

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В.ЛОМОНОСОВА»
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

**«Особенности магнитных и структурных свойств
нанокристаллической ленты на основе железа, отожженной под
нагрузкой и без»**

Выполнила студентка:
219м группы
Кожевникова Полина Яковлевна

Научный руководитель:
К.ф.-м.н., с.н.с.
Харламова Анна Михайловна

Допущена к защите: _____

Зав. Кафедрой магнетизма
Д. ф.-м.н., профессор Перов Н.С.

Москва

2025

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА 1. Литературный обзор.....	4
1.1. Аморфные и нанокристаллические материалы.....	4
1.2. Получение аморфных лент.....	6
1.3. Кристаллизация сплава типа Finemet.....	7
1.4. Методики изучения лент.....	9
1.4.1. <i>Магнитная анизотропия</i>	9
1.4.2. <i>Критические температуры</i>	11
1.4.2.1. <i>Температура Кюри</i>	11
1.4.2.2. <i>Температура разрушения обменно-связанного состояния T_{ex}</i>	14
1.4.2.3. <i>Температура блокировки</i>	16
1.4.3. <i>Магнитотранспортные свойства и их исследование</i>	18
1.4.3.1. <i>Электросопротивление</i>	19
1.4.3.2. <i>Эффект Холла</i>	21
1.5.4.2. <i>Магнетосопротивление</i>	23
ГЛАВА 2. Методики эксперимента и изучаемые образцы.....	26
2.1. Метод атомно-силовой микроскопии.....	26
2.2. Метод изучения объемных магнитных характеристик.....	26
2.3. Метод изучения магнитотранспортных характеристик.....	29
2.4. Изучаемые образцы.....	30
ГЛАВА 3. Результаты исследования $Fe_{68.5}Cr_5Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ лент.....	32
3.1. Структурные свойства лент.....	32
3.2. Оценка морфологии поверхности $Fe_{68.5}Cr_5Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ лент.....	32
3.3. Магнитные свойства $Fe_{68.5}Cr_5Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ лент.....	35
3.4. Магнитотранспортные свойства $Fe_{68.5}Cr_5Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ лент.....	47
ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ.....	53
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	55
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	56

ВВЕДЕНИЕ

В последние три десятилетия наноструктурированные мягкие ферромагнитные сплавы на основе железа привлекают значительное внимание как в фундаментальных исследованиях, так и в технологических приложениях благодаря их уникальным структурным, электрическим, магнитным и коррозионностойким свойствам [1]. Особый интерес представляет класс файнмет-сплавов (Fe-Si-Nb-B-Cu), получаемых методом быстрой закалки из расплава в виде лент. Эти материалы обладают выдающимися магнитомягкими характеристиками, что делает их перспективными для применения в электротехнике, радиопромышленности, высокочастотной электронике и приборостроении [2]. В последние годы активно разрабатываются магнитные элементы на их основе для высокочастотных устройств [3].

Одним из ключевых методов управления магнитными свойствами нанокристаллических лент является термическая обработка, включая отжиг под нагрузкой и без нее. Отжиг позволяет сформировать оптимальную наноструктуру и индуцировать контролируемую магнитную анизотропию [1]. Важными характеристиками для практического применения являются низкие потери, высокая термическая стабильность и благоприятная температурная зависимость магнитных свойств.

Актуальность исследования обусловлена необходимостью углубленного изучения влияния температурных и механических факторов на магнитные и структурные свойства нанокристаллических лент, что важно для оптимизации их применения в современных устройствах.

Научная значимость работы заключается в исследовании температурной зависимости магнитных параметров, определении критических температур, а также в изучении электротранспортных свойств. Полученные данные позволяют расширить представления о взаимосвязи структуры и магнитных свойств нанокристаллических ферромагнетиков. **Практическая значимость** связана с возможностью использования результатов исследования для разработки новых материалов с заданными магнитными и электрическими

характеристиками. Несмотря на значительное количество исследований в области нанокристаллических ферромагнитных сплавов, вопросы влияния отжига под нагрузкой на температурные зависимости магнитных и транспортных свойств остаются недостаточно изученными. В данной работе систематизированы и дополнены экспериментальные данные, позволяющие глубже понять механизмы, определяющие поведение материала в различных температурных условиях.

Цель работы – исследование влияния отжига под нагрузкой и ширины ленты на магнитные и структурные свойства нанокристаллических $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент в диапазоне температур от 90 К до 420 К.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Изучение структурных особенностей и морфологии поверхности $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент.
2. Сопоставление экспериментальных данных о влиянии отжига под нагрузкой и ширины $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент на объемные магнитные свойства образцов в зависимости от температуры в диапазоне от 90 К до 420 К.
3. Изучение влияния отжига под нагрузкой и ширины лент на магнитную анизотропию изучаемых $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ образцов.
4. Сравнительный анализ температурных характеристик и определение ключевых параметров: температуры Кюри, T_C , температуры разрушения обменно-связанного состояния, T_{ex} , и температуры блокировки, T_B .
5. Изучение транспортных свойств $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент в диапазоне температур от 80 К до 300 К.

ГЛАВА 1. Литературный обзор

1.1. Аморфные и нанокристаллические материалы

Аморфные материалы до сих пор активно изучаются, из-за их неповторимых характеристик по сравнению с кристаллическими материалами. Они имеют широкое практическое применение: основа для сердечников

трансформаторов, магнитных датчиков и головок [4]. Аморфные ленты, как одна из областей исследования аморфных материалов, также представляют большой интерес с точки зрения фундаментальных исследований и практических применений.

Аморфные материалы характеризуются тем, что их атомная структура имеет ближний порядок и не имеет дальнего порядка, характерного для кристаллических структур.

При нагреве аморфных сплавов происходит их кристаллизация за счёт процессов зарождения и роста кристаллов при определённой температуре [5]. В зависимости от концентрации переход в кристаллическую фазу может происходить различными путями (Рис. 1).

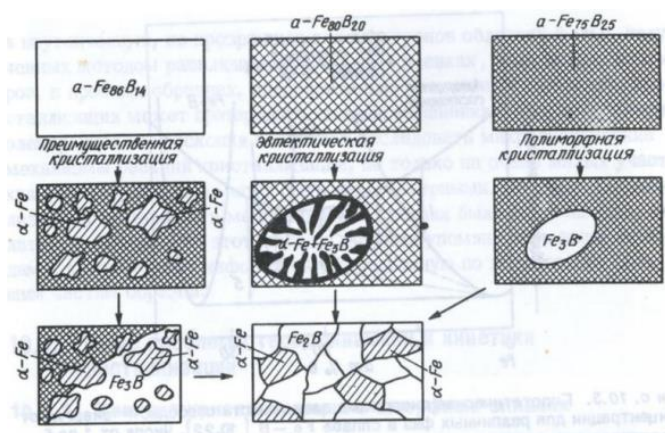


Рис. 1 Типичные схематические изображения реакций кристаллизации в аморфных сплавах Fe-B [6].

Полиморфная кристаллизация – кристаллизация, при которой аморфный сплав без изменения концентрации переходит в перенасыщенный сплав или метастабильное или стабильное кристаллическое соединение. Такая реакция может происходить только в области концентраций, соответствующих чистым элементам или соединениям. Такие реакции могут происходить в области высоких концентраций железа и вблизи состава Fe_3B .

Преимущественная (первичная) кристаллизация одной из фаз, например α -Fe. При такой реакции аморфная фаза обогащается бором, пока дальнейшая кристаллизация не прекратится при достижении метастабильного равновесия системы α -Fe + аморфный сплав Fe-B. Первичная кристаллизация фазы иного

состава из аморфного состояния является первоначальной стадией кристаллизации многих аморфных сплавов. На первичной стадии может образовываться ограниченный по составу твердый раствор или промежуточная фаза. Скорость роста первичных кристаллов зависит от их морфологии.

Эвтектическая кристаллизация, то есть одновременная кристаллизация нескольких кристаллических фаз путем скачкообразной реакции. Такая реакция характеризуется наибольшей движущей силой и может происходить между двумя стабильными фазами во всей области концентраций. По обе стороны фронта реакции концентрация одинакова. На фронте реакции два компонента разделяются на две фазы, поэтому такая реакция продолжается более длительное время, чем полиморфная реакция, то есть реакция без разделения компонентов [6].

1.2. Получение аморфных лент

Наиболее эффективными способами промышленного производства аморфных лент являются охлаждение струи жидкого металла на внешней (закалка на диске) или внутренней (центробежная закалка) поверхностях вращающихся барабанов или прокатка расплава между холодными валками, изготовленными из материалов с высокой теплопроводностью [7].

Принципиальные схемы методов приведены на Рис. 2.

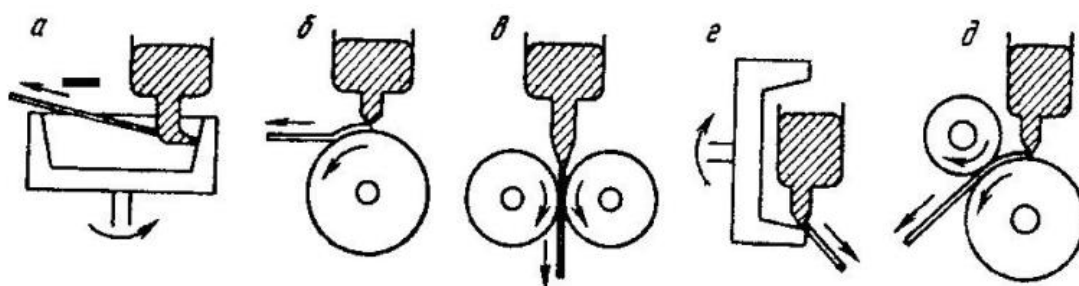


Рис. 2 Методы получения тонкой ленты путем закалки из расплава: а - центробежная закалка; б - закалка на диске; в - прокатка расплава; г - центробежная закалка; д - планетарная закалка на диске [7].

Расплав, полученный в индукционной печи, выдавливается нейтральным газом из сопла и затвердевает при соприкосновении с поверхностью

вращающегося охлаждаемого тела (холодильника). В методах центробежной закалки и закалки на диске расплав охлаждается только с одной стороны. Основной проблемой является получение достаточной степени чистоты внешней поверхности, которая не соприкасается с холодильником. Метод прокатки расплава позволяет получить хорошее качество обеих поверхностей (контактной и свободной) ленты, что особенно важно для аморфных лент. Ранее было установлено, что магнитные свойства контактной и свободной сторон аморфных лент отличаются [8], [9]. В частности, коэрцитивная сила, H_C , на свободной стороне ленты меньше в 2 – 3 раза, чем на контактной [8]. Объясняется это тем, что контактная и свободная сторона имеют разную морфологию и испытывают различающиеся напряжения в процессе изготовления ленты.

Для каждого метода имеются свои ограничения по размерам лент, поскольку есть различия и в протекании процесса затвердевания, и в аппаратурном оформлении методов [7].

Если при центробежной закалке ширина ленты составляет до 5 мм, то прокаткой получают ленты шириной 10 мм и более. Метод закалки на диске, для которого требуется более простая аппаратура, позволяет в широких пределах изменять ширину ленты в зависимости от размеров плавильных тиглей. Данный метод позволяет изготавливать как узкие ленты шириной 0.1-0.2 мм, так и широкие - до 100 мм, причем точность поддержания ширины может быть ± 3 мкм [7].

1.3. Кристаллизация сплава типа Finemet

Одним из наиболее распространённых способов получения частично нанокристаллической структуры является термообработка образцов выше температуры кристаллизации. Скорость зарождения и скорость роста образующихся кристаллов зависит от длительности и температуры отжига, поэтому для различных сплавов подбирают оптимальные характеристики [10]. Сплав файнмет получают из аморфного сплава Fe-Si-B с добавлением Cu и Nb

для получения наноструктуры. После отжига при температурах 520-560°C в течении 0.5-3 часов сплав становится нанокристаллическим материалом с магнитомягкими свойствами. Сплав имеет две температуры кристаллизации: 510°C, выше которой образуются нанокристаллы, и 570°C, выше которой кристаллизуется окружение первичных нанокристаллов, обогащенное ниобием, а также происходит быстрый рост зерен и ухудшение магнитных свойств материала [11]. В результате образуется однородная структура, состоящая из относительно одинаковых по размеру ($D \sim 10-15$ нм) нанокристаллов α -Fe, равномерно распределенных в остаточной аморфной матрице. Схематический процесс кристаллизации сплава Finemet показан на Рис. 3.

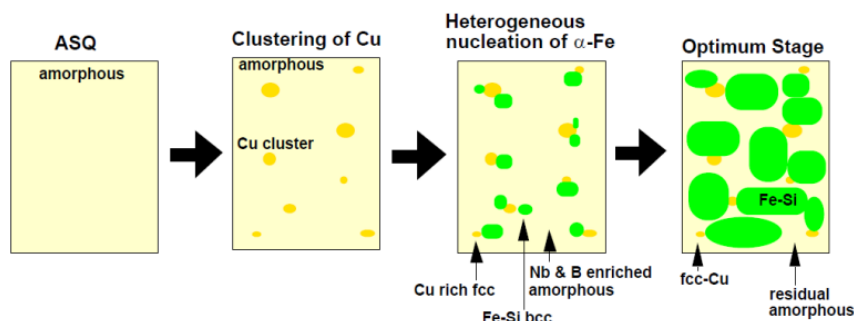


Рис. 3 Схематическое изображение процесса кристаллизации [12].

Кластеры Cu становятся центрами кристаллизации FeSi. Ниобий препятствует росту кристаллов. В работе [13] исследовалось влияние температуры продолжительного отжига на структуру и магнитные свойства нанокристаллического сплава $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3Cu_1B_9$. Было обнаружено что наименьшее значение H_C сплава наблюдается при $T_{отжига} = 520$ °C (Рис. 4).

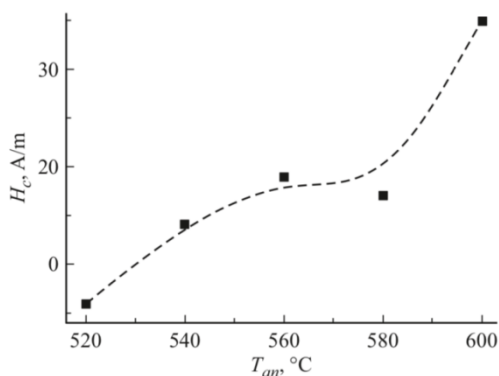


Рис. 4 Зависимость коэрцитивной силы, H_C , от температуры отжига T_{am} в интервале температур от 520 до 600°C [13]

Ухудшение магнитомягких свойств нанокристаллического сплава $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3Cu_1B_9$ при повышении температуры отжига от 520 до 580°C

объясняется уменьшением концентрации кремния в нанокристаллах FeSi, которое приводит к росту константы магнитокристаллической анизотропии от 8.4 до 11.2 кДж/м³ [13].

1.4. Методики изучения лент

1.4.1. Магнитная анизотропия

Магнитная анизотропия (МА) – зависимость магнитных свойств ферромагнетика от направления намагниченности по отношению к структурным осям образующего его кристалла. Известно, что кривые намагничивания вдоль различных кристаллографических осей ферромагнетика различаются. Вдоль одних намагничивание до насыщения достигается при существенно меньших магнитных полях, чем в других направлениях [14].

Осями лёгкого намагничивания (ОЛН) называются кристаллографические направления, вдоль которых насыщение достигается при самых малых полях, а осями трудного намагничивания (ОТН) – направления, вдоль которых насыщение намагничивания достигается при самых больших магнитных полях.

Энергией кристаллографической анизотропии называется та часть энергии кристалла, которая зависит от ориентации вектора намагничивания относительно кристаллографических осей. Её минимум достигается, когда намагниченность направлена вдоль осей лёгкого намагничивания. Энергия пропорциональна константе анизотропии. Физической причиной существования анизотропии является спин-орбитальное взаимодействие [14]. Для лент лёгкой осью является направление вдоль длинной стороны. Отжиг под нагрузкой приводит к поперечной наведённой анизотропии. Она является специальным инструментом для настройки магнитных откликов, позволяющим настраивать магнитную проницаемость [1]. Константу наведенной магнитной анизотропии можно рассчитать по формуле:

$$K_u = \frac{1}{2} M_s H_a, \quad (1)$$

где M_s - намагниченность насыщения, H_a – поле анизотропии [3]

В работе [15], посвященной изучению влияния кристаллизующего отжига под нагрузкой на магнитные свойства и структуру магнитомягкого сплава FeSiNbCuB, легированного хромом, имеется уточнение. Для оценки константы магнитной анизотропии K_u , наведённой в результате отжига под нагрузкой, авторы рекомендуют использовать формулу:

$$K_u = K_u^{TSA} - \Delta, \quad (2)$$

где K_u^{TSA} - константа анизотропии, рассчитанная для образцов, отожжённых под нагрузкой (после термомеханической обработки), а константа Δ характеризует отклонение петли гистерезиса от вертикальной оси и рассчитывается по формуле (3), если положить, что $\Delta = K_u$:

$$K_u = -0.5 \cdot 10^4 \cdot B_m \cdot H_s, \quad (3)$$

где B_m – максимальная намагниченность в Т, H_s - поле насыщения в А/м [15]. Авторы рассчитали значения констант анизотропии для образцов $Fe_{73.5-x}Cr_xSi_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$, отожжённых при температуре 520°C в течение 2 часов без нагрузки (НО – нанокристаллизующий отжиг) и под нагрузкой 160 МПа (ТМехО - термомеханическая обработка (отжиг и охлаждение под растягивающей нагрузкой)), с различной концентрацией хрома C_{Cr} . Данные представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Рассчитанные значения констант анизотропии [15].

	C_{Cr} , at.%	$-\Delta$, Дж/м ³	$-K_u$, Дж/м ³
НО	0	15	-
	3	10	-
	5	31	-
ТМехО	0	1700	1685
	3	1460	1450
	5	1070	1040

В настоящее время основной причиной появления наведенной магнитной анизотропии принято считать направленное упорядочение дефектов, роль которых могут выполнять атомы замещения и внедрения в сплаве, вакансии,

дислокации и т.п. Первая модель парного упорядочения атомов при рассмотрении наведенной МА была предложена Ван Флеком в 1937 году. Позже японские ученые применили подобную модель для объяснения наведенной магнитной анизотропии в аморфных магнитных материалах. Подробное описание этой модели дано в книге [17]. В соответствии с этим механизмом пары ближайших соседних атомов ориентируются в образце вдоль определенного направления, задаваемого приложенным внешним магнитным полем или механическим напряжением, чтобы возникшая анизотропия стабилизировала имеющуюся ориентацию вектора намагниченности.

1.4.2. Критические температуры

В ферромагнитных материалах, важную роль играют критические температуры, определяющие границы различных магнитных состояний. В данной главе рассматриваются следующие ключевые температуры: температура Кюри, T_C , температура разрушения обменно-связанного состояния, T_{ex} , и температура блокировки, T_B .

