

Федеральное Государственное Автономное Образовательное
Учреждение Высшего Образования
«Балтийский Федеральный Университет им. И. Канта»

Образовательно-научный Кластер
«Институт Высоких Технологий»

На правах рукописи

Барабан Ирина Анатольевна

**Влияние внутренних напряжений на магнитоэлектрические,
магнитодинамические и магнитоэстрикционные свойства аморфных
ферромагнитных микропроводов на основе железа**

1.3.12 - физика магнитных явлений

Диссертация
на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук,
Родионова Валерия Викторовна

Калининград - 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
Глава 1. Особенности магнитных свойств микропроводов	11
1.1. Изготовление микропроводов методом Улитовского-Тейлора	11
1.2. Распределение внутренних механических напряжений. Микромагнитная структура и процессы перемагничивания микропроводов	13
1.3. Магнитные свойства микропроводов	19
1.4. Динамика движения доменной границы в магнито-бистабильных микропроводах.	27
1.5. Коэффициент магнитострикции насыщения микропроводов.	30
1.6. Особенности методики уменьшения внутренних напряжений микропроводов. Зависимость магнитных свойств микропроводов от наличия/отсутствия стекла	35
1.7. Заключение к литературному обзору	38
Глава 2. Экспериментальные методики и образцы	39
2.1. Особенности выбора технологических параметров изготовления микропроводов	39
2.2. Анализ структурных свойств микропроводов	40
2.3. Индукционный метод для исследования магнитостатических свойств	43
2.4. Методика измерений динамики движения доменной границы микропроводов. Метод Сикстуса-Тонкса.	45
2.5. Методика измерений магнитострикционных свойств микропроводов методом малоуглового вращения намагниченности (SAMR)	47
2.6. Параметры изготовленных образцов	49

Глава 3. Сравнительный анализ магнитных свойств аморфных микропроводов из сплава <i>Fe-Si-B</i> в стеклянной оболочке и после ее удаления	53
3.1 Условия напряженного состояния металлической жилы микропроводов и уточняющая теория связи напряжений, магнитоупругой анизотропии и подвижности доменной границы	53
3.2 Влияние внутренних напряжений и температурной обработки на петли гистерезиса <i>Fe-Si-B</i> микропроводов.	59
3.3. Влияние напряженного состояния металлической жилы и температурной обработки на динамику распространения и поля зарождения доменных границ вдоль оси микропровода.	65
Глава 4. Особенности магнитоупругой анизотропии в аморфных микропроводах из сплава <i>Fe-Si-B</i> и их применение в магнитоэлектрических композитах	71
4.1 Применимость метода малоуглового вращения вектора намагниченности для микропроводов с усложненной доменной структурой	71
4.2 Экспериментальные результаты измерений константы магнитострикции и оценки снимаемых напряжений, полученные для аморфных микропроводов из сплава <i>Fe-Si-B</i>	73
4.3 Теоретические оценки распределения напряжений, возникающих в процессе затвердевания при изготовлении микропроводов	79
4.4 Магнитоэлектрический эффект в многослойных структурах, включающих в себя аморфные микропровода из сплава <i>Fe-Si-B</i> в качестве магнитострикционного слоя	83
Основные результаты и выводы	91
Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах	93
Список литературы	95

Введение

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности.

Ферромагнитные микропровода являются одним из самых перспективных материалов для различных применений, привлекательных для технологии миниатюризации, так как их магнитные свойства претерпевают значительные изменения в зависимости от состава (Fe , Co , $CoFe$) и фазового состояния (аморфное, нанокристаллическое или кристаллическое) ферромагнитной жилы [1-2]. Это позволяет реализовать ряд эффектов, например, магнитная бистабильность [3], используемая в кодировании, логических устройствах и системах памяти [4-5], магнитоимпедансный эффект [6] для сенсорных приборов [7], а также эффект памяти формы и магнитокалорический эффект [8-9], необходимые для функционирования магнитомеханических манипуляторов [10]. Все указанные эффекты также представляют интерес для фундаментальных исследований. Для успешного использования этих материалов аморфное состояние может быть предпочтительно, так как при изменении внешних факторов (температура, давление и т. д.) возможны структурные изменения, при этом отсутствуют дефекты микроструктуры (кристаллическая текстура, дислокации, точечные дефекты и т. д.), что обуславливает превосходные механические свойства и возможность варьировать магнитную структуру. В соответствии с формированием магнитной структуры выделяют два основных типа микропроводов: первый тип характеризуется осевой магнитной анизотропией и прямоугольной петлей магнитного гистерезиса, измеренной во внешнем магнитном поле вдоль оси провода; второй тип характеризуется геликоидальной или почти циркулярной магнитной анизотропией и наклонной петлей гистерезиса с насыщением. В данной работе мы рассматриваем только первый тип микропроводов.

Магнитные свойства аморфных микропроводов, покрытых стеклом, в значительной степени определяются радиальным распределением механических напряжений в жиле, поскольку магнитоупругие взаимодействия дают основной вклад в магнитную анизотропию. Эти напряжения невозможно измерить прямым

путем из-за аморфного состояния жилы образцов, и поэтому их косвенная оценка и контроль является важным фундаментальным исследованием. Таким образом, тема данной диссертационной работы, в которой исследуются влияние внутренних напряжений на магнитоэлектрические, магнитодинамические и магнитострикционные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов из сплавов на основе железа, – современна и актуальна.

Цель работы заключается в установлении механизмов влияния микромагнитной структуры микропроводов на их статические магнитные и магнитострикционные свойства, а также на динамику движения доменной границы вдоль оси цилиндрического провода.

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

- 1) Анализ связи механических напряжений, магнитоупругой анизотропии и подвижности доменной границы в аморфных микропроводах из сплава *Fe-Si-B* в стеклянной оболочке и после ее удаления;
- 2) Исследование влияния внутренних напряжений и температурной обработки на процессы перемагничивания, поля зарождения доменов и динамику доменных границ в *Fe-Si-B* микропроводах;
- 3) Исследование особенностей магнитоупругой анизотропии в аморфных микропроводах из сплава *Fe-Si-B* и эффективности их применения в магнитоэлектрических композитах;
- 4) Исследование магнитоэлектрического эффекта в многослойных структурах, включающих в себя аморфные микропровода из сплава *Fe-Si-B* в качестве магнитострикционного слоя.

Научная новизна работы.

Проведенные исследования расширяют существующие представления о влиянии напряженного состояния жилы и температурной обработки на магнитострикционные свойства в аморфных микропроводах в стеклянной

оболочке и без нее. Поскольку магнитоупругие взаимодействия в аморфных материалах дают основной вклад в энергию магнитной анизотропии, это определяет механизмы перемагничивания и распространения доменных границ. Анализ магнитострикционных свойств выявил эффективность использования микропроводов в качестве компонента магнитоэлектрических композитов. Впервые были получены следующие результаты.

Впервые был проведен комплексный анализ влияния механического снятия стеклянной оболочки и температурной обработки на магнитные свойства аморфных микропроводов из сплава *Fe-Si-B*, в рамках которого была предложена уточняющая теория связи напряжений, магнитоупругой анизотропии и подвижности доменной границы. Была получена теоретическая оценка применимости метода малоуглового вращения вектора намагниченности для измерения магнитострикции в микропроводах с усложненной доменной структурой.

Аморфные микропровода в стеклянной оболочке и без были предложены в качестве магнитострикционной компоненты в магнитоэлектрических композитах и было выявлено влияние напряженного состояния аморфных микропроводов из сплава *Fe-Si-B* на магнитоэлектрический (МЭ) эффект. Было показано, что при использовании микропроводов без стеклянной оболочки МЭ эффект усиливается: коэффициент МЭ напряжения увеличился почти вдвое, достигнув почти $100 \text{ мВ} / \text{см} \times \text{Э}$.

Теоретическая и практическая значимость работы.

Полученные в настоящей работе теоретические и экспериментальные результаты дополняют и развивают современные представления об особенностях механизмов влияния микромагнитной структуры микропроводов на их статические магнитные и магнитострикционные свойства, а также на динамику движения доменной границы вдоль оси цилиндрического провода.

Данные результаты могут быть использованы для повышения прямого магнитоэлектрического эффекта (МЭ) в структурах типа «сэндвич», где

промежуточным между PZT пластинами является слой из аморфных микропроводов с повышенной константой магнитострикции и магнитомягкими свойствами [11]. Для указанного приложения важна связь между ферромагнитным и ферроэлектрическими слоями. Микропровода обладают сбалансированными магнитомягкими и магнитострикционными свойствами, и их микромагнитная структура сильно коррелирует с магнитомеханическими взаимодействиями, определяемыми магнитострикцией и внутренним напряжением.

Другим практически значимым результатом является подтверждение принципов работы магнитного пинцета для манипулирования живыми клетками на основе ферромагнитных микропроводов [12]. В данной работе была продемонстрирована возможность использования микропровода со стеклянным покрытием в качестве одномерного или двухмерного манипулятора в зависимости от микромагнитной структуры. Микропровода на основе железа исполняют роль микромагнита, генерирующего сильное градиентное магнитное поле на краях даже без приложения внешнего магнитного поля, которое может использоваться в качестве штыревой системы или как элемент в массиве таких систем для концентрации магнитных наночастиц или клеток с магнитными метками.

Методология и методы исследования

В настоящей диссертационной работе образцы изготавливались методом Улитовского-Тейлора. Структурный и фазовый анализ образцов был осуществлен с помощью следующих методов: рентгеноструктурный анализ (РСА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Для исследования магнитных свойств проводились измерения магнитострикции методом малоуглового вращения намагниченности, петель гистерезиса индукционным методом, и скорости движения доменной границы методом Сикстуса-Тонкса.

Положения, выносимые на защиту

- 1) Релаксация внутренних механических напряжений в аморфных микропроводах состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$, происходящая вследствие снятия стеклянной оболочки, приводит к частичной потере магнитной бистабильности и уменьшению коэрцитивной силы, увеличению мобильности доменной границы в 6,7 раз за счет уменьшения ее поверхностной энергии, а также к уменьшению полей зарождения обратных доменов и диапазона их изменений.
- 2) Изменение магнитоупругой анизотропии аморфных микропроводов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ после снятия стекла обусловлено релаксацией внутренних механических напряжений, а также изменением константы магнитострикции, которая зависит как от внутренних напряжений, так и от механических свойств, включая градиенты напряжений, локализованные и поверхностные дефекты, твердость.
- 3) Значительное влияние геометрических параметров, таких как диаметр металлической жилы d , общий диаметр D , и отношение d/D , на коэффициент магнитострикции λ_S обусловлено изменением внутренних напряжений как за счет термоупругих напряжений, связанных с наличием оболочки (изменение d/D), так и за счет закалочных напряжений, вызванных быстрым процессом затвердевания (изменение d).
- 4) Сочетание относительно высоких значений магнитострикции ($\lambda_S = 2-5 \times 10^{-5}$) и магнитомягких свойств обеспечивает возможность использования аморфных микропроводов в качестве компонента магнитоэлектрических композитов.

Степень достоверности полученных результатов.

Результаты, представленные в диссертации, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании, с использованием статистических методов обработки экспериментальных данных. Достоверность полученных результатов обеспечивалась набором взаимодополняющих экспериментальных методик, воспроизводимостью получаемых результатов и согласованием получаемых результатов с имеющимися

в литературе данными других научных групп. Также, полученные результаты исследований опубликованы в индексируемых журналах и апробированы на тематических международных конференциях и воркшопах.

Личный вклад автора.

Постановка цели и задач диссертационного исследования, а также построение плана исполнения экспериментальных работ проведена диссертантом Барабан И.А. совместно с научным руководителем Родионовой В.В. Автор лично проводил экспериментальные исследования магнитных статических, динамических и магнитострикционных свойств. Теоретические выкладки были получены Барабан И.А. совместно с Паниной Л.В. (НИТУ «МИСиС»). Автор принимал непосредственное участие в выборе объектов исследования, обсуждении результатов, изложенных в диссертации, в формулировке ее основных положений и выводов, в обобщении и опубликовании полученных результатов. Содержание диссертации и основные положения, выносимые на защиту, отражают персональный вклад автора в опубликованные работы. Подготовка к публикации полученных результатов проводилась совместно с соавторами, вклад диссертанта был определяющим. Материал диссертации неоднократно докладывался автором лично на международных и российских конференциях.

Апробация результатов и публикации.

Результаты диссертации были представлены лично автором в виде устных и стендовых докладов на следующих международных конференциях: 64th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials (MMM- 2019, Las-Vegas, Nevada, USA), 24th Soft Magnetic Materials Conference (SMM-2019, Poznan, Poland), 2018 IEEE 8th International Conference on Nanomaterials: Applications & Properties (NAP-2018, Zatoka, Odessa region, 2018); 9 th Joint European Magnetic Symposia (JEMS-2018, Mainz, Germany, 2018); International Baltic Conference on Magnetism 2017 (IBCM, Svetlogorsk, Russia, 2017); Moscow International Symposium on Magnetism

(MISM, Moscow, Russia, 2017); The 20-th International Conference on Magnetism (ICM, Barcelona, Spain, 2015).

Исследования по теме диссертации были поддержаны из средств субсидии, выделенной на реализацию Программы повышения конкурентоспособности ФГАОУ ВО «БФУ им. И. Канта», а также грантом Российского Фонда Фундаментальных Исследований (№17–32–50179), что также свидетельствует об актуальности темы, ее востребованности.

Основные результаты диссертации представлены в 8 публикациях в рецензируемых научных журналах, входящих в базы данных Web of Science и Scopus и включенных в перечень ведущих периодических изданий ВАК.

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Содержание диссертации соответствует пункту 3 «Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий», пункту 4 «Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств» Паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка публикаций по теме диссертации и списка используемой литературы, которые изложены на 106 страницах. В тексте диссертации содержится 42 рисунка и 7 таблиц. Список цитируемой литературы содержит 91 статью.

Глава 1. Особенности магнитных свойств микропроводов

Первая глава диссертации представляет собой литературный обзор, посвященный тематике исследования (аморфные ферромагнитные микропровода, методы их получения и модификации свойств, магнитные свойства и области применения). Особое внимание уделено различным способам снятия стеклянного покрытия и влиянию изменения механических напряжений на магнитные свойства аморфных микропроводов из сплава $Fe-Si-B$. Подчеркнуто, что исследования в данной области ведутся во многих ведущих лабораториях (Китай, Испания, США и т. Д.). В конце первой главы сформулированы основные цели и задачи исследования на основе проведенного анализа.

1.1. Изготовление микропроводов методом Улитовского-Тейлора

Наиболее распространенным методом производства микропроводов является модифицированный метод Тейлора-Улитовского [13-14], основанный на прямом вытягивании провода из расплава, схема которого представлена на рисунке 1.1б. Несколько граммов сплава с заданным составом помещают в стеклянную трубку (Pyrex) с запаянным дном и нагревают в высокочастотном индукторе.

Система, состоящая из сплава и стеклянной трубки, нагревается выше температуры плавления металла, в результате чего из размягченной стеклянной части вытягивается стеклянный капилляр, который наматывается на вращающуюся бобину. Расплавленный металл заполняет стеклянный капилляр, образуя микропровод, в котором металлическая жила полностью покрыта стеклянной оболочкой. Микроструктура микропровода (и, следовательно, его свойства) зависят от различных технологических параметров, таких как скорость вытяжки, температура затвердевания сплава, условия охлаждения, а также скорость охлаждения, которая может контролироваться механизмом охлаждения, когда

заполненный металлом капилляр проходит через поток охлаждающей жидкости (воды или масла) по пути к приемной бобине.

а)

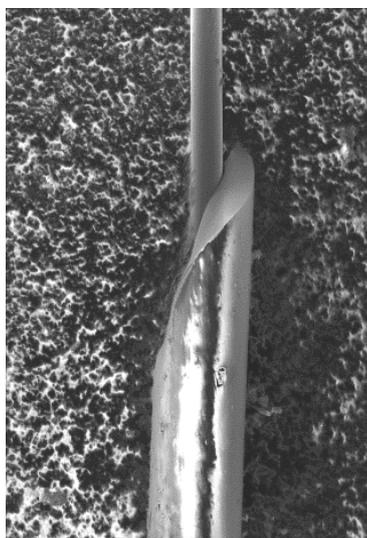


Рис. 1.1. а) SEM изображение микропровода

б)

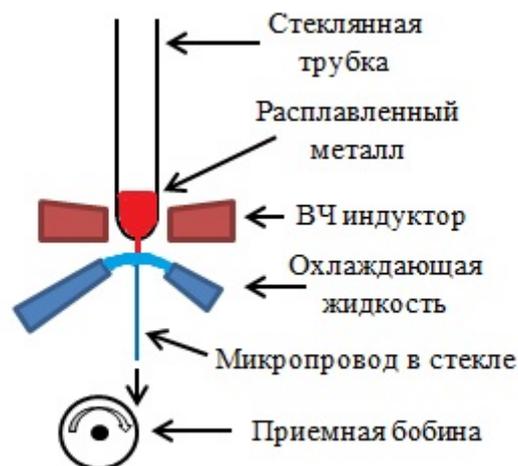


Рис. 1.1. б) Схематическое изображение установки для изготовления микропровода в стеклянной оболочке методом Улитовского-Тэйлора.

Основными преимуществами этого метода производства микропроводов являются:

- (1) повторяемость магнитных свойств микропроводов при массовом производстве;
- (2) широкий диапазон изменения параметров (геометрических и физических);
- (3) производство непрерывно длинных микропроводов до 10000 м;
- (4) контроль и регулировка геометрических параметров (внутренний диаметр сердечника и толщина стекла) в процессе изготовления.

1.2. Распределение внутренних механических напряжений.

Микромагнитная структура и процессы перемагничивания микропроводов

В процессе изготовления микропроводов внутри его металлической жилы и стеклянной оболочки образуются механические напряжения. Эти напряжения возникают в результате следующих процессов:

- 1) Процесс закалки;
- 2) Вытягивание и смотка на бобину;
- 3) Затвердевание материала, с учетом различных коэффициентов термического расширения – металла и стекла [15-16].

Величина и распределение механических напряжений внутри металлической жилы и стеклянной оболочки зависят от параметров процесса изготовления микропроводов: скорости охлаждения и смотки на бобину, химического состава жилы, температуры затвердевания сплава и скорости вытяжки. Все указанные выше параметры приводят, в итоге, к получению микропроводов с различными соотношениями диаметра металлической жилы и диаметра микропровода в стеклянной оболочке. Поэтому, отношение указанных диаметров обычно принимается за ту математическую величину, которая качественно отражает величину внутренних напряжений в микропроводе. Считается, что внутри металлической жилы основной вклад составляют растягивающие напряжения, направленные вдоль оси микропровода. На поверхности металлической жилы, за счет контакта металла со стеклянной оболочкой существует переходный слой, где основную роль играют напряжения, наведенные за счет разницы коэффициентов термического расширения металла и стекла. Здесь результирующая остаточных напряжений направлена перпендикулярно оси микропровода.

Так в работах [17-18] показано, что по сечению микропровода составляющие напряжений (в цилиндрических координатах – радиальная, тангенциальная и осевая) внутри металлической жилы положительны (рисунок 1.2), и их величины возрастают от центра микропровода к поверхности по радиусу. Однако у

поверхности микропровода есть переходная область для значений компонент остаточных напряжений, где наблюдаются максимумы значений, а затем резкое снижение.

Кроме того, в этой переходной области тангенциальная (касательная) и осевая компоненты могут менять знак.

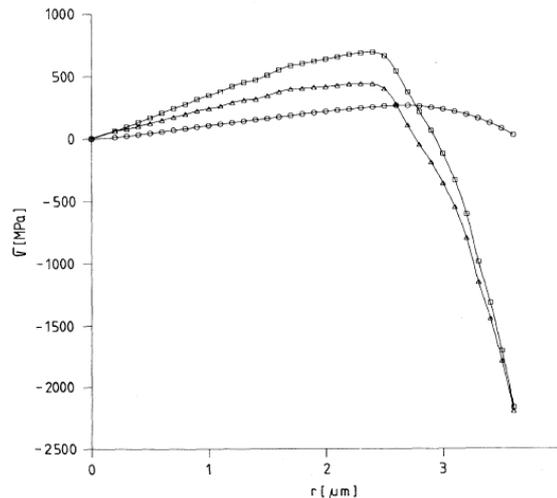


Рис. 1.2. Распределение остаточных напряжений в металлической сердцевине микропровода после его получения: $\sigma_{rr}(o)$, $\sigma_{\theta\theta}(\Delta)$, $\sigma_{zz}(\square)$ [18].

Выделяют три области внутри металлической жилы микропровода [18]:

- 1) $r \in [0, R_C)$: сильная магнитострикция в совокупности с большим положительным значением осевой компоненты остаточных напряжений $\sigma_{zz}(r)$ по отношению к тангенциальной и радиальной приводят к одноосной магнитной анизотропии с осью легкого намагничивания вдоль оси провода;
- 2) $r \in (R_C, R_{OZ})$: в зависимости от знака магнитострикции компоненты $\sigma_{rr}(r)$ (положительная) и $\sigma_{\theta\theta}(r)$ (отрицательная) приводят к появлению радиальной либо тангенциальной магнитной анизотропии, т.е. возникают оси трудного намагничивания радиальная или тангенциальная, соответственно;
- 3) $r \in (R_{OZ}, R_m]$: отрицательные компоненты $\sigma_{zz}(r)$ и $\sigma_{\theta\theta}(r)$ дают две оси трудного намагничивания вдоль оси провода и в направлении вращения; а также положительная компонента $\sigma_{rr}(r)$ в совокупности с магнитострикцией дает третью ось легкого намагничивания вдоль радиуса.

Было предпринято несколько попыток рассчитать внутренние напряжения в микропроводах, покрытых стеклом [19-20]. В данном исследовании [21] необходимо обратить внимание именно на следующие виды напряжений: закалочные (возникающие в процессе изготовления микропроводов) и напряжения, возникающие вследствие разности коэффициентов термического расширения стекла и металла. Согласно приведенным расчетам, последний вклад, связанный с разностью в коэффициентах, зависит от объемов стеклянного покрытия и металлической жилы и является самым важным вкладом в величину внутренних напряжений. Из изменения формы петли гистерезиса после отжига для снятия напряжений можно предположить, что после термической обработки продольные напряжения в образцах, отожженных с приложенными напряжениями, становятся меньше радиальных и касательных напряжений, т. е. такой отжиг приводит к перераспределению внутренних напряжений и минимизации магнитоупругой энергии в напряженном состоянии. В результате ось легкого намагничивания в образце, отожженном с приложенными напряжениями, направлена вдоль поперечного направления [21].

Во время отжига напряжения прикладываются непрерывно, т.е. как во время отжига, так и во время последующего охлаждения образца. В этом случае можно считать, что в наибольшей степени затронуты напряжения при медленном охлаждении, что приводит резкому уменьшению продольной составляющей напряжения («обратные» напряжения).

Стоит отметить, что отжиг с приложенным напряжением и медленное последующее охлаждение, приводят к релаксации напряжений, а последующее приложенное снятие напряжения вызывает сжимающие осевые напряжения (рисунок 1.3).

Наблюдаемое в работе изменение петли гистерезиса образца при отжиге с напряжением подтверждает это предположение. Этот эффект следует отнести к возрастающей составляющей продольного напряжения при приложении растягивающего напряжения и, следовательно, к выравниванию оси легкого

намагничивания вдоль наивысшей составляющей напряжения, благодаря положительной константе магнитострикции исследуемого образца.

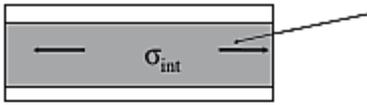
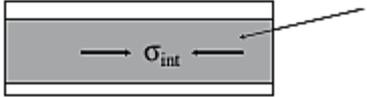
<p>As-prepared microwire</p> 	<p>Внутренние напряжения с осевой компонентой напряжения</p>
<p>Stress annealing</p> 	<p>Индукция магнитной анизотропии при отжиге с напряжением</p>
<p>Slow cooling under stress</p> 	<p>Релаксация напряжений при приложении напряжений при комнатной температуре</p>
<p>Elimination of the applied stress</p> 	<p>Индукция сжимающего напряжения при комнатной температуре (так называемые «обратные напряжения»)</p>

Рис. 1.3. Схема, иллюстрирующая происхождение поперечно-индуцированной анизотропии в *Fe* – микропроводах [21].

Существует конкуренция между магнитоупругой анизотропией и поперечной анизотропией, индуцированной отжигом. У аморфных сплавов с около нулевой константой магнитострикции обнаружена магнитная анизотропия, индуцированная поперечным напряжением [22], в то время как магнитную анизотропию, вызванную продольным напряжением, следует ожидать в материалах с положительным константой магнитострикции.

Как уже было сказано, существуют два основных вида напряжений, которые влияют на магнитные свойства микропроводов. Распределение напряжений с учетом процесса вытягивания микропровода представлено на рисунке 1.4а. В работе [23] смоделировано распределение напряжений по радиусу микропровода

после снятия стеклянной оболочки, график которого представлен на рисунке 1.4б. Для микропровода в стеклянной оболочке (рисунок 1.4а) распределение напряжений имеет только две области – внутреннюю, в которой преобладают аксиальные растягивающие напряжения, и внешнюю, в которой преобладают периферические сжимающие напряжения. В случае микропровода без стеклянной оболочки (рисунок 1.4б) график распределения напряжений делится на три области - внутреннюю с аксиальными напряжениями, внешнюю с периферическими циркулярными и аксиальными, и область, в которой преобладают растягивающие радиальные напряжения.

