

УДК 537.621:53.097

ИЗУЧЕНИЕ ЛОКАЛЬНЫХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ЛЕНТОЧНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ Fe(Ni,Cu)(SiB), ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВЕРХБЫСТРОГО ОХЛАЖДЕНИЯ

© 2023 г. Т. П. Каминская¹, *, М. Н. Шипко², М. А. Степович³,
А. И. Тихонов², А. А. Вирус⁴, В. В. Попов¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова”, Москва, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Ивановский государственный энергетический университет имени В.И. Ленина”, Иваново, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Калужский государственный университет имени К.Э. Циолковского”, Калуга, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

“Институт экспериментальной минералогии имени академика Д.С. Коржинского Российской академии наук”,
Черноголовка, Россия

*E-mail: ktp53@mail.ru

Поступила в редакцию 12.06.2023 г.

После доработки 19.06.2023 г.

Принята к публикации 28.06.2023 г.

Методами магнитно-силовой микроскопии изучено влияние магнитоимпульсной обработки на локальные магнитные свойства поверхности ленточных аморфных сплавов Fe(Ni,Cu)(SiB), полученных методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся медном барабане.

DOI: 10.31857/S0367676523702642, EDN: VFVEWY

ВВЕДЕНИЕ

Интерес к аморфным магнитным материалам связан с перспективами их широкого применения в высокоточных измерительных трансформаторах, электронных счетчиках электрической энергии, электрических машинах нового поколения. В зависимости от состава и технологии получения материалов удастся получать составы с высокой магнитной индукцией, большим коэффициентом прямоугольности петли магнитного гистерезиса, высоким удельным электрическим сопротивлением при относительно низких значениях магнитострикции [1–3]. Чаще всего такие аморфные сплавы изготавливаются по тонкопленочной технологии или в результате сверхбыстрого охлаждения на вращающемся медном барабане и их эксплуатационные свойства во многом определяются состоянием поверхности. При этом для повышения эксплуатационных свойств различных материалов сравнительно недавно стало использоваться воздействие на них слабых импульсных магнитных полей (см. [4, 5] и ссылки в них).

К классическим методам наблюдения магнитной структуры магнитных сплавов относятся: метод магнитной суспензии (метод порошковых

фигур), магнито-оптические методы (эффект Фарадея и эффект Керра), метод лорентцевской просвечивающей электронной микроскопии и электронной голографии [6, 7]. В меньшей степени используются методы растровой электронной микроскопии [8, 9]. В последние десятилетия активно развиваются методы сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии (АСМ) [10–13], позволяющие исследовать особенности поверхности различных материалов на микро- и наноуровнях [14–16]. Наиболее востребованным методом исследования микро- и наноманитной структуры магнитных сплавов в последние годы стал метод магнитно-силовой микроскопии (МСМ) как разновидность техники АСМ. Это один из самых эффективных методов для исследований магнитной структуры сплавов на субмикронном уровне. МСМ-измерения позволяют отобразить пространственное распределение силы магнитного взаимодействия зонд-образец на измеряемом участке поверхности образца и исследовать магнитную доменную структуру образца. В качестве зондов в МСМ используются кремниевые кантилеверы (пластины с иглочкой на конце), кончики (tip) игл, все иглы которых покрыты магнитной пленкой кобальта. Самая важная

проблема МСМ — удаление наложения изображения рельефа поверхности образца на магнитную картину — решается применением двухпроходной методики. На первом проходе определяется рельеф исследуемой поверхности, на втором — для устранения влияния сил Ван-дер-Ваальса при проходе каждой линии зонд поднимается на высоту от 10 до 350 нм и проходит по тому же рельефу с выключенной обратной связью, при этом расстояние между зондом и поверхностью поддерживается постоянным. При сканировании в режиме МСМ фаза и амплитуда колебаний кантилевера изменяются в тех местах, где магнитное поле образца меняется по величине или по направлению. Для плоских образцов это границы между доменами — доменные стенки. Таким образом, получаемое МСМ-изображение (магнитный контраст) отображает распределение второй пространственной производной магнитного поля вдоль поверхности образца. Однако публикаций о результатах использования этого метода для исследования материалов микро- и нанoeлектроники, электротехнических материалов имеется сравнительно немного (см. [17–19] и ссылки в них).