1.4.2.1. Температура Кюри

Температура Кюри, T_C (θ) является фундаментальной характеристикой ферромагнитного материала, определяющей точку магнитного фазового перехода второго рода. При температурах ниже T_C материал обладает спонтанной намагниченностью, возникающей вследствие параллельной ориентации магнитных моментов атомов, формирующих магнитные домены. Выше T_C ферромагнитные свойства исчезают, и материал переходит в парамагнитное состояние, характеризующееся хаотичной ориентацией атомных магнитных моментов (Рис. 5).

Этот переход обусловлен конкуренцией между обменным взаимодействием, упорядочивающим магнитные моменты, m , и тепловыми флуктуациями, разрушающими дальний магнитный порядок [18]. Ниже T_C преобладает обменное взаимодействие, приводящее к формированию магнитных доменов с параллельной ориентацией m , а выше T_C доминирует тепловое движение, вызывающее хаотическое распределение m .

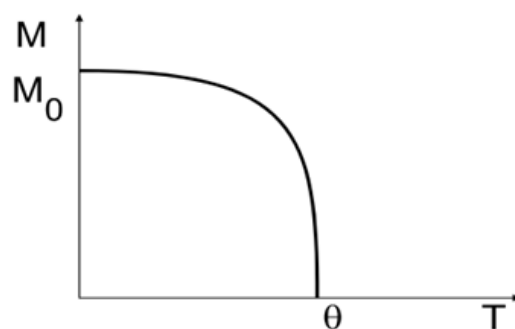


Рис. 5 Зависимость спонтанной намагниченности от температуры ферромагнетика [16].

Теоретическое описание фазовых переходов в ферромагнетиках базируется на модели Гейзенберга и теории Ландау. Согласно теории среднего поля, T_C пропорциональна энергии обменного взаимодействия и числу ближайших соседей в кристаллической решётке:

$$J = \frac{3k_B T_C}{2zS(S+1)} \quad (4)$$

где J — обменный интеграл, z — число ближайших соседей, S — спин, k_B — постоянная Больцмана [18].

В наноструктурированных материалах уменьшение размера зерен (до ~ 10 нм) приводит к снижению T_C из-за роста доли поверхностных атомов с ослабленным обменным взаимодействием. Важным фактором, влияющим на T_C , являются внутренние напряжения, возникающие при отжиге под нагрузкой. Деформации кристаллической решётки изменяют межатомные расстояния, модифицируя обменный интеграл J . Для нанокристаллических систем это влияние может быть более выраженным, так как границы зерен служат источниками дополнительной деформации [19].

Нанокристаллическая микроструктура, полученная кристаллизацией из аморфного состояния, состоит из двух фаз: (i) случайно ориентированных зерен ОЦК и (ii) все еще аморфной остаточной матрицы. Кристаллическая фракция и локальные концентрации атомов определяются исходным составом сплава. Температуры Кюри для Fe-Cu-Nb-Si-B в аморфном и нанокристаллическом состоянии показаны на Рис. 6.

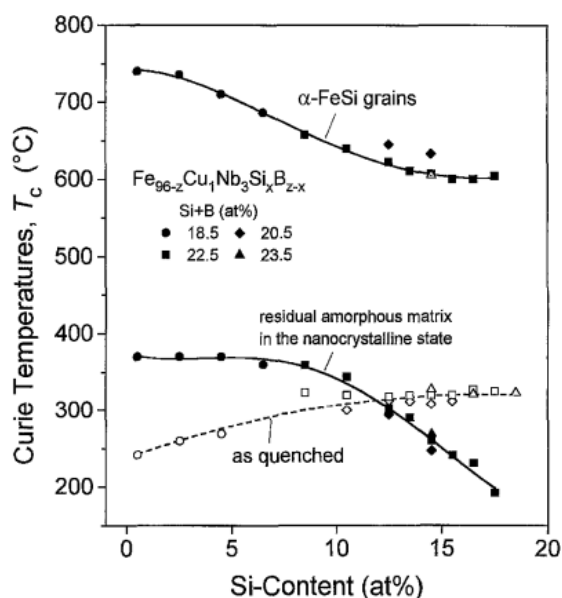


Рис. 6 Температуры Кюри зерен ОЦК-Fe-Si и остаточной аморфной матрицы в нанокристаллических сплавах $Fe_{96-z}Cu_1Nb_3Si_xB_{z-x}$ после отжига в течение 1 часа при температуре $540^\circ C$ (сплошные обозначения). Открытые символы показывают температуру Кюри в аморфном состоянии после закалки.

Выделение фазы ОЦК Fe-Si отчетливо проявляется в значительном повышении температуры Кюри с $250-320^\circ C$ в исходном аморфном состоянии примерно до $600-740^\circ C$ после нанокристаллизации. Остаточная аморфная матрица является ферромагнитной. Однако ее температура Кюри явно отличается от температуры исходной аморфной матрицы, что указывает на значительное изменение состава [20].

Определение точной температуры Кюри является важной задачей при изучении магнитных свойств. Существуют различные методы ее определения, основанные на анализе экспериментальных данных.

Например, методы включают анализ температурной зависимости магнитной восприимчивости $\chi(T)$ в парамагнитной области с использованием закона Кюри-Вейсса:

$$\chi = \frac{C}{T - T_C}, \quad (5)$$

В работе [21], T_C была определена посредством анализа кривых намагничивания, полученных в режимах ZFC (Zero Field Cooled - «нагревание образца, предварительно охлажденного в нулевом магнитном поле», иными словами охлаждение в нулевом магнитном поле с последующим измерением на нагреве в присутствии поля) и FC (Field Cooling – «охлаждение в поле», охлаждение в постоянном внешнем поле). В работе [21], T_C определялась как

точка на кривой $dM/dT(T)$ которая соответствует минимуму скорости изменения намагниченности с температурой. Для наглядности на Рис.7 приведён пример графика температурной зависимости намагниченности $M(T)$ и её температурной производной $dM/dT(T)$.

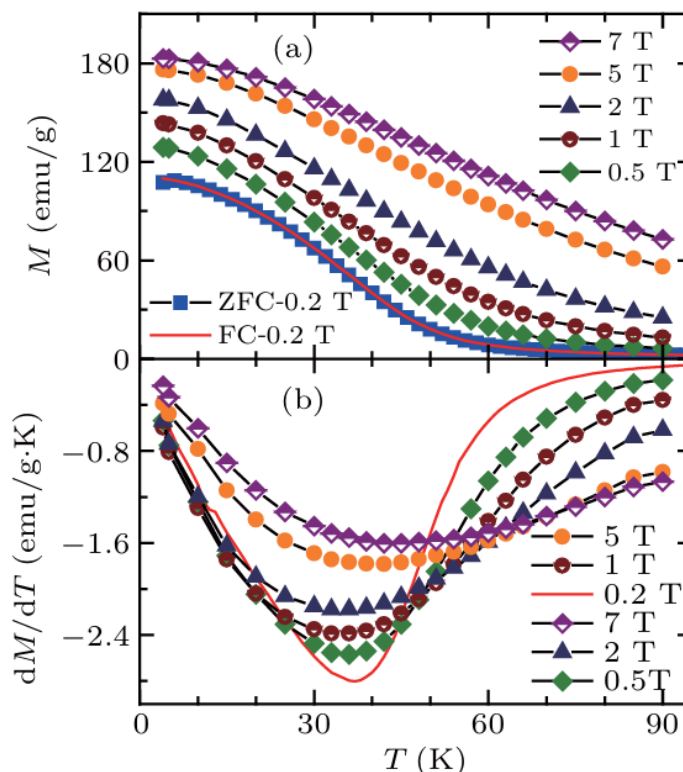


Рис. 7 Определение температуры Кюри по кривым намагничивания и ее производной.

Минимумы зависимостей $dM/dT(T)$ соответствуют T_C для аморфных лент $Gd_{20}Ho_{20}Tm_{20}Cu_{20}Ni_{20}$.

1.4.2.2. Температура разрушения обменно-связанного состояния T_{ex}

Температура разрушения обменно-связанного состояния, T_{ex} , характеризует переход от упорядоченного магнитного состояния, поддерживаемого обменным взаимодействием между атомными магнитными моментами, к состоянию, где эти взаимодействия ослабевают и разрушаются.

В отличие от температуры Кюри которая является критической температурой для перехода всего материала из ферромагнитного в парамагнитное состояние, T_{ex} отражает более локальные изменения в магнитной структуре, часто связанные с особенностями микроструктуры,

такими как границы зерен, дефекты, или неоднородности состава [22]. Поэтому понятие T_{ex} особенно важно для нанокристаллических материалов, где большая доля атомов находится на границах зерен, что существенно влияет на магнитные свойства. В нанокристаллических сплавах, таких как Fe-Si-Nb-B-Cu, температура разрушения обменно-связанного состояния может зависеть от размера кристаллитов α -Fe(Si), наличия различных легирующих элементов (Si, Nb, B, Cu) и от термической обработки.

Определение T_{ex} может быть выполнено на основе анализа температурной зависимости коэрцитивной силы (H_c). Как отмечают Д.А. Букреев и др. авторы работы [22], с повышением температуры H_c нанокристаллических лент FeSiBNbCu демонстрирует относительно медленный рост до некоторой температуры (которую обозначают как T_{ex}), после чего наблюдается резкое увеличение H_c . Для примера данная зависимость приведена на Рис. 8.

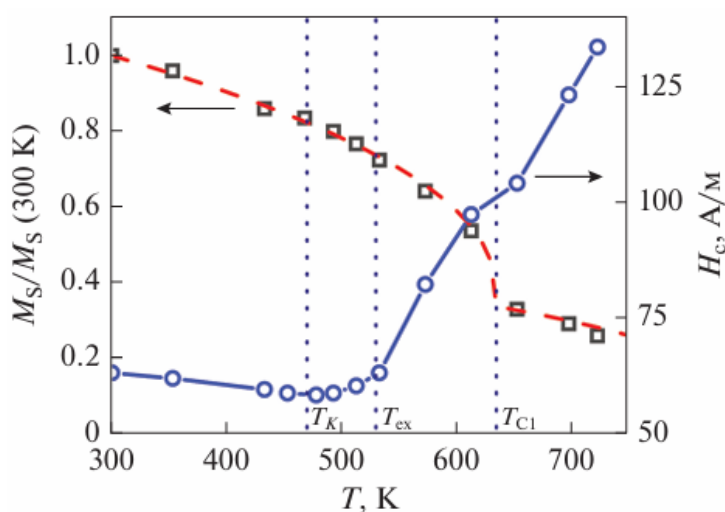


Рис. 8 Температурные зависимости намагниченности насыщения M_s , приведенной к значению при 300 К и коэрцитивной силы H_c .

Такое поведение связано с изменением эффективной магнитной анизотропии. В рамках модели случайной анизотропии (Random Anisotropy Model, RAM), разработанной Херцером [23], эффективная анизотропия определяется параметрами обменного взаимодействия между нанокристаллитами и локальной магнитной анизотропией отдельных кристаллитов. Увеличение H_c при $T > T_{ex}$ может указывать на то, что

термическое возбуждение начинает преодолевать обменное взаимодействие, что приводит к более независимому поведению отдельных кристаллитов и увеличению энергии, необходимой для перемагничивания.

Соотношение между температурой разрушения обменно-связанного состояния и температурой Кюри является важным индикатором, позволяющим оценить объемные доли нанокристаллической фазы в материалах. Если T_{ex} оказывается значительно ниже T_C , это может свидетельствовать о том, что объемная доля нанокристаллической фазы в материале невелика [22]. В таких случаях расстояние между нанокристаллитами оказывается большим, что приводит к ослаблению обменных взаимодействий между ними. В результате этого обменно-связанное состояние начинает разрушаться раньше, чем происходит переход аморфной фазы в парамагнитное состояние.

Изучение T_{ex} позволяет получить ценную информацию о связи между микроструктурой и магнитными свойствами нанокристаллических материалов, что важно для оптимизации их характеристик в различных приложениях, таких как магнитные сенсоры и магнитные запоминающие устройства.

1.4.2.3. Температура блокировки

В магнитно-неоднородных материалах проявляются особенности магнитных свойств, связанные с наличием областей с различным магнитным порядком. Одной из ключевых характеристик таких систем является температура блокировки, T_B , определяющая переход между заблокированным магнитным состоянием, в котором магнитные моменты наночастиц имеют фиксированную ориентацию, и суперпарамагнитным режимом, где эти моменты флуктуируют под действием тепловой энергии. [24].

Физический смысл температуры блокировки заключается в балансе между энергией магнитной анизотропии ($K \cdot V$, где K - константа анизотропии, а V - объем частицы) и тепловой энергией ($k_B \cdot T$, где k_B - постоянная Больцмана) [25]. При температурах ниже T_B энергия магнитной анизотропии преобладает, что приводит к «замораживанию» магнитных моментов, проявляющемуся в виде гистерезиса и остаточной намагниченности. Выше T_B тепловая энергия

преодолевают энергетический барьер анизотропии, и магнитные моменты начинают флуктуировать, что характерно для суперпарамагнетизма — при этом исчезают гистерезис и остаточная намагниченность.

Экспериментально температура блокировки чаще всего определяется с помощью измерений температурной зависимости намагниченности в режимах ZFC (охлаждение в нулевом магнитном поле с последующим измерением на нагреве в присутствии поля) и FC (охлаждение в постоянном внешнем магнитном поле). Температура, при которой кривые ZFC и FC начинают расходиться, а на кривой ZFC наблюдается максимум, принимается за температуру блокировки, при этом происходит изменение поведения магнитных моментов частиц. Важно отметить, что в реальных системах всегда присутствует распределение частиц по размерам, что приводит к размытию фазового перехода по температуре. В результате этого эффекта можно выделить две характерные температуры: T_H — температура блокировки самых крупных частиц и T_{max} — температура блокировки самых мелких частиц (Рис. 9) [26].

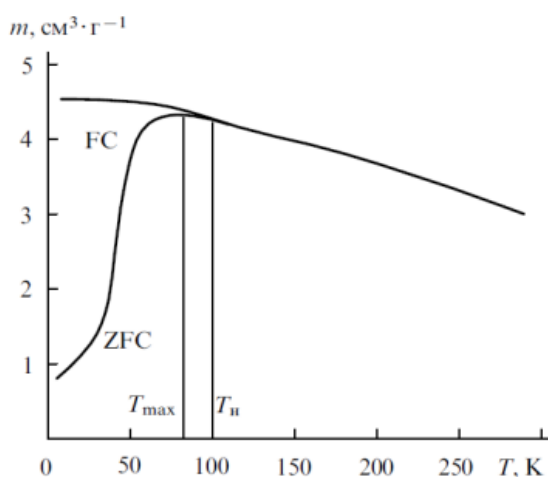


Рис. 9 Зависимость магнитного момента от температуры для образца содержащего наночастицы $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в полиэтиленовой матрице.

Альтернативный способ определения температуры блокировки – анализ температурной зависимости коэрцитивной силы (Рис. 10). Температура блокировки определяется как температура, при которой значение H_c возвращается к предмаксимальному уровню при повышении температуры.

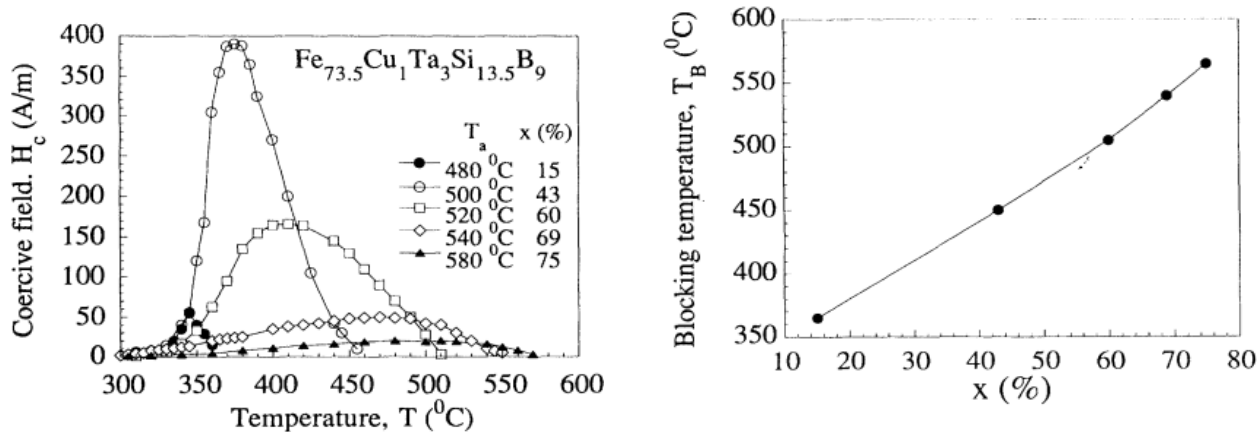


Рис. 10 (а) Температурная зависимость H_C после одночасового отжига при различных температурах и, следовательно, при различной объемной доле кристаллитов, x . (б) Зависимость T_B от объемной доли кристаллитов, x , полученная путем экстраполяции кривых, показанных в (а).

Данный способ использовался в [27]. В конкретных исследованиях нанокристаллических систем на основе железа были получены численные значения температуры блокировки. К примеру, в работе [28] для $Fe_{66}Cr_8CuNb_3Si_{13}B_9$ металлического стекла температура блокировки была рассчитана по формуле:

$$T_{cr} = \frac{KV_p}{25k_B}, \quad (6)$$

где V_p - объем кристаллической фазы.

Полученное значение $T_B = 15$ К значительно ниже температуры Кюри аморфной матрицы.

Изучение температуры блокировки позволяет получить ценную информацию о магнитной структуре и взаимодействиях в нанокристаллических материалах, а также оптимизировать их свойства для различных применений, таких как магниторезистивные устройства, магнитные записи и биомедицинские приложения.

1.4.3. Магнитотранспортные свойства и их исследование

Магнитотранспортные эффекты, такие как магнитосопротивление и эффект Холла, являются одними из наиболее эффективных зондов-индикаторов фазовых переходов и изменений электронной и магнитной структур [29].

Транспортные свойства в целом характеризуют способность материала к переносу физических величин, таких как электрический заряд и тепло. В контексте данной работы особый интерес представляют эффекты, возникающие при протекании электрического тока через образец, помещенный в магнитное поле. Эти явления, известные как магнитотранспортные (гальваномагнитные) эффекты, включают в себя:

- Эффект Холла: Возникновение поперечного электрического поля при наличии магнитного поля и тока.
- Магнитосопротивление: Изменение электрического сопротивления материала под воздействием магнитного поля.
- Зависимость электросопротивления от магнитного поля: Общая характеристика влияния магнитного поля на проводимость.