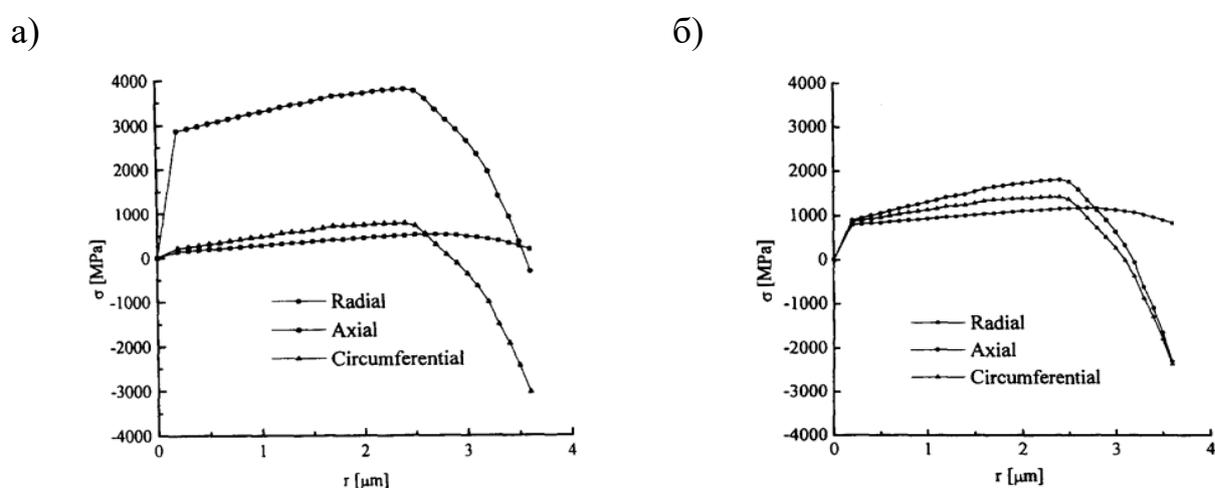


Рис.1.4. Распределение компонент тензора внутренних механических напряжений – аксиальных, радиальных и циркулярных – по радиусу микропровода в стеклянной оболочке состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с диаметром металлической жилы 3,65 мкм и толщиной стекла 7,50 мкм а) с учетом процесса затвердевания, разности коэффициентов теплового расширения металла и стекла и процесса вытягивания, б) после снятия стеклянной оболочки [23].

Можно заметить, что максимальное значение осевого растягивающего напряжения приблизительно на 50% меньше, чем для первоначального микропровода. Эти напряжения в сочетании с большой величиной (положительной по знаку) магнитострикции сплава $Fe-Si-B$, поддерживают доменную структуру [23].

Эта доменная структура отвечает за проявление магнитной бистабильности в микропроводах, полученных после снятия стеклянной оболочки. Меньшие значения осевых растягивающих напряжений внутри металлической жилы определяют уменьшение поля переключения.

Также, магнитоупругая анизотропия формирует неоднородную магнитную структуру микропровода, которая определяет его магнитные свойства. Таким образом, согласно существующим представлениям, основанным как на моделировании доменных границ в микропроводах, так и на экспериментальных исследованиях процессов перемагничивания микропровода [24-26], аморфный ферромагнитный микропровод имеет композиционную магнитную структуру. Внутри микропровода имеется вытянутый цилиндрический домен, так называемый «core» (кор, керна), намагниченность которого направлена вдоль оси микропровода (рисунок 1.5). На поверхности металлической жилы микропровода образуется тонкий цилиндрический слой, состоящий из более мелких доменов, по сравнению с внутренним, направление магнитного момента которых зависит от знака магнитострикции [24].

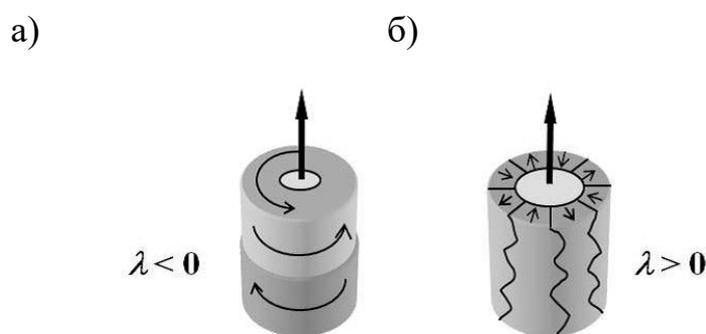


Рис. 1.5. Модели магнитной микроструктуры микропровода в стеклянной изоляции для случая: а) микропровода с положительной магнитострикцией, б) микропровода с отрицательной магнитострикцией [24].

Длина и диаметр внутренних доменов, а также толщина поверхностного слоя зависит от нескольких параметров: состава металлической жилы, геометрии

образца или анизотропии формы (диаметра провода D , диаметра металлической жилы d и толщины стеклянной оболочки) и магнитоупругой анизотропии [27].

В зависимости от константы магнитострикции получаются микропровода с различной доменной структурой, соответственно, и с разными магнитными свойствами. Сравнение доменной структуры микропроводов с разной микромагнитной представлено на рисунке 1.6.

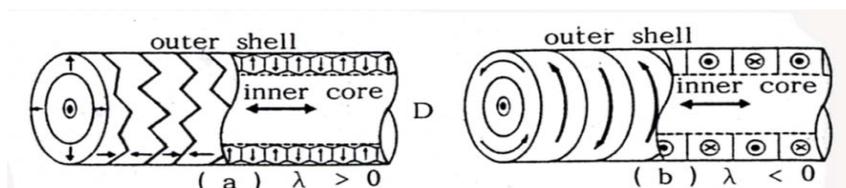


Рис. 1.6. Схематическое изображение доменной структуры микропровода, изготовленного методом Улитовского-Тейлора, в случае положительной и отрицательной константы магнитострикции (λ_s) [28].

1.3. Магнитные свойства микропроводов

Свойства аморфных ферромагнитных материалов существенно отличаются от свойств кристаллических материалов тех же составов. Рассмотрим основные особенности и причины их возникновения.

Магнитные характеристики ферромагнитных материалов. На рисунке 1.7. представлена петля гистерезиса намагниченности ферромагнетика.

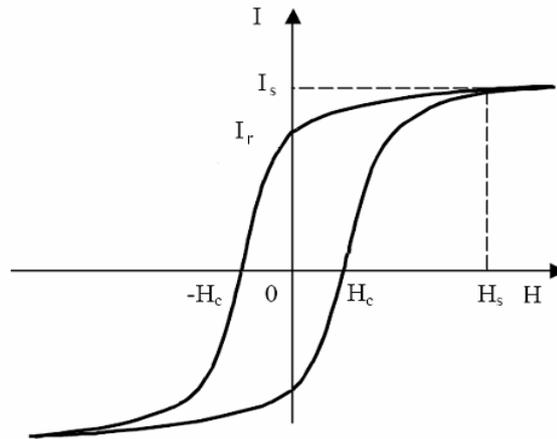


Рис.1.7. Петля гистерезиса намагниченности ферромагнетика:

I – намагниченность, H – напряженность магнитного поля, H_c – коэрцитивная сила, I_r – остаточная намагниченность, I_s – намагниченность насыщения, H_s – напряженность магнитного поля насыщения.

Магнитные материалы с прямоугольной петлей гистерезиса, так называемые бистабильные микропровода, широко применяются в разнообразных запоминающих и логических устройствах вычислительной техники, автоматики, аппаратах телеграфной связи, в многоканальных импульсных системах радиосвязи. Основным параметром таких материалов является *коэффициент прямоугольности петли гистерезиса*, равный отношению остаточной намагниченности к намагниченности насыщения. Для бистабильных микропроводов коэффициент прямоугольности приближается к единице.

Магнитная анизотропия. Причины магнитной анизотропии аморфных сплавов могут быть разными. В электроосажденных аморфных сплавах основной причиной магнитной анизотропии является химическая неоднородность. В аморфных сплавах, полученных закалкой из расплава, магнитная анизотропия является следствием закалочных напряжений, возникающих при неравномерном охлаждении материала. Часто немалый вклад вносит магнитострикционная деформация, которая обуславливает локальную магнитную анизотропию. Полная физическая картина макроскопической анизотропии магнитных свойств пока не установлена, в связи с чем природа ферромагнетизма неупорядоченных систем

остается актуальной темой для исследования. Эксперименты показывают, что основной вклад в магнитную анизотропию аморфных ферромагнетиков вносит магнитоупругая анизотропия и анизотропия упорядоченных по ориентации пар (так называемое направленное упорядочение) [20].

Макроскопические эффекты магнитной анизотропии позволяют уменьшить или даже совсем исключить химическую гомогенизацию. Гомогенизировать образец помогает также отжиг, который приводит к релаксации структуры и уменьшению напряжений [29]. Очевидно, что при нагреве изменяются свойства материалов. Для улучшения свойств магнитомягких сплавов обычно применяют изотермический отжиг либо отжиг в магнитном поле. При обычном отжиге ниже температуры кристаллизации (характерной для каждого состава сплава) значительно уменьшается магнитная анизотропия и происходит закрепление границ доменов. Однако, не для всех аморфных сплавов этот способ является эффективным. Отжиг (или охлаждение) в магнитном поле дает возможность оказывать влияние на характер магнитной анизотропии в направлении прикладываемого магнитного поля. Это является эффективным для образцов сплавов с одноосной магнитной анизотропией. Такой отжиг как в магнитомягких, так и в магнито жестких материалах приближает форму петли гистерезиса к прямоугольной [30].

Ниже приведены результаты исследования влияния температуры и времени отжига на проявление магнитной анизотропии для микропроводов в стеклянной оболочке состава $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$ [21].

Как уже было упомянуто, петли гистерезиса ферромагнитных микропроводов имеют прямоугольную форму (рисунок 1.8a) и традиционный отжиг без приложенного напряжения, выполняемый при температуре отжига, $T_{ann} = 400$ °C не влияет на характер петли гистерезиса (рисунок 1.8b). Наблюдается некоторое снижение коэрцитивной силы H_C , которое можно отнести к релаксации напряжений вследствие влияния отжига на стекло.

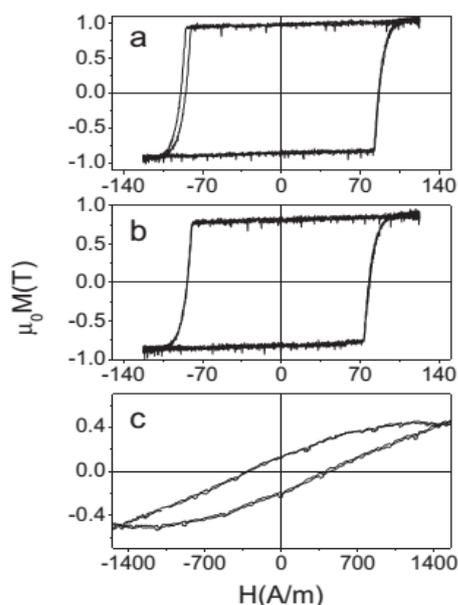


Рис. 1.8. Петля гистерезиса при отжиге $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$ (а) с напряжением, (б) после обычного отжига и (с) после отжига для снятия напряжения [21].

Но, с другой стороны, проведение отжига для снятия напряжений в тех же условиях ($T_{ann} = 400\text{ °C}$) и при приложении напряжения $\sigma = 458\text{ Мпа}$, вызвало резкие изменения петли гистерезиса (рис.1.8с): петля гистерезиса наклонена при достаточно высоком аксиальном поле магнитной анизотропии (около 1000 А/м).

На рисунках 1.9 и 1.10 представлен ряд термических обработок в диапазоне температур T_{ann} от 100 °C до 400 °C [21]. Фактически, отжиг при температура выше 400 °C может ухудшить покрытие стекла, что приведет к релаксации напряжений, поэтому внимание в основном необходимо уделить отжигу $T_{ann} < 400\text{ °C}$. На рисунке 1.9 показаны петли гистерезиса двух образцов, отожженных при том же T_{ann} (275 °C) с тем же применением растягивающего напряжения, но для разных периодов отжига. Как можно видеть из рис. 1.9, поперечная магнитная анизотропия возрастает с увеличением времени отжига для снятия напряжений. Как показано на рисунках 1.9 и 1.10 петли гистерезиса становятся все более и более прямоугольными при уменьшении времени отжига (рисунок 1.9) и уменьшении температуры отжига (от 275 °C до 100 °C – рисунок 1.10).

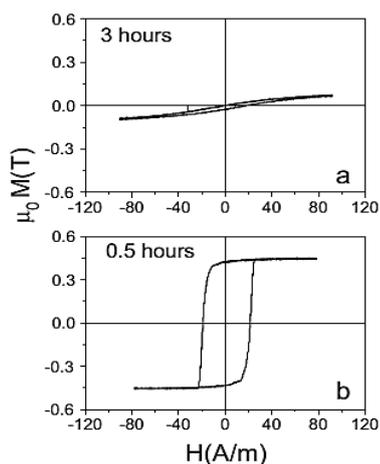


Рис. 1.9. Петля гистерезиса $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$, подвергнутый отжигу для снятия напряжений при 275 °С в течение 3 ч (а) и 0,5 ч [21].

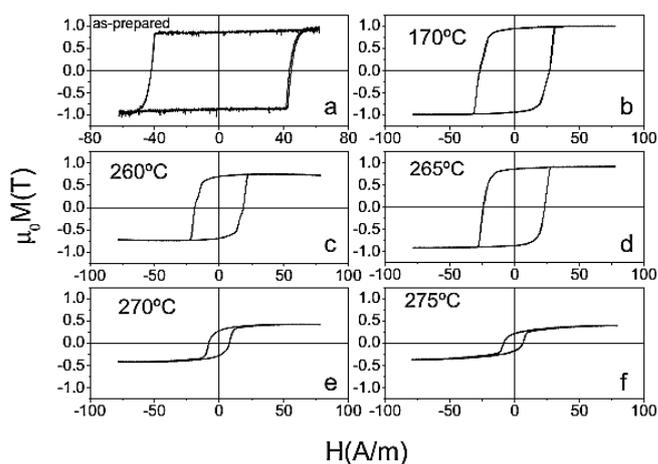


Рис 1.10. Влияние температуры отжига на петли гистерезиса $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$, подвергнутый отжигу для снятия напряжения в течение 0,5 часа [21].

Для аморфных структур важно анализировать магнитоупругую анизотропию и индуцированную анизотропию (анизотропия магнитного отжига). Магнитоупругая анизотропия возникает в аморфных ферромагнетиках, имеющих ненулевую магнитострикцию, если в процессе перехода в аморфное состояние в структуре возникают внутренние напряжения или оказывают действие внешние напряжения [31].

При изучении ферромагнитных материалов важно учитывать анизотропию формы образца. Намагниченность ферромагнитного образца зависит не только от магнитной восприимчивости вещества, из которого он сделан, но и от его геометрической формы. Дело в том, что на противоположных концах намагниченного образца индуцируются магнитные заряды, которые внутри образца создают собственное магнитное поле H_0 , которое называется размагничивающим. Таким образом, согласно принципу суперпозиции полей, истинное поле внутри образца определяется суммой внешнего и размагничивающего полей (рисунок 1.11).

Если намагничивать один и тот же образец, прикладывая внешнее магнитное поле в различных направлениях, то конфигурация поверхностных зарядов будет каждый раз разная и, соответственно, поле H_0 будет каждый раз другим. Такая анизотропия образцов называется анизотропией формы.

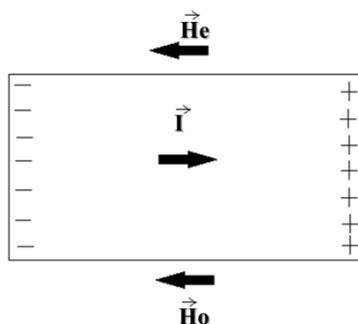


Рис. 1.11. Схематическое изображение образца с намагниченностью I во внешнем поле H_e .

В простейшем частном случае, когда образец оказался однородно намагничен в однородном поле и направление намагниченности противоположно направлению размагничивающего поля, размагничивающий фактор можно считать константой.

Аморфные микропровода с положительной магнитострикцией ($\lambda_S > 0$) состоят из однодоменного продольно намагниченого внутреннего стержня и зигзагообразной мультидоменной внешней оболочки с радиальным направлением намагниченности (рисунок 1.12).

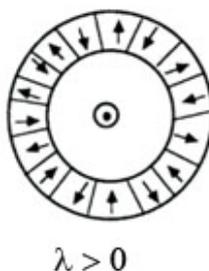


Рис. 1.12. Схематическое изображение модели доменной структуры с торца микропровода, изготовленного методом Улитовского-Тейлора, для случая положительной константы магнитострикции (λ_S) [25].

Магнитная бистабильность. Аморфные ферромагнитные микропровода с положительной константой магнитострикции обладают свойством магнитной бистабильности. Магнитная бистабильность – специфическое магнитное состояние, при котором существует только два устойчивых состояния намагниченности. Для микропроводов – это два противоположных направления намагниченности вдоль его оси. Особенностью магнито-бистабильных микропроводов является их способность перемагничиваться одним большим скачком Баркгаузена [24], классическая теория которого подразумевает задержку в процессе перемагничивания образца на дефектах с последующим резким изменением намагниченности. Соответственно, характерная петля гистерезиса имеет практически прямоугольную форму.

Микромагнитная структура таких микропроводов представляет собой, как описывалось ранее, внутренний протяженный цилиндрический домен, намагниченность которого направлена вдоль оси провода, и тонкого кольцевого слоя доменов на поверхности, а также небольших замыкающих доменов на концах [32].

Попытка объяснить прямоугольную форму петли гистерезиса аморфных микропроводов с точки зрения их доменной структуры впервые была сделана Хэмфри [33]. Он предложил взять за основу модель доменной структуры, в которой аморфный ферромагнитный провод состоит из двух областей с различным направлением доменов. При этом предполагалось, что внутренняя область однородно намагничена вдоль оси провода (*core*), а внешняя оболочка (*shell*) имеет домены с круговым или радиальным направлением намагниченности (*core-shell model*). Прямоугольность петли гистерезиса микропровода обусловлена перемагничиванием его внутренней части (*core*). При приближении к насыщению происходит непрерывное уменьшение нормальной компоненты намагниченности во внешней оболочке (*shell*).

Таким образом, при перемагничивании бистабильных микропроводов на конце микропровода появляется зародыш обратной фазы. Затем происходит

быстрое распространение доменной границы между ним и керном микропровода вдоль оси образца.

На рисунке 1.13 слева схематически представлена доменная структура, а справа – точками на петле гистерезиса указано положение соответствующего этапа перемагничивания [34].

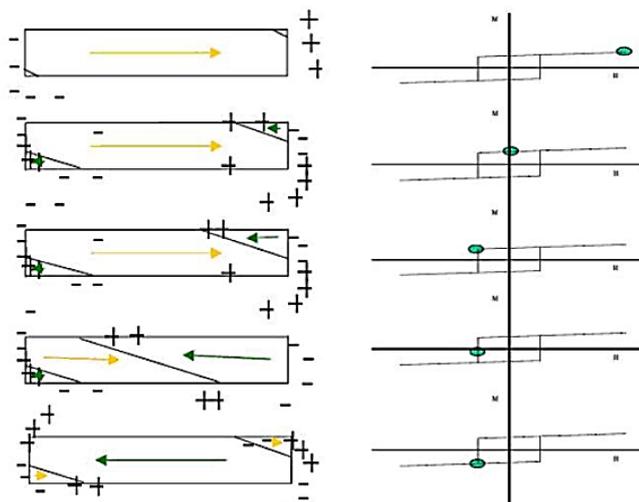


Рис. 1.13. Схематическое изображение процесса перемагничивания бистабильного микропровода скачком Баркгаузена и соответствующие им этапы перемагничивания, отмеченные на петле гистерезиса [24].

Для выполнения поставленной цели в диссертации, а именно исследовать вклад внутренних напряжений (закалочных и из-за разницы теплового расширения стекло-метал) было предложено снять стеклянной оболочку микропровода и исследовать магнитостатические, динамические и магнитострикционные свойства образцов. Гипотеза о существовании распределения напряжений в проводах после удаления стекла, аналогична гипотезе для микропроводов, покрытых стеклянной оболочке, но при наличии меньших напряжений.

1.4. Динамика движения доменной границы в магнито-бистабильных микропроводах.

Идеальная прямоугольная форма петли гистерезиса, которая наблюдается в микропроводах с положительной магнитострикцией, была соотнесена с очень высокой скоростью движения доменной границы. Несколькими методами было показано, что процесс перемагничивания в таких микропроводах начинается с концов образца как следствие образования доменной границы между керном и концевыми доменами и ее последующего распространения [35]. Процесс перемагничивания вдоль оси микропровода происходит посредством распространения единичной доменной границы типа «*head-to-head*» или «*tail-to-tail*», а скорость распространения доменной границы достигает нескольких километров в секунду [5,34,36-39].

Ранее было установлено, что скорость волны намагничивания (доменной границы) пропорциональна разности между приложенным полем и некоторым критическим полем H_0 , в котором граница двигается бесконечно медленно,

$$V = C \cdot (H - H_0) \quad (1.1)$$

постоянная C впоследствии получила название подвижность стенки. Довольно просто метод Сикста-Тонкса [40] позволяет получить зависимость скорости доменной границы от величины магнитного поля, которая рассчитывается как:

$$V = \frac{l}{\Delta t} \quad (1.2)$$

где l – расстояние между приемными катушками и Δt – разность по времени между максимумами индуцированного ЭДС [40].

Распространение доменной стенки в микропроводах стало одним из вопросов, представляющих большой интерес с возможностью разработки устройств хранения данных и манипулированием хранимой информацией (магнитная память MRAM), а также для логических устройств. Микропровода с положительной константой магнитострикции с магнито-бистабильной петлей

гистерезиса, что свидетельствует о быстром распространении доменной границы при относительно малых коэрцитивных полях, вполне пригодны для исследования динамики однодоменной стенки из-за спонтанной намагниченности (большой скачок Баркгаузена). Скорость распространения доменной границы в ферромагнитных микропроводах составляет более 1 км/с. Далее рассмотрим полученные ранее результаты измерения скоростей движения доменной границы для микропроводов на основе Fe в стеклянной оболочке.

В работе [41] исследовались микропровода состава $Fe_{72.75}Co_{2.25}B_{15}Si_{10}$, диаметры металлической жилы которых варьируются от 1,2 до 2,8 мкм, изготовленные методом Улитовского-Тейлора. Для измерения скорости движения доменной стенки использовали метод Сикстуса-Тонкса, при проведении исследований один конец образца находился вне соленоида, создающего магнитное поле. Такая конфигурация позволяет отслеживать с какого конца микропровода начинается движение доменной границы. Данная установка состоит из длинной катушки (длина 140 мм) и двух приемных катушек (длиной 2 мм и диаметром 1 мм), расстояние между которыми 27 мм.

С помощью вибрационного магнитометра были получены петли гистерезиса. Как и ожидалось, уменьшение диаметра металлической жилы приводит к увеличению коэрцитивной силы H_C – при $d = 1,4$ мкм ($d/D = 0,14$) $H_C = 720$ А/м, при $d = 2,8$ мкм ($d/D = 0,31$) $H_C = 240$ А/м. Для микропровода с $d = 2,8$ мкм следует ожидать более быстрое распространение движения доменной стенки. Для достаточно больших полей скорость распространения доменной стенки ниже, чем для более «толстых» микропроводов. Для исследования скорости от величины поля в данной работе использовали микропровода $Fe_{74}Si_{11}B_{13}C_2$ с соотношением диаметров $d/D = 12/15,8 = 0,76$ и микропровода $Fe_{72.75}Co_{2.25}B_{15}Si_{10}$ с соотношением диаметров $d/D = 2,8/9 = 0,31$.

На рисунке 1.14 представлены зависимости $V(H)$ для данных микропроводов. Во-первых, подтвердилось предположение, что для более тонких микропроводов (рисунок 1.14б) движение доменной границы происходит в больших полях. Во-вторых, по углу наклонных функции скорости от поля, можно сделать вывод о

величине скорости для микропровода с большим d – доменная стенка распространяется быстрее в микропроводе с $d = 12$ мкм.

а)

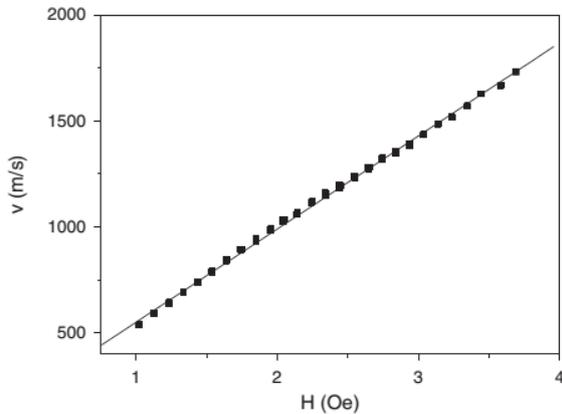


Рис. 1.14. а) Зависимость $V(H)$ для микропровода $Fe_{74}Si_{11}B_{13}C_2$ с отношением диаметров $d/D = 12/15,8 = 0,76$ [41].

б)

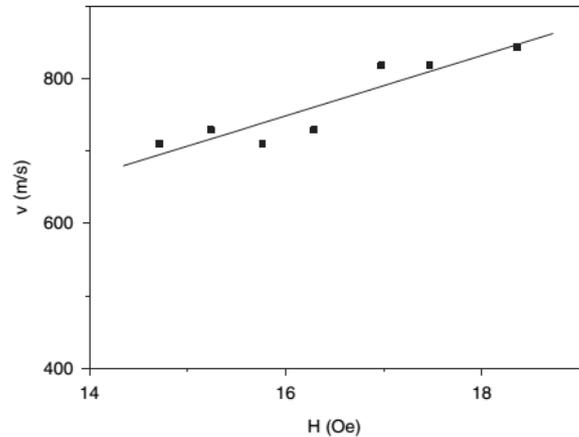


Рис.1.14. б) Зависимость $V(H)$ для микропровода $Fe_{72.75}Co_{2.25}B_{15}Si_{10}$ с отношением диаметров $d/D = 2,8/9 = 0,31$ [41].

Чтобы оценить влияние отношения d/D на скорость движения доменной границы в данной работе [41] исследовался микропровод $Fe_{55}Co_{23}B_{11.8}Si_{10.1}$ для $d/D = 0,68$ и $d/D = 0,55$) при $d \sim 13$ мкм. Соответствующие результаты представлены на рисунке 1.15.

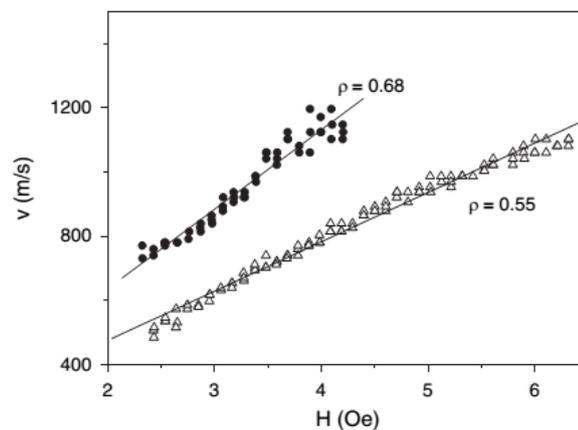


Рис. 1.15. Зависимость $V(H)$ для различных соотношений диаметров $d/D=0,68$ и $d/D=0,55$ при $d \sim 13$ мкм [41].

Прямая для большего отношения диаметров лежит выше, что говорит о большей скорости распространения доменной границы для данного микропровода. В результате исследования авторы сделали вывод: для достижения более высокой скорости распространения доменной границы, следует обратить внимание на уменьшение магнитоупругой энергии. Наблюдаемые скорости были больше для более «толстых микропроводов».