Ранее [20, 21] методами растровой электронной, атомной силовой и, отчасти, МСМ, нами были исследованы ленточные аморфные сплавы $\text{Fe}(\text{Ni}, \text{Cu})(\text{SiB})$, используемые при изготовлении магнитопроводов. Изучали возможности влияния магнитоимпульсной обработки этого материала на структуру его поверхности и электротехнические свойства. Результаты исследований показали, что при воздействии импульсами слабого магнитного поля (10–100 кА/м) низкой частоты (10–20 Гц) наблюдаются изменения магнитных свойств материала при неизменной концентрации присутствующих фаз. Наиболее сильные изменения в исследованных материалах претерпевали энергия перемагничивания, определяемая по площади петли магнитного гистерезиса, коэффициент прямоугольности петли гистерезиса и остаточная намагниченность. Установлено, что потери на перемагничивание в большой степени связаны с потерями, обусловленными вихревыми токами, и связаны с шириной доменов (около 1.5 нм), которая зависит от режимов магнитоимпульсной обработки незначительно. В силу того, что эксплуатационные характеристики ленточных аморфных сплавов $\text{Fe}(\text{Ni}, \text{Cu})(\text{SiB})$ во многом определяются их локальными магнитными свойствами, изучение этих свойств в настоящей работе продолжено методами МСМ.

МЕТОДИКА

Довольно подробно использованная нами методика исследований аморфной электротехнической стали (фольги) $\text{Fe}(\text{Ni}, \text{Cu})(\text{SiB})$ описана ранее [20, 21]. В настоящей работе, как и ранее, исследовались ленты толщиной около 100 мкм,

шириной 10 мм, длиной 50 мм, которые были получены методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся медном барабане. Для магнитоимпульсной обработки лент использовали импульсы магнитного поля амплитудой 5–8 кА/м² длительностью (0.1–0.5) с и интервалом между импульсами 1–2 с. Количество импульсов составляло 10–50.

Сначала структуру поверхности электротехнической фольги изучали в растровом электронном микроскопе Tescan Vega II XMU. Затем методами АСМ проводили отбор гладких участков поверхности с целью их последующего изучения методами МСМ. Для сканирования выбирали гладкие участки фольги с перепадами высот от нескольких нанометров до примерно двух десятков нанометров, что позволяло методом латеральных сил визуализировать мелкие особенности рельефа фольги. Исследования образцов методами МСМ проводили по стандартной двухпроходной методике с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа “Solver” (NT-MDT, Россия). Для МСМ-исследований использовали кантилеверы MFM 01 с магнитным покрытием (Co) при рабочей частоте 50–85 кГц. Исследования проводили при комнатной температуре. Кантилевер отводился от поверхности образцов на расстояние (dz) 100 нм и образцы сканировались в областях от 2.5×2.5 нм до 80×80 нм. В исследованиях, как наиболее чувствительный, использовался динамический метод МСМ, в котором на втором проходе для определения магнитной силы взаимодействия зонда с поверхностью образца использовали резонансные колебания кантилевера и регистрировали производную магнитной силы взаимодействия. На втором проходе измеряли сдвиг фазы между колебаниями кантилевера и пьезопривода и амплитуду колебаний кантилевера.

Магнитные параметры фольги измеряли по стандартной методике на вибрационном магнитометре VSM250 в магнитном поле 20 кЭ.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На поверхности ленты, прилегавшей к медному барабану, практически отсутствовали участки с низкой (до 20–40 нм) шероховатостью, что не позволило провести МСМ-исследования этой стороны ленты [20, 21]. Методами АСМ и МСМ исследована другая, свободная поверхность фольги, не прилегавшая к медному барабану. Участки поверхности, характерные для свободной поверхности фольги, в растровом электронном микроскопе имели ровную поверхность (рис. 1) и характеризовались низкой шероховатостью в АСМ (рис. 2а, 2б и 2с). Такие участки с перепадами высот, не превышающими 4–20 нм выбирали для проведения МСМ-исследований.