Анализ данных эффектов позволяет получить фундаментальные сведения о природе магнетизма, механизмах проводимости в исследуемом материале и открывает перспективы создания датчиков магнитного поля и магниторезистивных устройств памяти. На данный момент опубликованных статей, описывающих транспортные свойства $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент в широком диапазоне температур, обнаружено не было, поэтому данная работа посвящена исследованию этих свойств.

1.4.3.1. Электросопротивление

Электрическим (или гальваническим) сопротивлением называется физическая величина, характеризующая способность проводника препятствовать прохождению электрического тока [30].

Электрическое сопротивление обусловлено рассеянием электронов проводимости на различных дефектах кристаллической решетки, фононах (тепловых колебаниях решетки), а также магнитных неоднородностях [31]. В ферромагнитных материалах, к которым относится исследуемая лента, наличие спонтанной намагниченности внутри магнитных доменов создает внутреннюю магнитную индукцию, влияющую на электрическое сопротивление, что экспериментально подтверждается температурной зависимостью

сопротивления (Рис. 11), для чистого железа, демонстрирующий особенности в точке Кюри) [32].

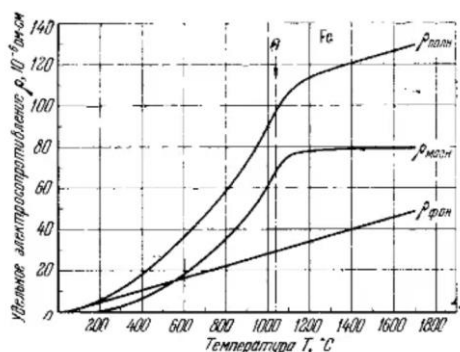


Рис. 11 Зависимость удельного электрического сопротивления железа (его фонного и магнного вклада) от температуры [14].

В результате удельное сопротивление такого материала является по сути магнитосопротивлением, обусловленным рассеянием электронов на дефектах решетки, фононах, магнитных неоднородностях и доменных границах, а также зависящим от распределения намагниченности [18].

Изменение температуры также оказывает влияние на электропроводность. Обычно, с ростом температуры происходит линейное увеличение электрического сопротивления. В большинстве металлов эта зависимость близка к линейной, что обусловлено усилением тепловых колебаний решетки (фононов), которые увеличивают вероятность рассеяния электронов. Однако, наличие фазовых переходов в материале может нарушить эту линейную зависимость, приводя к появлению особенностей на температурной зависимости электрического сопротивления Рис. 12.

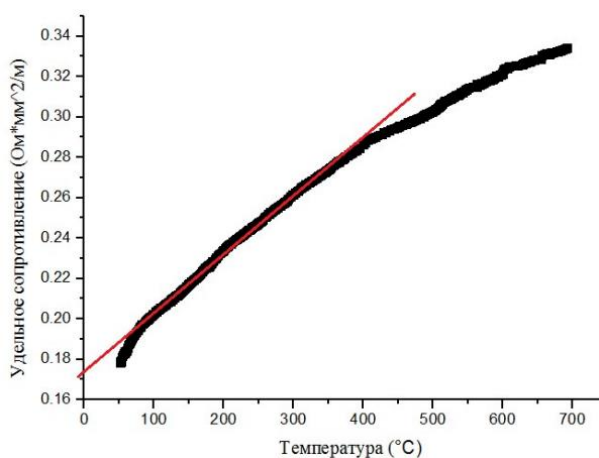


Рис. 12 График зависимости удельного электрического сопротивления образца галфенола $Fe_{73}-Ga_{27}$ от температуры. Приложено внешнее магнитное поле напряженностью 200 Э. Красная линия – аппроксимация линейной области [33].

Изучение и количественное описание транспортных свойств материала является важным шагом для его применения в качестве функционального элемента, например, в датчиках и поглотителях энергии.

1.4.3.2. Эффект Холла

Эффект Холла – это возникновение поперечной разности потенциалов (напряжения Холла) в проводнике с током, помещенном в магнитное поле, перпендикулярное направлению тока. Физическая природа данного явления связана с воздействием силы Лоренца на движущиеся заряженные частицы, приводящим к их отклонению от первоначальной траектории и накоплению на боковых гранях проводника [18]. Более конкретно, при приложении магнитного поля к проводнику с током, электроны (или дырки) испытывают воздействие силы Лоренца. Эта сила искривляет траекторию движения заряженных частиц, направляя их к одной из боковых сторон проводника. В результате на ней накапливается избыточный заряд, а на противоположной стороне – недостаток. Это приводит к возникновению электрического поля, E_H , направленного перпендикулярно как току, так и магнитному полю (Рис. 13).

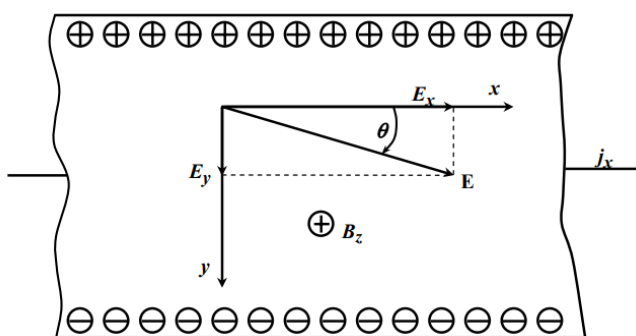


Рис. 13 Геометрия эффекта Холла.

Поле Холла компенсирует силу Лоренца, и в установившемся состоянии достигается баланс сил. Напряжение Холла U_H , между боковыми гранями проводника описывается соотношением:

$$U_H = R_H \frac{IB}{d}, \quad (7)$$

где I – сила тока, B – магнитная индукция, d – толщина проводника, а R_H – постоянная Холла, величина которого зависит от типа и концентрации

носителей заряда в материале [34]. Знак R_H позволяет определить тип носителей заряда (электроны или дырки), а его абсолютное значение связано с их концентрацией.

При исследовании эффекта Холла в ферромагнетиках [35] обычно рассматривается удельное холловское сопротивление:

$$\rho_H = \frac{E_y}{j_x} = \frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{xx}^2 + \sigma_{xy}^2} = \rho_{yx} \quad (8)$$

Так как в ферромагнитных материалах индукция является суммой магнитных индукций внешнего и внутреннего магнитных полей: $B = \mu_0 H + I$, где I - намагниченность, то:

$$\rho_H = R_0 \mu_0 H_z + R_A \mu_0 I = R_0 B_z + R_S \mu_0 I, \quad (9)$$

где $R_A = R_0 + R_S$.

Коэффициент R_S определяется спин-орбитальным взаимодействием и потенциалом рассеяния носителей заряда, возникающим из-за присутствия примесей, дефектов кристаллической решетки, фононов, магнонов и других факторов, нарушающих идеальную структуру материала. Важно отметить, что коэффициенты R_0 и R_S существенно различаются по величине (во многих случаях $R_S/R_0 \approx 10^2$) [35].

Вклад в эффект Холла, пропорциональный намагниченности, получил название ферромагнитного, спонтанного или аномального эффекта Холла (АЭХ). Этот вклад существует в ферромагнетиках выше температуры Кюри [35]. В отличие от классического эффекта Холла, для возникновения АЭХ не требуется внешнее магнитное поле, так как он обусловлен спонтанной намагниченностью ферромагнетика [36]. Ниже на Рис. 14 представлены типичные полевые зависимости сопротивления Холла для ферромагнетиков. Видно, что наблюдается рост сопротивления Холла с увеличением H , соответствующий изменению M . При дальнейшем увеличении поля, когда M достигает насыщения, сопротивление Холла также выходит на насыщение [29]. Сначала сопротивление Холла возрастает при увеличении поля, следуя изменению M , а затем насыщается в тех же полях, что и M .

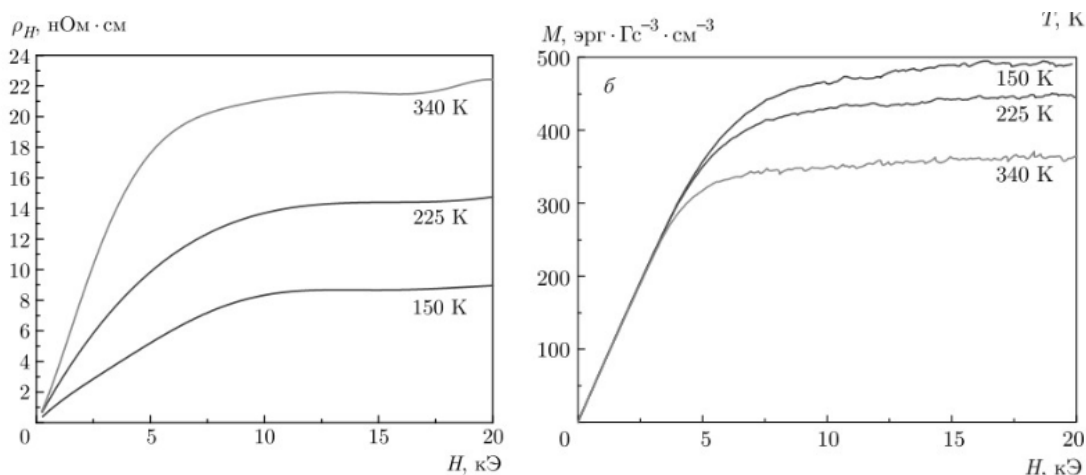


Рис. 14 Зависимости сопротивления Холла (слева) и M (справа) от H для пленки $Ni_{49.7}Fe_{17.4}Co_{4.2}Ga_{28.7}$ при 150, 225, 340 К.

Эффект Холла широко используется для измерения магнитных полей, определения типа и концентрации носителей заряда в полупроводниках, а также для создания различных датчиков и устройств, например, датчиков положения и тока.

1.5.4.2. Магнетосопротивление

Магнетосопротивление (МС) – это изменение электрического сопротивления материала под воздействием внешнего магнитного поля. Это явление обусловлено влиянием магнитного поля на траекторию движения носителей заряда, в основном электронов, в проводнике или полупроводнике. При наличии магнитного поля на электроны действует сила Лоренца, которая отклоняет их от прямолинейного движения. Это приводит к изменению эффективной длины свободного пробега электронов и, следовательно, к изменению сопротивления материала. Количественно магнетосопротивление выражается следующим образом [37]:

$$MR = \frac{R(H) - R(0)}{R(0)}, \quad (10)$$

где $R(H)$ – сопротивление образца в магнитном поле H , а $R(0)$ – его сопротивление в отсутствие магнитного поля.

В общем случае, изменение сопротивления в магнитном поле зависит от взаимной ориентации векторов напряженности магнитного поля H и плотности

тока j , протекающего через образец. Традиционно рассматривают два предельных случая: продольное МС ($H \parallel j$) и поперечное МС ($H \perp j$). В неферромагнитных кристаллических металлах, как правило, сопротивление увеличивается в магнитном поле независимо от ориентации этих векторов. Однако, в ферромагнитных материалах ситуация более сложная.

При температурах ниже температуры Кюри, при совпадении направлений векторов H и j (продольное МС), электросопротивление возрастает до тех пор, пока поле не достигнет значения, необходимого для намагничивания образца до насыщения. После этого начинается процесс уменьшения МС. В случае ортогонального расположения векторов ($H \perp j$ - поперечное МС), электросопротивление, как правило, уменьшается. Схематичное представление зависимостей продольного и поперечного МС от приложенного магнитного поля представлено на Рис. 15.

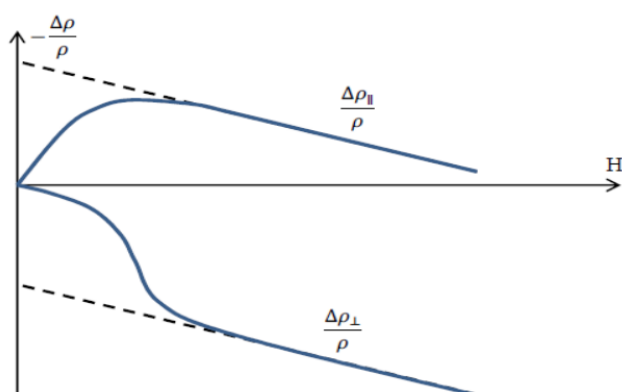


Рис. 15 Схематичная зависимость продольного $\Delta \rho_{||}/\rho$ и поперечного $\Delta \rho_{\perp}/\rho$ МС в ферромагнитном металле от приложенного внешнего магнитного поля [37].

Данная зависимость демонстрирует, что продольный эффект положителен в области технического насыщения, а поперечный – отрицателен, причем, как правило, в области сильных полей, обе кривые спадают приблизительно линейно с ростом поля.

В ферромагнетиках выделяют несколько основных механизмов, вносящих вклад в магнетосопротивление [38]:

- Лоренцевское МС: связано с закручиванием электронов под действием силы Лоренца и наблюдается также в обычных, неферромагнитных металлах.
- МС при истинном намагничивании ферромагнетиков: уменьшение беспорядка в спиновой системе приводит к снижению вероятности рассеяния

электронов на магнитных неоднородностях (магнонах), что вызывает отрицательный вклад в МС.

- МС, обусловленное анизотропией электросопротивления: зависимость электросопротивления от взаимной ориентации векторов спонтанной намагниченности I_S и плотности тока j .

Существует множество других механизмов, которые могут вносить вклад в МС. Для более глубокого понимания влияния микроструктуры на МС, в статье [39] изучались нанокompозитные плёночные структуры, состоящие из гранул из ферромагнитного (ФМ) металла, хаотически расположенных в диэлектрической матрице. На Рис. 16 представлены зависимости продольного удельного сопротивления от магнитного поля для этих структур с разным содержанием металла.

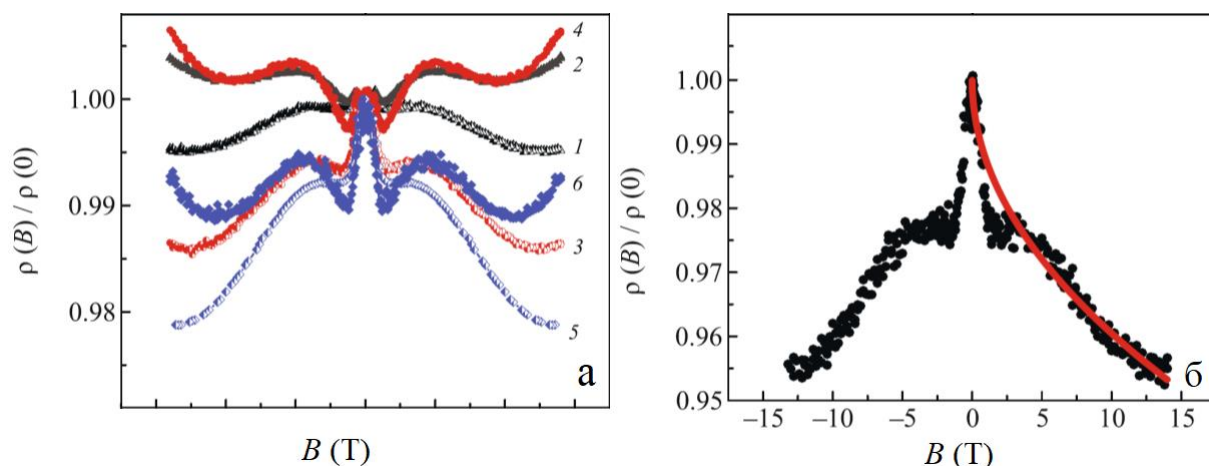


Рис. 16 Сравнительные зависимости $\rho(B)/\rho(0)$ для образцов с различным содержанием металла $x = 48$ (кривые 1 и 2), 44 (кривые 3 и 4) и 42 ат. % (кривые 5 и 6) при $T = 4.0$ (кривые 1, 3, 5) и 3.0 К (кривые 2, 4, 6) (слева). Зависимость $\rho(B)/\rho(0)$ для образца с $x = 40$ ат. % при $T = 4.0$ К (справа).

Результаты показали, что величина и характер МС существенно зависят от концентрации металлической фазы. Аналогичные процессы можно ожидать и в нанокристаллических лентах FINEMET, где отжиг под нагрузкой изменяет размер и распределение нанокристаллов, влияя тем самым на величину МС. Магнетосопротивление является важной характеристикой магнитных материалов, используемых в различных устройствах, таких как датчики магнитного поля, устройства хранения данных и спинтронные приборы.

ГЛАВА 2. Методики эксперимента и изучаемые образцы

2.1. Метод атомно-силовой микроскопии

Морфология поверхности образцов была исследована методом атомно-силовой (АСМ) микроскопии с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа "Solver" (NT-MDT, РФ, г. Зеленоград). Принцип работы атомного силового микроскопа подробно описан в [40]. Изучаемые $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ ленты исследовались в полуконтактной моде при комнатной температуре. При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца. При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности.

2.2. Метод изучения объемных магнитных характеристик

Объемные магнитные характеристики изучаемых образцов были исследованы с помощью вибрационного магнитометра фирмы «Lake Shore VSM 7400» с чувствительностью 10^{-5} Гс \times см³ для измерения магнитного момента объёмных и плёночных образцов. На Рис. 17 приведены изображения вибрационного магнитометра и блок-схемы экспериментальной установки, подробно описанных в работе [41]. Принцип действия прибора основывается на измерении M образца, который колеблется в однородном магнитном поле. В основе данного метода лежит индукционный способ измерения магнитных свойств. Образец (2) совершает гармонические колебания, которые создаются генератором механических колебаний (вибратором) (6), на который подаётся напряжение от низкочастотного генератора (7). Переменный сигнал, амплитуда которого пропорциональна магнитному моменту исследуемого образца, усиливается в селективном усилителе (8), величина амплитуды определяется

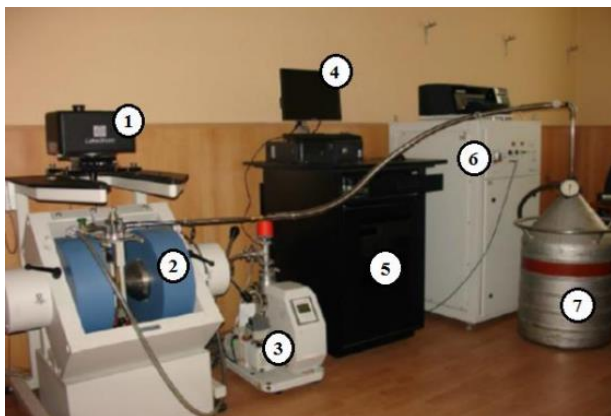
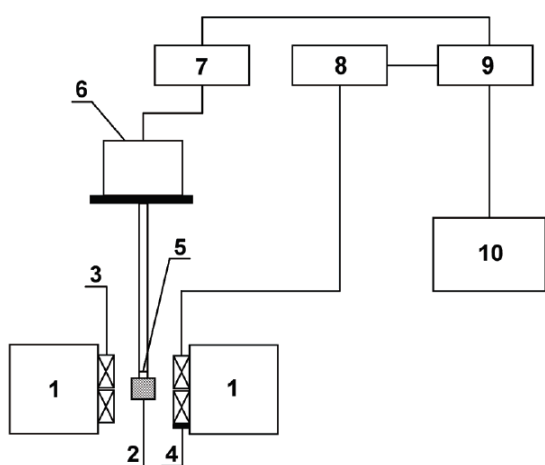


Рис. 17 (а): Вибрационный магнитометр: 1 - электродинамический вибратор с питающей катушкой, жестко соединенной со штоком, на который крепится образец; 2 - полюса электромагнита; 3 - турбомолекулярный насос; 4 - компьютер; 5 - блок управления магнитометром; 6 - источник питания электромагнита; 7 - сосуд дьюара с жидким азотом, используемого в качестве хладагента;



(б): Блок-схема вибрационного магнитометра: 1 - электромагнит; 2 - образец; 3 - приемные катушки; 4 - датчик Холла; 5 - термопара; 6 - вибратор; 7 - генератор низкочастотных колебаний; 8 - усилитель; 9 - синхронный детектор; 10 - персональный компьютер.