В работе [42] также получены зависимости $V(H)$ для различных соотношений диаметров (рисунок 1.16).

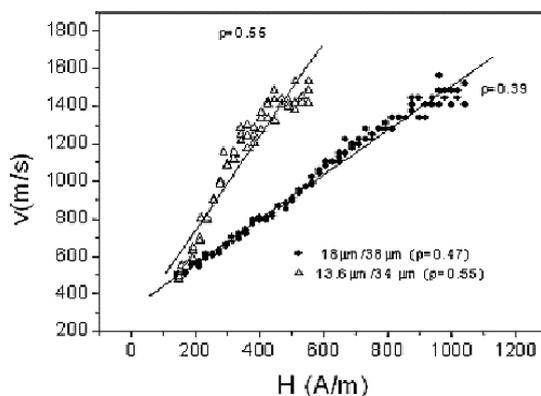


Рис. 1.16. Зависимость $V(H)$ для микропроводов с соотношением $d/D = 0,55$ и $d/D = 0,47$ [42].

1.5. Коэффициент магнитострикции насыщения микропроводов.

Явление самопроизвольной деформации кристалла при изменении магнитного порядка или ориентации вектора намагниченности было открыто Джоулем в 1842 г. и носит название магнитострикции. Поведение коэффициента магнитострикции металлической жилы микропровода отличается от магнитострикции сыпучего материала из-за наличия внутренних механических напряжений. Как уже было отмечено, внутренние напряжения возникают в результате изготовления микропроводов. Величина таких напряжений определяется уже известным нам соотношением диаметров микропровода $\rho = d/D$, где d – диаметр металлической жилы, D – общий диаметр микропровода. В статье

[43] была получена следующая зависимость константы магнитострикции от соотношения диаметров микропровода: в зависимости от состава микропровода, коэффициент магнитострикции или уменьшается, или увеличивается с уменьшением соотношения диаметров, или не зависит от соотношения диаметров.

Таким образом, изменяя ρ -коэффициент (соотношение диаметров), посредством модифицирования параметров изготовления микропроводов, можно управлять величиной внутренних напряжений и магнитоупругой анизотропией, а, значит, например, полем переключения, которое также зависит от внутренних напряжений. Следовательно, понимание механизмов влияния механических напряжений на коэффициент магнитострикции поможет контролировать магнитные свойства аморфного ферромагнитного микропровода.

Для получения достоверных результатов для каждого образца измерения проводились на нескольких отрезках микропровода. В частности, для микропровода $Fe_{3.83}Co_{66.94}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ ($d/D = 0,88$) были измерены три различные части одного и того же микропровода, и полученные значения коэффициента магнитострикции для этих трех образцов были следующими: $\lambda_S = -0,47 \times 10^{-6}$, $\lambda_S = -0,31 \times 10^{-6}$, и $\lambda_S = -0,39 \times 10^{-6}$. По результатам данного эксперимента вычислено среднее значение коэффициента магнитострикции $\lambda_S \approx -0,39 \times 10^{-6}$. Для второго микропровода на основе $FeCoNi$ с соотношением $d/D = 0,72$ полученное значение магнитострикции того же знака (минус) было больше. Среднее значение коэффициента магнитострикции для микропровода $Fe_4Co_{68.7}Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$ с соотношением $d/D = 0,72$ было $\lambda_S = -1,05 \times 10^{-6}$. Для микропровода состава $Fe_{3.85}Co_{67.05}Ni_{1.44}B_{11.53}Si_{14.47}Mo_{1.66}$ ($d/D = 0,92$) константа магнитострикции была $\lambda_S = -0,46 \times 10^{-6}$.

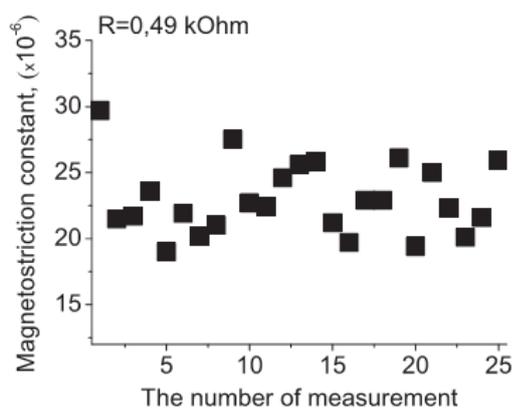


Рис. 1.17. Характерная зависимость константы магнитострикции от номера измерения для $Fe_{67.5}Co_{7.5}B_{15}Si_{10}$ ($d = 16$, $d/D = 0,76$) [43].

Таким образом, можно рассмотреть зависимость коэффициента магнитострикции от соотношения диаметров микропровода. Для составов $Fe_{3.83}Co_{66.94}Ni_{1.44}B_{11.51}Si_{14.59}Mo_{1.69}$ и $Fe_{3.85}Co_{67.05}Ni_{1.44}B_{11.53}Si_{14.47}Mo_{1.66}$ микропроводов с соответствующими коэффициентами ρ (0,88 и 0,92) были получены похожие значения константы магнитострикции ($-0,39 \times 10^{-6}$ и $-0,45 \times 10^{-6}$, соответственно). Эти значения меньше, чем константа магнитострикции для микропровода $Fe_4Co_{68.7}Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$ со значением коэффициента магнитострикции $\lambda_s = -1,05 \times 10^{-6}$ и $d/D = 0,72$. Следовательно, можно сделать вывод, что уменьшение соотношения диаметра металлической жилы к общему диаметру и, соответственно, увеличение внутренних напряжений приводит к увеличению константы магнитострикции в микропроводах на основе $FeCoNi$ (смотри таблицу 1).

Таблица 1. Зависимость константы магнитострикции от коэффициента ρ для микропроводов на основе $FeCoNi$ и $FeCo$ [43].

Микропровода на основе $FeCoNi$		Микропровода на основе $FeCo$	
$\rho=d/D$	$\lambda_s, (\times 10^{-6})$	$\rho=d/D$	$\lambda_s, (\times 10^{-6})$
0,72	-1,05	0,79	14,6
0,88	-0,39	0,83	17,9
0,92	-0,46	0,87	13,9

В проведенном анализе зависимости величины константы магнитострикции от соотношения диаметров для микропроводов с отношением диаметров был учтен только вклад напряжений, возникающих из-за разницы коэффициентов теплового расширения стекла и жилы. И, соответственно, сравнение происходило без учета вклад напряжений, созданных при изготовлении микропроводов (закалочные напряжения).

Также в работе [43] представлены результаты измерения константы магнитострикции для микропровода $Fe_{67.5}Co_{7.5}B_{15}Si_{10}$. Для образца с соотношением диаметров 0,75 получили константу магнитострикции $\lambda_S = 18,6 \times 10^{-6}$, для микропроводов с $\rho = 0,76$ и $0,77 - 22,9 \times 10^{-6}$ и $12,4 \times 10^{-6}$, соответственно. Отношения диаметров рассматриваемых микропроводов похожи, однако коэффициент магнитострикции весьма отличается. Вывод в данном эксперименте был сделан следующий: это различие может появиться вследствие слабого сигнала для Fe -образцов. Однако также можно отметить, что данные значения константы магнитострикции были получены для микропроводов с $d/D \sim 0,76$ и $d \sim 16$ мкм. А теперь рассмотрим полученные данные с другой стороны: фиксируется отношение диаметров $d/D \sim 0,76$, а значение диаметра жилы изменяется. Можно сделать вывод, что при увеличении диаметра жилы (увеличение вклада напряжения), значение константы магнитострикции уменьшается (таблица 2).

Таблица 2. Зависимость константы магнитострикции от диаметра металлической жилы для микропроводов на основе $FeCo$ с $d/D \sim 0.76$.

d , мкм	λ_S , ($\times 10^{-6}$)
16	22,9
16,4	18,6
16,6	12,4

Для микропровода $Fe_{52.5}Co_{22.5}B_{15}Si_{10}$ с коэффициентами $\rho = 0,79$, $0,83$ и $0,87$ константа магнитострикции составляла $\lambda_S = 14,6 \times 10^{-6}$, $\lambda_S = 17,9 \times 10^{-6}$ и $\lambda_S = 13,9 \times 10^{-6}$, соответственно. Соотношение диаметра металлической жилы к

общему диаметру микропровода существенно не изменило константу магнитострикции. Это связано с большим порядком коэффициента магнитострикции $(10-12) \times 10^{-6}$. Действительно, оценка полученных результатов показывает отсутствие зависимости величины константы магнитострикции от соотношения диаметров. Возможно, это также связано с тем, что сравнивались разные соотношения диаметров и разные значения диаметра жилы, соответственно, значение λ_s для микропровода с отношением диаметров 0,87 выпало из статистики (λ_s должна была увеличиться).

Для микропроводов на основе железа зависимость константы магнитострикции от величины внутренних напряжений выглядит следующим образом:

$$\lambda_{s,\sigma} = \lambda_{s,0} - B \quad (1.3)$$

где $\lambda_{s,\sigma}$ - константа магнитострикции с напряжением, $\lambda_{s,0}$ - константа магнитострикции с нулевым напряжением, σ - напряжение, B - константа порядка 10^{-10} .

Для микропроводов на основе *FeCo* полученные значения коэффициента магнитострикции положительны и имеют достаточно большое абсолютное значение: от 10×10^{-6} до 25×10^{-6} . Анализируя полученные результаты магнитострикции, измеренной для *FeCo*-микропроводов, можно сделать вывод, что изменение величины и распределения механических напряжений в микропроводе не имеет достаточного эффекта для изменения константы магнитострикции при ее достаточно большом значении.

Одна из задач диссертационной работы модифицировать эксперимент данной работы [43]. Необходимо выполнить измерения константы магнитострикции состава *Fe-Si-B* для исходных образцов и после снятия стекла, чтобы учесть влияние закалочных напряжений на величину коэффициента магнитострикции.

1.6. Особенности методики уменьшения внутренних напряжений микропроводов. Зависимость магнитных свойств микропроводов от наличия/отсутствия стекла

Магнитные свойства различных типов микропроводов со стеклянным покрытием в значительной мере зависят от распределения остаточного закалочного напряжения по поперечному сечению микропровода [2,40,44].

Различные процедуры термического отжига и отжига под напряжением обычно используются [21,45-47] для изменения амплитуды остаточных закалочных напряжений в аморфных ферромагнитных микропроводах и для адаптации их свойств к конкретным применениям. Альтернативным методом оптимизации распределения остаточных напряжений в микропроводе является изменение толщины покрытия из стекла [48-51]. В данном пункте проводится обзор научных исследований влияния стеклянного покрытия на магнитные свойства микропроводов: методики снятия стекла, которые приводят к уменьшению внутренних напряжений, создаваемых во время изготовления образцов.

Во всех рассмотренных далее работах стекло с микропроводов стравливалось с помощью плавиковой кислоты (HF). При этом не всегда отслеживалось влияние HF на жилу микропровода с помощью микроскопа, что также может влиять на магнитные свойства микропроводов.

В работе [52] было исследовано влияние стеклянного покрытия на потенциал однодоменной стенки в микропроводе на основе железа методом распределения поля переключения. Модель термоактивированного механизма использовалась для описания термически активированного переключения через сложный энергетический барьер в аморфных микропроводах $Fe-Si-B$. Удаление стекла приводит к уменьшению энергетического барьера, который должен быть преодолен за счет термической активации, которая представлена увеличением вероятности теплового переключения при более низких полях.

Авторы статьи [53] изучали влияние толщины стеклянного покрытия на гигантский магнитоимпеданс в аморфных микропроводах на основе Co .

Уменьшение толщины стекла приводит к релаксации термоупругих напряжений, что определяет анизотропию в микропроводе. Несмотря на уменьшение эффективной анизотропии, отношение ГМИ (гигантского магнитоимпеданса) существенно не изменилось. Этот факт можно объяснить изменениями в радиальном распределении осей легкого намагничивания. В рамках предложенной модели *core-shell* предполагается, что уменьшение толщины стекла приводит к увеличению размера продольно намагниченного ядра и к отклонению легкой оси в оболочке от азимутального направления. Полученные результаты показывают влияние термоупругих напряжений на формирование доменной структуры и отклик ГМИ в аморфных микропроводах со стеклянным покрытием.

В статье [54] представлено комплексное исследование на новой экспериментальной установке для одновременной регистрации петли гистерезиса и скорости доменной стенки во время удаления стекла *in situ*. Используя эти уникальные возможности, было исследовано влияние прогрессирующего утончения стеклянного покрытия на магнитное переключение в аморфных микропроводах с положительной и почти нулевой магнитострикцией. Результаты показали, что провода с положительной магнитострикцией сохраняют их бистабильное магнитное поведение при снятии стекла с уменьшением поля переключения. В случае с почти нулевой магнитострикцией провода не обладают переключающим поведением в случае большей толщины стекла, и оно появляется при удалении стекла. Значение поля переключения увеличивается при утончении стекла. Результаты объясняются рассмотрением доменной структуры, и связью между магнитострикцией и напряжениями, возникающими в металлической жиле во время изготовления из-за присутствия стекла и затвердевания металла.

Подвижность доменной стенки демонстрирует иное поведение, чем поле переключения. Для обоих составов скорость доменной стенки представляет максимум вокруг значения толщины стекла, где изменяется магнитная структура жилы. Она может измениться от одного домена к структуре *core-shell* для положительных магнитострикционных проводов или от структуры *core-shell* к однодоменной структуре для микропроводов с почти нулевой магнитострикцией.

Полученные результаты важны для понимания факторов, влияющих на магнитное переключение в аморфных микропроводах в стекле, а также для практических применений, требующих настройки параметров переключения. Точно откалиброванный мониторинг магнитных свойств *in situ* может также использоваться для контроля толщины стекла во время травления.

В работе [55] был создан специальный гель на основе *HF*, предназначенный для точного травления стеклянного покрытия с целью уменьшения толщины стеклянной оболочки микропровода. Использование этого геля позволяет получать наружную поверхность микропровода с небольшой шероховатостью, не превышающей 100 нм. Изменение остаточного закалочного напряжения в результате травления стеклянной оболочки измерялось методом малоуглового вращения намагниченности [56]. Показано, что уменьшение толщины стеклянного покрытия на 1 мкм приводит в среднем к уменьшению остаточного закалочного напряжения на 40–50% от исходного значения. Это доказывает, что относительно небольшие изменения толщины стеклянного покрытия могут значительно уменьшить амплитуду остаточного закалочного напряжения в аморфном микропроводе с высоким содержанием *Co*.

Как видно из приведенных выше работ, во всех научных исследованиях был использован гель или раствор *HF* для снятия стекла с микропроводов и рассматривались вопросы влияния наличия/снятия стекла на магнитные свойства микропроводов. Однако, не был использован механический способ снятия стекла, который не влияет на ферромагнитную жилу микропроводов и не был проведен детальный анализ влияния снятия внутренних напряжений на динамику движения доменной границы и магнитострикционные свойства. Также необходимо отметить, что в описанных работах не приводится детальное рассмотрение механизмов процессов перемагничивания в условиях уменьшения внутренних напряжений и температурной обработки. Необходимость в систематизированном изучении влияния внутренних напряжений на магнитостатические, магнитодинамические и магнитострикционные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа подтверждает актуальность темы диссертационного исследования.

1.7. Заключение к литературному обзору

В обзоре литературы отражены основные результаты исследования магнитостатических, магнитострикционных и динамических свойств аморфных микропроводов в стеклянной оболочке. Несмотря на то, что данные исследования проводятся достаточно длительное время, тема изучения магнитных свойств микропроводов остается актуальной для фундаментальных задач физики.

В рассмотренных работах в данной главе были получены выводы о зависимости магнитных свойств микропроводов от величины отношения диаметра металлической жилы к общему диаметру, т. е. от величины внутренних напряжений, возникающих из-за разницы коэффициентов теплового расширения для металла и стекла.

Однако, необходимо проверить вклад напряжений, возникающих в процессе изготовления микропроводов (закалочных напряжений), оказывающий влияние на результат измерений магнитных свойств образцов. Для этого необходимо исключить вклад от напряжений из-за разницы коэффициентов термического расширения метал-стекло, сняв стеклянную оболочку аморфного микропровода. В результате проведенного анализа литературы была сформулирована цель данного диссертационного исследования и поставлены задачи для ее достижения.

Глава 2. Экспериментальные методики и образцы

Во второй главе представлена информация об исследуемых образцах, и рассмотрены основные методики измерения кривых намагниченности, магнитострикционных характеристик, а также измерения скорости распространения доменной границы микропроводов. Для исследования были выбраны аморфные ферромагнитные микропровода на основе Fe в стеклянной оболочке, в которых могут быть достигнуты относительно высокие положительные значения константы магнитострикции насыщения ($\lambda_s = 10^{-5} - 10^{-6}$). С целью анализа структурных и фазовых свойств образцов были использованы следующие методы: рентгеноструктурный анализ (РСА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Для исследования магнитных свойств проводились измерения магнитострикции методом малоуглового вращения намагниченности, петель гистерезиса индукционным методом, и скорости движения доменной границы методом Сикстуса-Тонкса.

2.1. Особенности выбора технологических параметров изготовления микропроводов

Метод изготовления микропроводов (Улитовского-Тейлора) был подробно описан в Главе 1. Как уже отмечалось ранее, технические параметры изготовления, такие как скорость вытяжки, условия и скорость охлаждения являются факторами, влияющими на формирование кристаллической структуры образцов. Варьируя эти параметры, можно получить полностью аморфные, частично кристаллизованные и полностью кристаллизованные микропровода. При больших скоростях вытяжки способ закалки микропровода становится неважным с точки зрения формирования магнитнооднородной аморфной структуры микропровода. Скорость охлаждения влияет только на величину его коэрцитивной силы, форма петли гистерезиса принципиально не изменяется. Уменьшение скорости вытяжки микропровода до

минимального значения, которое определяется из условия непрерывности процесса литья, при его изготовлении с закалкой в воде не приводит к образованию новых магнитных фаз. То есть скорость охлаждения микропровода остается достаточной для формирования аморфной магнитной структуры микропровода. С уменьшением скорости вытяжки увеличивается диаметр микропровода, вследствие чего при его закалке на воздухе скорость охлаждения становится недостаточной для формирования однородной аморфной структуры, и в металлической жиле микропровода формируются различные магнитные фазы, которые состоят из нанокристаллитов и аморфной матрицы в различных процентных соотношениях. Данные исследования были проведены в рамках работ диссертанта [57-58].

2.2. Анализ структурных свойств микропроводов

Рентгеноструктурный анализ (XRD)

Чтобы получить информацию о микроструктуре и фазовом составе исследуемых образцов на основе *Fe* и подтвердить их аморфное состояние, был проведен рентгеноструктурный анализ (XRD). Принцип данной методики основан на том, что кристаллическая решетка представляет собой правильное трехмерное распределение атомов в пространстве. Атомы расположены так, что они образуют серию параллельных плоскостей, разделенных друг от друга расстоянием d , которое варьируется в зависимости от природы материала. Когда монохроматический рентгеновский пучок с длиной волны λ падает на плоскости решетки в кристалле под углом θ , дифракция происходит только тогда, когда расстояние, пройденное лучами, отраженными от последовательных плоскостей, отличается на полное число n длин волн (рисунок 2.1). Это условие выражено законом Брэгга: $n\lambda = 2d\sin\theta$. Так как аморфные образцы не обладают четко выраженной кристаллической решеткой, то мы ожидаем увидеть только гало от стеклянного покрытия и размытый аморфный пик от микропровода на дифракционной картине

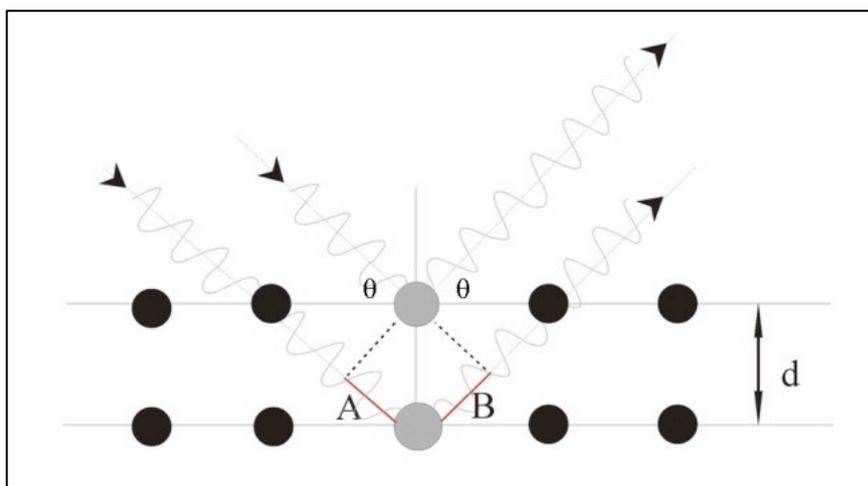


Рис. 2.1 Иллюстрация закона Брэгга: конструктивная интерференция возникает, когда разность пути между волнами, рассеянными от соседних параллельных плоскостей решетки, оказывается кратной длины волны.

Сканирующая Электронная микроскопия (СЭМ)

Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) использует сфокусированный пучок электронов высокой энергии для генерации разнообразных сигналов на поверхности твердых образцов. Сигналы, возникающие при взаимодействии электронов с образцом, содержат информацию об образце, включая внешнюю морфологию (текстуру), химический состав, кристаллическую структуру и ориентацию материалов, из которых состоит микропровод. Снимок, полученный с помощью СЭМ, предоставляет данные, которые собраны на выбранной области поверхности исследуемого образца, и генерируется 2D-изображение, которое отображает пространственные изменения этих свойств. СЭМ также может выполнять анализ выбранных точечных местоположений на микропроводе: этот подход особенно полезен при качественном или количественном определении химических составов с использованием энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС).

Так как объектами исследования были аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке, то для изучения на СЭМ стеклянная оболочка микропроводов удалялась механическим методом. Использовались режимы отраженных электронов и вторичных электронов. Траектория отраженных

электронов носит прямолинейный характер: число отраженных электронов зависит от атомного номера элементов вещества объекта - чем больше атомный номер зондируемого вещества, тем больше электронов содержат атомы, тем интенсивнее обратное рассеяние быстрых электронов, и тем светлее будут выглядеть эти участки. Таким образом, при этом режиме работы микроскопа достигается максимальный фазовый контраст. Энергия вторичных электронов невелика (порядка 10 эВ). Поэтому вторичные электроны, образующиеся на значительной глубине, рекомбинируются с ионизированными атомами, и область объекта, которая дает эффект вторичной электронной эмиссии, имеет глубину менее 50 нм и диаметр, лишь немного превышающий диаметр электронного зонда. Поэтому изображение во вторичных электронах имеет гораздо лучшее разрешение, чем изображение в отраженных электронах (с увеличением до 100000 крат).

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) – это прямой метод изучения строения и свойств материалов вплоть до атомарного уровня. Принцип методики основан на взаимодействии пучка электронов с объектом исследования, а точнее, проходящих сквозь него. Прошедшие сквозь образец электроны попадают на устройство формирования изображения. Преимуществом ПЭМ является то, что благодаря длине волны электронов, меньшей, чем у света, с помощью просвечивающей электронной микроскопии возможно получать изображения с разрешением, на несколько порядков превосходящим разрешение самого современного светового микроскопа. Еще одним важным преимуществом данного метода является возможность изучения исследуемого объекта не только в реальном пространстве, но и возможность получения дифракционной картины от образца.

Для исследования структуры микропроводов методом просвечивающей электронной микроскопии была использована методика приготовления образцов с помощью фокусированного электронного пучка (FIB). Исследуемый микропровод с предварительно снятой стеклянной оболочкой нарезался вручную на маленькие куски. Далее с помощью электронного пучка микропровод нарезался на тончайшие ламели (примерно в 200 нм). Анализ микроструктуры исследуемых образцов

проводилась с помощью просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения (HRTEM) с ускоряющим напряжением 200 кВ.

2.3. Индукционный метод для исследования магнитоэлектрических свойств

Петли гистерезиса микропроводов были исследованы индукционным методом. В основе этого метода лежит закон электромагнитной индукции Фарадея, основанный на регистрации переменного напряжения, индуцируемого в приемных катушках при изменении магнитного потока. В нашем случае образец занимает небольшую часть поперечного сечения катушки, поэтому поток внешнего магнитного поля будет преобладать. Необходимо учитывать существование обоих магнитных потоков, исходящих от образца с намагниченностью M и от магнитного поля H [59]:

$$\Phi = \mu_0 N (A_c H + A_s M) \quad (2.1)$$

где A_c и A_s площади поперечного сечения катушки и образца, соответственно, N -число витков.

Индукцированная ЭДС в катушке содержит две компоненты:

$$\mathcal{E} = -\mu_0 N \left(A_c \frac{dH}{dt} + A_s \frac{dM}{dt} \right) \quad (2.2)$$

Чтобы исключить первый член в (2.2), возникающий из-за внешнего магнитного поля, используется идентичная компенсационная катушка. Эта вторая катушка подключена в обратном направлении к приемной катушке, следовательно, индуцированная ЭДС зависит только от скорости изменения намагничивания образца:

$$\mathcal{E} = -\mu_0 N A_s \frac{dM}{dt} \quad (2.3)$$

Намагниченность образца определяется интегрированием (2.3):

$$M = \frac{1}{\mu_0 N A_s} \int \mathcal{E} dt \quad (2.4)$$

При измерении тонких микропроводов индуцированное напряжение очень мало, соответственно, детектируемый сигнал содержит шумы. Поэтому было

решено использовать модифицированную установку измерения петель гистерезиса (рисунок 2.4).

а)

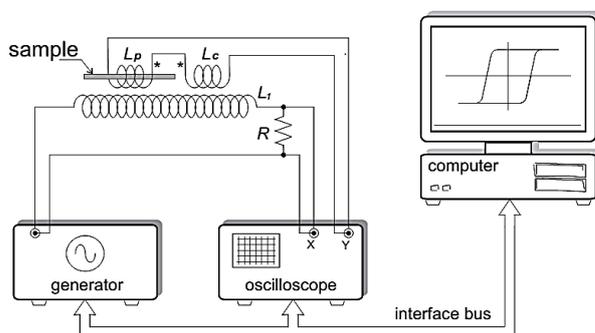


Рис. 2.4. а) Схема классической установки для индукционного метода измерения петли гистерезиса [59].

б)



Рис. 2.4. б) Модифицированная установка для измерения петель гистерезиса индукционным методом.

Ключевой особенностью является цифровая обработка напряжения приемной катушки при помощи программного обеспечения, работающего на компьютере. Кроме численного интегрирования могут быть реализованы другие операции, такие как фильтрация. Основными преимуществами такой системы являются: лучшая чувствительность, возможность создания автоматизированной установки, а также уменьшение ее стоимости.