При изучении свободных поверхностей фольг после магнитоимпульсной обработки методом АСМ изменений характера шероховатости не обнаружено. Однако на контактной, прилегавшей к барабану, поверхности были обнаружены кластеры из нескольких зерен размерами до 500 нм по ширине (до 10 зерен), что обычно существенно сказывается на магнитных свойствах сплавов. Свободная сторона имела гладкую поверхность с ориентированной волнистой пористой структурой в некоторых областях. Появление пористой структуры после быстрой закалки из расплава может быть связано с появлением кристаллических дефектов в образце, что обычно существенно изменяет скорость перемещения доменных стенок. Кроме того, при быстрой закалке из расплава в ленточных образцах может наблюдаться фазовое расслоение. Однако на МСМ-снимках свободной поверхности фольги появления доменов в виде звездочек, характерных для монокристаллических образцов с фазовым расслоением [22], не наблюдалось.

Наиболее заметные изменения после магнитоимпульсной обработки были зарегистрированы на МСМ-снимках свободной стороны образцов при использовании 20 импульсов магнитного поля. Если до магнитоимпульсной обработки доменной структуры не наблюдалось, то после магнитоимпульсной обработки в областях, удаленных от крупных дефектов, были обнаружены полосовые домены шириной 0.6–1.0 мкм (рис. 2в, 3б и 4), направленные вдоль линии прокатки, намагниченность которых параллельна поверхности образца. Появление таких доменов обычно обусловлено внутренними напряжениями в образце. Если сплав не является совершенно гомогенным и содержит включения либо дефекты (разрывы, царапины) то вокруг них образуются замыкающие домены, т.н. клиновидные домены Нееля (рис. 2в, 3б и 4). Стенки доменов прикрепляются к таким включениям прочнее, чем к участкам гомогенного материала, движение стенок в этой области замедляется и изменяется (уменьшается) магнитостатическая энергия [6]. Замыкающие домены шириной от 1.0 до 1.6 мкм (рис. 2в, 3б и 4), наблюдались на дефектах структуры на свободной поверхности фольги после магнитоимпульсной обработки.

На рис. 4 представлен МСМ-снимок области образца размером 60 × 60 мкм. Здесь наблюдаются и мелкие полосовые домены, представленные на рис. 2в, и замыкающие домены, представленные на рис. 2в и 3, но, кроме этого, в некоторых местах наблюдаются крупные (от 2 до 5 мкм) полосовые домены, идущие поперек прокатки и поперек мелких полосовых доменов. Наличие таких доменов характерно для кремнистого железа (Fe – 97%, Si – 3%) [7]. Такие же, но более тонкие, домены появляются и под действием напря-

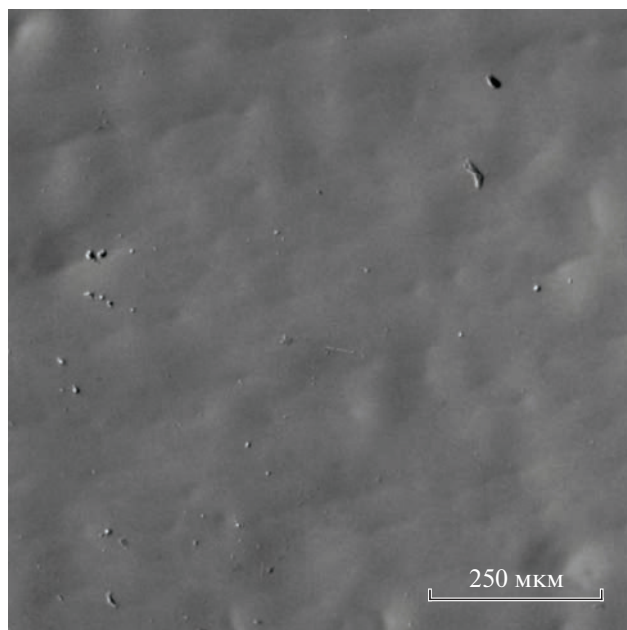


Рис. 1. Поверхность свободной стороны фольги, полученная в растровом электронном микроскопе при регистрации вторичной электронной эмиссии.