б

с помощью синхронного детектора (9), полученный сигнал оцифровывается и через интерфейсную систему подается в персональный компьютер (10). В измерительной цепи находятся датчик измерения магнитного поля (датчик Холла (4)) и датчик измерения температуры (термопара (5)). Измерения объёмных магнитных характеристик изучаемых $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{V}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент были выполнены в температурном диапазоне от 90 К до 420 К. Погрешности при определении магнитного поля и температуры составляли соответственно ± 0.02 Э и ± 0.5 К. Образцы крепились с помощью фумленты к торцу штока. Внешнее магнитное поле, H , прикладывалось в плоскости лент, параллельно длинной стороне, соответствующей оси легкого намагничивания (ОЛН). Измерения проводились в криостате при использовании жидкого азота в качестве хладагента. Шахта, в которой находился образец, была изолирована от окружающей среды вакуумной рубашкой, что позволяло свести до минимума

тепловой обмен с окружающей средой. Дополнительно были проведены измерения перпендикулярно плоскости ленты (длинная сторона ленты параллельна оси штока) при комнатной температуре.

В данной работе, следуя методике, описанной в [21], были сняты температурные зависимости намагниченности в режимах ZFC-FC предварительно размагниченных образцов с целью определения T_C . После этого образцы охлаждались в нулевом магнитном поле до 90 К. Затем прикладывалось магнитное поле $H = 15$ Э, и производилось измерение намагниченности в процессе нагрева до 420 К. Этот режим называется ZFC. Далее, при том же значении внешнего магнитного поля осуществлялось охлаждение образца до температуры $T = 90$ К - режим FC.

Для работы на вибрационном магнитометре использовался кварцевый держатель (шток), имеющий слабый диамагнитный отклик. Результаты эксперимента показали, что максимальный сигнал от ленты на 3 порядка больше, чем сигналы от штока, ФУМ-ленты и криостата. Таким образом, учет этой поправки при анализе данных для исследуемой серии лент не потребовался.

Визуализация доменной структуры (ДС) в процессе перемагничивания $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{V}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент (регистрировались изменения компоненты намагниченности, M , под действием приложенного магнитного поля) была выполнена с помощью магнитооптического Керр-магнитометра (Рис.18 а) при комнатной температуре только со свободной стороны ленты. Измерение осуществлялось с помощью меридионального эффекта Керра (МЭК), пропорционального компоненте намагниченности, параллельной плоскости падения света. Внешнее магнитное поле прикладывалось в плоскости лент в двух направлениях: $\theta = 0^\circ$ (ОЛН) и $\theta = 90^\circ$ (ось трудного намагничивания, ОТН), где θ - угол между осью ленты и направлением распространения H (Рис. 18 б). Используемый Керр-магнитометр создан на основе поляризационного микроскопа Carl Zeiss (Производитель: Evico magnetics GmbH, Германия). Подробное описание методики измерения описано в работе [40].

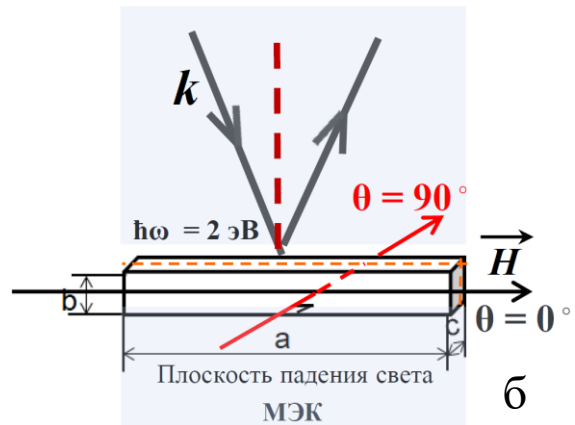
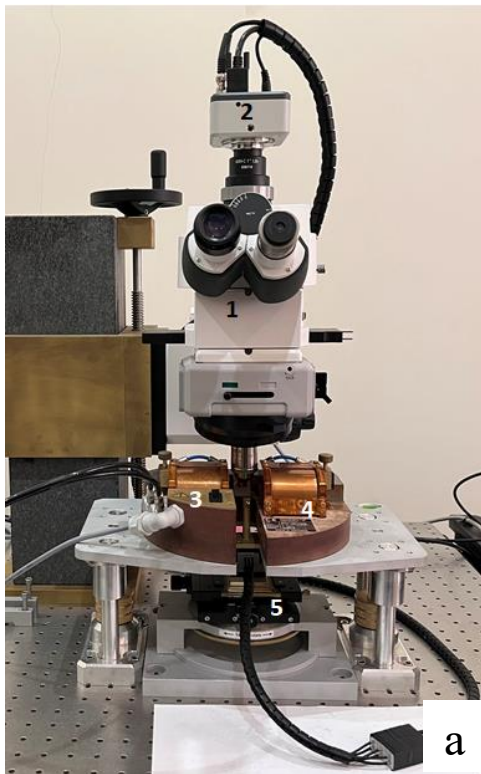


Рис. 18 (а): Магнитооптический Керр-магнитометр: 1 - оптический микроскоп с высоким разрешением; 2- камера; 3 – электромагнит; 4 - держатель магнита; 5 - поворотный столик в XYZ направлениях; (б): Схематическое изображение магнитооптических измерений с помощью МЭК.

2.3. Метод изучения магнитотранспортных характеристик

Измерения магнитотранспортных характеристик проводились на установке на базе электромагнита, между полюсами которого помещался образец на вставке. Максимальное поле в области образца составляло 9 кЭ, полевые зависимости измерялись с шагом в 130 Э. Было выполнено две серии измерений продольного и холловского сопротивлений исследуемых образцов – при различных ориентациях магнитного поля относительно плоскости образца и при различных температурах. В первом случае на вставку дополнительно крепился холловский датчик, с помощью которого определялся текущий угол поворота. Для измерений образец помещался на держатель (Рис. 19). Контакты к образцу выполнялись алюминиевой проволокой посредством ультразвуковой сварки. Использовалась 6-точечная геометрия разварки (два контакта токовых (1, 2), четыре потенциальных (3, 4, 5, 6) как показано ниже на Рис. 19 б. Поворот магнитного поля осуществлялся в плоскости, перпендикулярной направлению измерительного тока, угол θ отсчитывался от стандартного положения образца, соответствующего перпендикулярной ориентации поля относительно плоскости ленты. Для измерения температурных зависимостей

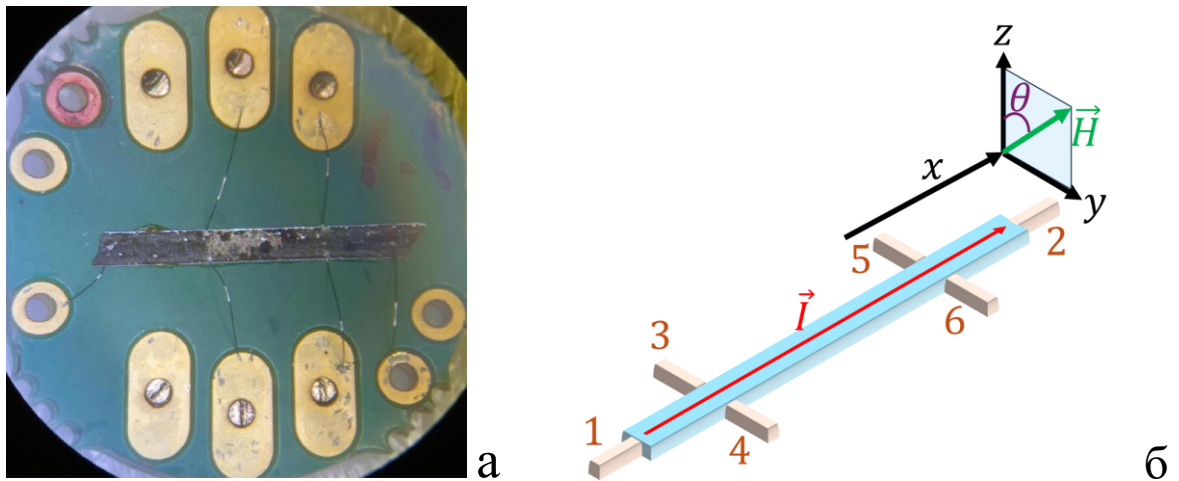


Рис. 19 Фотография образца на держателе с приваренными контактами (а), схема контактов к образцу и ориентации электрического и магнитного полей в ходе измерений (б)

сопротивления в диапазоне 80-300 К вставка с образцом помещалась в кожух, откачиваемый до уровня низкого вакуума (на уровне 10^{-2} мм.рт.ст.), охлаждение происходило от внешней азотной ванны. Для компенсации вклада термо-ЭДС, измерения проводились с коммутацией измерительного тока (с частотой ~ 0.2 Гц). Перед измерениями для всех образцов снимались вольт-амперные характеристики (ВАХ), чтобы гарантировать, что образец демонстрирует нормальный омический отклик в исследуемом диапазоне измерительных токов. Данные полевых измерений дополнительно симметризовались для компенсации эффектов, связанных с не идеальностью контактов.

2.4. Изучаемые образцы

В данной работе изучались легированные нанокристаллические ленты типа FINEMET. Ленты $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ были получены путём быстрой закалки из расплава. Исследовались две серии образцов: ленты отожжённые при температуре 520°C в течение 2 часов без нагрузки (релаксационный отжиг, FM-AN) и ленты, отожжённые при температуре 520°C в течение 2 часов под нагрузкой 150 МПа (FM-SA). Данная температура отжига была выбрана изготовителями лент, как наиболее оптимальная для получения образцов с наиболее выраженными магнитомягкими свойствами. В каждой серии (FM-AN

и FM-SA) были изготовлены по две ленты разной ширины 0.88 мм (FM1 и FM4) и 0.60 мм (FM2 и FM3). Схематическое изображение исследуемых образцов представлено на Рис. 20, где a – длина, b – толщина и c – ширина.

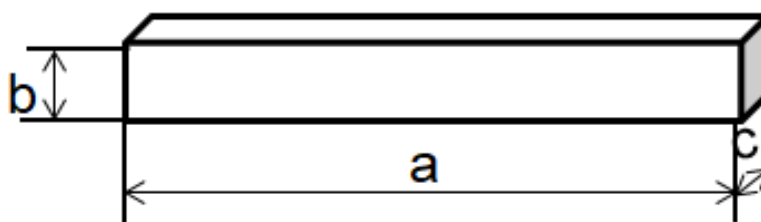


Рис. 20 Схематическое изображение исследуемых образцов.

Исследуемые образцы были отрезаны от исходных лент и имели практически прямоугольную форму. Толщина лент была неизменна и составляла 20 мкм. Длина образцов не превышала 4 мм, что было обусловлено техническими данными установки. Так как ширина лент разная, то важно было учитывать их размагничивающий фактор N . При помещении образца во внешнее поле H_e происходит его намагничивание. Создается так называемое размагничивающее поле NM . Тогда истинная напряжённость поля в образце H рассчитывается по формуле:

$$H = H_e - NM. \quad (11)$$

Для лент рассчитать размагничивающий фактор можно только приблизительно. Профессор Чен и др. авторы в своей статье [42] рассчитывали коэффициент размагничивания прямоугольных призм. Расчёт N проводился, исходя из геометрических параметров призм, а именно, из значения величин c/\sqrt{ab} и a/b . Эту методику можно использовать в случае лент. Геометрические параметры изучаемых лент были оценены по фотографиям на миллиметровой бумаге с использованием компьютерных технологий. Изучаемые образцы были предоставлены проф., д.ф.-м.н. Курляндской Г.В. из Уральского Федерального Университета, Екатеринбург.

ГЛАВА 3. Результаты исследования $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент

3.1. Структурные свойства лент

Микроструктура изучаемых $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент была исследована изготовителями образцов методом рентгеновской дифракции с использованием $\text{CuK}\alpha$ излучения. На Рис. 21 представлены результаты рентгенофазового анализа, полученные для лент AN и SA.

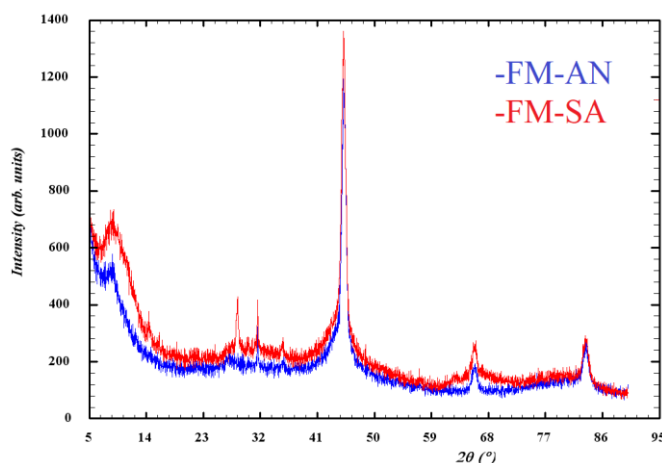


Рис. 21 Рентгеновские спектры, наблюдаемые для изучаемых образцов: синяя кривая – FM-AN, красная – FM-SA.

Данные исследований показали, что образцы имеют нанокристаллическую структуру с размером кристаллитов, рассчитанным по методу Шеррера, около 15 ± 3 нм. Дополнительные пики после отжига возникли из-за небольшого окисления поверхности, которое не сказывается на основных магнитных характеристиках. Фон состоит из значительно более широких пиков, вклад в которые происходит преимущественно от аморфной матрицы (состав матрицы - Fe(Nb)-B). Кроме основных пиков от Fe-Si нанокристаллов заметный вклад в дифрактограмму дают области со сверхструктурным упорядочением, области фазы Fe_3Si .

3.2. Оценка морфологии поверхности $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент

Оценка особенностей шероховатости поверхности проведена по фотографиям, полученным на оптическом микроскопе. Для примера на Рис. 22 показан общий вид поверхности с обеих сторон для лент (как контактной, так и

свободной), отоженных без нагрузки (FM1) и под нагрузкой (FM4).

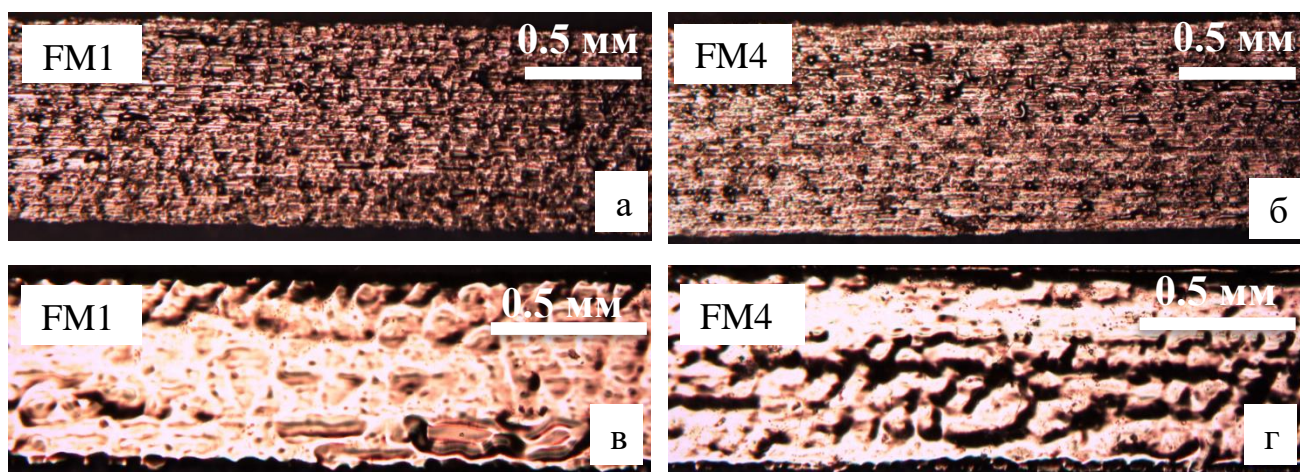


Рис. 22 Общий вид поверхности лент FM1 и FM4 с контактной стороны (а и б) и со свободной стороны (в и г), полученные с помощью оптического микроскопа.

Видно, что изучаемые ленты имеют поверхности с различными особенностями шероховатости и хорошо выраженную ширину с малыми отклонениями от среднего значения. Контактная сторона имеет матовую поверхность. На ней присутствуют дефекты микронных размеров, ориентированные в направлении движения ленты. Свободная сторона имеет блестящую, более гладкую поверхность. Ширина образцов, оцененная по данным фотографиям, составляла 0.88 ± 0.02 мм. Измерение длины, ширины и толщины лент было также проведено с помощью электронного штангенциркуля. Измеренное значение ширины ленты хорошо согласуется в пределах погрешности с данными, полученными с помощью оптического микроскопа. На основе этих данных были определены значения объемов, V , в см^3 . Все измеренные и рассчитанные данные приведены в Таблице 2.

Таблица 2 Основные параметры изучаемых образцов

	Обозначение	a , мм	b , мм	c , мм	V , см^3
FM-AN	FM1	3.37	0.02	0.88	5.93E-05
	FM2	4.20	0.02	0.60	5.04E-05
FM-SA	FM3	3.40	0.02	0.60	4.08E-05
	FM4	3.53	0.02	0.88	6.21E-05

Морфология поверхности $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент была изучена с помощью атомного силового микроскопа, описанного в главе 2.1. Наиболее характерные изображения и профили поверхности исследуемых образцов, отожжённых без нагрузки и под нагрузкой, представлены на Рис. 23.

