропроводов при их растяжении *in situ*. Изучение зависимости коэрцитивной силы при растяжении было исследовано на микропроводах составов  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  и  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$ , находящихся в различном напряженном состоянии и обладающими различной магнитострикцией насыщения.

На рисунке 7 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

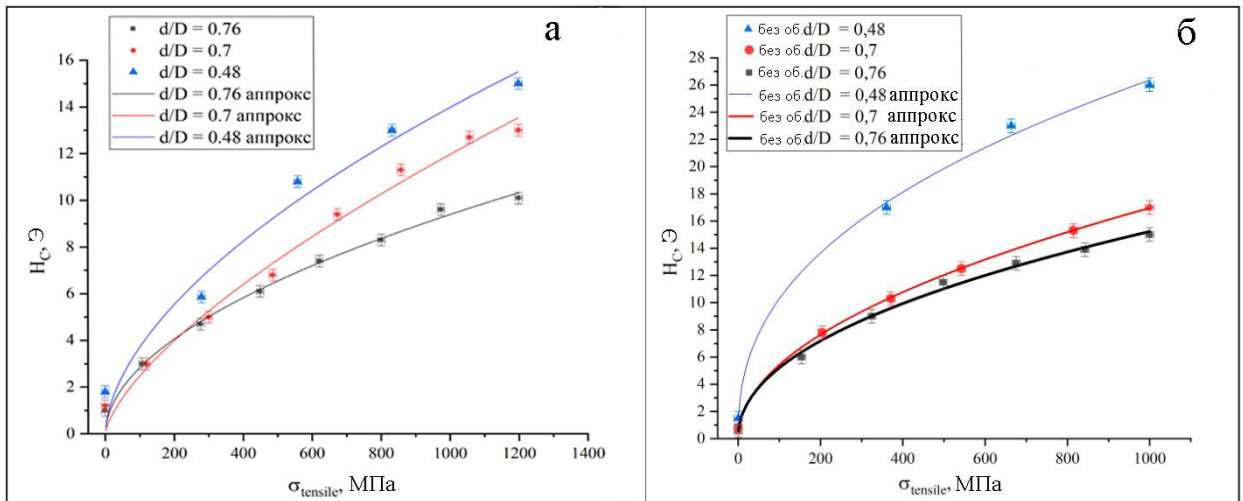


Рисунок 7 – Зависимости коэрцитивной силы от приложенных растягивающих напряжений для микропроводов состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$ : а) в оболочке; б) без оболочки

Установлено, что рост растягивающих напряжений приводит к росту коэрцитивной силы. При этом зависимость коэрцитивной силы от напряжений  $H_c(\sigma)$  в случае проводов без оболочки хорошо описывается степенной функцией. В то же время зависимость  $H_c(\sigma)$  для проводов в стеклянной оболочке является более сложной. Наилучшее соответствие экспериментальным результатам наблюдается при описании зависимости как состоящей из областей, описываемых линейной зависимостью и степенной (рисунок 8).

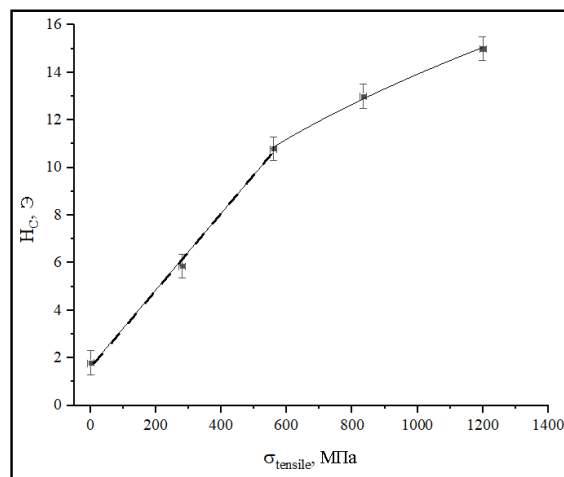


Рисунок 8 – Аппроксимация зависимости  $H_c(\sigma)$  кусочно-заданными линейной и степенной функциями

Протяженность области, описываемой линейной функцией, зависит от отношения толщины стеклянной оболочки к диаметру микропровода. По мере

роста этого соотношения протяженность линейной области увеличивается. Изменение толщины стеклянной оболочки микропровода приводит при получении к изменению его напряженного состояния за счет изменения вклада, связанного с разницей коэффициентов термического расширения (КТР) микропровода и стеклянной оболочки (КТР микропровода в 2,5 раза выше, чем у стекла). Увеличение отношения толщины стеклянной оболочки к диаметру провода приводит к росту напряженного состояния провода. Предполагается, что наличие линейного участка зависимости  $H_c(\sigma)$  связано с влиянием адгезии между стеклянной оболочкой и аморфным микропроводом и изменением вклада в тензор напряжений микропровода, связанного с разницей КТР, при растяжении.

**В разделе 4.4.** проводится оценка роли адгезии между аморфным микропроводом и стеклянной оболочкой в изменении тензора напряжений при растяжении. Установлено, что из-за разных значений коэффициента Пуассона поперечная деформация стеклянной оболочки происходит медленнее поперечной деформации аморфного металлического провода. Предполагается, что 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. За счет этого происходит не только рост осевой компоненты напряжений при растяжении, но и уменьшение поперечных компонент за счет уменьшения вклада от разницы КТР стеклянной оболочки и аморфного провода. Такое изменение напряжений в микропроводе может приводить к наблюдаемому на рисунке 8 виду кривой  $H_c(\sigma)$ , состоящей из линейного и степенного участков.