Преимущество индукционного метода заключается в возможности исследовать достаточно длинные образцы (в отличие от метода вибрационной магнитометрии – длина образца ~ 2 см). Как известно, при определенной критической длине би-стабильность микропроводов исчезает. В индукционном методе практически исключается данный недостаток. Также данный метод позволяет провести серию экспериментов для одного образца по измерению константы магнитострикции и движению доменной границы и одновременно контролировать форму петли гистерезиса, что и было сделано при выполнении диссертационного исследования.

2.4. Методика измерений динамики движения доменной границы микропроводов. Метод Сикстуса-Тонкса.

Метод, основанный на классическом эксперименте типа Сикстуса-Тонкса, был использован для изучения динамики доменной стенки в магнито-бистабильных микропроводах (рисунок 2.5).

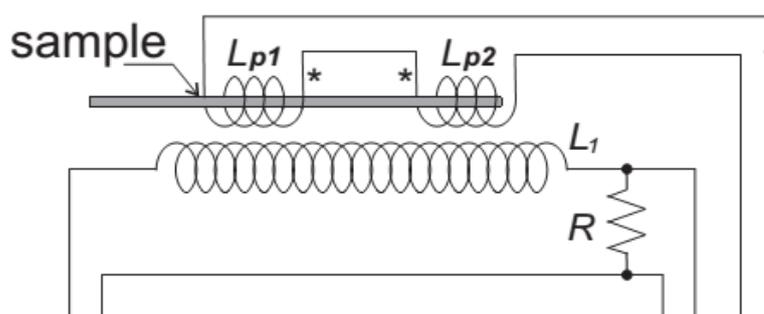


Рис. 2.5. Индукционный модуль в методе Сикстуса-Тонкса [59].

В классическом эксперименте Сикстуса-Тонкса «обратный домен» (то есть домен с противоположным направлением намагниченности) создается локальной катушкой (катушкой «нуклеации»). В случае бистабильных микропроводов обратный домен спонтанно зарождается на концах микропровода, и использовать катушку нуклеации не нужно. Один конец образца был помещен за пределы намагничивающей катушки, чтобы контролировать направление распространения доменной границы.

Система состоит из трех катушек (рисунок 2.5). Первичная катушка L_1 создает низкочастотное магнитное поле, которое можно считать постоянным во время распространения доменной границы. Две вторичные катушки L_{p1} и L_{p2} , симметрично расположенные в центре первичной катушки на расстоянии друг от друга 20 мм, соединены последовательно.

Для изучения влияния магнитного поля на движение одной доменной границы необходимо избежать вклада от зарождения новых доменных границ в других частях микропровода. Если приложенное магнитное поле H больше

некоторого значения, то вторичные катушки будут регистрировать сигналы от концевых доменов и доменов, зарожденных в центральной части микропровода.

Установка автоматизирована таким образом, что фиксирует времена прохождения доменной границей первой и второй катушек, и при известном расстоянии между двумя катушками, можно рассчитать величину V по формуле: $V = \frac{l}{\Delta t}$, где l – расстояние между приемными катушками, Δt – время прохождения доменной границей расстояния между первой и второй катушек.

В классическом случае скорость движения доменной границы имеет линейную зависимость от величины приложенного магнитного поля. Типичная полевая зависимость скорости движения доменной границы представлена на рисунке 2.6. На рисунке также обозначены основные параметры, которые можно извлечь из полученной полевой зависимости скорости движения доменной границы, и которые используются в данной диссертации.

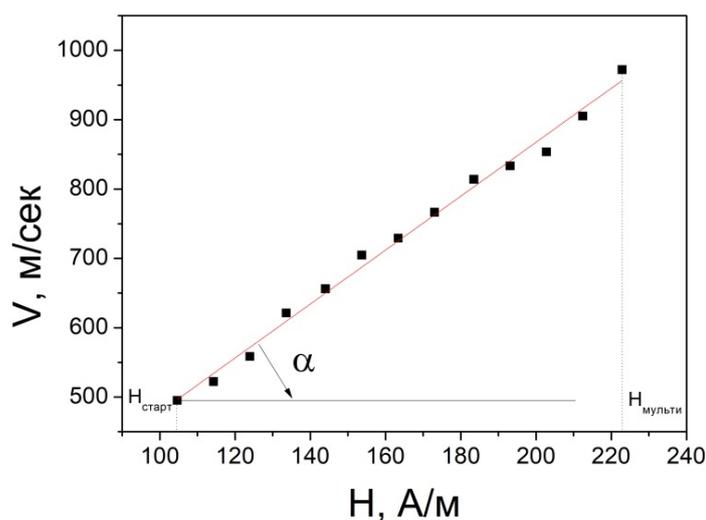


Рис. 2.6. Типичная полевая зависимость скорости движения доменной границы. V – скорость движения доменной границы, H – величина внешнего магнитного поля, $H_{\text{старт}}$ – поле переключения (минимальное поле, которое нужно приложить для перемагничивания микропровода, $H_{\text{мульти}}$ – поле, при котором реализуется перемагничивание посредством нескольких доменных границ, $\text{tg}\alpha = dV/dH = S$ – подвижность доменной границы.

2.5. Методика измерений магнитострикционных свойств микропроводов методом малоуглового вращения намагниченности (SAMR)

Коэффициент магнитострикции измерялся с помощью метода малоуглового вращения намагниченности (Small Angle Magnetization Rotation), который первоначально был предложен для материалов с поперечной анизотропией, например, для проводов с отрицательным значением коэффициента магнитострикции и циркулярном направлении легкого намагничивания, но в недавнем времени был адаптирован для микропроводов с положительным значением коэффициента магнитострикции и легкой осью намагничивания вдоль провода. В этом способе исследования магнитострикционных свойств малый угол отклонения вектора намагниченности реализуется путем пропускания небольшого переменного тока через микропровод, создающего круговое поле возбуждения H_{ac} частоты f . Предварительно, провод находится в насыщенном состоянии, для чего прикладывается магнитное поле H_b вдоль оси. На Рис. 2.7 показана принципиальная схема, иллюстрирующая применение метода SAMR. Изменение намагниченности индуцирует сигнал напряжения e_{2f} удвоенной частоты $2f$, который измеряется.

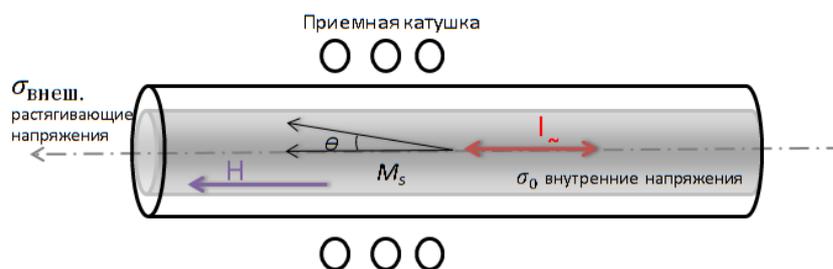


Рис. 2.7 Принципиальная схема, иллюстрирующая метод SAMR.

Для измерения магнитострикционных свойств ферромагнитных микропроводов использовалось устройство с измерительным индукционным модулем ИММ-3А. Оно предназначено для определения константы

магнитострикции отрезков аморфных микропроводов. Устройство с измерительным индукционным модулем ИММ-3А включает в себя: штатив с индукционным модулем (1), предусилитель (2), измерительный блок (3), и персональный компьютер, соединенный с измерительным блоком. Функциональная схема установки для измерения коэффициента магнитострикции микропроводов методом малоуглового вращения намагниченности представлена на рисунке 2.8. При измерениях исследуемый образец пропускается через индукционный модуль. Предусилитель расположен в прямоугольном корпусе и жестко зафиксирован в верхней части штатива. На входе он соединен с индукционным модулем, а на выходе - с измерительным блоком.

В измерительном блоке размещены стабилизированные источники питания, плата источника тока для питания соленоида индукционного модуля, плата усиления и регистрации сигналов, включающая цифро-аналоговый и аналого-цифровой преобразователи. Блок служит для формирования тока питания соленоида, переменного синусоидального тока проводимости микропровода и регистрации принимаемых сигналов.

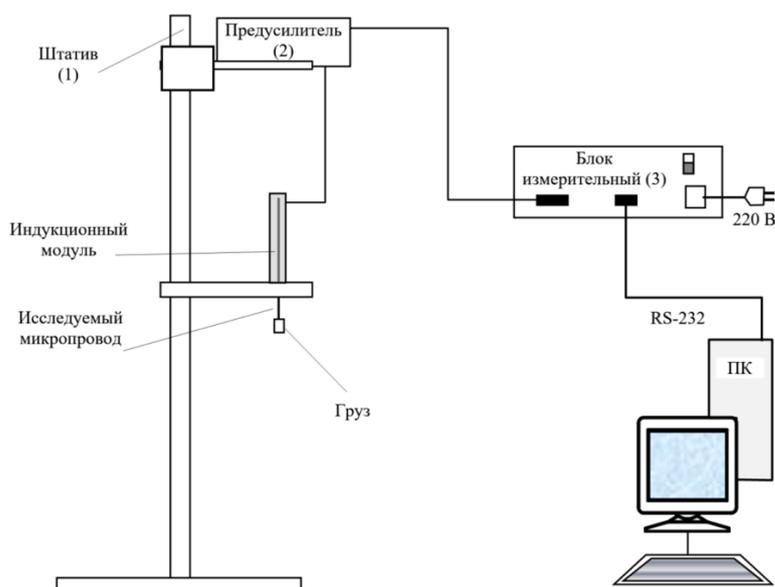


Рис. 2.8. Функциональная схема установки для измерения коэффициента магнитострикции микропроводов методом малоуглового вращения намагниченности [35].

В данном методе предполагается постоянство угла θ в процессе измерения коэффициента магнитострикции. При неизменности угла θ величина ЭДС в измерительной катушке также имеет постоянную величину. Постоянство угла θ достигается совместным изменением начального поля соленоида H_{ac} (на величину ΔH_{ac}) и начального напряжения σ_0 (на величину $\Delta\sigma$). При условии $\theta = const$ и $H_b = const$, значение коэффициента магнитострикции может быть найдено из выражения:

$$\lambda_S = -\frac{1}{3} I_S \frac{\Delta H_y}{\Delta\sigma} \quad (2.5)$$

Во время эксперимента к микропроводу последовательно подвешиваются небольшие грузы. Для каждого груза проводится измерение сигнала ЭДС как функции величины магнитного поля соленоида $U_{2h}(Hz)$. Величина магнитострикции λ_S определяется по формуле (2.5) из набора кривых, полученных для нескольких фиксированных значений U_{2h} .

Длина образца микропровода при измерении коэффициента магнитострикции должна составлять не менее 14 см, а сопротивление между концами микропровода не должно превышать 1 кОм. Данные особенности связаны с конструкцией и техническими параметрами установки (Рис. 2.8).

2.6. Параметры изготовленных образцов

Ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке изготавливались методом Улитовского-Тейлора, который заключается в быстрой вытяжке из расплава с охлаждением в воде [60].

Первичная аттестация изготовленных микропроводов включала в себя проведение следующих исследований:

- исследование степени кристалличности микропровода (проверка аморфности состояния),
- определение состава металлической жилы,

– измерение поперечных размеров микропроводов: диаметра металлической жилы и толщины стеклянного покрытия,

С помощью рентгеновского дифрактометра с источником $Cu K\alpha$ было определено, что все изготовленные микропровода являются аморфными. На рисунке 2.9 представлен типичный спектр, полученный для микропровода с металлической жилой из сплава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$. Галло соответствуют аморфному стеклянному покрытию микропровода (20 градусов) и его аморфной металлической жиле (50 и 90 градусов).

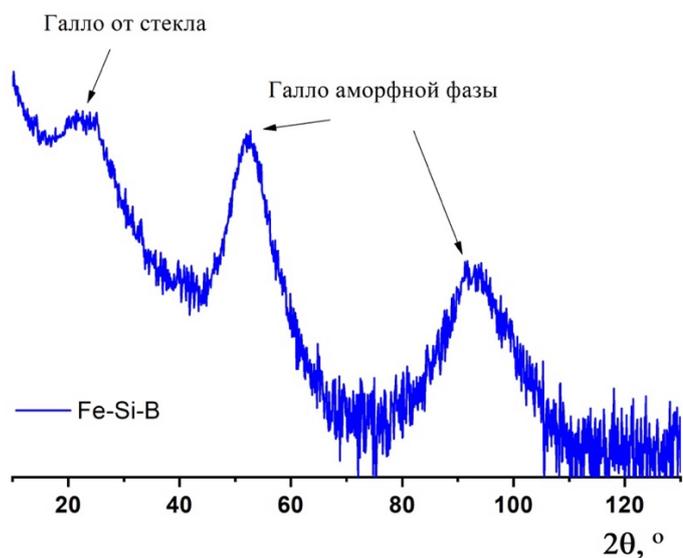


Рис 2.9 Дифрактограмма аморфного ферромагнитного микропровода с металлической жилой состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$

Состав изготовленных образцов был проверен с помощью Oxford INCA Energy EDS system. С помощью двухлучевой электронно-ионной системы сверхвысокого разрешения CrossBeam XB 540 были сделаны изображения всех изготовленных микропроводов, по которым были определены их геометрические размеры – диаметр металлической жилы и диаметр микропровода в стеклянной оболочке. На рисунке 2.10 представлено типичное изображение изготовленного микропровода.

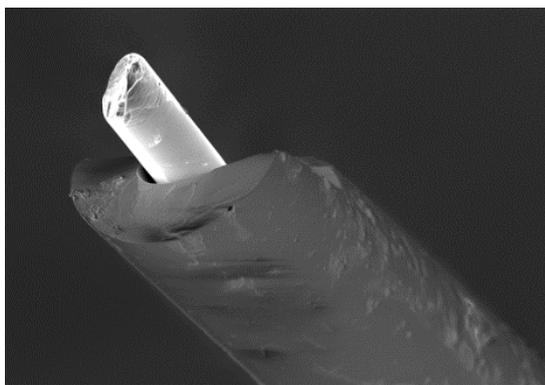


Рис 2.10 SEM изображения микропровода состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$

На рисунке 2.11 представлено ПЭМ-изображение одного из микропроводов состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$. Чтобы изучить возможное существование кристаллических зерен или дефектов внутри аморфной матрицы, было проведено наблюдение в темном поле, специально нацеленное на первое кольцевое отражение (как показано на рисунке 2.11 (с)). Картина дифракции электронов выбранной области (SAED), представленная на рисунке 2.11 (б), демонстрирует характерное аморфное гало.

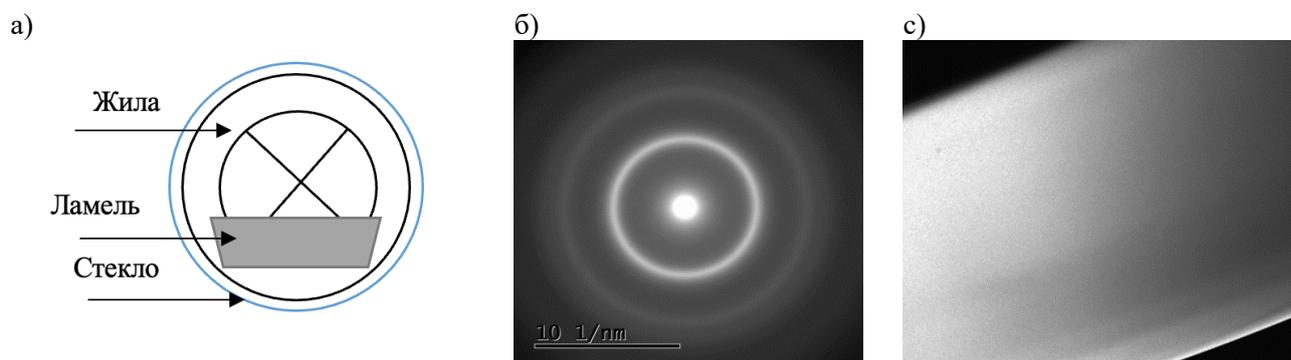


Рис 2.11 ПЭМ-изображение образца микропровода состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$: а) схематическое обозначение места внутри жилы микропровода, где была вырезана ламель для ПЭМ; б) картина электронной дифракции выбранной области (SAED); в) темнопольное изображение из сердцевины микропровода (ориентированное на первое кольцевое отражение).

Целью этого эксперимента было подтверждение аморфности структуры образцов, другими словами, обнаружение любых изменений контраста, которые могли бы указывать на наличие кристаллических зерен или структурных дефектов

внутри образца. Однако эксперимент показал постоянный и плавный яркий контраст повсюду, что указывает на то, что образцы микропроводов сохраняют однородную аморфную структуру.

Номера и геометрические параметры всех изготовленных, аттестованных и исследованных микропроводов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ представлены в Таблице 3.

Таблица 3. Геометрические параметры изготовленных образцов состава



Номер образца	d , мкм	D , мкм	d/D
№1	9	10,8	0,83
№2	9	16	0,56
№3	9,5	28,7	0,33
№4	10	17	0,59
№5	11	21	0,52
№6	12	15,8	0,76
№7	12	26	0,46
№8	12	35	0,34
№9	12	26	0,46
№10	12	27	0,44
№11	12	21	0,57
№12	13	19	0,68
№13	13	19	0,68
№14	13	26	0,50
№15	13	30	0,43
№16	14	28	0,50
№17	15	26	0,57
№18	17	26	0,65
№19	19	29	0,66
№20	23	29	0,79

Глава 3. Сравнительный анализ магнитных свойств аморфных микропроводов из сплава *Fe-Si-B* в стеклянной оболочке и после ее удаления

В третьей главе проанализированы результаты экспериментальных исследований процессов намагничивания и движения доменных границ в аморфных ферромагнитных микропроводах из сплава *Fe-Si-B* в стеклянной оболочке и после снятия ее механическим методом. Наличие стеклянной оболочки приводит к формированию дополнительных механических напряжений за счет разницы коэффициентов теплового расширения стекла и металла, которые в значительной степени определяют магнитную анизотропию с легкой осью вдоль оси микропровода. Вследствие этого процесс намагничивания характеризуется движением уединенных доменных границ, что приводит к магнитной би-стабильности. Удаление стеклянной оболочки снимает эти напряжения, и возникают области с радиальными осями легкого намагничивания. Скорость движения доменных границ возрастает, но явление би-стабильности не наблюдается.

3.1 Условия напряженного состояния металлической жилы микропроводов и уточняющая теория связи напряжений, магнитоупругой анизотропии и подвижности доменной границы

В литературном обзоре мы рассмотрели несколько способов частичного снятия внутренних напряжений в микропроводах, таких как температурная обработка и снятие стеклянного покрытия. Стеклянное покрытие может быть стравлено с помощью плавиковой кислоты (*HF*). Однако это является сложным химическим процессом, во время которого необходимо постоянно следить за утончением стекла, чтобы не повредить металлическую жилу микропровода. Это необходимо для корректного сравнения магнитных свойств образцов в стекле и без стекла. Химический способ удаления стекла — это трудно контролируемый

процесс, который не всегда позволяет получать достоверные результаты, поэтому в данной работе для снятия стекла использовался механический метод. Микропровод помещается между двумя препаратными стеклами, и при легком нажатии на одно стекло поверх другого стеклянная оболочка микропровода трескается и разрушается. После ее удаления остается только металлическая жила с микроостатками стекла, которые не влияют на дальнейшие исследования. Таким образом, мы получаем микропровод с внешним диаметром равным диаметру жилы d без воздействия на ферромагнитные свойства. На рисунке 3.1 представлен микропровод с частично снятой стеклянной оболочкой (для контраста). Можно заметить, что жила остается не тронутой.

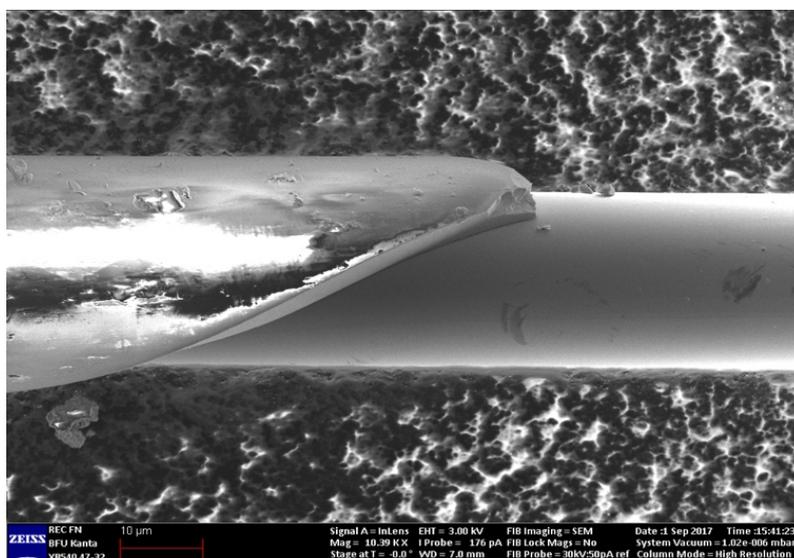
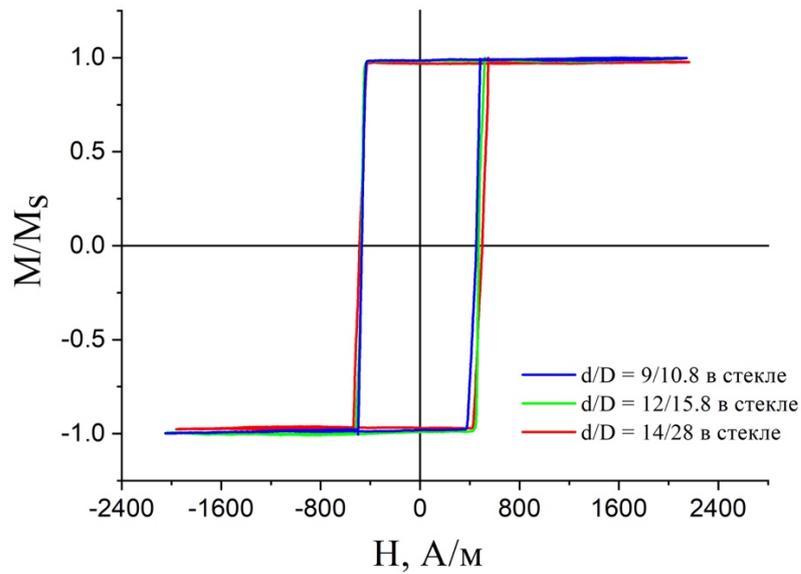


Рис. 3.1 Изображение аморфного микропровода после частичного снятия стекла механическим методом, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа

На рисунке 3.2 представлены петли гистерезиса в исходном состоянии и после снятия стекла для части изготовленных образцов:

а)



б)

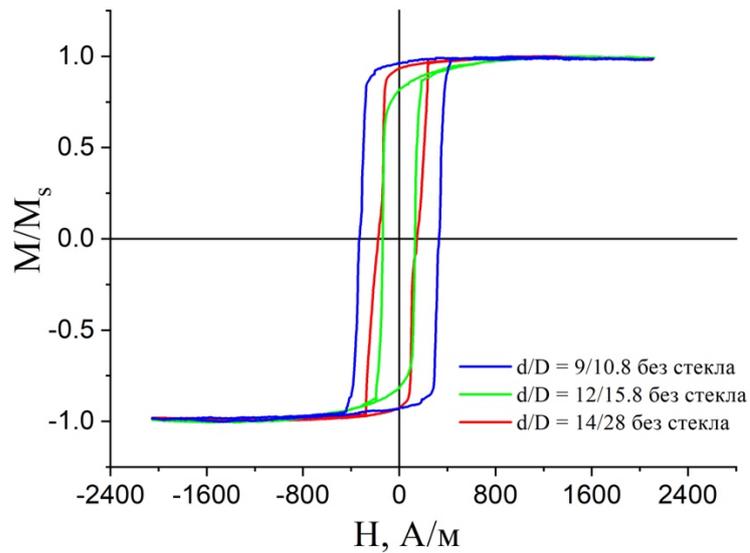


Рис. 3.2. Петли гистерезиса для микропроводов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$
а) в стекле, б) без стекла для различных значений диаметров d и D

Из рисунка 3.2 можно сделать вывод, что уменьшение напряжений приводит к изменению формы петель гистерезиса, что свидетельствует об изменении микромагнитной структуры образца вследствие изменения магнитоупругой анизотропии. Известно, что уменьшение константы анизотропии в проводящих цилиндрических ферромагнетиках ответственно за увеличение длины доменной

стенки и уменьшение спиновой релаксации: оба эти фактора способствуют повышению мобильности доменной границы [61-62]. Ниже представлен теоретический анализ зависимости подвижности доменной границы от внутренних напряжений, результаты которого согласуются с экспериментальными данными.

Макроскопическая плотность магнитной энергии в аморфном проводе имеет вид:

$$U_m = - \sum_i K_i \gamma_i^2 + \frac{3}{2} \lambda_s \sigma_{ii} \gamma_i^2 \quad (3.1)$$

где γ_i - косинусы угла намагниченности \mathbf{M} относительно i -й оси, K_i - величина усредненной анизотропии ближнего порядка в направлении i -й оси, σ_{ii} - диагональные компоненты тензора внутренних макроскопических напряжений, $\lambda_s > 0$ - магнитострикция насыщения, которая считается изотропной. Компоненты напряжений определены в цилиндрических координатах: $\sigma_{rr}, \sigma_{\varphi\varphi}, \sigma_{zz}$. Пренебрегая распределением намагниченности по радиусу, уравнение (3.1) принимает вид:

$$U_m = - K \gamma_z^2 - \frac{3}{2} \lambda_s (\sigma_{zz} - \sigma_{\varphi\varphi}) \gamma_z^2 \quad (3.2)$$

В покрытых стеклом микропроводах происхождение остаточного напряжения в основном объясняется термоупругим напряжением σ_{th} , возникающим во время охлаждения от температуры затвердевания T_s до комнатной температуры T из-за разницы в коэффициентах теплового расширения металлического сердечника α_m и стеклянной оболочки α_g . Другой вклад может быть связан с процессом вытягивания, который создает общее напряжение σ_{draw} . Внутри стекла наблюдается сильное распределение напряжений по радиусу, тогда как напряжение вдоль жилы микропровода практически однородно [63]. Это позволяет аппроксимировать напряжение в металлической жиле как:

$$\sigma_{zz} - \sigma_{\varphi\varphi} = (\sigma_{th} + \sigma_{draw}) \frac{1}{k(1-\rho^2) + \rho^2} \quad (3.3)$$

Формула (3.3) соответствует компоненте напряжения в металлической жиле под действием полного напряжения $\sigma_{th} + \sigma_{draw}$, $k = E_g/E_m$, где E_g, E_m - модули Юнга для стекла и металла, соответственно, $\rho = d/D$. С учетом коэффициентов

линейного теплового расширения и предположения равных коэффициентов Пуассона ($\nu=1/3$), величина σ_{th} аппроксимируется как [64]:

$$\sigma_{th} = (\alpha_m - \alpha_g)(T_s - T)E_m\psi \quad (3.4)$$

$$\psi = \frac{1 - \rho^2}{\left(\frac{k}{3} + 1\right)(1 - \rho^2) + 4/3}$$

Обычно считается, что для конкретного состава сплава параметрами, которые влияют на значения σ_{ii} , являются диаметр металлической жилы d и отношение ρ [65]. Уравнения (3.3), (3.4) показывают, что остаточные напряжения зависят не только от геометрических параметров, но и от других термомеханических свойств. В результате магнитоупругая анизотропия в проводах одинакового состава и размеров может быть совершенно разной.