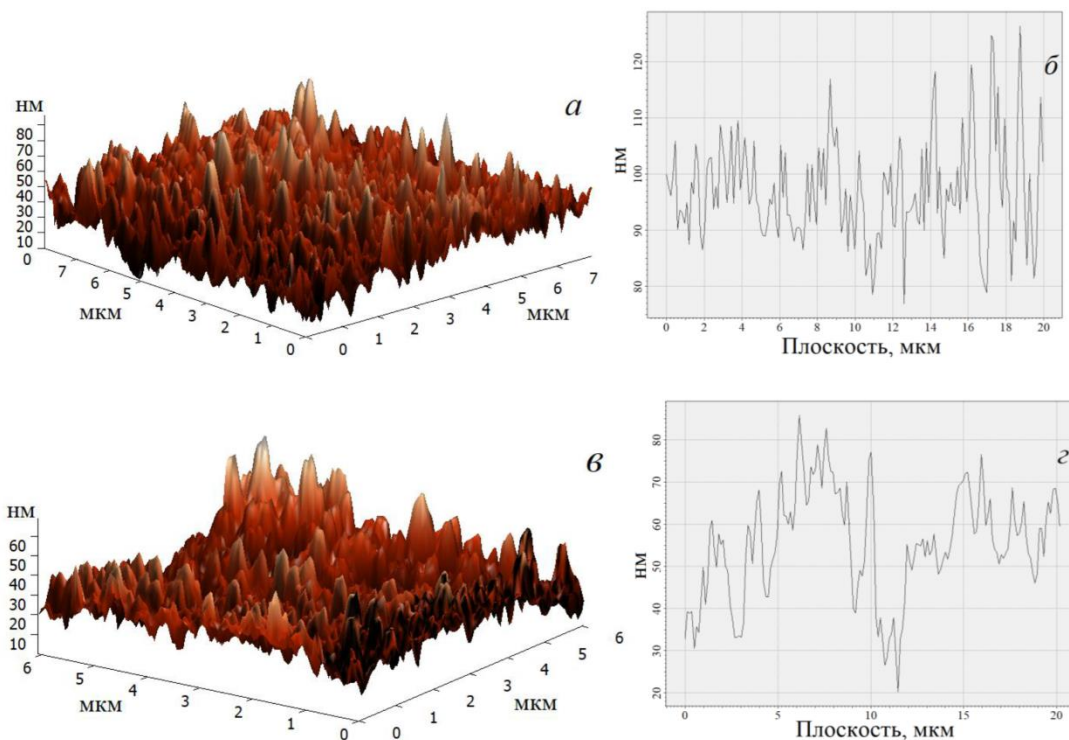


Рис. 23 АСМ изображение поверхности (а, в) и профиль поверхности (б, г) со свободной стороны, полученные для ленты FM1 (а, б), отожжённой без нагрузки, и FM4 (в, г), отожжённой под нагрузкой.

Анализ полученных данных показал, что для образцов, отожжённых без нагрузки (FM-AN, Рис.23 а, б), средняя шероховатость поверхности образцов, R_a , составляет порядка 20.0 ± 0.1 нм, а отклонение профиля поверхности от среднего значения, ΔZ , порядка 100 нм. Для образцов, отожжённых под нагрузкой (FM-SA, Рис. 23 в, г), $R_a \approx 10$ нм, а $\Delta Z \approx 20.0 \pm 0.1$ нм. То есть R_a и ΔZ для образцов FM-SA, меньше, чем для FM-AN. Более того значения ΔZ могут отличаться на порядок. Таким образом, процедура отжига под нагрузкой приводит к уменьшению шероховатости поверхности. Данный результат никогда не обсуждался в литературе по тематике магнетодинамических свойств образцов в виде лент. Изменение динамической магнитной проницаемости ранее всегда интерпретировалось с точки зрения возникновения поперечной

магнитной анизотропии с малой дисперсией осей легкого намагничивания [43]. При этом, уменьшение шероховатости может существенно снизить вклад поверхностной анизотропии и повысить степень однородности свойств ферромагнитного образца и обеспечить дополнительное увеличение магнитной проницаемости.

3.3. Магнитные свойства $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент

Измерение объемных магнитных характеристик были проведены на вибрационном магнитометре, подробно описанном в главе 2.2 в температурном диапазоне от 100 до 400 К с шагом 50 К. Как было отмечено выше для образцов длиной порядка 4 мм и разной ширины отличие в N может быть важным, т.к. при прямоугольной форме образцов и при разном N именно на углах могут появляться особенности в доменной структуре и проявляться в частности в отличии значений H_C . Полученные экспериментальные данные позволили оценить значения размагничивающего фактора: N принимает значения от 0.01 до 0.028. Зависимости $M(H)$ для всех образцов были построены с учетом N и приведены ниже на Рис. 24. Типичные видоизменения ДС, измеренные при $H = 10$ Э при $T = 300$ К, представлены на вставках Рис. 24.

Видно, что петли гистерезиса $M(H)$ имеют схожую форму. Образцы характеризуются малыми значениями H_C , что говорит о высокой степени магнитомягких свойств изучаемых лент (Рис. 24 а, вставка). Для образцов FM4 и FM3 заметно влияние нагрузки во время отжига: петли гистерезиса становятся более наклонными, что говорит о затруднении процессов перемагничивания вдоль ленты, что является результатом наведения поперечной магнитной анизотропии. Основной причиной появления анизотропии после отжига под нагрузкой является остаточная деформация решетки нанокристаллов [44], а также не исключается вклад парного упорядочения атомов. Для всех образцов наблюдается уменьшение значений M_S с повышением температуры, что обусловлено ослаблением обменного взаимодействия из-за тепловой дезориентации спиновых магнитных моментов. Перемагничивание образцов вдоль ОЛН происходит преимущественно за счет

Полученные изображения видеоизменения ДС лент свидетельствуют о том, что образцы имеют различную ДС.

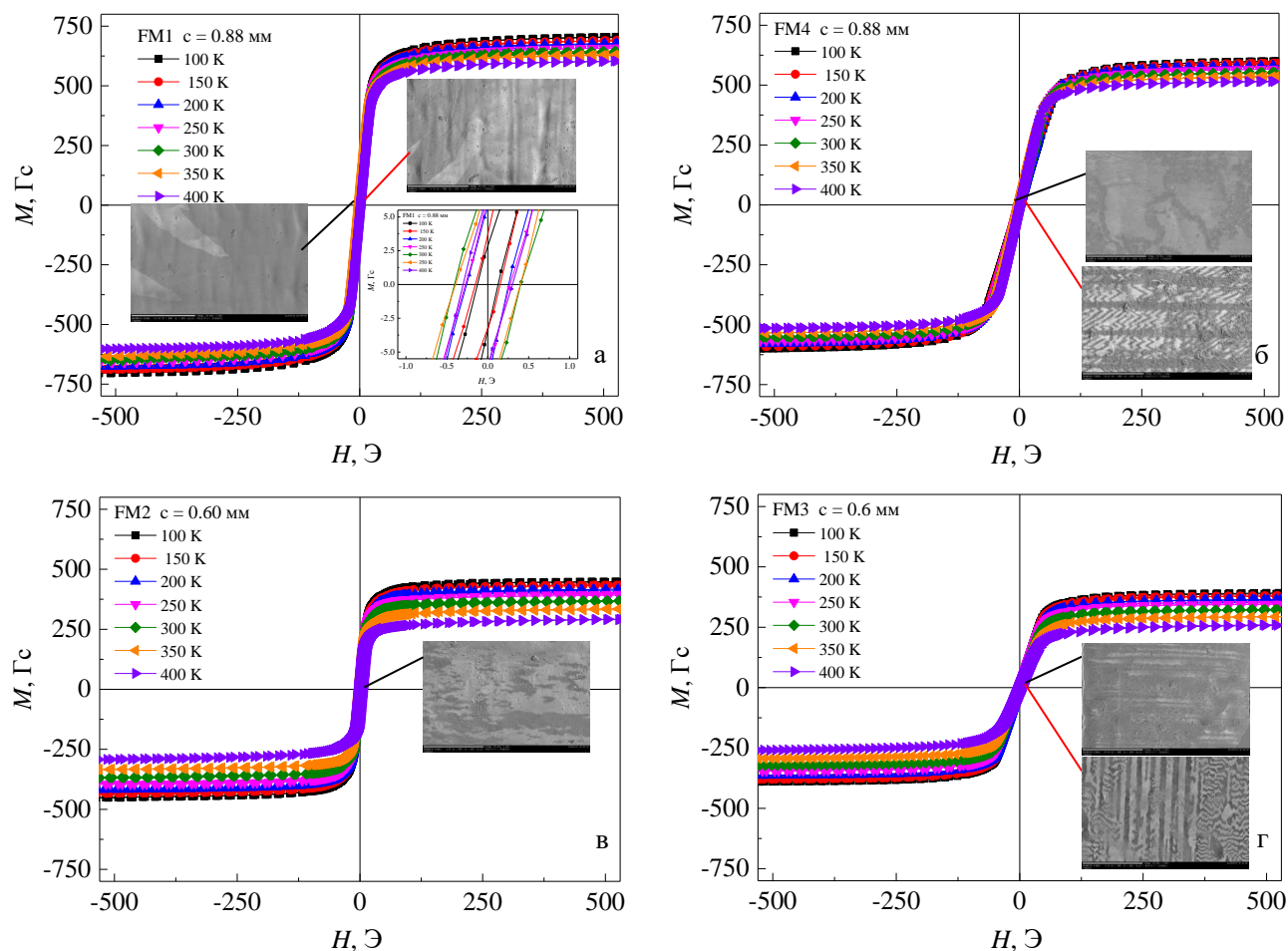


Рис. 24 Петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном в плоскости ленты в температурном диапазоне от 100 до 400 К (а-г); визуализация ДС на вставках (черная линия указывает на ДС, измеренную вдоль ОЛН, красная – вдоль ОТН).

смещения доменных границ, а вдоль ОТН - преимущественно путем вращения вектора намагниченности M . Кроме того видно, что для образцов, отождённых без нагрузки (Рис. 24 а, в), общий вид магнитной ДС хорошо согласуется с представлениями о магнитных доменах магнитомягкого материала [45]: наблюдаются широкие домены с намагниченностью, ориентированной в плоскости и в противоположных направлениях в соседних доменах. Оценивая роль геометрии, можно заключить, что для образцов FM1 и FM2, отождённых без нагрузки (Рис. 24 а, в), наблюдаются широкие домены со 180° доменными стенками, что является типичным для мягких ферромагнитных материалов с

одноосной магнитной анизотропией [43]. Для образцов, отожжённых под нагрузкой (Рис. 24 б, г), возникает интересная ситуация, когда анизотропия формы (ось легкого намагничивания – направление вдоль длинной стороны ленты) и индуцированная магнитная анизотропия (ось легкого намагничивания – направление вдоль короткой стороны ленты) находятся в состоянии конкуренции. Для образцов, отожжённых под нагрузкой, наблюдается типичная хорошо выраженная зигзагообразная доменная структура [3, 46]. Кроме того, для образца FM3, отожжённого под нагрузкой (Рис. 24 г), наблюдается одновременно полосовая и зигзагообразная доменная структура.

Была проведена оценка магнитных характеристик при измерении в магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости ленты Рис. 25.

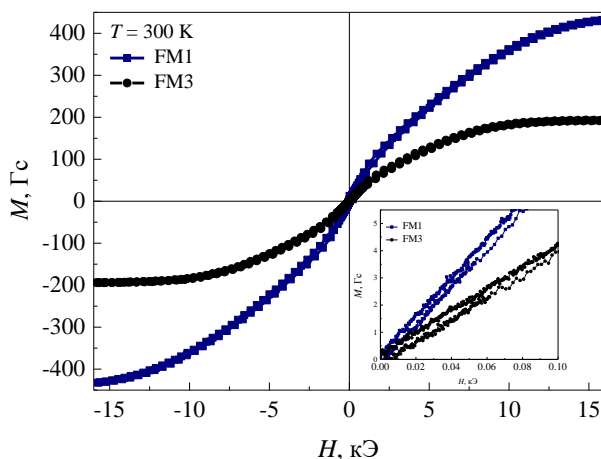


Рис. 25 Петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном перпендикулярно плоскости ленты.

Видно, что магнитополевое поведение образцов меняется: в лентах не достигается состояние магнитного насыщения даже в максимально возможном внешнем магнитном поле ± 16 кЭ. Известно, что отжиг под нагрузкой приводит к формированию поперечной магнитной анизотропии типа «трудная плоскость» [15], что, по-видимому, препятствует насыщению лент.

Для наглядности на Рис. 26 представлены зависимости $M(H)$ для разных образцов при одинаковых температурах. По данным рисунка Рис. 26 а и Рис. 26 ж видно, что при температуре 100 и 400 К наиболее ярко наблюдается влияние ширины ленты на намагниченность: чем уже лента ($c = 0.6$ мм, зеленая и черная кривые), тем ярче проявляется изменение намагниченности при отжиге под нагрузкой (черная и красная кривые).

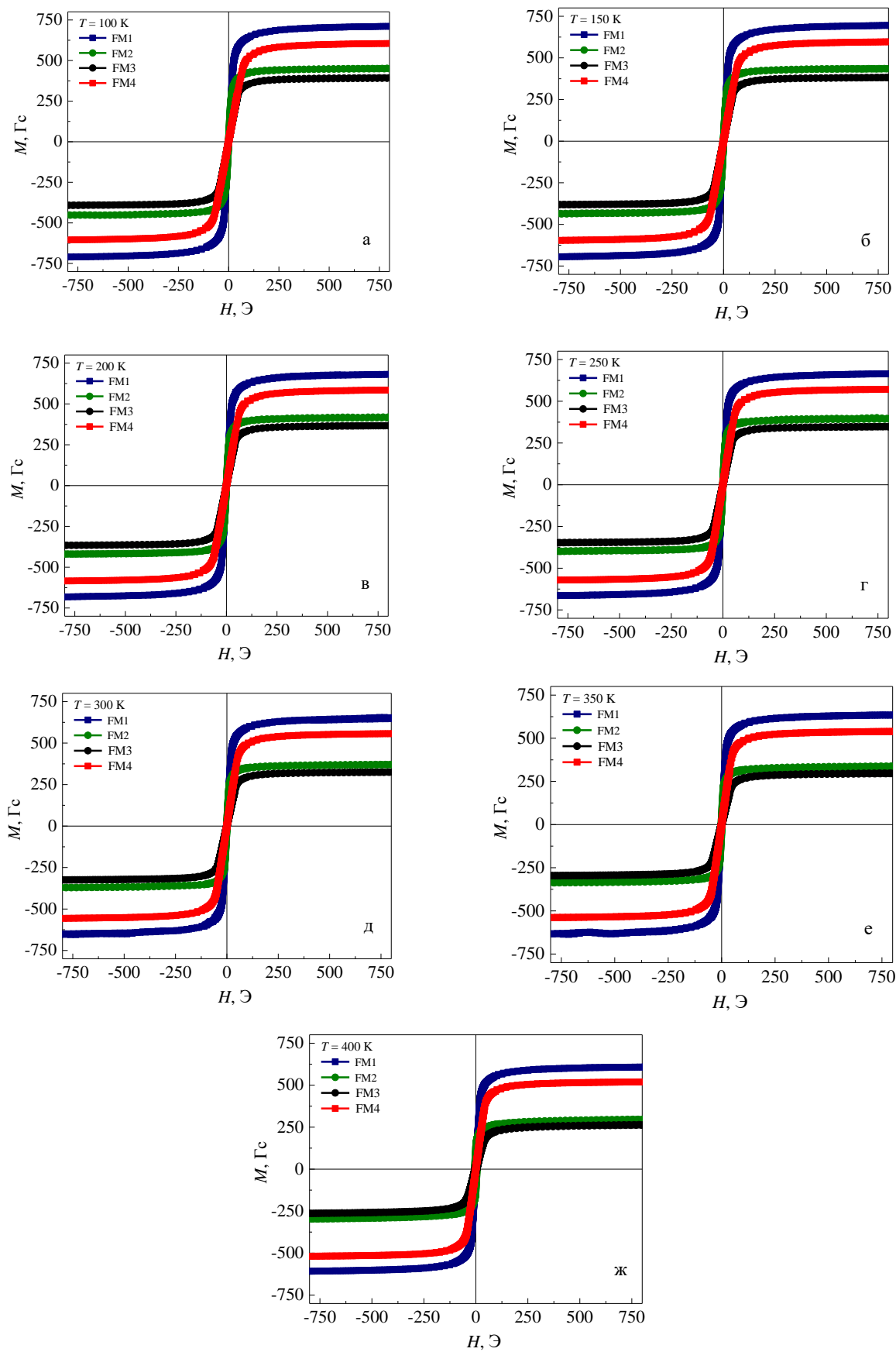


Рис. 26 Петли гистерезиса для всех образцов при различных T .

Полученные петли гистерезиса позволили определить значения коэрцитивной силы, H_C , поля насыщения, H_S , намагниченности насыщения, M_S , а также значения констант анизотропии, K . Погрешность определения данных величин составила не более 10%. Кроме того, полученные экспериментальные данные позволили получить для всех образцов температурные зависимости H_C , представленные ниже (Рис. 27).

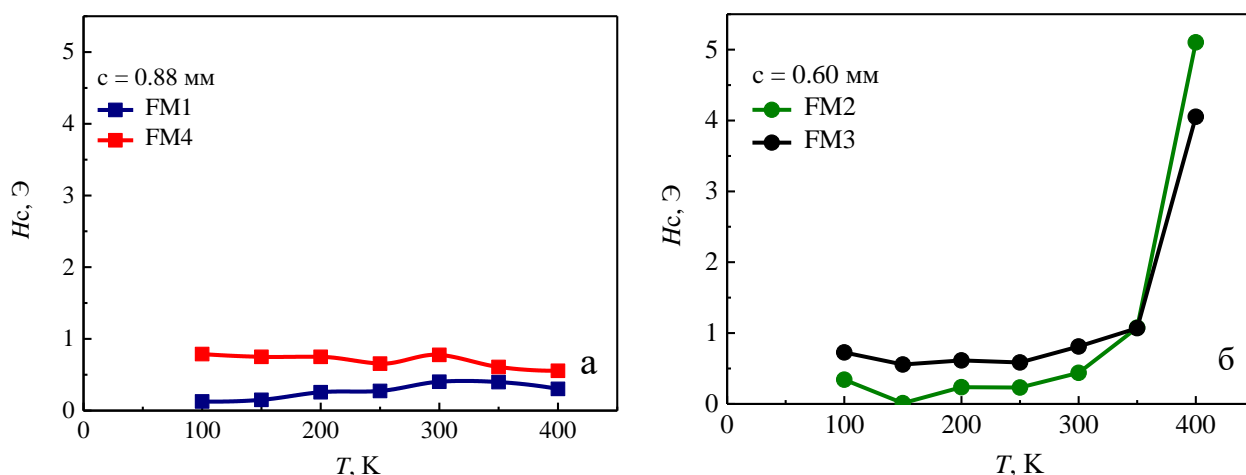


Рис. 27 Температурные зависимости коэрцитивной силы H_C для всех образцов.