жений в образце. Большие клинообразные домены в некоторых областях поверхности (треугольные с размерами высоты треугольника до 40 мкм), наблюдаемые на МСМ-снимке рис. 4, характерны для доменной структуры железных и кобальтовых пленок. Отметим, что появление полосовых доменов было характерным для всех участков исследованных поверхностей, а при наличии неоднородностей, в основном микроцарапин, — и замыкающих доменов (см. рис. 2–4). Отметим также существенные различия в результатах АСМ и МСМ-исследований, обусловленных различным характером поверхности фольг: так, магнитный контраст замыкающих доменов на рис. 2в (левая нижняя часть рисунка) связывается с неоднородностью этой части поверхности, проявляющейся в виде небольшой царапины на рис. 2а и 2б. Однако наиболее яркий магнитный контраст наблюдался около более глубоких царапин — см. рис. 3а и 3б.

В аморфных сплавах Fe(Ni,Cu)(SiB) в результате магнитоимпульсной обработки имеют место эволюция локальных неоднородностей и существенное изменение ближнего порядка в расположении атомов. Механизм эффектов может быть связан с инициированием процессов самоорганизации, обеспечивающих изменение локальной конфигурации ближнего порядка, уменьшающих параметров наноразмерных участков сплава. Происходит трансформация цепочечной структуры поверхности аморфного сплава в сетчатую [23], что, как следствие, обеспечивает снижение константы анизотропии. В результате следует ожидать изменения