Далее мы рассмотрим взаимосвязь между внутренними напряжениями и подвижностью доменной границы (ДГ). Нормальная скорость ДГ v_n в линейном режиме имеет вид:

$$v_n = \frac{2M_s}{\delta} H \quad (3.5)$$

где δ - параметр затухания, который включает в себя вклады спиновой релаксации δ_{sr} и потери на вихревые токи δ_{ed} . Параметр δ_{sr} аппроксимируется значением, действительным для плоской стенки [66]:

$$\delta_{sr} = \frac{\beta M_s \epsilon}{2A\gamma} \quad (3.6)$$

где $\epsilon = \sqrt{\tilde{K}A}$ - поверхностная энергия доменной стенки, $\tilde{K} = K + \frac{3}{2}\lambda_s(\sigma_{zz} - \sigma_{\varphi\varphi})$, A - параметр неоднородного обмена, γ - гиромангнитное отношение, β - параметр спиновой релаксации. Параметр потерь на вихревые токи δ_{ed} не зависит от поверхностной энергии доменной стенки и имеет меньшее, чем δ_{sr} , значение:

для тонких аморфных микропроводов на основе Fe ($d \sim 10$ мкм) соответствующий параметр релаксации $\beta \sim 0.1-0.2$.

При проведении исследований по методу Сикстуса-Тонкса измеряется осевая скорость стенки v_a [62]. Этот параметр намного больше, чем v_n , так как доменная стенка имеет удлиненную форму, характеризующуюся длиной $L \gg a$. Такая форма связана со стремлением системы уменьшить магнитостатическую энергию доменов типа head-to-head. Таким образом, $v_a \approx v_n(L/a)$. Длина L удлиненной границы между двумя магнитными фазами определяется балансом между магнитостатической энергией и поверхностной энергией доменной стенки [62]. Для цилиндрически симметричной ДГ:

$$\frac{L}{a} = 2M_s \sqrt{\frac{a}{\epsilon}} F \quad (3.7)$$

где F - безразмерный форм-фактор, зависящий от формы движущейся стенки. Для типичных параметров проводов на основе Fe и конической формы доменной границы отношение L/d находится в диапазоне 300, что согласуется с экспериментом [62]. Объединяя формулы (3.6) и (3.7), получаем, что подвижность осевой ДГ пропорциональна $\tilde{K}^{-3/4}$ и сильно возрастает с уменьшением внутренних напряжений. Это может являться объяснением изменения в подвижности доменной стенки в образцах с разным исходным уровнем внутренних механических напряжений.

Также эксперимент по исследованию влияния напряжений на магнитные свойства микропроводов лег в основу теоретического подхода для построения модели доменной стенки в цилиндрическом аморфном ферромагнитном микропроводе путем рассмотрения класса точных частных решений уравнения Ландау-Лифшица-Гильберта в цилиндрических координатах, полученных для соответствующих граничных условий [67]. Было показано, что как величина коэффициента магнитной анизотропии в центре сечения, так и скорость изменения

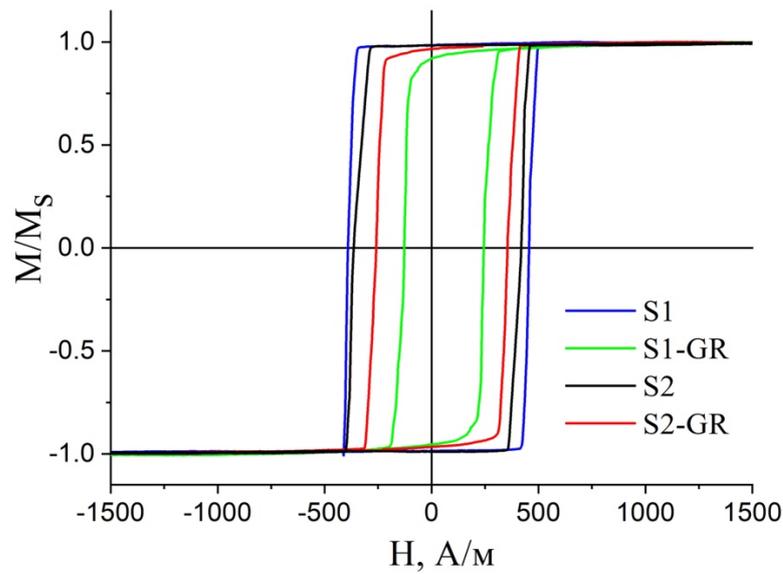
его значения по радиусу, напрямую определяют структуру доменной стенки. Подробные выкладки и результаты моделирования опубликованы в статье [67].

3.2 Влияние внутренних напряжений и температурной обработки на петли гистерезиса $Fe-Si-B$ микропроводов.

В данном разделе представлены результаты по исследованию влияния частичного снятия напряжений путем удаления стекла и температурной обработкой (отжиг и измерения при низких температурах) на петли гистерезиса аморфных микропроводов на основе железа. Отжиг производился в печи при температуре 685 К в течение 5 минут, низко температурные измерения проводились внутри СКВИД магнетометра при температурах от комнатной 300 К до 2 К. Температурная обработка является дополнительным внешним фактором, приводящим к последующему уменьшению напряжений внутри металлической жилы микропровода. Микроскопические размеры образцов были измерены с помощью двулучевой электронно-ионной системы сверхвысокого разрешения CrossBeam XB 540. Стекло в каждом эксперименте снималось механическим методом, описанным в разделе 3.1.

Для выявления дополнительных факторов, влияющих на магнитное состояние, были выбраны 2 образца микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$, которые имеют практически идентичные геометрические размеры: 12.5мкм/26мкм и 13мкм/27мкм. Образцы обозначены как S1 и S2, соответственно, но образец S1 был получен при более высокой скорости вытяжки, чем образец S2. В данном эксперименте мы ожидаем, что образцы будут иметь очень близкие по величине внутренние напряжения, обусловленные стеклянной оболочкой. Образцы, полученные после снятия стекла, обозначены как S1-GR и S2-GR, соответственно.

а)



б)

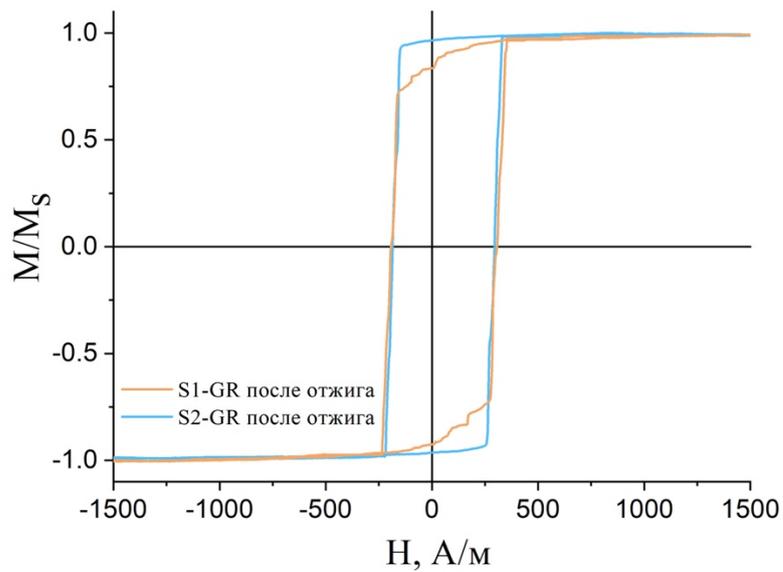


Рис. 3.3. Нормированные петли гистерезиса микропроводов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$: а) в стеклянной оболочке и после удаления стекла. Образцы обозначены как S1, S2 (в стекле) и S1-GR, S2-GR (без стекла), соответственно; б) после снятия стекла и последующего отжига

Как видно из рисунка 3.3 (а), петли гистерезиса до снятия стекла имеют почти одинаковую коэрцитивную силу, равную 426 А/м и 384 А/м для образцов S1 и S2, соответственно. После снятия стекла коэрцитивная сила обоих образцов

уменьшается и наблюдается более значительная разница в величинах H_c : H_c для образца S2-GR больше, чем для S1-GR. Снижение коэрцитивной силы объясняется тем, что на границе стекло-металл отсутствует механическая связь, которая вызывает частичное ослабление напряжений. В данном случае удаление стекла эквивалентно приложению сжимающего осевого напряжения, которое компенсирует некоторые остаточные напряжения. Однако остаются внутренние напряжения, обусловленные быстрым затвердеванием металлической жилы. Эти напряжения определяются условиями вытяжки и будут различными в проводах с разными скоростями вытяжки. Это объясняет различие в значениях коэрцитивной силы образцов S1-GR и S2-GR. Предположительно, релаксация напряжений при снятии стекла сильнее, если начальные напряжения были выше (рисунок 3.3 (а) при сравнении петель гистерезиса для S1-GR и S2-GR). Таким образом, образцы микропроводов одинакового состава и очень похожей геометрии, но изготовленные в разных условиях, могут иметь разные внутренние напряжения, и эта разница становится больше после удаления стекла. В результате отжига происходит релаксация внутренних напряжений, что устраняет различия в значениях H_c , как видно из рисунка 3.3 (б).

Для эксперимента с низкими температурами был выбран микропровод состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D = 9.5\text{мкм}/28.7\text{мкм}$. Магнитные свойства исходного микропровода в стеклянной оболочке и микропровода после удаления стеклянного покрытия были исследованы с помощью СКВИД-магнитометра Quantum Design MPMS-7 в диапазоне температур 2-300К и в магнитных полях до 400 кА/м.

На рисунке 3.4 представлены петли гистерезиса микропровода в стеклянной оболочке и после ее снятия, измеренные при комнатной температуре в магнитных полях до 60 кА/м. На вставке более подробно представлена область в магнитном поле до 1,2 кА/м.

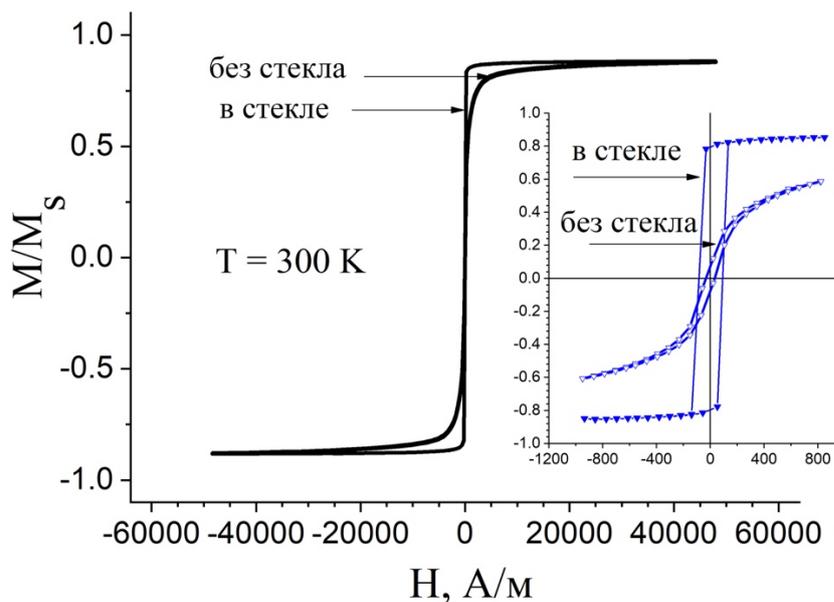


Рис. 3.4. Петли гистерезиса микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ в стеклянном покрытии (напряженное состояние) и после снятия стекла (частично снятые напряжения), измеренные при комнатной температуре в магнитных полях до 60 кА/м. На вставке выделена область магнитных полей до 1 кА/м.

Петля гистерезиса исходного образца в стеклянной оболочке имеет прямоугольную форму, что говорит о хорошо выраженной легкой оси анизотропии вдоль оси микропровода и о магнитной би-стабильности. Эти результаты типичны для микропроводов из сплавов на основе Fe . Критическая длина магнитной би-стабильности при комнатной температуре для микропроводов со схожими параметрами – порядка 1-3мм [68]. При снятии стеклянного покрытия с микропровода петля гистерезиса становится S -образной (наклонной), коэрцитивная сила уменьшается, что говорит об изменении легких осей намагничивания. Преимущественный механизм перемагничивания микропровода изменяется: с быстрого распространения доменной стенки на вращение вектора магнитного момента. Вследствие частичного снятия напряжений в металлической жиле микропровода происходит перераспределение компонентов тензора напряжений. Во внешней области жилы появляются радиальные напряжения и, как следствие, уменьшается объем области с аксиальным направлением

намагниченности, увеличивается объем периферии с магнитным моментом, направленным по радиусу микропровода.

Интересно отметить, что способ удаления стеклянного покрытия, то есть механизм и скорость частичного снятия напряжений в металлической жиле, играет ключевую роль в формировании свойств микропровода с частично снятыми напряжениями. В работе [54] показано, что последовательное утончение стеклянного покрытия с помощью плавиковой кислоты вплоть до его полного удаления не приводит к изменению механизма перемагничивания микропровода – петля гистерезиса сохраняет свою прямоугольную форму. Уменьшение коэрцитивной силы в этом случае может быть объяснено уменьшением напряжений растяжения, соответственно, уменьшением полей зарождения доменов с противоположной намагниченностью.

Охлаждение образца до температуры 2К меняет преимущественный механизм перемагничивания. Петля гистерезиса микропровода длиной 6 мм в стеклянной оболочке, измеренная при температуре 2К, имеет наклонную форму, как видно из рисунка 3.5.

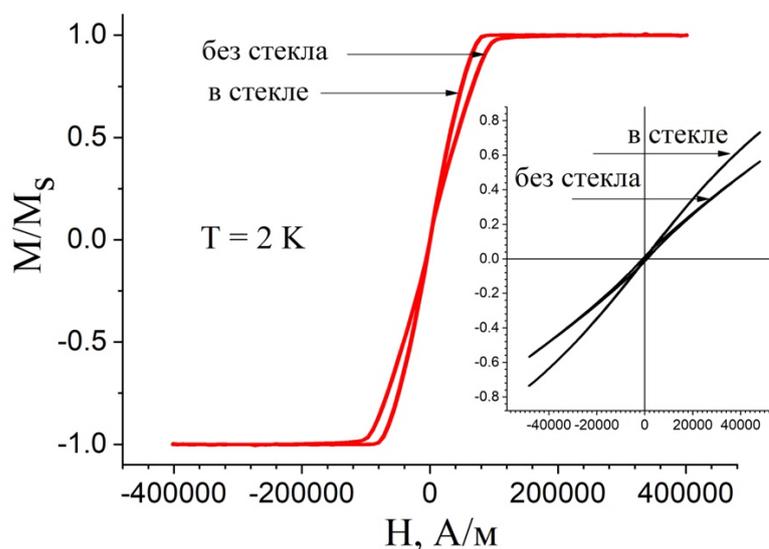


Рис. 3.5. Петли гистерезиса микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ в стеклянной оболочке и после снятия стекла, измеренные при температуре 2 К в магнитных полях до 400 кА/м. На вставке показана область полей до 50 кА/м

В случае уменьшения температуры измерения изменяется механизм перемагничивания из-за увеличения роли магнитостатической энергии: с уменьшением температуры намагниченность насыщения образца возрастает, размагничивающее поле – растёт, за счет чего объем концевых доменов увеличивается [69] и перемагничивание происходит, в том числе, поворотом вектора намагниченности концевых доменов. В случае микропровода длиной 6 мм вклад концевых доменов становится существенным. Для более длинных образцов микропроводов (17мм) из сплава *Fe-Si-B* с близкими поперечными размерами бистабильные петли гистерезиса наблюдаются вплоть до низких температур: 2 К [70] и 77 К [71], что связано с существенно меньшим влиянием концевой доменной структуры.

Снятие стеклянного покрытия приводит к увеличению наклона петли гистерезиса и уменьшению коэрцитивной силы, что, как и в случае измерений, проведенных при комнатной температуре, свидетельствует о некотором перераспределении внутренних механических напряжений с формированием радиальной намагниченности.

Для образцов, у которых можно выделить прямоугольную часть петли гистерезиса, можно оценить объем аксиально намагниченного керна, используя параметр прямоугольности $K=Mr/Ms$ [72]: $V_r/V_s = K*100\%$, где V_r – объем аксиально намагниченного керна, V_s – объем металлической жилы микропровода. Таким образом, при комнатной температуре удаление стеклянной оболочки, то есть частичное снятие напряжений в металлической жиле, приводит к уменьшению объема аксиально намагниченного керна с 90 % до 60 % за счет роста объема периферии с радиально намагниченной структурой. Понижение температуры приводит к изменению механизма перемагничивания. В данном случае трудно выделить области с аксиальным направлением намагниченности из-за малой величины остаточной намагниченности.

В п. 3.2 были изучены особенности магнитных свойств аморфных ферромагнитных микропроводов, изготовленных из сплава *Fe-Si-B* с различными геометрическими параметрами, в напряженном состоянии и после частичного

снятия механических напряжений металлической жилы путем удаления стеклянного покрытия и обработки при различных температурах. Установлено, что частичное снятие напряжений приводит к изменению преимущественного механизма перемагничивания, что, в том числе, совпадает с изменением напряженного состояния и при комнатной температуре. Отжиг приводит к полному снятию остаточных напряжений.

3.3. Влияние напряженного состояния металлической жилы и температурной обработки на динамику распространения и поля зарождения доменных границ вдоль оси микропровода.

В данном разделе исследуется динамика ДГ в микропроводах состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с использованием образцов S1 и S2, охарактеризованных выше. На рисунке 3.6 приведены графики зависимости скорости движения ДГ в исследуемых образцах от магнитного поля. Подвижность ДГ определяется как

$$S = \tan \alpha = \frac{dV}{dH} \quad (3.8)$$

Несмотря на одинаковый состав и геометрические параметры, подвижности доменных границ в исходных проводах различны, что согласуется с разными остаточными напряжениями и соответствует ранее наблюдаемым результатам [21]. Однако, если разница в коэрцитивной силе довольно мала (см. рисунок 3.3 (а)), подвижность ДГ в S1-образце примерно в 1,7 раза ниже, чем значение S в S2-образце. Это объясняется тем, что внутренние напряжения влияют как на длину доменной стенки, так и на параметр релаксации. То есть, подвижность ДГ лучше отражает внутреннее напряженное состояние, как было рассмотрено в п.3.2.

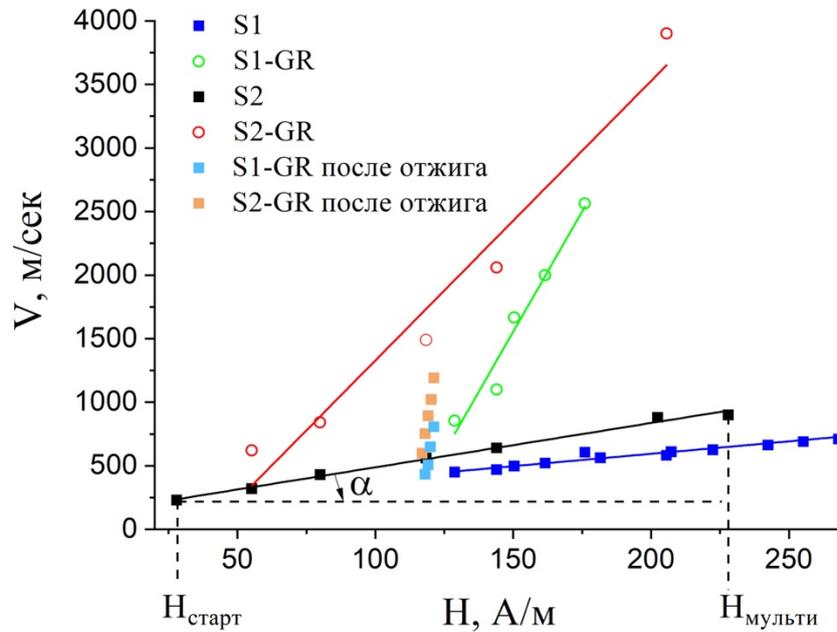


Рис. 3.6. Скорость движения ДГ V как функция магнитного поля H , приложенного вдоль оси для всех образцов. На примере зависимости $V(H)$ для образца S2 показано определение параметров: α , $H_{\text{старт}}$, $H_{\text{мульти}}$. $H_{\text{старт}}$ - внешнее поле, при котором ДГ начинает распространение, $H_{\text{мульти}}$ - внешнее поле, при котором начинают формироваться несколько доменов с противоположной намагниченностью (обратные домены)

После снятия стекла подвижность ДГ сильно увеличивается из-за релаксации напряжений. Как и следовало ожидать из анализа петель гистерезиса (рисунок 3.2), подвижность ДГ в образце S1-GR выше (в 1,6 раза) вследствие меньших напряжений. Чрезвычайно высокая и почти такая же подвижность ДГ наблюдалась в отожженных образцах после почти полной релаксации внутренних напряжений. Следует также отметить, что отожженные образцы не демонстрируют соответствующего большого снижения коэрцитивной силы. Это обусловлено разными механизмами релаксации при движении ДГ и пининга ДГ. В первом случае релаксация напрямую связана с константой анизотропии (пропорциональна $\tilde{K}^{-3/4}$). А во втором - с флуктуациями внутренних напряжений. Значения $H_{\text{старт}}$ и

$H_{\text{мульти}}$ для образца S1 выше, чем для S2, из-за более высоких внутренних напряжений.

На рисунке 3.7 показаны результаты измерения скорости распространения ДГ вдоль другого провода того же состава с параметрами $d/D=10\text{мкм}/17\text{мкм}$ в зависимости от внешнего магнитного поля без отжига. Режим распространения уединенной ДГ для покрытых стеклом проводов ограничен узким интервалом полей. Для магнитных полей H выше 176 А/м зарождение множества обратных доменов происходит во всем объеме микропровода, и становится невозможным реализовать распространение изолированной ДГ.

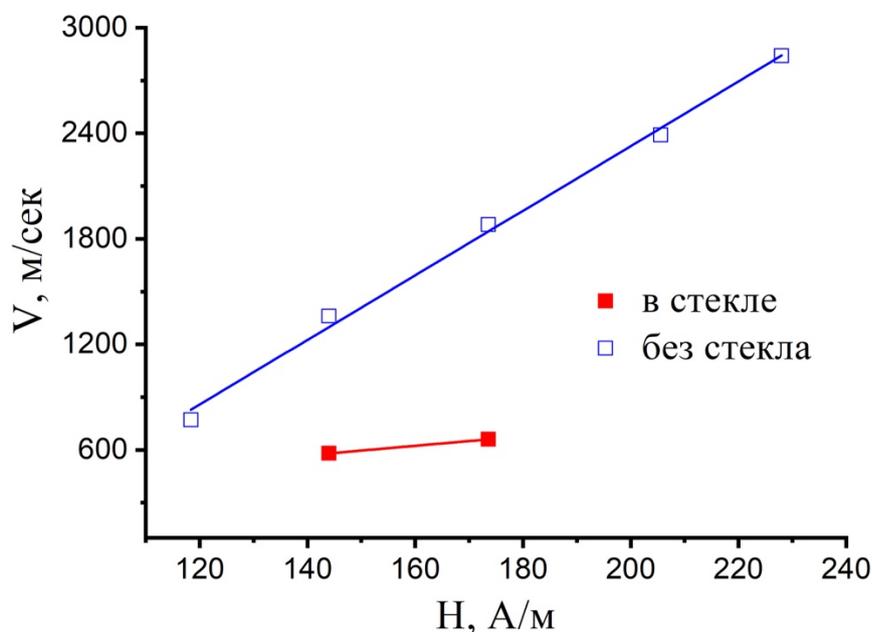


Рис. 3.7. Зависимость скорости движения ДГ от величины приложенного магнитного поля для микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D=10\text{мкм}/17\text{мкм}$ в стеклянном покрытии (напряженное состояние) и после удаления стекла (частично снятые напряжения).

После удаления стеклянного покрытия скорость ДГ значительно увеличивается, и значение начального поля, необходимого для реализации распространения, снижается. ДГ при этом распространяется в гораздо более широком интервале полей 125–230 А/м. Подвижность доменной границы S для микропровода без стекла увеличивается до $1,47 \text{ м}^2/\text{сА}$ по сравнению с

0,22 м²/сА для проводов в стекле, то есть в 6,7 раза. Увеличение скорости доменной границы в железных микропроводах после удаления стекла также было недавно опубликовано в [73], однако это увеличение не так велико: примерно в 2 раза. Мы объясняем наблюдаемое многократное увеличение подвижности ДГ комбинированным эффектом релаксации напряжений и уменьшения магнитострикции, что привело к значительному снижению магнитоупругой анизотропии, как следует из теоретических результатов, полученных в разделе 3.1.

На рисунке 3.8 показано распределение полей зарождения обратных доменов по длине микропровода. Эти поля намного меньше и более равномерно распределены в проводах после снятия стекла, что также связано с сильно уменьшенными внутренними напряжениями и магнитоупругой анизотропией [54]. Поле зарождения обратного домена зависит не только от магнитоупругой анизотропии, но и от локализованных дефектов, поверхностных дефектов и градиентов локальных напряжений. Таким образом, удаление стекла позволяет в значительной степени устранить места закрепления (дефекты поверхности и градиенты напряжений). В случае покрытых стеклом проводов диапазон полей зарождения в среднем составляет от 160 до 640 А/м, в то время как в проводах без стеклянного покрытия этот диапазон составляет 120-240 А/м. Места закрепления дефектов могут генерировать множественные обратные домены, и распространение уединенной ДГ в более высоких полях возбуждения не наблюдается. Это объясняет узкий диапазон магнитного поля в покрытых стеклом проводах для одиночного распространения ДГ, верхний предел которого соответствует полю $H_{\text{мульти}} = 176$ А/м. Минимум полей зарождения H_N связан с локализованными дефектами и слабо зависит от величины магнитной анизотропии [59]. Значение H_N составляет 91,2 А/м и 74,4 А/м для покрытых стеклом и со снятым стеклом проводов, соответственно.