Видно влияние отжига под нагрузкой и менее заметное влияние ширины ленты на значения H_C . Для образцов, FM4 и FM3, ожжённых под нагрузкой (Рис. 27, красная и черная кривые) наблюдается рост значений H_C , по сравнению с образцами, отожженными без нагрузки (FM1 и FM2). Возможно, что данное поведение также является следствием формирования поперечной магнитной анизотропии типа «трудная плоскость». При сравнении образцов одинаковой ширины 0.88 мм (Рис. 27 а), видно, что температурные зависимости в пределах погрешности имеют схожий характер (красная и синяя кривые): Для ленты FM1 наблюдается небольшой рост значений H_C до температуры в районе 300 К, после этого наблюдается спад значений H_C . Заметны незначительные колебания зависимости $H_C(T)$ для ленты FM4, форма кривой более ровная, также наблюдается небольшой спад H_C . При комнатной температуре для ленты FM1 значение $H_C = 0.33 \pm 0.02$ Э, что согласуется с данными из работы [47]: $H_C = 0.30 \pm 0.02$ Э для ленты шириной 1.0 мм, отожженной без нагрузки.

Для образцов шириной 0.60 мм (Рис. 27 б) значения H_C несколько ниже, чем у образцов шириной 0.88 мм при сопоставимых температурах. Эта разница сохраняется до критической температуры, составляющей приблизительно 340 К. Предполагается, что эта температура соответствует разрушению обменно-связанного состояния T_{ex} , поскольку после её достижения фиксируется резкий рост значений H_C . Это указывает на уменьшение ферромагнитной связи отдельных зёрен α -Fe-Si из-за ферромагнитного фазового перехода межфазного компонента [23]. Резкий рост значений H_C также может быть обусловлен застреванием доменной стенки на дефектах, сопоставимых с ее размером, а также на боковых сторонах ленты. В ходе эксперимента было обнаружено, что для лент шириной 0.88 мм T_{ex} лежит выше измеряемого температурного диапазона. Определение температуры разрушения обменно-связанного состояния для лент шириной 0.88 мм требует модернизации экспериментальной установки и оказалось недостижимым на данном этапе выполнения экспериментальной работы.

Кроме того, была проведена оценка влияния отжига под нагрузкой и ширины ленты на значения H_S . Данные представлены на Рис. 28 и Рис. 29, соответственно. Рассмотрим сначала влияние отжига под нагрузкой на значения H_S (Рис. 28). Видно, что зависимости имеют схожий характер, а также видно, что отжиг под нагрузкой (красная и черная кривые) приводит к

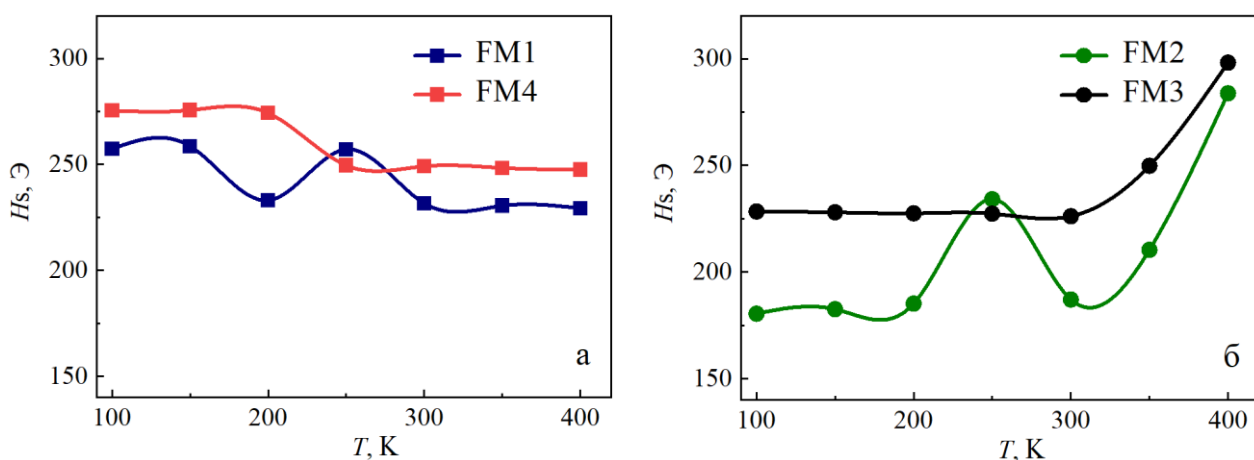


Рис. 28 Температурные зависимости поля насыщения H_S для всех образцов, $c=0.88$ мм (а), $c=0.60$ мм (б).

к увеличению значений H_S , аналогичному для значений H_C . Для лент шириной $c=0.88$ мм (Рис. 28 а) наблюдается общая тенденция уменьшения значений H_S с увеличением температуры. Для ленты FM4, отожженной под нагрузкой, наблюдается резкое снижение значений H_S при T примерно 250К, что возможно связано с изменением микромагнитной структуры образца и уменьшением константы магнитной кристаллографической анизотропии при нагревании, речь о которой пойдет далее.

Для образцов шириной $c=0.60$ мм наблюдается резкий рост значений H_S при температуре около 340 К (Рис. 28 б), которая является температурой разрушения обменно-связанного состояния. Для FM2 виден пик при температуре около 250 К, что возможно связано с магнитными неоднородностями образца.

Таким образом, нагрузка во время отжига не только приводит к увеличению значений H_S , но и придает температурной зависимости более линейный характер. Возможно, это связано с тем, что нагрузка приводит к формированию более однородной микроструктуры, что снижает влияние температуры на магнитные свойства.

Далее рассмотрим влияние ширины ленты на значения поля насыщения, H_S (Рис. 29). Данные свидетельствуют о том, что ширина ленты влияет на значения H_S : для образцов FM2 и FM3 с $c=0.6$ мм значения H_S меньше, чем для

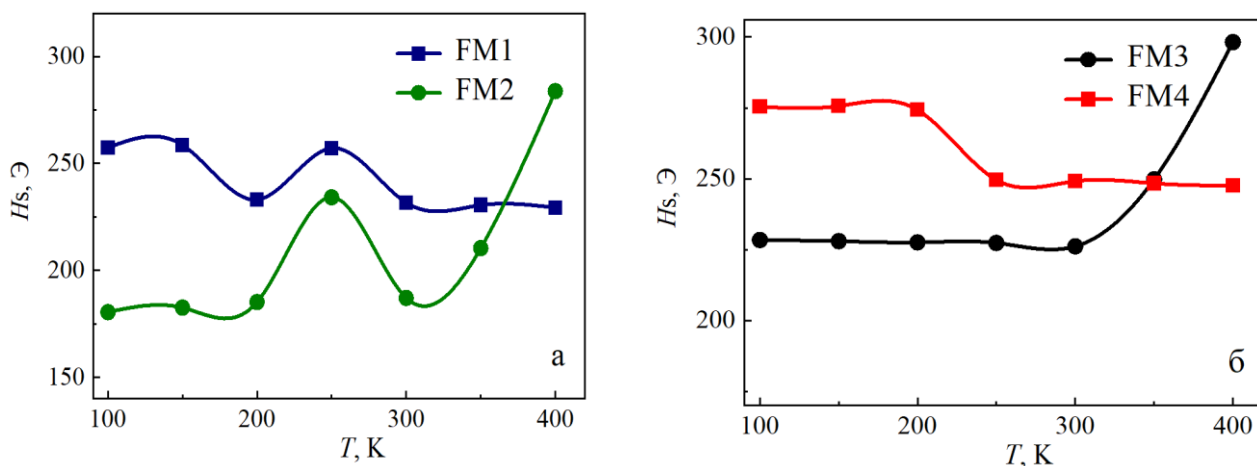


Рис. 29 Температурные зависимости поля насыщения H_S для всех образцов, FM-AN (а), FM-SA (б).

образцов FM1 и FM4 с $c=0.88$ мм в диапазоне температур до 360 К. Возможно, это связано с тем, что образцы с большей шириной имеют более широкие домены [40], что требует приложения более сильного внешнего поля для достижения насыщения.

На Рис. 30 представлены зависимости намагниченности насыщения от температуры для всех изучаемых образцов.

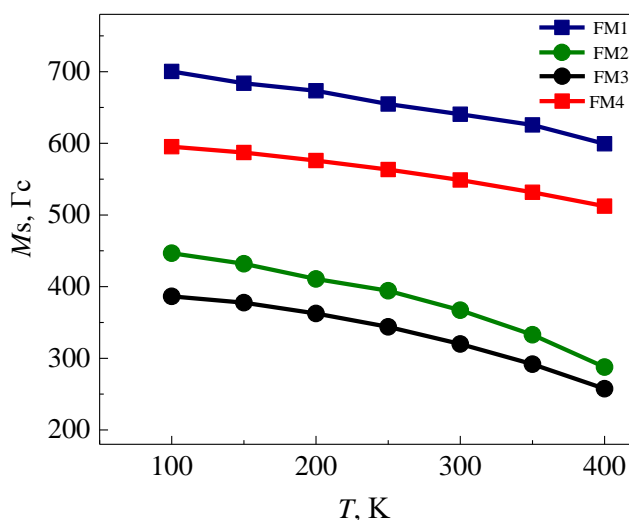


Рис. 30 Зависимость намагниченности насыщения от температуры для всех образцов.

По данным Рис. 30 видно, что наблюдается общая тенденция к снижению M_S с ростом T . Для образцов, отожженных под нагрузкой (зеленая и черная кривые), наблюдается снижение значений M_S по сравнению с образцами, отожженными без нагрузки (синяя и красная кривые). Данный факт обусловлен ослаблением обменного взаимодействия из-за тепловой дезориентации спиновых магнитных моментов как было сказано ранее. Меньшие значения M_S для образцов с шириной $c=0.60$ мм (зеленая и черная кривые) по сравнению со значениями M_S для образцов с шириной $c=0.88$ мм возможно обусловлена влиянием полей рассеяния на краях лент.

Была проведена оценка влияния отжига под нагрузкой и ширины лент на M_S лент от T в процентном отношении (%). Видно, что для образцов, отожженных под нагрузкой, наблюдается уменьшение значений M_S . Для образцов с $c=0.88$ мм примерно на 15% (а, черная кривая). Для

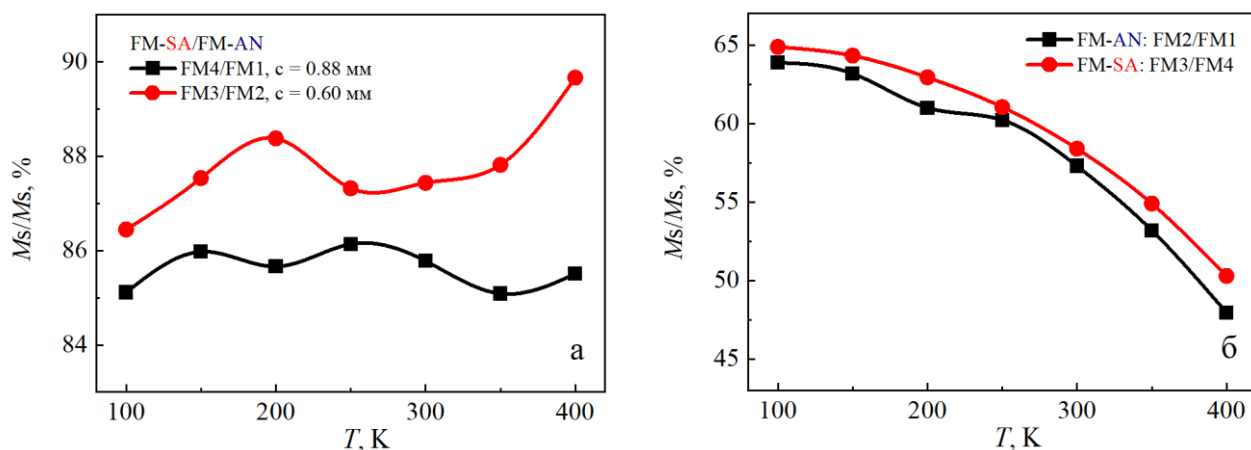


Рис. 31 Зависимости отношений намагниченности насыщения лент от T : для образцов одинаковой ширины (а), для образцов, отожженных без нагрузки и под нагрузкой (б).

образцов с $c = 0.60$ мм примерно на 10-15% (а, красная кривая). В то же время, наблюдается влияние ширины ленты на значения M_s . Процентное отношение M_s более узких образцов к более широким растет с увеличением температуры практически одинаково, примерно на 15% (б). Однако для образцов, отожженных без нагрузки, изменение наблюдается в большей степени (б, черная кривая).

Полученные экспериментальные данные позволили провести анализ температурной зависимости константы анизотропии для всех образцов. Расчет констант подробно описан в главе 1.4.1. На Рис. 32 изображены температурные зависимости константы $-\Delta$, характеризующей отклонение петли гистерезиса от вертикальной оси.

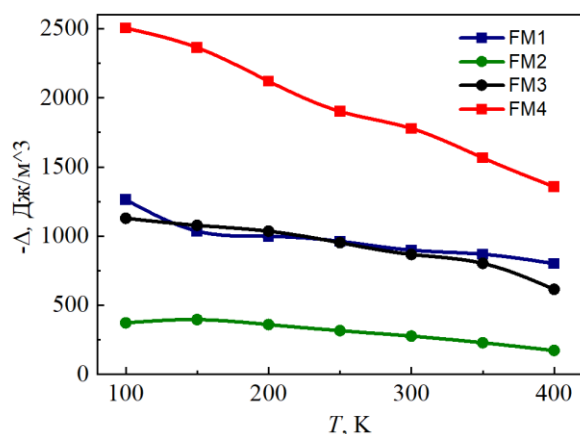


Рис. 32 Зависимости константы $-\Delta$, характеризующей отклонение петли гистерезиса от вертикальной оси от температуры.

Видно, что для всех образцов наблюдается снижение $-\Delta$ с ростом T . Это ожидаемый результат, поскольку тепловые флуктуации препятствуют установлению упорядоченного магнитного состояния, что приводит к уменьшению наведенной магнитной анизотропии. Образцы FM3 и FM4, отожженные под нагрузкой, демонстрируют более высокие значения $-\Delta$ по сравнению с FM1 и FM2, отожженными без нагрузки, во всем исследуемом диапазоне температур. Это четко указывает на то, что отжиг под нагрузкой приводит к существенному увеличению магнитной анизотропии в материале. Механизм увеличения связан с индуцированием поперечной анизотропии, вызванной остаточной деформацией решетки нанокристаллов [44] и парным упорядочением атомов. Уменьшение константы магнитной кристаллографической анизотропии при нагревании способствует более легкому смещению доменных границ и повороту векторов намагниченности доменов, что отражается на уменьшении значений H_S .

На Рис. 33 показаны зависимости констант наведенной магнитной анизотропии от температуры.

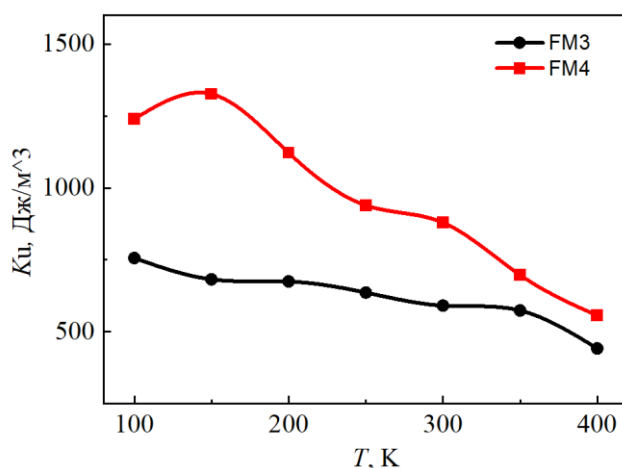


Рис. 33 Зависимость константы наведенной магнитной анизотропии от температуры для образцов FM3 ($c = 0.60$ мм.) и FM4 ($c = 0.88$ мм).

Видно, что для образца с $c = 0.88$ мм значения K_u больше, чем для образца с $c = 0.60$ мм. Возможно, это связано с тем, что более широкие образцы имеют более однородное распределение напряжений во время отжига под нагрузкой, что способствует формированию более упорядоченной магнитной структуры. Похожий диапазон значений K_u наблюдался в работе [15] и представлен выше в Таблице 1. С повышением температуры константы K_u стремятся к близким по значению величине.

Для ленты FM3 наблюдается резкий спад значений при температуре больше $T_{ex} = 340$ К, при одновременном резком росте H_C (Рис. 27 б). В то же время в работе [22] для лент $Fe_{73.5}Si_{16.5}B_6Nb_3Cu_1$ состава наблюдался резкий рост значений H_C , отражающий увеличение значений константы эффективной магнитной анизотропии [23], при температуре около $T_{ex} = 530$ К.

С целью определения температуры Кюри аморфной матрицы были проведены измерения температурных зависимостей магнитного момента лент при использовании режимов ZFC и FC при $H = 15$ Э. Исследуемые образцы были предварительно размагничены в нулевом поле. На Рис. 34 представлены ZFC-FC кривые $M(T)$, соответственно, для образцов FM2 (а) и FM3 (б) шириной 0.60 мм.

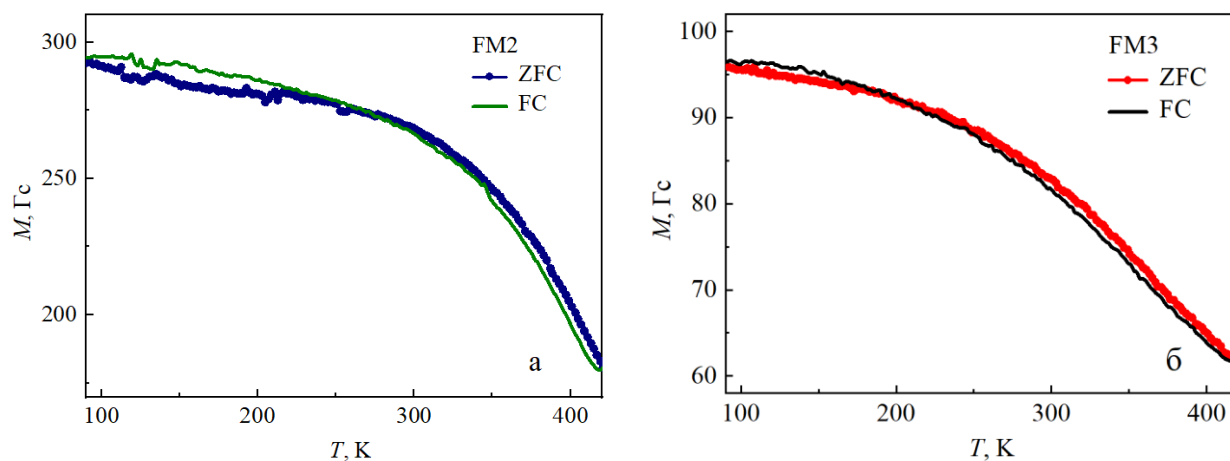


Рис. 34 Температурные зависимости магнитного момента, измеренные в магнитном поле 15 Э в режимах ZFC и FC.