**В разделе 4.5.** приводятся результаты измерения адгезии между стеклянной оболочкой и металлической частью микропровода. Разработан новый способ измерения адгезии, основанный на частичном удалении стеклянной оболочкой и оценке напряжения, возникающем при приложении сдвиговой нагрузки вдоль оси

микропровода. На рисунке 9 приведена схема измерения напряжения отрыва, предложенная в данной работе.

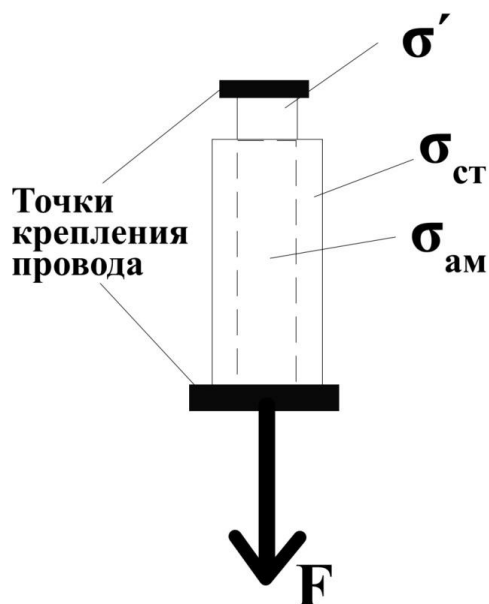


Рисунок 9 – Схема измерения напряжения отрыва стеклянной оболочки от аморфного металлического микропровода

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. Расчет напряжения, возникающего вследствие различной деформации конца микропровода без оболочки и в оболочке, позволяет проводить оценку сдвигового напряжения отрыва стекла от микропровода. Установлено, что для микропровода состава  $Fe_{73,8}Cu_1Nb_{3,1}B_{9,1}Si_{13}$  с соотношением  $d/D = 0,7$  величина напряжения отрыва составляет 660 МПа. Измерение данного напряжения для ряда микропроводов с различным соотношением  $d/D$  (то есть с различной толщиной стеклянной оболочки) позволил получить зависимость напряжения отрыва от соотношения  $d/D$  (рисунок 10).

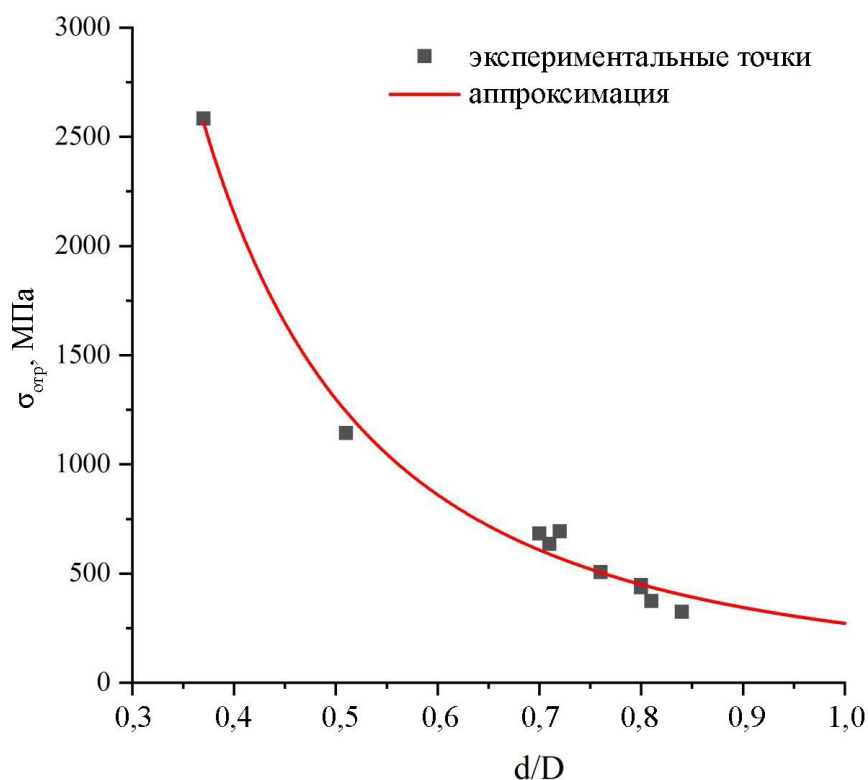


Рисунок 10 – Напряжение отрыва стеклянной оболочки от металлической части микропровода в зависимости от соотношения  $d/D$

Измеренные значения напряжения отрыва 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 10 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  $C_{hi}$  аппроксимационной кривой, представленной на рисунке 10, 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. Величина адгезионного напряжения 270 МПа хорошо согласуется с известными

экспериментальными данными по адгезии между железной и стеклянной поверхностями в воздухе.

С учетом того, что средние напряжения в микропроводе находятся на уровне сотен МПа [3], 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.

### **Основные результаты и выводы**

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).

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.

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.

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.

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

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.

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.

### **Список цитированной литературы**

1. 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.
2. Nanocrystalline soft magnetic materials / G. Herzer // *Phys. Scr.* – 1993. – Vol. T49. – pp. 307-314.
3. 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.

**Основные результаты диссертационной работы представлены в  
следующих публикациях:**

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.