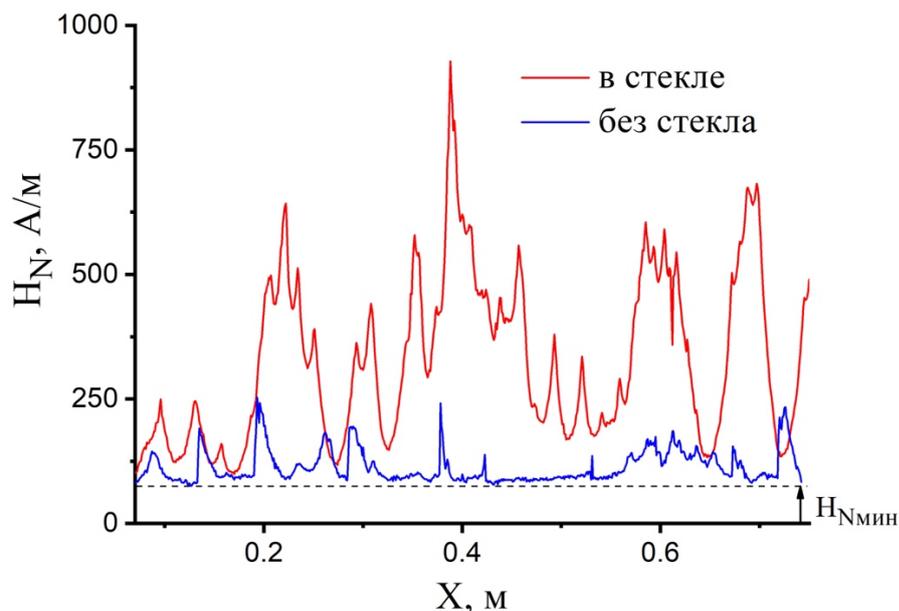


Рис. 3.8. Распределение полей зарождения ДГ от длины микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D=10\text{мкм}/17\text{мкм}$ в стеклянной оболочке и после снятия стекла.

В п. 3.3 были изучены особенности влияния напряженного состояния аморфных $Fe-Si-B$ микропроводов с различными геометрическими параметрами на динамику распространения ДГ и на распределение полей зарождения ДГ вдоль оси микропровода. Установлено, что удаление стеклянной оболочки, то есть частичное снятие напряжений, приводит к значительному увеличению подвижности доменной границы, а также к уменьшению критического значения магнитного поля, необходимого для активации движения ДГ.

Практически значимым результатом исследований, представленных в Главе 3, является подтверждение принципов работы магнитного пинцета для манипулирования живыми клетками на основе ферромагнитных микропроводов [12]. В данной работе была продемонстрирована возможность использования микропровода со стеклянным покрытием в качестве одномерного или двухмерного манипулятора в зависимости от микромагнитной структуры. Микропровода на основе железа исполняют роль микромагнита, генерирующего сильное градиентное магнитное поле на краях даже без приложения внешнего магнитного

поля, которое может использоваться в качестве штыревой системы или как элемент в массиве таких систем для концентрации магнитных наночастиц или магнитно-меченых клеток.

Выводы по главе

В данной главе представлены результаты исследования влияния внешних и внутренних факторов на характеристики петли гистерезиса, динамику распространения доменных границ и распределение полей зарождения доменов с обратной намагниченностью вдоль оси микропровода. Было обнаружено, что уменьшение величины внутренних напряжений, которое достигается как удалением стеклянного покрытия, так и процедурой отжига и проведения экспериментов при низких температурах, приводит к следующим изменениям магнитных свойств:

- В механизме перемагничивания микропроводов существенную роль начинает играть вращение вектора магнитного момента;
- Понижение температуры приводит к увеличению критической длины бистабильности. При меньших длинах механизм перемагничивания изменяется вследствие роста концевых доменов для образцов в напряженном состоянии и с частично снятыми напряжениями.
- Наблюдается значительное увеличение скорости и подвижности распространения одиночной доменной границы вдоль провода, что связано с уменьшением магнитоупругой энергии;
- Поля зарождения обратных доменов имеют более однородное распределение по длине провода, что позволяет реализовать однодоменный режим распространения в широком интервале величин магнитного поля.

Глава 4. Особенности магнитоупругой анизотропии в аморфных микропроводах из сплава *Fe-Si-B* и их применение в магнитоэлектрических композитах

В четвертой главе получены результаты теоретических оценок возможности использования метода малоуглового вращения вектора намагниченности для измерения константы магнитострикции в микропроводах на основе железа, включая теоретические оценки значений напряжений, обусловленные наличием стеклянной оболочки. Также были проведены экспериментальные исследования влияния внутренних факторов – изменение параметров d и d/D микропроводов и внешних факторов – отжига микропроводов в стеклянной оболочке и без нее на константу магнитострикции. Варьирование параметров d и d/D микропроводов из сплавов на основе железа оказывает значительное влияние на величину константы магнитострикции. Снятие стеклянной оболочки и отжиг микропроводов приводит к значительному увеличению константы магнитострикции для части образцов, что в свою очередь приводит к увеличению магнитоэлектрического (МЭ) эффекта в композитных материалах на основе аморфных микропроводов из сплава *Fe-Si-B*. При этом для образцов с отличающимися величинами d/D , изготовленных из того же сплава, наблюдается значительное уменьшение константы магнитострикции вследствие изменения поверхностной анизотропии из-за уменьшения площади границы металл-стекло, что говорит о неоднозначности формирования магнитной структуры при изготовлении микропроводов.

4.1 Применимость метода малоуглового вращения вектора намагниченности для микропроводов с усложненной доменной структурой

Как было описано в Главе 2, коэффициент магнитострикции измеряется с помощью метода малоуглового вращения намагниченности (small angle

magnetization rotation, SAMR), который первоначально был предложен для материалов с поперечной анизотропией, реализуемой в проводах с отрицательным значением коэффициента магнитострикции [73]. Малый угол поворота намагниченности реализуется путем приложения постоянного поля H_b вдоль провода, приводящего к насыщению, и небольшого переменного тока, создающего круговое поле возбуждения H_{ac} частоты f . Впоследствии чувствительность метода была улучшена, что позволило проводить измерения магнитострикции в микропроводах с осевой анизотропией, то есть с положительной магнитострикцией [74].

Для одноосной анизотропии магнитостатическая энергия записывается в виде

$$U = -K \cos^2 \theta - \mu_0 M_s (H_b + H_s) \cos \theta - \mu_0 M_s H_{ac} \sin \theta \quad (4.1)$$

$$K = K_0 + \frac{3}{2} \lambda_s (\sigma_{ex} + \sigma_{in})$$

здесь θ - угол между намагниченностью и осью микропровода, λ_s - коэффициент магнитострикции насыщения, K_0 - константа анизотропии, не связанной с магнитострикцией, M_s - намагниченность насыщения, σ_{ex}, σ_{in} - внешние и внутренние напряжения, соответственно, H_s - поле рассеяния, которое может возникать из-за неоднородности намагниченности. Рассматривая только вращательные процессы, при условии малости угла θ , значение равновесия определяется из минимизации энергии как

$$\sin \theta = \frac{H_{ac}}{H_b + 2K/\mu_0 M_s + H_s} \quad (4.2)$$

Амплитуда индуцированного напряжения пропорциональна изменению намагниченности вдоль оси:

$$V_{ind} \propto \frac{d}{dt} \cos \theta = -\sin \theta \frac{d\theta}{dt}$$

Для малых углов θ , $\sin \theta \sim \theta$, поэтому индуцированное напряжение возникает на удвоенной частоте. Значение θ не является одинаковым по радиусу провода, поэтому напряжение пропорционально интегральной характеристике:

$$e_{2f} \propto \omega \sin 2\omega t \int \sin^2 \theta dV, \quad \omega = 2\pi f \quad (4.3)$$

где происходит интегрирование по объему V , занятому приемной катушкой. В этом методе амплитуда напряжения на удвоенной частоте поддерживается постоянной, что реализуется путем изменения H_b и σ_{ex} так, что сумма $H_b + H_s + (2K_0 + 3\lambda_s(\sigma_{ex} + \sigma_{in}))/\mu_0 M_s$ остается постоянной, при этом и результат интегрирования для различных значений σ_{in} и H_s не изменяется. Это означает, что даже для различных углов намагниченности магнитострикция определяется из одного и того же условия компенсации:

$$\lambda_s = -\frac{\mu_0 M_s}{3} \frac{dH_b}{d\sigma_{ex}} \quad (4.4)$$

Следовательно, этот метод применим даже в случае сложной доменной структуры – для микропроводов на основе сплава *Fe-Si-B* с оболочкой и без стеклянной оболочки, когда образец переходит в состояние насыщения при низком значении H_b .

4.2 Экспериментальные результаты измерений константы магнитострикции и оценки снимаемых напряжений, полученные для аморфных микропроводов из сплава *Fe-Si-B*

В данном разделе описаны результаты измерений константы магнитострикции аморфных микропроводов с металлической жилой из сплава *Fe-Si-B* в стекле (в напряженном состоянии) и после того, как стекло было удалено механическим методом (с частично снятыми напряжениями). Константа магнитострикции исходных микропроводов в стеклянной оболочке и микропроводов без стекла были исследованы с помощью установки, использующий метод малоуглового вращения вектора намагниченности, описанного в Разделе 4.1. Магнитострикционные свойства проводов исследовались в том числе и с целью оценки величины изменения напряжения.

Для измерения константы магнитострикции были выбраны образцы

микропроводов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D=10\text{мкм}/17\text{мкм}$ и $d/D=12\text{мкм}/27\text{мкм}$. Характерные петли гистерезиса для микропроводов в стеклянной оболочке и без нее, а также характерное изменение величины магнитострикции представлены на рисунке 4.1.

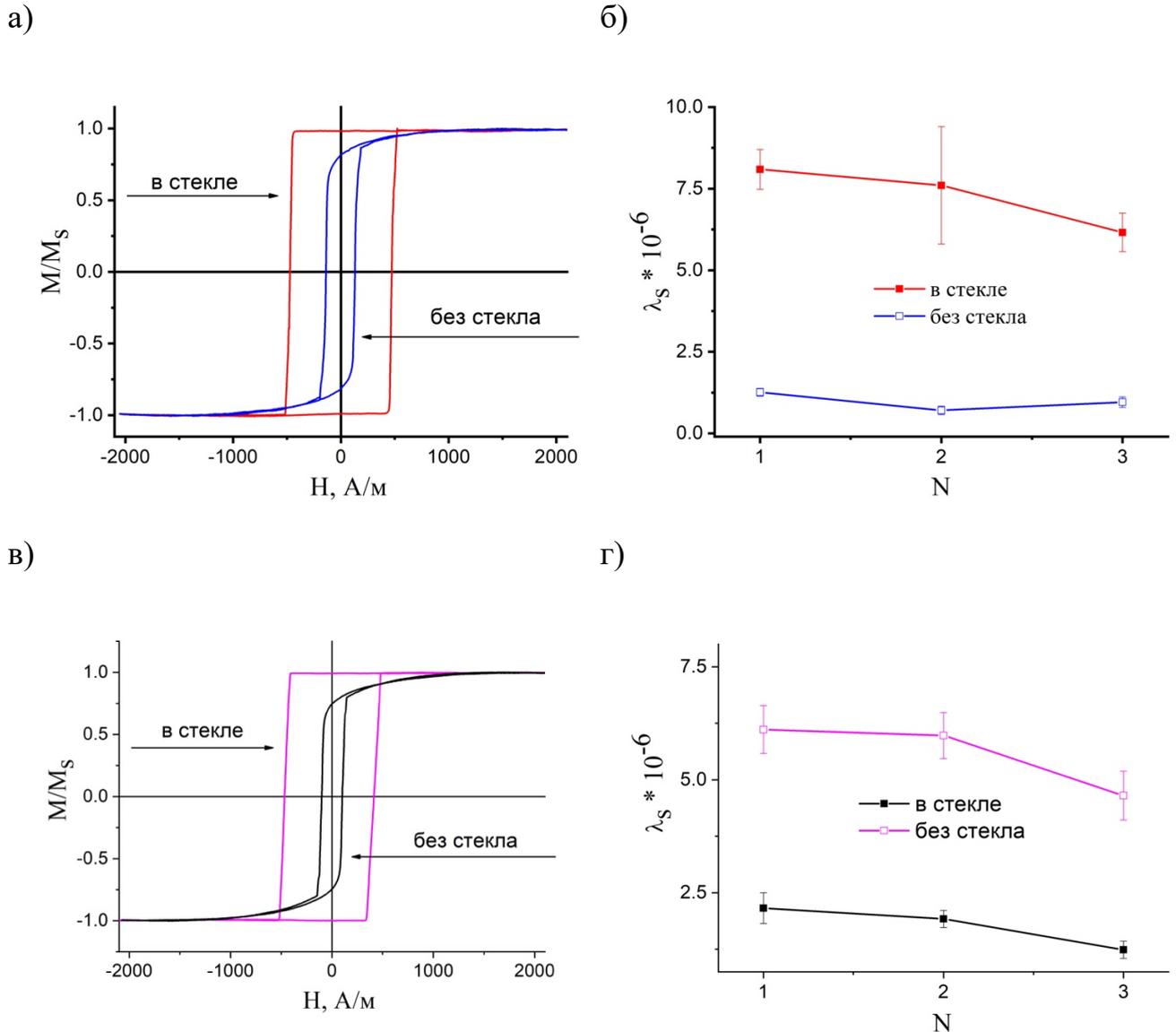


Рис. 4.1 а) Нормированные петли гистерезиса и б) коэффициент магнитострикции для микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D = 10\text{мкм}/17\text{мкм}$ в стеклянной оболочке и после ее удаления; в) Нормированные петли гистерезиса и г) коэффициент магнитострикции для микропровода состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с параметрами $d/D = 12\text{мкм}/27\text{мкм}$ в стеклянной оболочке и после ее удаления. N – количество измерений

Форма петель гистерезиса микропровода в стеклянной оболочке прямоугольная, что указывает на наличие магнитной би-стабильности в проводе с положительной магнитострикцией. Как было показано в Главе 3, механизм перемагничивания металлической жилы в этом случае происходит за счет быстрого распространения доменной стенки. После снятия стекла петли гистерезиса все еще обладают магнитной би-стабильностью, но с меньшим полем переключения. Петли гистерезиса также имеют сглаженный участок, что свидетельствует о появлении области, перемагничивание которой происходит посредством вращения вектора намагниченности, так как при удалении стекла частично снимаются осевые термоупругие напряжения. Внутренние напряжения, вызванные процессом быстрого затвердевания при изготовлении, перераспределяются и определяют доменную структуру и вид петель гистерезиса. В покрытых стеклом проводах преобладают термоупругие напряжения, индуцированные разницей коэффициентов теплового расширения металла и стекла. Это напряжение равномерно внутри микропровода, что приводит к формированию легкой оси намагничивания вдоль оси микропровода. Напряжение, возникающее в процессе затвердевания, имеет значительное распределение по радиусу провода, что приводит к возникновению сложной доменной структуры после удаления стекла. В этом случае процесс перемагничивания представляет собой смесь движения доменной стенки и вращения вектора магнитного момента. Поскольку чувствительность метода SAMR для микропроводов с положительной магнитострикцией невысока, было проведено N измерений для каждого образца. Следует отметить, что оценочная точность метода SAMR для микропроводов в стекле была выше, что возможно является следствием более однородного распределения намагниченности. Удаление стеклянного покрытия для одного из образцов на рисунке 4.1 (б) привело к значительному уменьшению значения λ_s . Такое существенное изменение магнитострикции после удаления стекла ранее наблюдалось в микропроводах с высоким содержанием Co , которые имели небольшую отрицательную магнитострикцию в исходном состоянии [75]. Мы считаем, что снятие стекла в данном случае привело к значительному увеличению

радиально намагниченной структуры и снижению внутренних напряжений. Однако, для образца с другими геометрическими параметрами (рисунок 4.1 (д)), удаление стекла привело к значительному увеличению константы магнитострикции. Изменение магнитострикции в данном случае было объяснено его зависимостью от напряжения как

$$\lambda_s = \lambda_{s0} - B\sigma \quad (4.5)$$

где λ_{s0} - магнитострикция в состоянии без напряжений, а B - параметр порядка $10^{-10}/MPa$ [76]. Из литературного обзора известно, что, когда магнитострикция имеет величину $\lambda_{s0} \sim 10^{-7}$, снятие термоупругих напряжений порядка нескольких сотен МПа приводит к увеличению коэффициента магнитострикции λ_s , который после таких манипуляций может изменить знак на положительный. В случае микропроводов с относительно большой магнитострикцией ($\lambda_{s0} \sim 10^{-6} - 10^{-5}$) этот механизм не может быть основным при изменении величины магнитострикции, так как второе слагаемое недостаточно велико, чтобы конкурировать с λ_{s0} . Изменение магнитострикции может быть связано с микроструктурными изменениями (увеличение вклада кристаллических кластеров), влияющими на механические свойства, такие как твердость и модуль Юнга. Далее рассмотрим влияние геометрических параметров микропровода (d/D и d) на коэффициент магнитострикции для серии образцов состава $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ с вариацией диаметров жилы d от 12 мкм до 23 мкм. Таблица исследуемых микропроводов представлена ниже.

Таблица №4. Геометрические параметры образцов микропроводов, используемых для исследования поведения магнитострикции в зависимости от

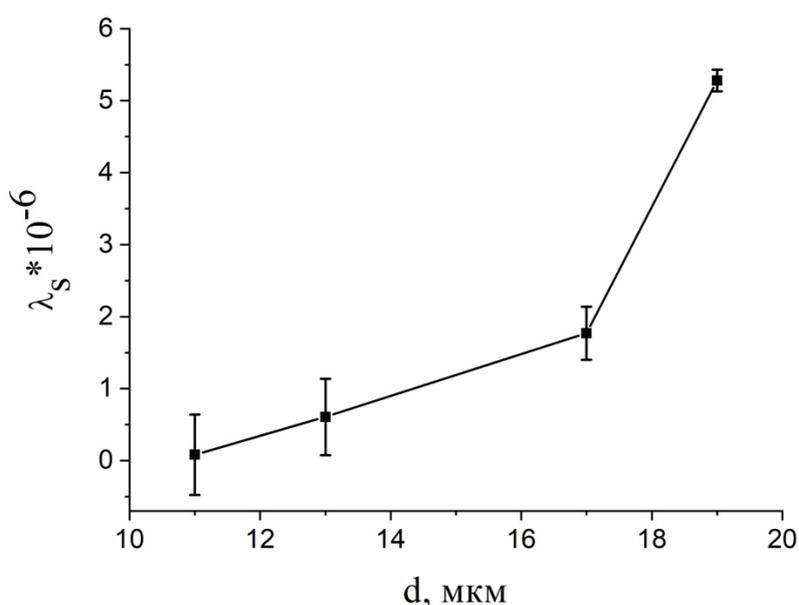
d/D и d

d , мкм	D , мкм	d/D
12	21	0,57
12	26	0,46
12	27	0,44

13	19	0,68
13	19	0,68
13	26	0,5
13	30	0,43
17	26	0,65
19	29	0,66
23	29	0,79

Все значения коэффициента магнитострикции λ_s были измерены методом малоуглового вращения намагниченности, при этом производилось пять измерений для каждого микропровода. Было показано, что количество измерений не влияет на результирующие значения магнитострикции [43]. Наибольшее значение коэффициента магнитострикции $\lambda_s = 1,62 \times 10^{-5}$ получено для микропровода со следующими параметрами: $d = 23$ мкм, $d/D = 0,79$. Этот образец имеет максимальный диаметр (см. Таблицу 4) из представленной выборки. Данное значение магнитострикции близко к коэффициенту магнитострикции объемных материалов (например, $\lambda_s = 3 \times 10^{-5}$ для ленты с таким же составом *Fe-Si-B* [77]).

а)



б)

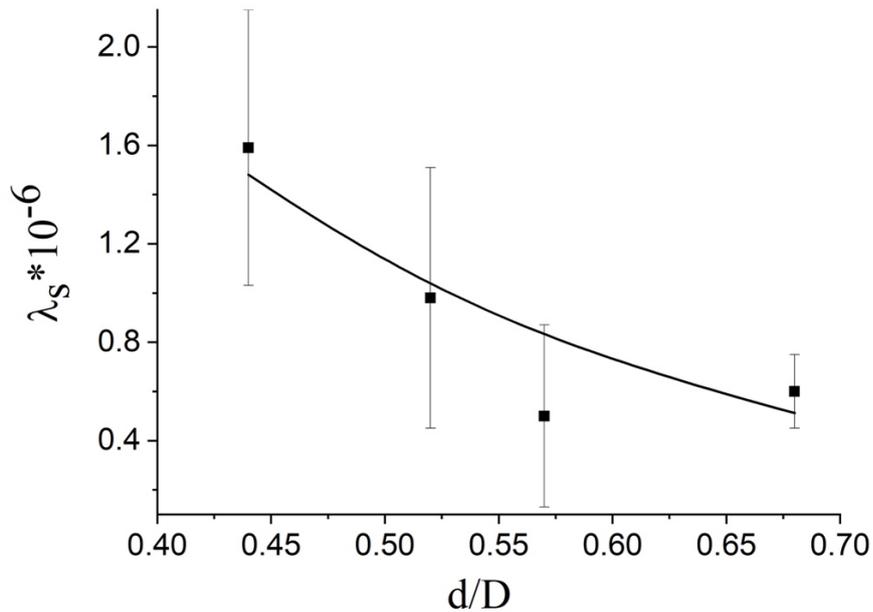


Рис. 4.2 а) Зависимость коэффициента магнитострикции от d для микропроводов с близкими значениями $d/D \sim 0,65-0,69$

б) Зависимость коэффициента магнитострикции от d/D для микропроводов с аналогичными значениями $d \sim 12-13$ мкм

На рисунке 4.2 (а) показана зависимость λ_s от значения d (11 мкм, 13 мкм, 17 мкм и 19 мкм) для микропроводов с близкими значениями отношения диаметров d/D (0,65, 0,69, 0,66 и 0,65, соответственно). Наблюдается следующая зависимость: при увеличении диаметра жилы, увеличивается коэффициент магнитострикции.

На рисунке 4.2 (б) представлена зависимость коэффициента магнитострикции от соотношения диаметров. В данном случае были выбраны микропровода с приблизительно одинаковым диаметром жилы (12 мкм и 13 мкм) и с различным соотношением d/D . При увеличении отношения d/D (величина внутренних напряжений в ферромагнитной жиле уменьшается) наблюдается уменьшение значения коэффициента магнитострикции. Это соответствует результатам, представленным на рисунке 4.1 (б), где наблюдалось значительное уменьшение λ_s для образцов после снятия стекла, то есть в результате снижения внутренних напряжений. Между тем, в некоторой мере обратная тенденция следует

из данных рисунка 4.2 (а) - при увеличении диаметра, что соответствует уменьшению термоупругих внутренних напряжений, значение λ_s увеличивается, что соответствует результатам, представленным на рисунке 4.1 (д). Это подтверждает довольно сложный характер формирования структурных напряжений при получении аморфных микропроводов. Например, при увеличении диаметра возможно существование кристаллических кластеров, которые обуславливают рост магнитострикции. Также, данные результаты коррелируют с полученными ранее результатами, представленными в работе [75]. Из данного раздела можно сделать вывод, что помимо магнитоупругого взаимодействия в общую энергию магнитной анизотропии этих микропроводов вносится дополнительный вклад, который также зависит от приложенного растягивающего напряжения, например, связанный с изменением ближнего топологического порядка. Другим источником может быть поверхностная анизотропия, возникающая на границе металл–стекло, которая может давать заметный вклад в общую энергию магнитной анизотропии микропровода.

4.3 Теоретические оценки распределения напряжений, возникающих в процессе затвердевания при изготовлении микропроводов

При исследовании распределения напряжений, возникающих в процессе затвердевания, был обобщен подход [78], разработанный в работе [63]. При моделировании внутренних напряжений в цилиндрическом микропроводе в процессе вытяжки, предполагается, что микропровод состоит из двух отдельных слоев: внутреннего металлического слоя и внешнего стеклянного слоя, которые изначально находятся в жидком состоянии.

Для выяснения динамики температуры уравнение теплопроводности тонкого слоя в поперечном сечении микропровода рассматривалось в цилиндрических координатах (r, φ, z) и решалось численно методом прогонки. В условиях быстрого охлаждения образование кристаллической структуры тормозится, что приводит к аморфизации слоев металла и стекла, в итоге достигая температуры стеклования,

обозначаемой T_s . Путем наблюдения за динамикой охлаждения была определена температура, при которой происходит стеклование в каждой точке микропровода, а также начало процесса затвердевания. Учитывая аморфную природу материала, мы использовали теорию вязкоупругости для описания формирования напряжений при охлаждении и, следовательно, процесса стеклования. Наш подход, как указано в [79], основан на «эффекте затухания памяти», который характеризуется функциями релаксации G_1 и G_2 . Эти функции описывают уменьшение напряжения сдвига и объемного напряжения в момент времени t из-за деформации во время t_1 [80]. В случае твердого материала G_1 и G_2 равны 1. Путем корреляции динамики температуры с моментами, в которые различные участки проволоки достигают температуры затвердевания, были рассчитаны функции релаксации G_1 и G_2 . Этот расчет основан на всестороннем синтезе результатов исследований из [63,79] с предположением, что механическое поведение материала преимущественно определяется температурно-зависимой вязкостью [80], выраженной через функцию вязкости.

При повторении расчетов, полученных в [63], не опуская G_2 , можно определить диагональные компоненты тензора напряжений σ и выразить их через радиальные и осевые компоненты смещения u_r и u_z :

$$\frac{\sigma_{rr}}{K} = n \left\langle G_1 \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{u_r}{r} - \frac{\partial u_z}{\partial z} \right\rangle + \langle G_2, \varepsilon \rangle - \omega, \quad (4.6)$$

$$\frac{\sigma_{\varphi\varphi}}{K} = n \left\langle G_1 - \frac{\partial u_r}{\partial r} + 2 \frac{u_r}{r} - \frac{\partial u_z}{\partial z} \right\rangle + \langle G_2, \varepsilon \rangle - \omega, \quad (4.7)$$

$$\frac{\sigma_{zz}}{K} = n \left\langle G_1 - \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{u_r}{r} + 2 \frac{\partial u_z}{\partial z} \right\rangle + \langle G_2, \varepsilon \rangle - \omega, \quad (4.8)$$

где $\varepsilon \equiv \varepsilon_{kk} = \frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{u_r}{r} + \frac{\partial u_z}{\partial z}$, σ_{ij} и ε_{ij} — компоненты тензоров напряжений и деформаций соответственно; δ_{ij} — символ Кронекера; $K = \lambda + \frac{2}{3}\mu = \frac{E}{3(1-2\mu)}$ — модуль комплексного сжатия материала с модулем Юнга E , где λ и μ — коэффициенты Ламе. Для простоты обозначим $\omega = 3\alpha_T(T - T_s)$, где α_T —

линейный коэффициент теплового расширения, $n = \frac{2\mu}{3K}$ и $\langle f, g \rangle = \int_{t_0}^t f(r, t, t_1) \frac{\partial g(r, t_1)}{\partial t_1} dt_1$ для любых произвольных функций f и g .