Видно, что наблюдается схожий характер кривых ZFC и FC, что указывает на относительно однородное магнитное состояние. Это связано с тем, что температура блокировки находится ниже диапазона температур, в котором проводились исследования. Действительно, по формуле, описанной в 1.4.2.3:

$$T_{cr} = \frac{KV_p}{25k_B}, \quad (12)$$

температура блокировки, T_B , составляет: $T_B = \frac{1000 \cdot (15 \cdot 10^{-9})^3}{25 \cdot 1.38 \cdot 10^{23}} \approx 10$ К.

Также виден «размытый» температурный гистерезис в интервале температур примерно от 100 К до 190 К, который связан со слабовыраженным переходом [37].

Данные зависимостей $M(T)$, полученные из кривых, измеренных в режиме ZFC, позволили построить зависимости производной намагниченности, dM/dT , от температуры для образцов с $c = 0.6$ мм (Рис. 35).

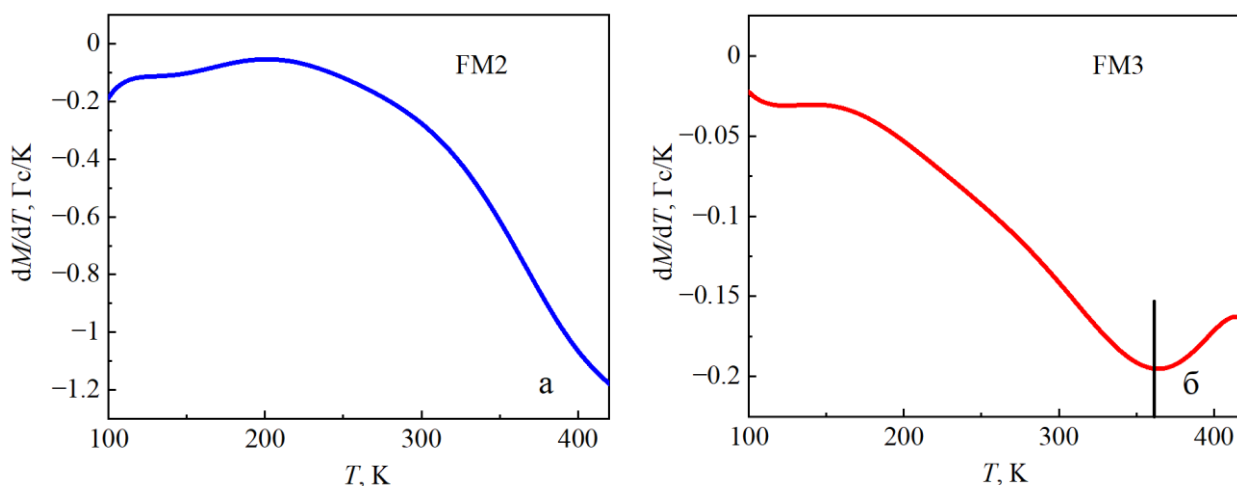


Рис. 35 Зависимости dM/dT для образцов FM2 и FM3 с $c=0.6$ мм, полученные из кривых, измеренных в режиме ZFC.

Полученные зависимости позволили определить температуру Кюри аморфной матрицы, T_C , равную 360 К для образца FM3, отожжённого под нагрузкой (Рис. 35 б). Для образца FM2 (Рис. 35 а) определить T_C не удалось. Предположительно, это связано с тем, что T_C лежит выше измеряемого диапазона температур, возможного в ходе проведения эксперимента.

Сравнительный анализ температурных характеристик образца FM3 выявил близкие значения температуры Кюри аморфной матрицы $T_C = 360$ К и температуры разрушения обменно-связанного состояния $T_{ex} = 340$ К. Возможно, это связано с большой объемной долей нанокристаллической фазы, что приводит к уменьшению расстояния между нанокристаллитами. Поэтому разрушение обменно-связанного состояния происходит при температуре, сопоставимой с точкой перехода аморфной матрицы в парамагнитное состояние [22].

3.4. Магнитотранспортные свойства $Fe_{68.5}Cr_5Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ лент

Измерения магнитотранспортных свойств как функции температуры и ориентации магнитного поля были проведены на установке, подробно описанной в главе 2.3. На Рис. 25 представлены полученные температурные зависимости сопротивления для образцов FM1 и FM4, измеренные при отогреве.

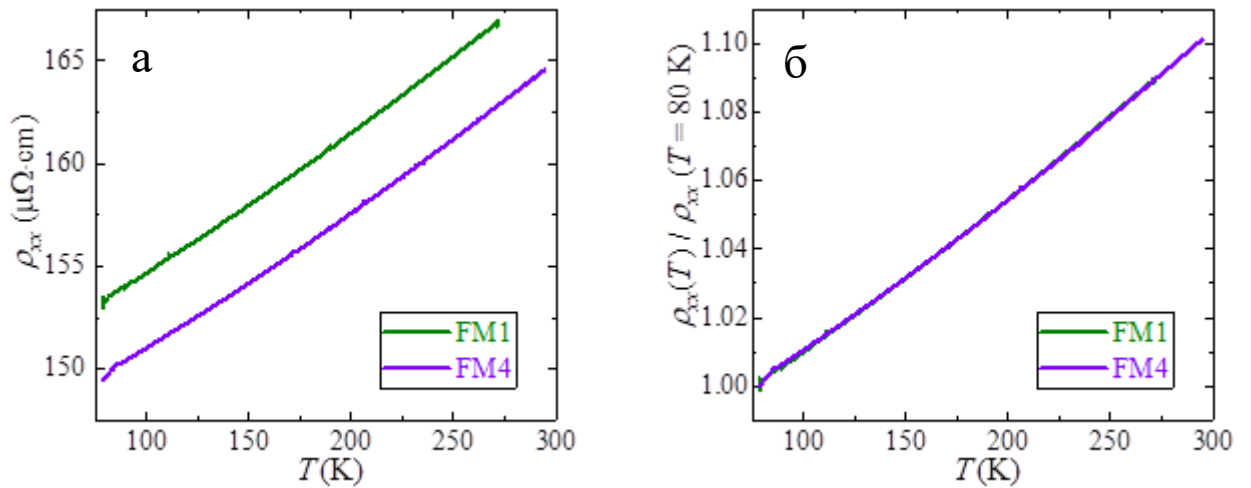


Рис. 36 Температурные зависимости удельного сопротивления для лент шириной $c = 0.88$ мм (а), относительное изменение сопротивления исследованных лент с температурой (б).

Как видно из рисунка, образцы демонстрируют металлический характер температурных зависимостей, а близкий к линейному рост сопротивления при отогреве обычно указывает на существенный вклад рассеяния носителей заряда на фононах (тепловых колебаниях решетки). При нормировке этих данных на значение при 80 К (Рис. 36 б) полученные кривые практически совпадают, что обычно указывает на то, что механизмы, определяющие эти зависимости схожи. Кроме того, видно, что относительно сопротивления при 80 К, амплитуда изменения до комнатной температуры составляет примерно 10 %. Значения удельного сопротивления при комнатной температуре для всей серии образцов представлены в Таблице 3.

Таблица 3 Транспортные параметры исследуемых образцов при комнатной температуре (холловские концентрации и подвижности определялись из данных, полученных вблизи планарного поля – см. текст)

Образец	ρ_{xx} мкОм·см	θ	$R_0(\theta)$, $\times 10^{-9}$ м ³ /Кл	ρ_H^* , $\times 10^{20}$ см ⁻³	μ_H^* , см ² /(В·с)
FM1	169	77	3.78	3.72	100
FM2	196	85	0.98	5.57	57
FM3	212	81	1.82	5.35	55
FM4	165	80	2.08	5.22	73

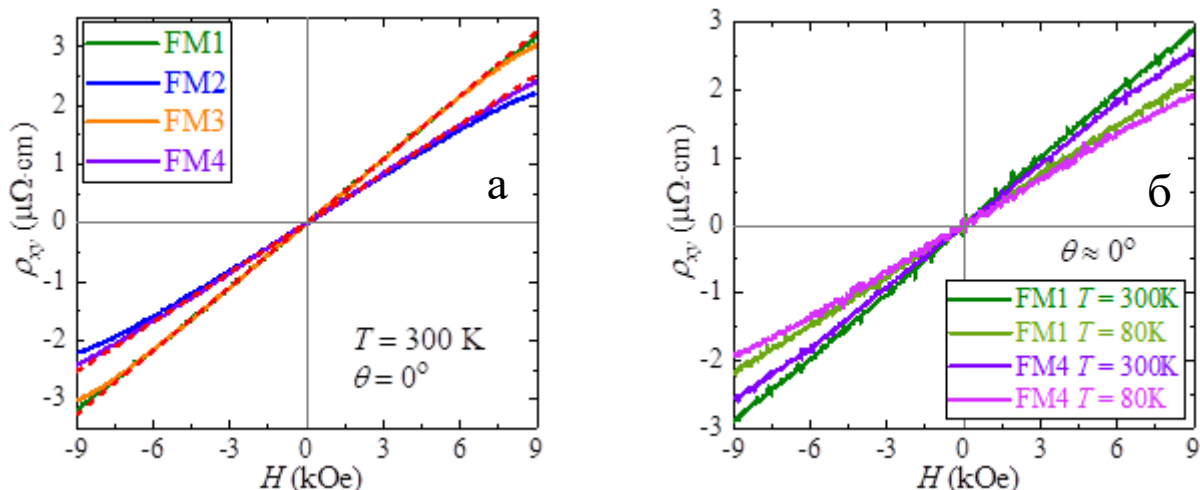


Рис. 37 Полевые зависимости холловского сопротивления исследуемых лент, измеренные в перпендикулярном поле при комнатной температуре (а). Красным пунктиром показаны линейные аппроксимации кривых. Данные для лент шириной 0.88 мм, измеренные при различных температурах (б).

На Рис 37 представлены результаты исследования эффекта Холла. Так, из данных, полученных в перпендикулярном поле (Рис. 37 а) при комнатной температуре видно, что для всех образцов наблюдается зависимость, близкая к линейной. Это указывает на преобладающий вклад нормального эффекта Холла (НЭХ). При этом слабая нелинейность кривых в больших полях (проиллюстрированная линейной аппроксимацией данных, показанной красным пунктиром) оказывается более выраженной для узких лент. Наличие таких участков предполагает наличие вклада аномального эффекта Холла (АЭХ), однако, такая малая его амплитуда нетипична для ФМ сплавов [29]. Из Рис. 37 б также видно, что при охлаждении амплитуда холловских кривых уменьшается, что можно принять за указание на рост концентрации носителей (определяемой из коэффициента НЭХ). Тем не менее, учитывая обсуждённые выше данные об анизотропии магнитного отклика, можно видеть, что исследуемый диапазон магнитных полей оказывается недостаточен для насыщения намагниченности лент. Ввиду данного обстоятельства проводились исследования угловых зависимостей их магнитотранспортного отклика.

Важно отметить, что обе компоненты холловского сопротивления (НЭХ и АЭХ) определяются проекциями магнитного поля и намагниченности на нормаль к плоскости образца (см. формулу (9)). Таким образом, при отклонении магнитного поля от этой нормали на угол θ , измеряемый холловский сигнал будет уменьшаться пропорционально $\cos\theta$. Такая угловая зависимость холловского сигнала характерна для трехмерных систем в области насыщения намагниченности. Однако, если в фиксированном поле при повороте меняется не только проекция, но и величина намагниченности, характер угловой зависимости может оказывать более сложным. В частности, на Рис. 38 представлена угловая зависимость холловского сигнала для образца FM2.

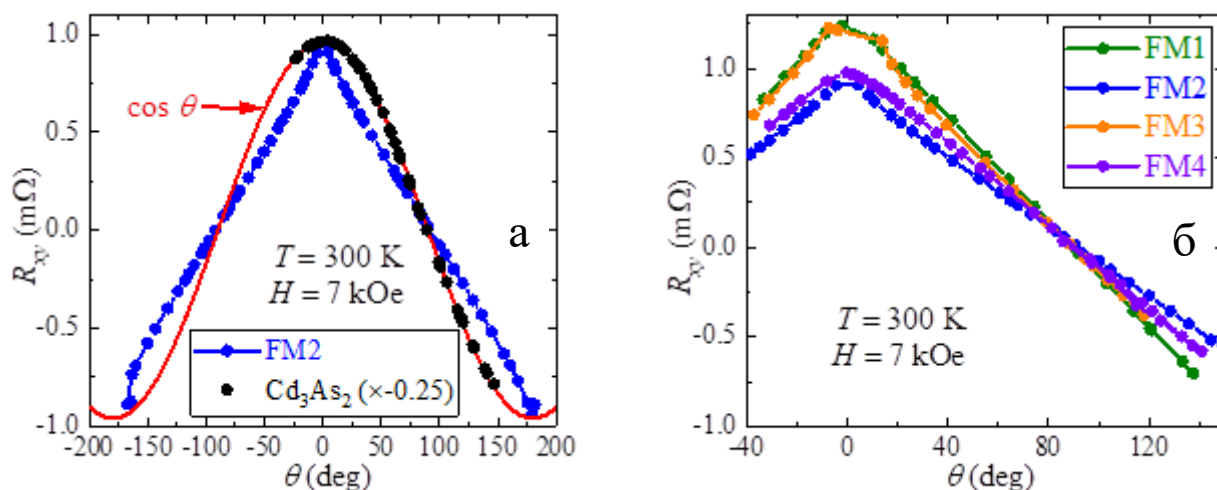


Рис. 38 Угловая зависимость холловского сигнала в поле 7 кЭ для образца FM2 и референсного кристалла Cd_3As_2 (а). Угловые зависимости холловского сигнала для исследуемых лент (б).

Для сравнения на рисунке также приведены данные для референсного кристалла Cd_3As_2 (полученные на той же установке и взятые с обратным знаком, поскольку данный кристалл обладает электронным типом проводимости), демонстрирующим только вклад НЭХ. Видно, что данные для референсного кристалла хорошо ложатся на функцию $\cos\theta$ (показанную красной линией), тогда как сигнал для целевой ленты оказывается ближе к треугольной форме. Аналогичный вид угловых зависимостей холловского сигнала демонстрируют и остальные образцы как показано на Рис. 38 б.

Некоторые отличия в амплитудах сигнала, а также в форме кривых, указывают на разницу в амплитудах АЭХ и НЭХ в данных образцах.

Таким образом, полученные угловые зависимости подтверждают наличие существенного вклада АЭХ в измеряемый сигнал и подтверждает, что линейный характер холловских кривых в перпендикулярном поле связан, в первую очередь, с отсутствием насыщения намагниченности и соответственно амплитуды АЭХ в исследованном диапазоне полей. В предыдущем разделе показано, что поле насыщения намагниченности в планарном поле (т.е. вблизи $\theta = 90^\circ$) оказывается на порядок меньше, чем в перпендикулярной ориентации, что должно позволить детектировать участок насыщения АЭХ на применяемой установке.

Ниже на Рис. 39 а представлены зависимости холловского сопротивления, измеренные вблизи планарной ориентации. Стоит отметить, что измерение в поле вблизи $\theta = 90^\circ$ оказывается невозможным, поскольку амплитуда сигнала становится слишком малой для измерения, так как холловский ток (и соответствующая разность потенциалов), создаваемый магнитным полем и намагниченностью, оказывается ортогонален плоскости измерительных контактов. Из Рис. 39 видно, что для всех образцов наблюдается выражено нелинейный характер зависимостей, указывающий на заметный вклад АЭХ. Для разделения компонент НЭХ и АЭХ проводилась линейная аппроксимация в полях выше 6 кЭ как показано на рисунке ниже. В таком представлении наклон прямой связан с коэффициентом НЭХ $R_0(\theta)$ (см. Таблицу 3), а отсечка

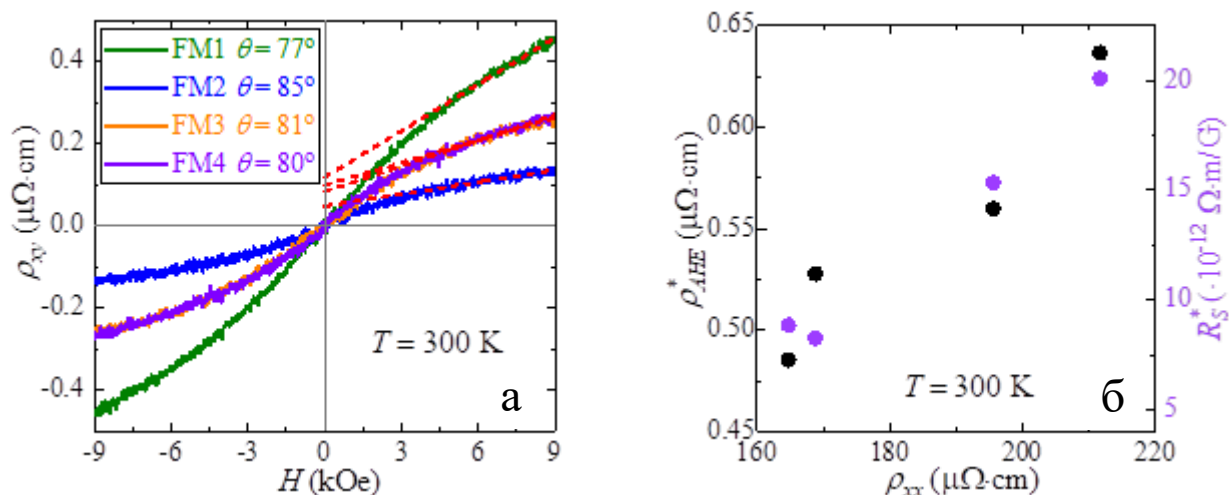


Рис. 39 Полевые зависимости холловского сопротивления исследуемых лент, измеренные при комнатной температуре в поле, близком к планарной ориентации (а). Корреляция величин удельного сопротивления исследуемых лент и приведённых величин амплитуды и коэффициента АЭХ (б).

по оси ординат – с амплитудой АЭХ $\rho_{АНЕ}(\theta)$. Для корректного сравнения параметров образцов использовались приведенные величины - $R_0^* = R_0(\theta)/\cos\theta$ и $\rho_{АНЕ}^* = \rho_{АНЕ}(\theta)/\cos\theta$. Строго говоря, R_0^* должен равняться истинному значению коэффициента НЭХ, однако довольно плавный характер насыщения нелинейной компоненты ограничивает точность такой оценки. Тем не менее, из полученных значений R_0^* были оценены значения холловских концентраций ρ_H^* и подвижностей μ_H^* (см. Таблицу 3). Видно, что ширина лент и тип отжига не оказывает регулярного эффекта на концентрацию носителей, однако, подвижности носителей в более узких лентах оказываются заметно ниже, чем в лентах FM1 и FM4. То есть, существенным следствием разной геометрии получаемых лент оказывается изменение интенсивности рассеяния носителей заряда, что может указывать на соответствующую разницу в плотности дефектов. Хотя, стоит отметить, что полученные величины подвижностей оказываются довольно высокими для неупорядоченных сплавов.

В свою очередь, для объяснения различий в амплитудах АЭХ была построена зависимость величин $\rho_{АНЕ}^*$ от удельного сопротивления лент, показанная на Рис. 39 б. Как видно из рисунка, амплитуда АЭХ уменьшается вместе с сопротивлением системы. Причем, если выделить коэффициент АЭХ $R_S^* = \rho_{АНЕ}^* / M_S$, характер зависимости не изменится (см. Рис. 39 б). Такое поведение полностью согласуется с известными параметрическими зависимостями амплитуды АЭХ: $\rho_{АНЕ} \sim \rho_{xx}^m$, где $m = 1,2$ в зависимости от доминантного механизма его возникновения [36]. Таким образом, уменьшение амплитуды холловского сигнала при охлаждении, отмеченное выше (Рис. 37), может быть связано именно с уменьшением амплитуды АЭХ, ввиду

металлического характера температурной зависимости сопротивления исследуемых лент.

На Рис. 40 представлены кривые магнетосопротивления, измеренные в двух ориентациях магнитного поля.

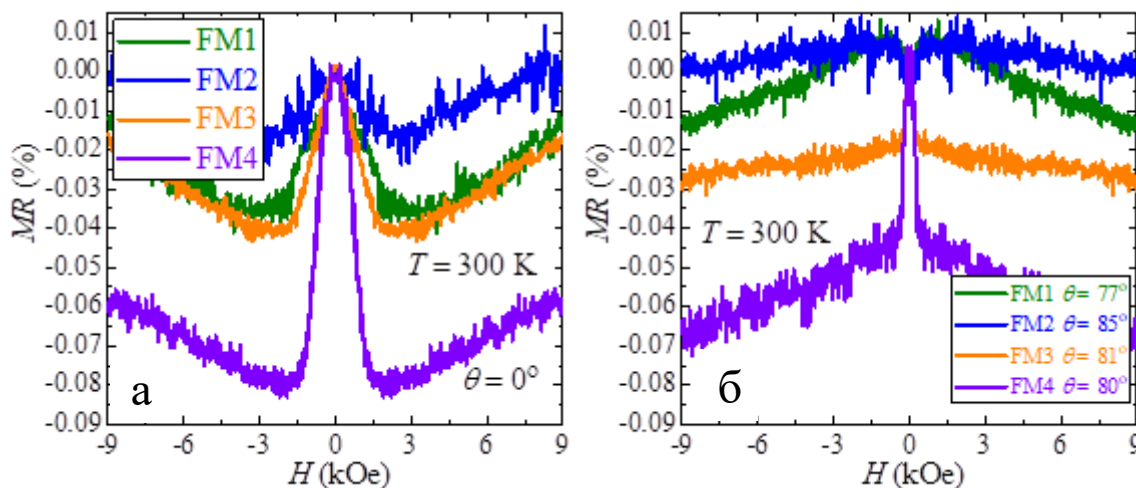


Рис. 40 Кривые магнетосопротивления исследуемых лент при комнатной температуре, измеренные в перпендикулярной (а) и близкой к планарной (б) ориентациях поля.

Видно, что в перпендикулярном поле (Рис. 40 а) все образцы демонстрируют заметное отрицательное магнетосопротивление, переходящее в положительное в полях выше 2 кЭ. Однако, в планарной ориентации (Рис. 40 б) только образцы, отожжённые под нагрузкой (FM3 и FM4), демонстрируют отрицательное МС в слабых полях, амплитуда и диапазон которого оказывается меньше по сравнению с перпендикулярной ориентацией. Тогда как для остальных образцов слабополевое МС меняет знак.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Проведены сравнительные исследования структурных, магнитных и магнитотранспортных свойств быстрозакаленных нанокристаллических лент $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ в температурном диапазоне 90 К – 420 К.

1. Обнаружено, что ленты характеризуются несимметричными поверхностями и хорошо выраженной геометрией в форме параллелепипеда, что является следствием процесса быстрой закалки из расплава. Экспериментально

подтверждена нанокристаллическая структура всех образцов с характерным размером зерна около 15 ± 3 нм. Обнаружено, что нагрузка во время отжига приводит к существенному уменьшению шероховатости поверхности лент, что может быть фактором, влияющим на повышение динамической магнитной проницаемости материалов такого типа.

2. Ширина ленты влияет на магнитные характеристики: при уменьшении ширины ленты уменьшаются значения M_S , увеличиваются значения H_C , становится возможным определение T_C и T_{ex} . Это обусловлено усилением влияния полей рассеяния в более узких образцах, что снижает эффективное поле внутри материала. А также может быть связано с краевыми эффектами, из-за которых для более широких образцов формируется более упорядоченная магнитная структура.
3. Отжиг под нагрузкой придает температурной зависимости более линейный характер. Возможно, нагрузка приводит к формированию более однородной микроструктуры с низким уровнем внутренних напряжений, что снижает влияние температуры на магнитные свойства. Возможно, нагрузка способствует формированию нанокристаллитов с меньшим разбросом по размерам.
4. Отжиг под нагрузкой приводит к существенному увеличению магнитной анизотропии в материале. Механизм этого увеличения связан с индуцированием дополнительных внутренних напряжений, что приводит к наведению поперечной анизотропии, вызванной остаточной деформацией решетки нанокристаллов, а также парным упорядочением атомов. Это приводит к смене типа перемагничивания.
5. Для образца FM3 были определены температура Кюри аморфной матрицы (≈ 360 К) и температура разрушения обменно-связанного состояния (≈ 340 К). Близость этих значений позволяет оценить соотношение объемных долей нанокристаллической и аморфной фаз в образце. Температура блокировки составляет порядка 10 К для всех исследованных образцов, что свидетельствует о слабом влиянии блокировки магнитных моментов

нанокристаллов на общие магнитные свойства материала в исследуемом температурном диапазоне.

б. Обнаружено, что в исследуемых образцах заметный вклад вносит АЭХ, существенно влияя на форму угловой зависимости холловского отклика. Более узкие ленты характеризуются более высокой амплитудой АЭХ, связанной с большими значениями электрического сопротивления, что в свою очередь обуславливается увеличением интенсивности рассеяния носителей заряда. В свою очередь, тип отжига не оказывает явного влияния на транспортные параметры системы, однако определяет характер магнетосопротивления образца.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках магистерской диссертации было проведено комплексное исследование влияния отжига под нагрузкой на магнитные и структурные свойства нанокристаллической $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ ленты, полученной методом быстрой закалки из расплава.

Экспериментально продемонстрировано, что отжиг под нагрузкой является эффективным методом модификации магнитных и структурных свойств легированной нанокристаллической ленты типа FINEMET. Он позволяет контролировать параметры магнитной анизотропии, придавать более линейный характер температурной зависимости и снижать электросопротивление материала, что критически важно для применения материала в высокочастотных устройствах и датчиковых системах.

Отдельное внимание уделено роли анизотропии формы: показано, что изменение ширины ленты позволяет целенаправленно смещать критические температуры (температуру Кюри аморфной матрицы, температуру разрушения обменно-связанного состояния) в диапазон, оптимальный для конкретных применений. Это открывает возможности проектирования материалов с «программируемым» температурным поведением для работы в экстремальных условиях.

Обнаружено, что в исследуемых образцах заметный вклад вносит АЭХ, существенно влияя на форму угловой зависимости холловского отклика.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Kurlyandskaya G.V., Lukshina V.A., Larrañaga A., Orue I., Zaharova A.A., Shishkin D.A. Induced magnetic anisotropy features in FeCrSiBNbCu nanocrystalline alloy: Role of stress distribution proven by direct X-ray measurements // *Journal of Alloys and Compounds* 566, 2013, p. 31–36.
2. Ершов Н.В., Лукшина В.А., Федоров В.И., Дмитриева Н.В., Черненко Ю.П., Потапов А.П. Влияние термомагнитной и термомеханической обработки на магнитные свойства и структуру магнитомягкого нанокристаллического сплава Fe₈₁Si₆Nb₃B₉Cu₁// *ФТТ*, 2013, №55(3), т. 55, с. 460-470.
3. Kurlyandskaya G.V., Lezama L., Pasyukova A.A., Volchkov S.O., Lukshina V.A., Larrañaga A., Dmitrieva N.V., Timofeeva A.V., Orue I. Amorphous FeCoCrSiB Ribbons with Tailored Anisotropy for the Development of Magnetic Elements for High Frequency Applications// *Materials* 2022, 15(12), 4160
4. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. — М.: «Металлургия», 1987. — 328 с.
5. Аморфные металлические сплавы. / под ред. Ф.Е. Люборского. М.: *Металлургия*, 1987. 584 С.
6. Кёстер У., Герольд У. Кристаллизация металлических стекол // *Металлические стекла: в 2-х т. Ионная структура, электронный перенос и кристаллизация* / под ред. Г.-Й. Гюнтеродта, Г. Бека. М.: *Мир*, 1983. С. 325–371.
7. Солнцев Ю.П., Пряхин Е.И., Пирайнен В.Ю. Специальные материалы в машиностроении. // *Химиздат*, 2004 г.
8. P. Vavassori, L. Callegaro, E. Puppini, F. Malizia, F. Ronconi, Surface magnetic characterization of Fe-B amorphous ribbons, *J. Magn. Magn. Mater.* 157/158 (1996) 171-172.

9. J.P. Sinnecker, R. Grossinger, R. Sato Turtelli, Quenched-in stresses in amorphous ribbons, *J. Magn. Mater.* 133 (1994) 20-23.
10. Greer A.L. Changes in structure and properties associated with the transition from the amorphous to the nanocrystalline state. // *Nanostructured Materials.* / под ред. G.-M. Chow, N.I. Noskova. Netherlands: Springer, 1998. С. 143–162.
11. G. Herzer Nanocrystalline soft magnetic materials // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 112 (1992) 258-622
12. Hono K. и др. Atom probe study of the crystallization process of an Fe_{73.5}Si_{13.5}B₉Nb₃Cu₁ amorphous alloy // *Appl. Surf. Sci.* 1993. Т. 67. № 1–4. С. 398–406.
13. Ершов Н.В, Черненко Ю.П., Лукшина В.А., Смирнов О.П., Шишкин Д.А. Влияние температуры продолжительного отжига на структуру и магнитные свойства нанокристаллического сплава FeSiNbCuB // *Физика твердого тела*, 2021, том 63, вып. 7. с.834-847.
14. Вонсовский С.В. Магнетизм. М., Наука, 1971, с.778-780, 925-940.
15. Ершов Н.В., Федоров В.И., Черненко Ю.П., Лукшина В.А., Шишкин Д.А. Влияние кристаллизующего отжига под нагрузкой на магнитные свойства и структуру магнитомягкого сплава FeSiNbCuB, легированного хромом // *Физика твердого тела*, 2017, том 59, вып. 9, с.1724-1737.
16. Елесин В.Ф., Кашурников В.А. Физика фазовых переходов: Учебное пособие. М.: МИФИ, 1997. с.5-8.
17. Chikazumi S. *Physics of Magnetism* // New York–London–Sydney: John Wiley&Sons, 2001, Vol. 1, P. 1–554
18. Киттель Ч., Введение в физику твердого тела, пер. с англ., М., Наука, 1978, с.543-554.
19. Низамов А. А., Новые материалы и технологии: практикум / сост. А. А. Низамов, Казань, КГЭУ, 2023, с.77
20. G. Herzer Nanocrystalline soft magnetic alloys // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 169 (1997) 309-319.
21. Zhang Y., Wu B., Guo D., Wang J., Ren Z. Magnetic properties and

promising cryogenic magneto-caloric performances of $Gd_{20}Ho_{20}Tm_{20}Cu_{20}Ni_{20}$ amorphous ribbons // *Chin. Phys. B*, 30 (2021) 017501.

22. Букреев Д.А., Дервянко М.С., Моисеев А.А., Кузьмина А.С., Курляндская Г.В., Семиров А.В. Магнитные свойства и высокочастотный импеданс нанокристаллических лент FeSiBNbCu в температурном диапазоне от 300 до 723 К // *Физика металлов и металловедение*, 2020, том 121, № 10, с.1039–1044.

23. Herzer G. Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets // *IEEE Transactions on Magnetism* 26 (1990) 1397-1402.

24. Bean C.P., Livingston J.D. Superparamagnetism // *Journal of Applied Physics* 30 (1959) S330-S333.

25. Brown, W.F. Thermal fluctuations of fine ferromagnetic particles // *Journal of Applied Physics* 34 (1963) 1319-1320.

26. Губин С.П., Кокшаров Ю.А., Хомутов Г.Б., Юрков Г.Ю. Магнитные наночастицы: методы получения, строение и свойства // *Успехи химии* 74 (2005) 539-574.

27. Hernando A., Vazquez M., Kulik T., Prados C. Analysis of the dependence of spin-spin correlations on the thermal treatment of nanocrystalline materials // *Physical Review B* 51 (1995) 3581-3586.

28. Slawska-Waniewska A., Gutowski M.W., Lachowicz H.K. Superparamagnetism in a nanocrystalline Fe-based metallic glass // *Physical Review B* 46 (1992) 14594-14597.

29. Блинов М.И., Черненко В.А., Прудников В.Н., Асегуинолаза И.Р., Барандиаран Ж.М., Ладеранта Э., Ховайло В.В., Грановский А.Б. Магнитотранспортные свойства тонких пленок $Ni_{49.7}Fe_{17.4}Co_{4.2}Ga_{28.7}$ // *ЖЭТФ* 159 (2021) 546-552.

30. Haynes W.M. (Ed.) *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 92nd Edition, CRC Press, 2011.

31. Абрикосов А.А. Основы теории металлов, 2-е изд., ФИЗМАТЛИТ, Москва, 2010, с.56-76.

32. Goodings D.A. Electrical Resistivity of Ferromagnetic Metals at Low Temperatures // *Physical Review* 132 (1963) 542-549.
33. Шапоров А.В. Магнитные свойства бинарных сплавов на основе железа в широком диапазоне температур, Магистерская диссертация, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Физический факультет, Кафедра магнетизма, Москва, (2019).
34. Хорунжий И.А., Федотенко А.В. Изучение эффекта Холла в полупроводниках, БНТУ, Минск, 2013.
35. Перов, Н. С. Эффект Холла / Н. С. Перов, В. Н. Прудников, М. В. Прудникова., Москва, Макс Пресс, 2012, 28 с.
36. Nagaosa N., Sinova J., Onoda S., MacDonald A.H., Ong N.P. Anomalous Hall effect // *Rev. Mod. Phys.* 2010 Vol. 82 P. 1539–1592.
37. Пристинская Н. Ф. Магнитотранспортные свойства сплавов Гейслера на основе никеля, марганца и индия, бакалаврская работа, МГУ им. М. В. Ломоносова, Физический факультет, Кафедра магнетизма, 2015.
38. Прудников В. Н. Гальваномагнитные явления в ферромагнитных металлах и сплавах / В.Н. Прудников, А.Б. Грановский, А.П. Казаков и др. - Специальный физический практикум, Москва, Физический факультет МГУ, 2012
39. Николаев С.Н., Черноглазов К.Ю., Емельянов А.В., Ситников А.В., Талденков А.Н., Пацаев Т.Д., Васильев А.Л., Ганьшина Е.А., Демин В.А., Аверкиев Н.С., Грановский А.Б., Рыльков В.В. Аномальное поведение туннельного магнетосопротивления в нанокompозитных пленочных структурах $(\text{CoFeB})_x(\text{LiNbO}_3)_{100-x/\text{Si}}$ ниже порога перколяции: проявления со-туннельных и обменных эффектов // *Письма в ЖЭТФ* 118 (2023) 46-54.
40. Кожевникова П. Я. Влияние отжига под нагрузкой на магнитные свойства и структуру $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{V}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ лент, бакалаврская работа, МГУ им. М. В. Ломоносова, Физический факультет, Кафедра магнетизма, 2023.
41. Перов Н.С., Родионова В.В., Прудникова М.В., Грановский А.Б., Прудников В.Н. Вибрационный магнитометр. Специальный физический

- практикум // Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова. — 2016.— С. 1–32.
42. Chen, D.-X.; Pardo, E.; Sanchez, A. Demagnetizing factors for rectangular prisms // *IEEE Trans. Magn.* 2005, 41, 2077–2088.
43. Vazquez M., Kurlyandskaya G.V., Garcia-Beneytez J.M. et al. // *IEEE Trans. Magn.* 1999. V.35. № 5. P. 3358–3360.
44. N.V. Ershov, Yu.P. Chernenkov, V.I. Fedorov, V.A. Lukshina, N.M. Kleinerman, V.V. Serikov, A.P. Potapov, N.K. Yurchenko Structure of Nanocrystals in Finemets with Different Silicon Content and Stress-Induced Magnetic Anisotropy // *Nanocrystal. InTech, Rijeka* (2011). P. 415–436.
45. Hofmann B., Kronmuller H. // *J. Magn. Magn. Mater.* 1996. V.152. № 91. P. 91–98.
46. Hubert A., Schäfer R. *Magnetic Domains* // Berlin, Germany: Springer, 1998, P. 686.
47. Volchkov S.O., Lukshina V.A., Zakharova A.A., Potapov A.P., Volkova E.G. Structure, Magnetic Properties, and Magnetoimpedance of the $\text{Fe}_{73.5-x}\text{Cr}_x\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ ($x = 0$ to 5) Alloys // *IEEE Transactions on Magnetics* 50 (2014) 4007504.

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает благодарность научному руководителю к.ф.-м.н. Харламовой Анне Михайловне за помощь с выбором темы научной работы, непрерывное обучение и помощь в проведении экспериментальных исследований, проявленное внимание, терпение и поддержку при написании магистерской работы.

Автор выражает благодарность профессору Курляндской Галине Владимировне Уральского Федерального Университета за предоставленные для исследования образцы, помощь в проведении рентгеноструктурных исследований, а также ценные консультации.

Автор выражает благодарность к.т.н., доценту кафедры общей физики физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова Каминской Татьяне Петровне за помощь в проведении исследований на атомном силовом микроскопе.

Автор выражает искреннюю благодарность сотрудникам лаборатории физического материаловедения полупроводников ЦКП ФИАН к.ф.-м.н. Овешникову Леониду Николаевичу и к.ф.-м.н. Давыдову Александру Борисовичу за ценную помощь и практическое содействие в проведении магнитотранспортных измерений.

Автор благодарит за полезные замечания и ценные советы профессора, заведующего кафедрой магнетизма Перова Николая Сергеевича.

Также автор выражает признательность преподавателям кафедры магнетизма за переданные знания, вдохновение и поддержку, которые сыграли важную роль в процессе обучения и выполнения данной работы.