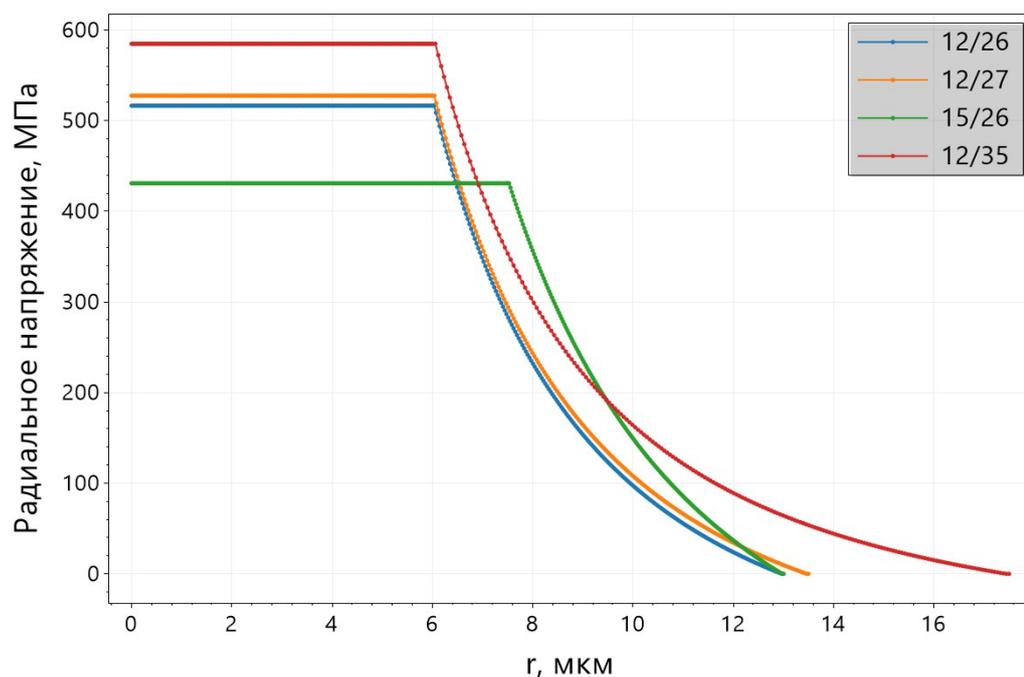
Следуя [81] и учитывая условие равновесия, можно получить уравнение для радиального смещения u_r :

$$n \left\langle \frac{\partial G_1}{\partial r}, 2 \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{u_r}{r} - \frac{\partial u_z}{\partial z} \right\rangle + 2n \left\langle G_1, \frac{\partial \varepsilon}{\partial r} \right\rangle + \left\langle \frac{\partial G_2}{\partial r}, \varepsilon \right\rangle + \left\langle G_2, \frac{\partial \varepsilon}{\partial r} \right\rangle - \frac{\partial \omega}{\partial r} = 0. \quad (4.9)$$

Решая уравнение (4.9) относительно граничных условий и предполагая обобщенное условие плоского состояния, получаем радиальное смещение u_r , что позволяет рассчитать компоненты напряжений с помощью (4.6) - (4.8).

Параметры расчета, взятые из [79,82], собраны в таблице 5. Результаты расчета радиального распределения напряжений представлены на рисунках 4.3. Видно, что внутри металлической жилы микропровода σ_{rr} практически постоянно в соответствии с [63]. При постоянном значении $d = 12$ мкм, значение внутренних напряжений увеличивается с уменьшением отношения d/D . Максимальное значение 540 МПа получается для образца с $d/D = 0,34$.

а)



б)

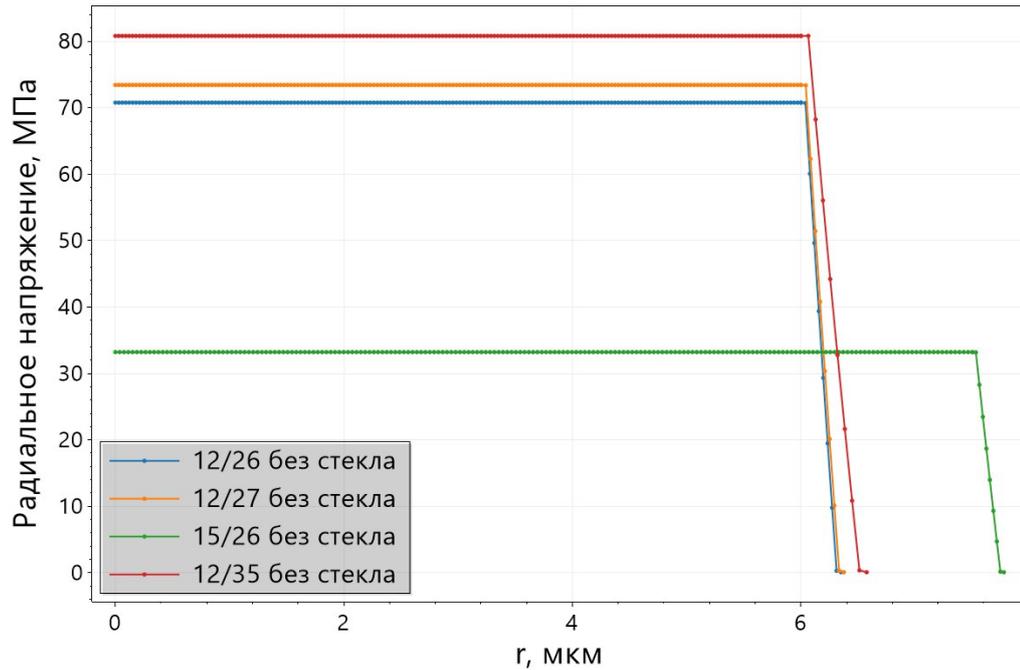


Рис. 4.3 а) Распределение радиальных напряжений σ_{rr} для микропроводов в стекле с различными d и соотношением d/D ,

б) Распределение радиальных напряжений σ_{rr} для микропроводов с различными d/D : после удаления стекла. Расчет производился в рамках настоящего подхода.

Таблица №5. Физические параметры производства микропроводов, необходимые для проведения расчётов и моделирования: ρ – плотность, c – удельная теплоемкость, k – теплопроводность, E – модуль Юнга, α – тепловое расширение, ν – коэффициент Пуассона, η_0 , B , T_v , T_b , t_b – определенные эмпирические константы в функции вязкости [80].

	$\rho, \text{кг/м}^3$	$c, \text{Дж/(К}\times\text{кг)}$	$k, \text{Вт/(м}\times\text{К)}$	$E, \text{Па}$	$\alpha, \text{К}^{-1}$	ν
<i>glass</i>	2413	837	1.177	1×10^{11}	3.3×10^{-6}	0.33
<i>metal</i>	7200	530	30	2×10^{11}	8.7×10^{-6}	0.33
	$\eta_0, \text{Па}\times\text{сек}$		$B, \text{К}$	$T_v, \text{К}$	$T_b, \text{К}$	$t_b, \text{сек}$
<i>glass</i>	2.87×10^{-5}		23.15	0.15	3.15	1×10^{-3}
<i>metal</i>	2.87×10^{-5}		23.15	635.15	3.15	1×10^{-3}

На рисунке 4.3 (б) представлены результаты моделирования тех же образцов, что и на рисунке 4.3 (а), но после удаления стекла. Остаточные напряжения снизились до десятков МПа. Это может быть связано с игнорированием других источников напряжений, например, возникающие в результате процесса вытяжки.

4.4 Магнитоэлектрический эффект в многослойных структурах, включающих в себя аморфные микропровода из сплава *Fe-Si-B* в качестве магнитострикционного слоя

Результаты исследования влияния внутренних напряжений на магнитные и магнитострикционные свойства аморфных микропроводов на основе железа могут быть использованы для изучения прямого магнитоэлектрического эффекта в структурах типа «сэндвич», где промежуточным слоем между PZT пластинами (пьезоэлектрические слои) является решетка из аморфных микропроводов с относительно высокой константой магнитострикции. Для повышения МЭ связи важны сбалансированные магнитомягкие и магнитострикционные свойствами, а также корреляция микромагнитной структуры с магнитомеханическими взаимодействиями, определяемыми магнитострикцией и внутренними напряжениями. Этими свойствами обладают аморфные микропровода из сплавов на основе железа. В работе [11] показан простой и недорогой путь создания таких МЭ структур, которые могут использоваться для разработки новых магнитоэлектрических композитов, которые обеспечивают большую МЭ-связь во внешнем переменном магнитном поле [85-87].

Для исследования магнитных и магнитоэлектрических свойств был выбран микропровод состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$, который имеет следующие геометрические параметры: $d = 12$ мкм и $D = 26$ мкм, коэффициент магнитострикции в стекле и после снятия стекла равен $1,9 \times 10^{-6}$ и $5,4 \times 10^{-5}$, соответственно. Стеклоанное покрытие удаляли описанным механическим методом, путем зажима микропровода между двумя предметными стеклами с последующим скручиванием. Остатки стекла были удалены с поверхности жилы микропровода за счет очищения

в этаноле. В общей сложности 5 типов композитов PZT/микропровод/PZT были подготовлены для измерений магнитоэлектрического эффекта, обозначенные как S1-S5, соответственно:

- 1) исходный провод в стеклянной оболочке (обозначается как S1);
- 2) отожженный в стеклянной оболочке (S2);
- 3) исходный провод после снятия стеклянной оболочки (S3);
- 4) отожженный в стеклянном покрытии и затем с удаленной стеклянной оболочкой (S4);
- 5) Отожжённый после удаления стеклянной оболочки (S5).

Схематические изображения обработки микропроводов и готового композита показаны на рисунке 4.4.

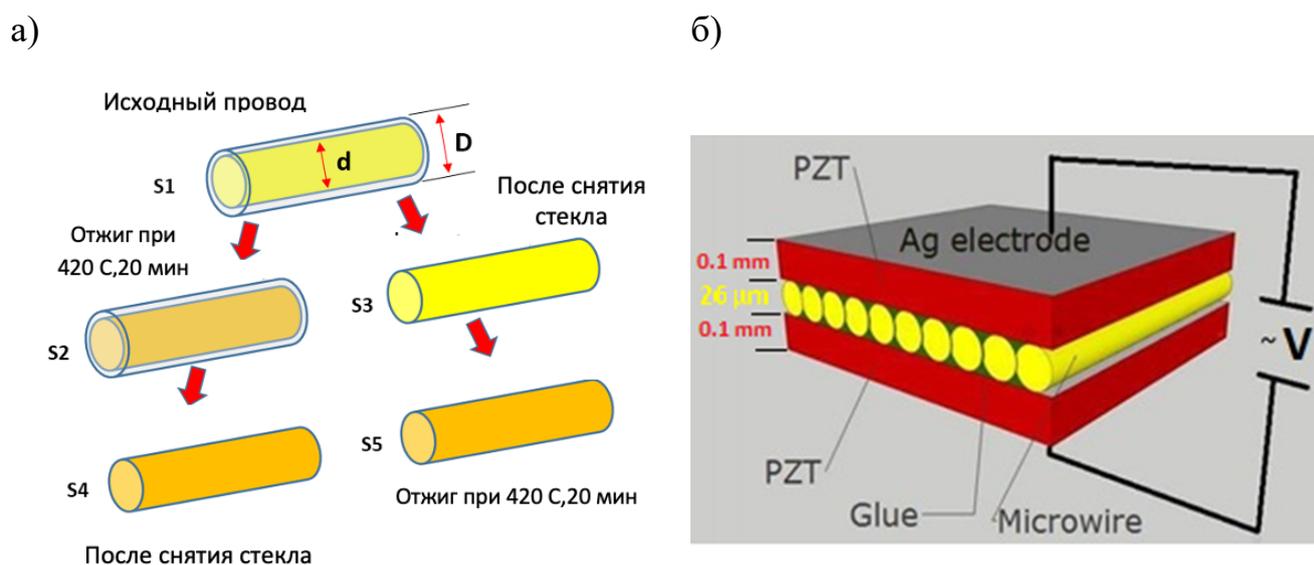


Рис. 4.4 Схематическое изображение а) микропроводов для создания композитных мультиферроидных структур и б) композитной структуры [11]

На рисунке 4.5 представлены нормализованные петли гистерезиса для микропровода в состоянии S1 и для проводов после различных обработок (S2-S5).

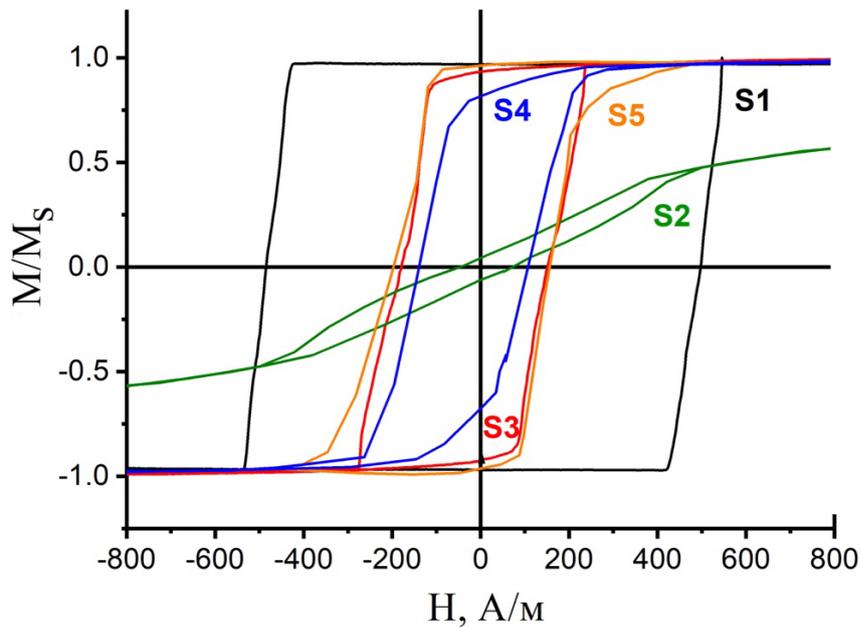


Рис. 4.5 Петли гистерезиса микропровода состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$ с параметрами $d/D = 12\text{мкм}/26\text{мкм}$ в исходном состоянии (S1) и после различных обработок (S2-S5). Детали обработок представлены на рисунке 4.4а.

Образец S1 демонстрирует идеальную прямоугольную петлю, которая характерна для микропроводов на основе Fe с положительной магнитострикцией и большим внутренним растягивающим напряжением, как обсуждалось в Главе 3. После снятия стекла (S3) снимается внутреннее напряжение, вызванное разницей в коэффициентах теплового расширения стекла и металла, что приводит к снижению коэрцитивной силы - с 493,6 А/м до 167,2 А/м (см. также рис.4.1). В петле гистерезиса можно выделить участок с монотонным изменением намагниченности путем вращения, что обусловлено микромагнитными изменениями структуры [83]. Сравнение магнитных свойств микропроводов со стеклянным покрытием (S1) и после снятия стеклянного покрытия (S3) представлено в Таблице 6.

Таблица 6. Геометрические и магнитные параметры исходного микропровода состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$ в стекле (S1) и после снятия стекла (S3).
 Обозначения: H_c - коэрцитивная сила, M_r – остаточная намагниченность, M_s –

намагниченность насыщения, λ_s – коэффициент магнитострикции.

Состав	d , мкм	D , мкм	$\rho = d/D$	H_c , А/м	M_r/M_s	λ_s	Состояние образца
Fe _{77.5} B ₁₅ Si _{7.5}	12	26	0,46	493,6	0,99	$1,9 \times 10^{-6}$	(S1) исходный в стекле
				167,2	0,94	$5,4 \times 10^{-5}$	(S3) исходный, без стекла

Магнитострикция насыщения λ_s увеличивается на порядок после удаления стекла. Это может быть частично объяснено зависимостью λ_s от напряжений (уравнение 4.5) [73] и существенным уменьшением внутреннего напряжения при снятии термоупругого напряжения, вызванного покрытием стекла. Однако коэффициент B в этом уравнении слишком мал, чтобы привести к увеличению коэффициента магнитострикции на порядок. Скорее всего, как уже отмечалось, изменение микроструктуры в поверхностном слое приводит к такому увеличению магнитострикции.

Свойства магнитной бистабильности пропадают при отжиге проводов в стеклянном покрытии (S2). Это поведение можно объяснить индуцированием циркулярной анизотропии при отжиге в присутствии высоких внутренних напряжений. Когда стекло удаляется (S4), бистабильность восстанавливается, но сглаженная часть петли остается. После удаления стекла константа магнитострикции значительно возрастает, соответственно, магнитоупругая анизотропия с легкой осью вдоль провода, превышает индуцированную анизотропию. Аналогичная петля гистерезиса наблюдается, когда провод был отожден после снятия стекла, поскольку в этом случае наведенная анизотропия не формируется. Далее будет показано, что магнитоэлектрический эффект возрастает, когда используются отожденные провода без стекла (отожденные до удаления стекла или после него).

Коэффициент МЭ взаимодействия α_{ME} был определен с использованием уравнения:

$$\alpha_{ME} = \frac{\Delta V}{b\Delta H} \quad (4.10)$$

где ΔV - амплитуда наведенного МЭ напряжения, а ΔH - амплитуда переменного поля H_{AC} , b -толщина образца. На рисунке 4.6 представлена зависимость полученного коэффициента МЭ эффекта α_{ME} от магнитного поля для S1-S5 типов композитов на частоте акустического резонанса.

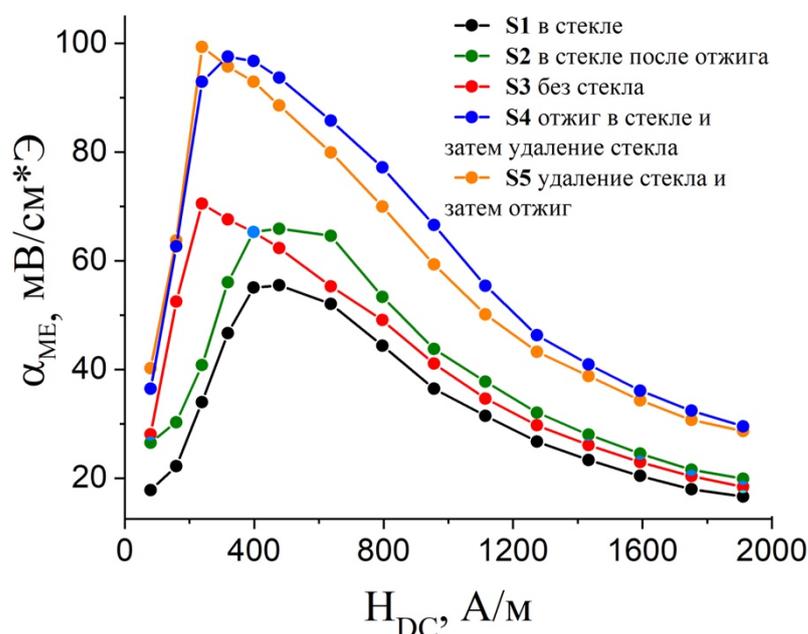


Рис. 4.6 Зависимости коэффициента α_{ME} МЭ напряжения от постоянного магнитного поля смещения H_{DC} для композитов S1-S5.

Коэффициенты МЭ связи для всех образцов имеют максимум в диапазоне полей 240–400 А/м и зависят от протокола приготовления композитов. Для более высоких значений магнитного поля H_{DC} , когда микропровода были намагничены до насыщения вдоль оси, перпендикулярно приложенное поле H_{AC} не могло вызвать значительный отклик намагниченности, поэтому МЭ коэффициент

уменьшался. Максимальное значение МЭ эффекта наблюдалось при использовании отоженных микропроводов без стекла, так как проведенные манипуляции (снятие стекла и отжиг) в значительной степени уменьшают влияние наведенной анизотропии и внутренних напряжений. Кроме того, происходит увеличение константы магнитострикции. Полученные значения магнитоэлектрического эффекта для исследуемых композитов приведены в Таблице 7.

Таблица №7. Магнитоэлектрические параметры композитов, изготовленных из микропроводов состава $Fe_{77.5}B_{15}Si_{7.5}$, подвергнутых различной обработке (в скобках указано значение постоянного магнитного поля, при котором α_{ME} максимально).

	Образцы со стеклянными покрытиями		Образцы после снятия стекла		
	Исходный образец $S1$	После отжига $S2$	После снятия стекла $S3$	После отжига и последующего снятия стекла $S4$	После снятия стекла и последующего отжига $S5$
F_{res} , кГц	57,9	55,2	52,5	51,9	51
α_{ME} (max), мВ/см×Э	55,49 (477,7 А/м)	65,9 (477,7 А/м)	70,5 (238,8 А/м)	97,55 (318,48 А/м)	99,32 (238,8 А/м)

Видно, что в условиях резонанса МЭ коэффициент композитов увеличивается при использовании проводов без стекла (S3-S5). Во-первых, коэффициент магнитострикции увеличивается за счет снятия внутреннего напряжения при удалении стекла (см. Таблицу 6). Во-вторых, влияет затухание вибраций в стеклянном покрытии. Обработка отжигом (до или после удаления стекла), которая увеличивает вклад вращения намагниченности в процессе

перемагничивания, дополнительно усиливает МЭ эффект: МЭ коэффициент увеличивается почти вдвое, приблизительно до $100 \text{ мВ/см} \times \text{Э}$. Эта величина все еще мала по сравнению с предыдущими результатами, полученными для лучших слоистых композитов [88]. Например, максимум МЭ эффекта в пленке PZT толщиной 4 мкм, нанесенной на аморфную магнитострикционную фольгу Metglas (*Fe-B-Si*), составляет около $3 \text{ В/см} \times \text{Э}$ при воздействии постоянного магнитного поля $\sim 4800 \text{ А/м}$, что иллюстрирует роль не только связи магнитострикционных /пьезоэлектрических характеристик композита, но и эффективности передачи соответствующих связей между слоями. В нашем случае механические потери на границах связывающего агента (клея) приводят к ослаблению МЭ эффекта. Также, толщина магнитострикционного слоя мала по сравнению с толщиной пьезоэлектрического слоя. Известно, что МЭ эффект в композитах зависит не только от магнитострикционных и пьезоэлектрических характеристик слоев. Эффект МЭ в слоистых композитах также зависит от объемного соотношения магнитного и пьезоэлектрического слоев, совершенства границ раздела между слоями и уровня связи [88-91]. Фактически, обычно интерфейсы между двумя слоями разных фаз не идеально связаны друг с другом. Несовершенные границы раздела определенно влияют на механические и магнитоэлектрические свойства МЭ композитов. В нашем случае магнитоэлектрический сэндвич не имеет удовлетворительного интерфейса, и простой процесс изготовления, показанный на рис. 4.5 (б), не способен обеспечить хорошие фазовые границы раздела. Тем не менее, мы продемонстрировали высокий потенциал аморфных магнитострикционных микропроводов для применений в МЭ композитах.

Выводы по главе:

В данной главе представлены результаты теоретических оценок возможности использования метода малоуглового вращения вектора намагниченности для измерения константы магнитострикции в микропроводах на основе железа, даны результаты моделирования распределения внутренних напряжений в зависимости от геометрических параметров, проанализированы

экспериментальные зависимости константы магнитострикции от геометрических параметров, наличия стеклянной оболочки и отжига:

- Показано, что магнитострикционные свойства аморфных микропроводов в стеклянной оболочке в значительной степени зависят также от структурных свойств. Снятие стеклянной оболочки, что приводит к уменьшению внутренних напряжений и модификации поверхностных свойств, может вызывать как увеличение коэффициента магнитострикции (наблюдалось для $\lambda_S < 10^{-6}$), так и его уменьшение (для $\lambda_S > 10^{-5}$). Механизм формирования установленных свойств – комплексная зависимость величины коэффициента магнитострикции аморфного микропровода в напряженном состоянии от внутренних механических напряжений, а также от микроструктурных изменений, влияющих на механические свойства, такие как твердость и модуль Юнга. Полученные данные свидетельствуют о формировании механических напряжений величиной порядка сотен МПа внутри металлической жилы микропровода, которые были подтверждены теоретической оценкой.

- Выявлено значительное влияние геометрических параметров d и d/D на λ_S . Уменьшение коэффициента магнитострикции при увеличении d/D является результатом уменьшения внутренних напряжений, вызванного наличием оболочки (различные коэффициенты теплового расширения стекла и металла). Увеличение λ_S с увеличением d обусловлено увеличением закалочных напряжений (вызванных быстрым процессом затвердевания) в жиле микропроводов.

- Экспериментально показано, что сочетание относительно высоких значений магнитострикции и магнитомягких свойств обуславливает перспективность использования аморфных микропроводов в качестве компонента магнитоэлектрических композитов. Причем при использовании микропроводов без стеклянной оболочки усиливается МЭ эффект: коэффициент МЭ напряжения увеличился почти вдвое, достигнув почти $100 \text{ мВ/см} \times \text{Э}$

Основные результаты и выводы

Выводы

1. Проведено комплексное исследование влияния внутренних напряжений, уменьшение которого достигается удалением стеклянного покрытия, процедурой отжига и проведения экспериментов при низких температурах, на магнитные свойства *Fe-Si-B* аморфных микропроводов.
2. Снятие стеклянного покрытия приводит к изменению механизма перемагничивания, при котором значительную роль начинают играть не только процессы смещения доменных границ, но и вращение вектора намагниченности. Это обусловлено изменением осей легкой намагниченности и уменьшением магнитоупругой энергии. При этом увеличивается мобильность доменных границ вдоль микропровода, а также уменьшаются поля зарождения обратных доменов и разброс их изменений. Последнее позволяет реализовать однодоменный режим распространения в широком интервале величин магнитного поля.
3. Понижение температуры приводит к увеличению критической длины бистабильности. При меньших длинах механизм перемагничивания изменяется вследствие роста концевых доменов для образцов в напряженном состоянии (в стеклянной оболочке) и с частично снятыми напряжениями.
4. На основе теоретических оценок обосновано использование метода малоуглового вращения вектора намагниченности для измерения константы магнитострикции в микропроводах на основе железа с легкой осью намагничивания вдоль провода. Приведенные оценки показали, что данный метод применим даже в случае сложной доменной структуры – для микропроводов без стеклянной оболочки. Проведены измерения константы магнитострикции для серии микропроводов с различными геометрическими параметрами: диаметр металлической жилы d , общий диаметр D , и отношение d/D .

5. Проведено моделирование распределения внутренних напряжений в зависимости от геометрических параметров d , d/D . Показано, что увеличение параметра d/D при постоянном значении d приводит к уменьшению внутренних напряжений, обусловленных разницей коэффициентов теплового расширения металла и стекла.
6. Показано, что магнитострикционные свойства аморфных микропроводов в стеклянной оболочке в значительной степени зависят от структурных свойств. Снятие стеклянной оболочки, что приводит к уменьшению внутренних напряжений и модификации поверхностных свойств, может вызывать как увеличение коэффициента магнитострикции (наблюдалось для $\lambda_S < 10^{-6}$), так и его уменьшение (для $\lambda_S > 10^{-5}$). Механизм формирования установленных свойств – комплексная зависимость величины коэффициента магнитострикции аморфного микропровода в напряженном состоянии от внутренних механических напряжений, а также от микроструктурных изменений, влияющих на механические свойства, такие как дефекты, твердость и модуль Юнга.
7. Выявлено значительное влияние геометрических параметров d и d/D на λ_S . Уменьшение коэффициента магнитострикции при увеличении d/D является результатом уменьшения внутренних напряжений, вызванного наличием оболочки (различные коэффициенты теплового расширения стекла и металла). Увеличение λ_S с увеличением d обусловлено увеличением закалочных напряжений (вызванных быстрым процессом затвердевания) в жиле микропроводов.
8. Экспериментально показано, что сочетание относительно высоких значений магнитострикции и магнитомягких свойств обуславливает перспективность использования аморфных микропроводов в качестве компонента магнитоэлектрических композитов. Причем при использовании микропроводов без стеклянной оболочки МЭ эффект усиливался: коэффициент МЭ напряжения увеличился почти вдвое, достигнув почти $100 \text{ мВ / см} \times \text{Э}$.

Результаты диссертации опубликованы в следующих статьях в журналах, входящих в перечень ВАК:

1. **Baraban I.** Effect of shell-induced stresses on the magnetic properties of Fe-based glass-coated microwires: Accounting of initial technical parameters / Baraban I., Litvinova A., Kolesnikova V., Vereshchagin M., Gorshenkov M., Molokanov V., Panina L., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2023. – Т. 588 – С.171400.
2. Amirov A. Direct Magnetoelectric Effect in a Sandwich Structure of PZT and Magnetostrictive Amorphous Microwires / Amirov A., **Baraban I.**, Panina L. and Rodionova V. // Materials – 2020. – Т. 13 – № 4 – С.916.
3. Vereshchagin M. Structure of head-to-head domain wall in cylindrical amorphous ferromagnetic microwire and a method of anisotropy coefficient estimation / Vereshchagin M., **Baraban I.**, Leble S., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2020. – Т. 504 – С.166646.
4. **Baraban I.** Control of magneto-static and -dynamic properties by stress tuning in Fe-Si-B amorphous microwires with fixed dimensions / Baraban I., Panina L., Litvinova A., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 481 – С.50–54.
5. **Baraban I.** Effect of glass-removal on the magnetostriction and magnetic switching properties in amorphous FeSiB microwires / Baraban I., Leble S., Panina L.V., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 477 – С.415–419.
6. **Baraban I.** The role of structural properties on magnetic characteristics of glass-coated microwires / Baraban I., Gorshenkov M., Andreev N., Chichay K., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2018. – Т. 459 – С.61–65.
7. **Baraban I.A.** Low Temperature Magnetic Properties of Amorphous Ferromagnetic Fe–Si–B Glass-Coated and Glass Removed Microwire /

Baraban I.A., Emelyanov A.V., Medvedskaya P.N., Rodionova V.V. // *Physics of the Solid State* – 2018. – T. 60 – № 6 – C.1158–1162.

8. Rodionova V. The stress components effect on the Fe-based microwires magnetostatic and magnetostrictive properties / Rodionova V., **Baraban I.**, Chichay K., Litvinova A., Perov N. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 2017. – T. 422 – C.216–220.

Список литературы

1. Vazquez M. Magnetic Nano- and Microwires / Vazquez M. (Ed.) // Woodhead Publishing, Elsevier Ltd., Oxford – 2015.
2. Vazquez M. On the state-of-the-art in magnetic microwires and expected trends for scientific and technological studies / Vazquez M., Chiriac H., Zhukov A., Panina L. and Uchiyama T. // Phys. Status Solidi A – 2011. – Т. 208 – С.493–501.
3. Zhukov A. Domain wall propagation in a Fe-rich glass-coated amorphous microwire / Zhukov A. // Applied Physics Letters – 2001. – Т. 78 – С.3106–31087.
4. Hayashi M. Current-controlled magnetic domain-wall nanowire shift register / Hayashi M., Thomas L., Moriya R., Rettner C., Parkin S.S.P. // Science – 2008. – Т. 320 – С.209–211.
5. Vazquez M. Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials 4: Novel Materials / Vazquez M. // John Wiley & Sons Ltd. – 2007. – С.2192–2226.
6. Panina L.V. Magnetoimpedance (MI) in amorphous wires: new materials and applications / Panina L.V. // Phys. Status Solidi A – 2009. – Т. 206 – С.656.
7. Phan M.-H. Giant magnetoimpedance effect in ultrasoft FeAlSiBCuNb nanocomposites for sensor applications / Phan M.-H., Peng H.-X., Wisnom M.R., Seong-Cho Y.J. // Applied Physics – 2005. – Т. 98 – С.014316.
8. Ilyn M. Magnetocaloric effect in nanogranular glass coated microwires / Ilyn M., Zhukova V., Santos J.D., Zhukov A. // Phys. Status Solidi A – 2008. – Т. 205 – С.1378.
9. Vega V. Temperature dependent magnetization in Co-base nanowire arrays: Role of crystalline anisotropy / Vega V., Gonzsalez L., Garcia J., Rosa W.O., Serantes D., Prida V.M., Badini G., Varga R., Sunol J.J., Hernando B. // Journal of Applied Physics – 2012. – Т. 112 – С.033905.14.

10. Müllner P. Large Magnetic-Field-Induced Deformation and Magneto-Mechanical Fatigue of Ferromagnetic Ni–Mn–Ga Martensites / Müllner P., Chernenko V.A., Kosterz G. // *Materials Science and Engineering A* – 2004. – T. 387 – № 1 – C.965–968.
11. Amirov A. Direct Magnetolectric Effect in a Sandwich Structure of PZT and Magnetostrictive Amorphous Microwires / Amirov A., Baraban I., Panina L. and Rodionova V. // *Materials* – 2020. – T. 13 – № 4 – C.916.
12. Omelyanchik A. Ferromagnetic glass-coated microwires for cell manipulation / Omelyanchik A., Gurevich A., Pshenichnikov S., Kolesnikova V., Smolkova B., Uzhytchak M., Baraban I., Lunov O., Levada K., Panina L., Rodionova V. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 2020. – T. 512 – C.166991.
13. Vazquez M. Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires / Vazquez M., Zhukov A. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 1996. – T. 160 – C.223.3–7.
14. Zhukov A. Microwires coated by glass: A new family of soft and hard magnetic materials / Zhukov A., Gonzalez J., Blanco J.M., Vazquez M., Larin V. // *Journal of Materials Research* – 2000. – T. 15 – C.2107.
15. Velazquez J. Magnetoelastic anisotropy distribution in glass-coated microwires / Velazquez J., Vazquez M., and Zhukov A.P., Magnetoelastic anisotropy distribution in glass-coated microwires // *Journal of Materials Research* – 1996. – T. 11 – № 10 – C.2499–2505.
16. Khandogina E.N. Magnetic, mechanical properties and structure of amorphous glass coated microwires / Khandogina E.N., Petelin A.L. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 2002. – T. 249 – № 1–2 – C.55-59.
17. Chiriac H. Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires / Chiriac H., Ovari T.A. and Pop Gh. // *Physical Review B* – 1995. – T. 52 – C.10104.

18. Astefanoaei I. Internal stress distribution in DC joule-heated amorphous glass-covered microwires / Astefanoaei I., Radu D. and Chiriac H. // *Journal of Physics: Condensed Matter* – 2006. – Т. 18 – С.2689.
19. Умнов П. П. Получение и свойства одномерных наноаморфных композитов на основе ферромагнитных сплавов, Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. – М., 2009. – 131 с.
20. Глезер А.М. Аморфные и нанокристаллические структуры: сходства, различия, взаимные переходы / Глезер А.М. // *Российский химический журнал (Ж. Рос. Хим. Об-ва им. Д. И. Менделеева)*. – 2002. – Т. XLVI – № 5 – С.57–63.
21. Zhukov A. Design of the magnetic properties of Fe-rich, glass-coated microwires for technical applications / Zhukov A. // *Advanced Functional Materials* – 2006. – Т.16 – С.675–680.
22. González J. Different kinds of magnetic anisotropies induced by current annealing in metallic glasses / González J., Vázquez M., Barandiaran J.M., Madurga V., Hernando A. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 1987. – Т. 68 – С.151.
23. Chiriac H. Amorphous glass-covered magnetic wires: preparation, properties, applications / Chiriac H., Ovari T.A. // *Progress in Materials Science* – 1996. – Т. 40 – С.333–407.
24. Mohry K. Large Barkhausen and Matteucci effects in FeCoSiB, FeCrSiB and FeNiSiB amorphous wires Mohry K., Humphrey F.B., Kawashima K., Kimura K. and Mizutani M. // *IEEE Transactions on Magnetics* –1990. – Т. 26 – № 5 – С.1789–1791.
25. Vazquez M. A soft magnetic wire for sensor application / Vazquez M. and Hernando A. // *Journal of Physics D: Applied Physics* – 1996. – Т. 29 – С.939.
26. Richter K. Domain Wall Dynamics in Amorphous Microwires / Richter K., Kostyk Y., Varga R. // *Acta Physica Polonica A* – 2008. – Т. 113 – С.1.

27. Баранов С. А. Структура и свойства аморфного микропровода / Баранов С. А., Зотов С.К., Ларин В.С., Торкунов А.В. // *Металловедение и термическая обработка металлов* – 1992. – № 9 – С.26–28.
28. Yamasaki J. Large Barkhausen discontinuities in Co-based amorphous wires with negative magnetostriction / Yamasaki J., Humphrey F.B., Mohri K., Kawamura H., Takamura H., Malmhäll R. // *Journal of Applied Physics* – 1988. – Т. 63 – № 8 – С.3949–3951.
29. *Металлические стекла* / Под ред. Гильмана Дж.Дж. и Лими Х.Дж., США: перевод с англ. // М.: «Металлургия» – 1984. – С.264.
30. *Аморфные металлические сплавы* / Под редакцией Люборского Ф.Е. // М.: «Металлургия» – 1987. – С.584.
31. Золотухин И.В. Физические свойства аморфных металлических материалов / Золотухин И.В. // М.: «Металлургия» – 1986. – С.176.
32. Lofland S.E. Low-field microwave magnetoimpedance in amorphous microwires / Lofland S.E., Bhagat S.M., Dominguez M., Garcia-Beneytez J.M., Guerrero F., and Vazquez M. // *Journal of Applied Physics* – 1999. – Т. 85 – С.4442–4444.
33. Yamasaki J. Mechanism of re-entrant flux reversal in FeSiB amorphous wires / Yamasaki J., Takajo M., Humphrey F.B. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 1993. – Т. 29 – С.2545–2547.
34. Vazquez M. Temperature dependence of remagnetization process in bistable magnetic microwires / Vazquez M., Zhukov A., Pirota K.R., Varga R., Garcia K.L., Luna C., Provencio M., Navas D., Martinez J.L., Hernandez-Velez M. // *Journal of Non-Crystalline Solids* – 2003. – Т. 329 – № 1–3 – С.123–130.
35. Чичай К.А. Динамика движения доменной границы в структурах с цилиндрической симметрией, управляемая магнитоупругим взаимодействием //

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук.
– Калининград, 2017.

36. Zhukov A. Nanocrystalline and amorphous magnetic microwires / Zhukov A., Gonzalez J., Vazquez M., Larin V., Torcunov A. / Edited by Nalwa H.S.– Valencia, CA: American Scientific Publishers // Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology – 2003. – Т. X – № 62 – С.23.

37. Rodionova V. The defects influence on domain wall propagation in bistable glass-coated microwires / Rodionova V., Zhukova V., Ilyn M., Ipatov M., Perov N., Zhukov A. // Physica B Condensed Matter– 2012. – Т. 407 – С.1446–1449.

38. Gawroński P. Manipulation of domain propagation dynamics with the magnetoelastic interaction in a pair of Fe-rich amorphous microwires / Gawroński P., Zhukova V., Zhukov A., Gonzalez J. // Journal of Applied Physics – 2013. – Т. 114 – С.043903–1–043903–9.

39. Blanco J.M. Manipulation of domain wall dynamics in microwires by transverse magnetic field / Blanco J.M., Chizhik A., Ipatov M., Zhukova V., Gonzalez J., Talaat A., Rodionova V., Zhukov A. // Journal of the Korean Physical Society – 2013. – Т. 62 – № 10 – С.1363–1367.

40. Zhukov A. Magnetic Properties and Applications of Ferromagnetic Microwires with Amorphous and Nanocrystalline Structure / Zhukov A. and Zhukova V. // Nova Science Publishers, Inc. – 2009. – Т. 162.

41. Blanco J.M. Magnetic Properties and Domain Wall Propagation in Micrometric Amorphous Microwires / Blanco J.M., Zhukova V., Ipatov M., and Zhukov A. // Sensor Letters – 2013. – Т. 10 – С.1–4.

42. Zhukova V. Domain wall dynamics of magnetically bistable microwires / Zhukova V., Blanco J.M., Ipatov M. and Zhukov A. // EPJ Web of Conferences – 2012. – Т. 29 – С.00036.

43. Chichay K. Investigation of the magnetostriction coefficient of amorphous ferromagnetic glass coated microwires / Chichay K., Rodionova V., Zhukova V., Kaloshkin S., Churyuknova M. and Zhukov A. // *Journal of Applied Physics* – 2014. – T. 116 – C.173904.
44. Peng H.X. Co-based magnetic microwire and field-tunable multifunctional macro-composites / Peng H.X., Qin F.X., Phan M.H., Tang J., Panina L.V., Ipatov M., Zhukova V., Zhukov A., Gonzalez J. // *Journal of Non-Crystalline Solids* – 2009. – T. 355 – C.1380.
45. Vázquez M. Soft magnetic wires / Vázquez M. // *Physica B: Condensed Matter* – 2001. – T. 299 – C.302.
46. Chen D.M. Cryogenic Joule annealing induced large magnetic field response of Co-based microwires for giant magneto-impedance sensor applications / Chen D.M., Xing D.W., Qin F.X., Liu J.S., Shen H.X., Peng H.X., Wang H., Sun J.F. // *Journal of Applied Physics* – 2014. – T. 116 – C.053907.
47. Zhukov A. Tailoring of magnetic properties and GMI effect of Co-rich amorphous microwires by heat treatment / Zhukov A., Talaat, A. Ipatov M., Blanco J.M., Zhukova V. // *Journal of Alloys and Compounds* – 2014. – T. 615 – C.610.
48. Catalan P.C.F. Rapidly Quenched & Metastable Materials / Catalan P.C.F., Prida V.M., Alonso J., Vázquez M., Zhukov A., Hernando B., Velázquez J. // *Materials Science & Engineering A, Supplement* – 1997. – C.438.
49. Chiriac H. Effect of glass removal on the magnetic behavior of FeSiB glass-covered wires / Chiriac H., Ovari T.A., Pop Gh., Barariu F. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 1997. – T. 33 – C.782.
50. Zhukov A. Induced magnetic anisotropy in Co–Mn–Si–B amorphous microwires / Zhukov A., Gonzalez J., Blanco J.M., Prieto M.J., Pina E., Vázquez M. // *Journal of Applied Physics* – 2000. – T. 87 – C.1402.

51. Garcia Prieto M.J. Glass-coated Co-rich amorphous microwires with enhanced permeability / Garcia Prieto M.J., Pina E., Zhukov A.P., Larin V., Marin P., Vázquez M., Hernando A. // *Sensors & Actuators A* – 2000. – T. 81 – C.227.
52. Varga R. The influence of glass coating on the single domain wall potential in amorphous glass-coated Fe-based microwires / Varga R., Zhukov A., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez J., Zhukova V., Vojtanik P. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 2006. – T. 304 – C.e519–e521.
53. Antonov A.S. Influence of Glass Coating Thickness on Magnetoimpedance Ratio in Co- Based Amorphous Microwires / Antonov A.S., Buznikov N.A., D'yachkov A.L., Furmanova T.A., Rakhmanov A.A., Samsonova V.V. // *Solid State Phenomena* – 2009. – T. 152-153 – C.317-320.
54. Corodeanu S. Effect of In Situ Glass Removal on the Magnetic Switching in Amorphous Microwires / Corodeanu S., Óvári T.A. and Chiriac H. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 2014. – T. 50 – № 11 – C.1–4.
55. Bautin V.A. Glass shell etching to control residual quenching stress in Co-rich amorphous ferromagnetic microwires / Bautin V.A., Kostitsyna E.V., Popova A.V., Gudoshnikov S.A., Ignatov A.S., Usov N.A. // *Journal of Alloys and Compounds* – 2018. – T. 731 – C.18–23.
56. Narita K. Measurement of Saturation Magnetostriction of a Thin Amorphous Ribbon by Means of Small-Angle Magnetization Rotation / Narita K., Yamasaki J., Fukunaga H. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 1980. – T. 16 – C.435.
57. Rodionova V.V. Tunable Magnetic Properties of Glass-Coated Microwires by Initial Technical Parameters / Rodionova V.V., Baraban I.A., Panina L.V., Bazlov A.I., Perov N.S. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 2018. – T. 54 – № 11 – C.8438530.
58. Baraban I. The role of structural properties on magnetic characteristics of glass-coated microwires / Baraban I., Gorshenkov M., Andreev N., Chichay K.,

Rodionova V. // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* – 2018. – Т. 459 – С.61–65.

59. Ipatov M. Studies of magnetic properties of amorphous microwires with high technological interest // *Dissertation to opt for the degree of Doctor of Science*. – San Sebastian, 2008.

60. Улитовский А.В. Непрерывное изготовление микропровода в стеклянной изоляции / Улитовский А.В., Авраменко А. И., Маяцкий Н.М. // *Авторское свидетельство СССР No 128427 от 15.05.1960 г.*

61. Chen D.X. Revised core-shell domain model for magnetostrictive amorphous wires / Chen D.X., Pascual L., Castano F. J., Vazquez M. and Hernando A. // *IEEE Transactions on Magnetics* – 2001. – Т. 37 – № 2 – С.994-1002.

62. Panina L.V. Domain wall propagation in Fe-rich amorphous microwires / Panina L.V., Ipatov M., Zhukova V., Zhukov A. // *Physica B: Condensed Matter* – 2012. – Т. 407 – № 9 –С.1442–1445.

63. Antonov A.S. Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires / Antonov A.S., Borisov V.T., Borisov O.V., Prokoshin A.F. and Usov N. A. // *Journal of Physics D: Applied Physics* – 2000. – Т. 33 – С.1161.

64. Baranov S.A. Dependence of magnetic properties of micro- and nanowires on stress and magnetic heat treatment / Baranov S.A. // *Surface Engineering and Applied Electrochemistry* – 2017. – Т. 53 – С.77–88.

65. Zhukov A. Manipulation of domain wall dynamics in amorphous microwires through the magnetoelastic anisotropy / Zhukov A., Blanco J.M., Ipatov M., Chizhik A., Zhukova V. // *Nanoscale Research Letters* – 2012. – Т. 7 – № 1 – С.223.

66. Infante G. Locally induced domain wall damping in a thin magnetic wire / Infante G., Varga R., Badini-Confalonieri G.A., Vázquez M. // *Applied Physics Letters* – 2009. – Т. 95 – № 1 – С.012503.

67. Vereshchagin M. Structure of head-to-head domain wall in cylindrical amorphous ferromagnetic microwire and a method of anisotropy coefficient estimation / Vereshchagin M., **Baraban I.**, Leble S., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2020. – T. 504 – C.166646.
68. Ye J. Local magnetization profile and geometry magnetization effects in microwires as determined by magneto-optical Kerr effect / Ye J., Perez del Real R., Infante G., Vázquez M. // Journal of Applied Physics – 2013. – T. 113 – № 4 – C.043904.
69. Zhukov A.P. The remagnetization process in thin and ultra-thin Fe-rich amorphous wires / Zhukov A.P., Vázquez M., Velázquez J., Chiriac H., Larin V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 1995. – T. 151 – № 1–2 – C.132-138.
70. Vázquez M. Temperature dependence of magnetization reversal in magnetostrictive glass-coated amorphous microwires / Vázquez M., Zhukov A.P., García K.L., Pirola K.R., Ruiz A., Martínez J.L., Knobel M. // Materials Science and Engineering: A – 2004 – T. 375–377 – C.1145-1148.
71. Olivera J. Fast domain wall dynamics in amorphous glass-coated microwires / Olivera J., Varga R., Vojtanik P., Prida V.M., Sanchez M.L., Hernando B., Zhukov A. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2008. – T. 320 – № 20 – C.2534-2537.
72. Vazquez M. The magnetization reversal process in amorphous wires / Vazquez M. and Chen D.X. // IEEE Transactions on Magnetics – 1995. – T. 31 – № 2 – C.1229–1238.
73. Zhukov, A. Magnetostriction of Co–Fe-Based Amorphous Soft Magnetic Microwires / A. Zhukov, M. Churyukanova, S. Kaloshkin, V. Sudarchikova, S. Gudoshnikov, M. Ipatov, A. Talaat, J. M. Blanco, V. Zhukova // Journal of Electronic Materials – 2016. – T. 45 – C.226–234.
74. Rodionova V. The stress components effect on the Fe-based microwires magnetostatic and magnetostrictive properties / Rodionova V., Baraban I., Chichay K.,

Litvinova A., Perov N. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2017. – T. 422 – C.216-220.

75. Gudoshnikov S. Investigation of the properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires by means of small angle magnetization rotation method / Gudoshnikov S., Churyukanova M., Kaloshkin S., Zhukov A., Zhukova V., Usov N.A. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2015. – T. 387 – C.53–57.

76. Salem M.M. CoFe-microwires with stress-dependent magnetostriction as embedded sensing elements / Salem M.M., Nematov M.G., Uddin A., Panina L.V., Churyukanova M.N. and Marchenko A.T. // Journal of Physics: Conference Series – 2017. – T. 903 – C.012007.

77. Lafont T. Magnetostrictive–piezoelectric composite structures for energy harvesting /Lafont T., Gimeno L., Delamare J., Lebedev G.A., Zakharov D.I., Viala B., Cugat O., Galopin N., Garbuio L. and Geoffroy O. // Journal of Micromechanics and Microengineering – 2012. – T. 22 – C.094009.

78. Baraban I. Effect of shell-induced stresses on the magnetic properties of Fe-based glass-coated microwires: Accounting of initial technical parameters / Baraban I., Litvinova A., Kolesnikova V., Vereshchagin M., Gorshenkov M., Molokanov V., Panina L., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2023. – T. 588 – C.171400.

79. Christensen R.M. Theory of Viscoelasticity: Second Edition / Christensen R.M. // Dover Civil and Mechanical Engineering, Dover Publications – 2013.

80. Davies H.A. Rapidly Quenched Metals / Davies H.A. // M.: «Metallurgiya» – 1983.

81. Knyazeva A.G. Handbook for preparation of individual projects for course of lectures by thermophysical origins of modern metalworking methods / Knyazeva A.G. // IFMP CO RAS –2000.

82. Bartenev G.M. On the relation between the glass transition temperature of silicate glass and rate of cooling or heating / Bartenev G.M. // Доклад Академии Наук СССР – 1951. – Т. 76 – С.227.
83. Baraban I. Effect of glass-removal on the magnetostriction and magnetic switching properties in amorphous FeSiB microwires / Baraban I., Leble S., Panina L.V., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 477 – С.415–419.
84. Baraban I. Control of magneto-static and -dynamic properties by stress tuning in Fe-Si-B amorphous microwires with fixed dimensions / Baraban I., Panina L., Litvinova A., Rodionova V. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 481 – С.50-54.
85. Zhou Y. Self-Biased Magnetoelectric Composites: An Overview and Future Perspectives / Zhou Y., Maurya D., Yan Y., Srinivasan G., Quandt E. and Priya Sh. // Energy Harvesting and Systems – 2016. – Т. 3 – № 1 – С.1-42.
86. Mandal S.K. Magnetization-graded multiferroic composite and magnetoelectric effects at zero bias / Mandal S. K., Sreenivasulu G., Petrov V.M. and Srinivasan G. // Physical Review B – 2011. – Т. 84 – № 1 – С.014432.
87. Li M. Giant magnetoelectric effect in self-biased laminates under zero magnetic field / Li M., Wang Zh., Wang Y., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2013. – Т. 102 – № 8 – С.082404.
88. Palneedi H. Enhanced off-resonance magnetoelectric response in laser annealed PZT thick film grown on magnetostrictive amorphous metal substrate / Palneedi H., Maurya D., Kim G.-Y., Priya Sh., Kang S.-J. L., Kim K.-H., Choi S.-Y., Ryu J. // Applied Physics Letters – 2015. – Т. 107 – № 1 – С.012904.
89. Nan C.-W. Influence of interfacial bonding on giant magnetoelectric response of multiferroic laminated composites / Nan C.-W., Liu G., Lin Y. // Applied Physics Letters – 2003. – Т. 83 – № 21 – С.4366–4368.

90. Kong D.J. Magnetolectric effects in multiferroic laminated plates with imperfect interfaces / Kong D.J., Ruan-Wu C., Luo Y.X., Zhang C.L., Zhang Ch. // Theoretical and Applied Mechanics Letters – 2017. – T. 7 – № 2 – C.93-99.

91. Srinivasan G. Magnetolectric effects in bilayers and multilayers of magnetostrictive and piezoelectric perovskite oxides / Srinivasan G., Rasmussen E.T., Levin B.J. and Hayes R. // Physical Review B – 2002. – T. 65 – № 13 – C.134402.