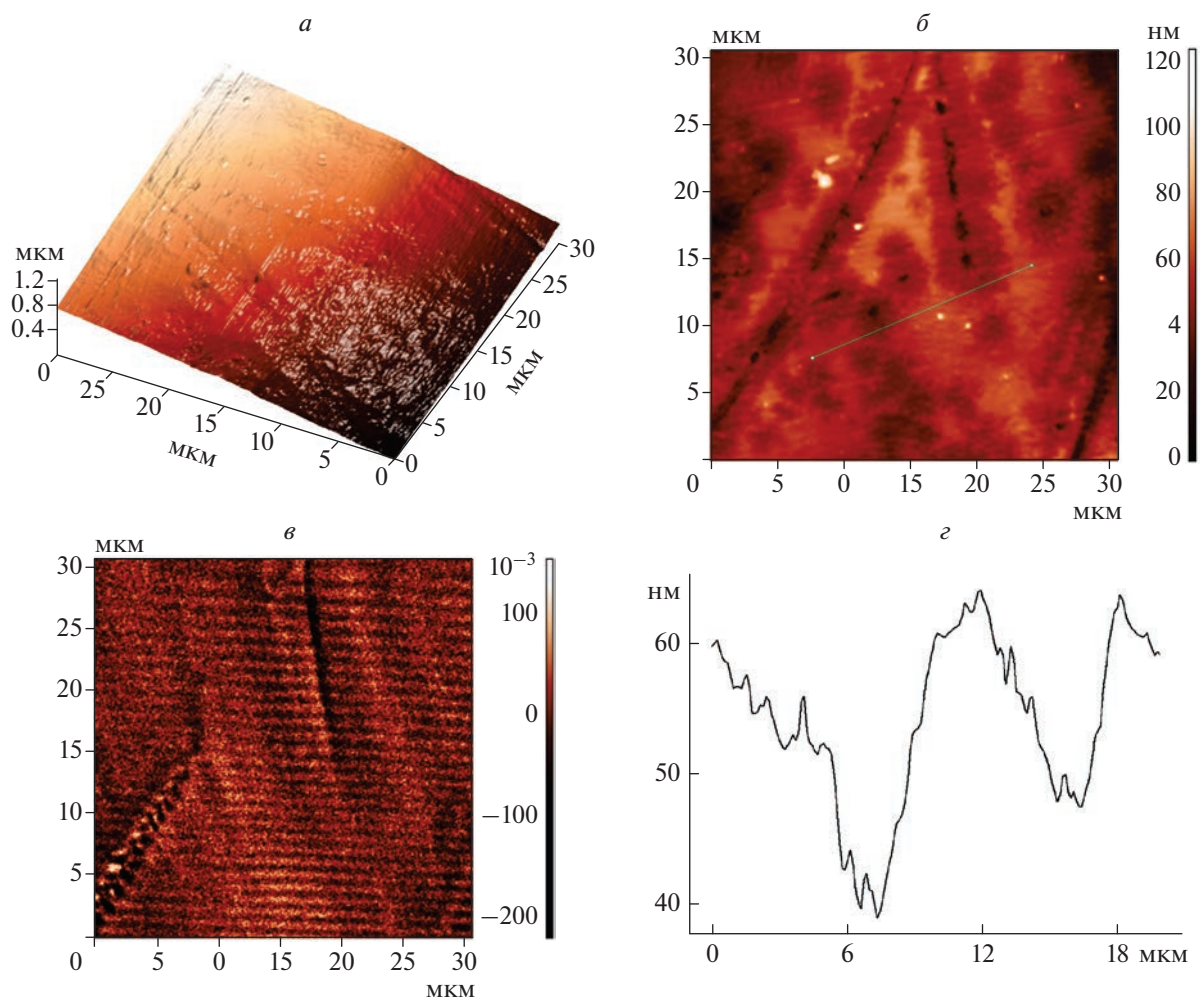


Рис. 2. Трехмерное АСМ-изображение участка свободной поверхности фольги (*a*); двухмерное АСМ-изображение того же участка свободной поверхности фольги (*б*); МСМ-изображение участка свободной поверхности фольги (*в*), приведенного на рис. 2*a* и 2*б*; профиль сечения фольги, полученный в АСМ (*г*), иллюстрирующий характер неровностей вдоль отрезка прямой, указанной на рис. 2*б*.

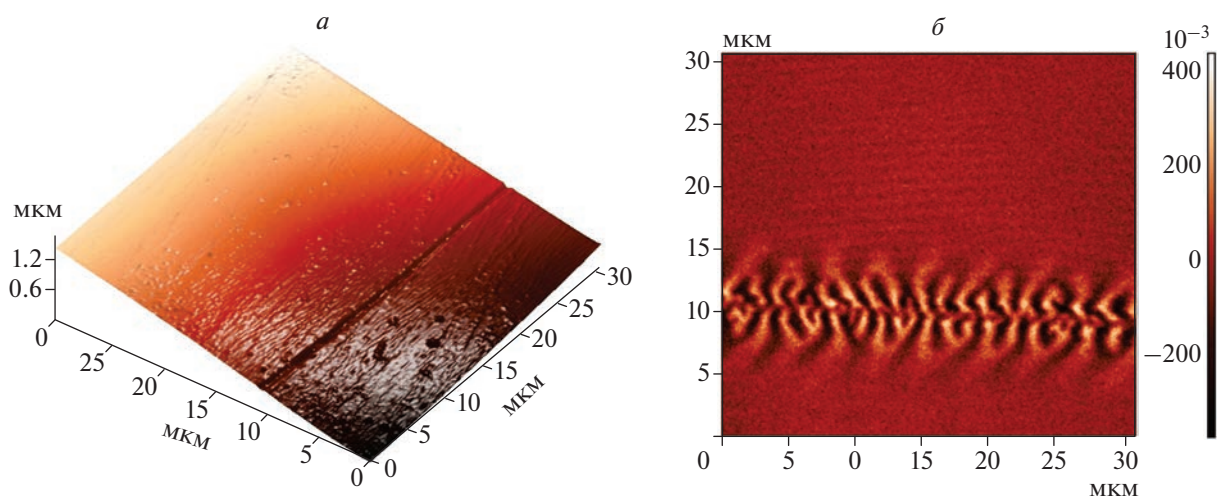


Рис. 3. Трехмерное АСМ-изображение участка свободной стороны фольги с глубокой царапиной на поверхности (*a*); МСМ-изображение этого же участка фольги с замыкающими доменами около царапины (*б*). В верхней части рисунка видны полосовые домены.

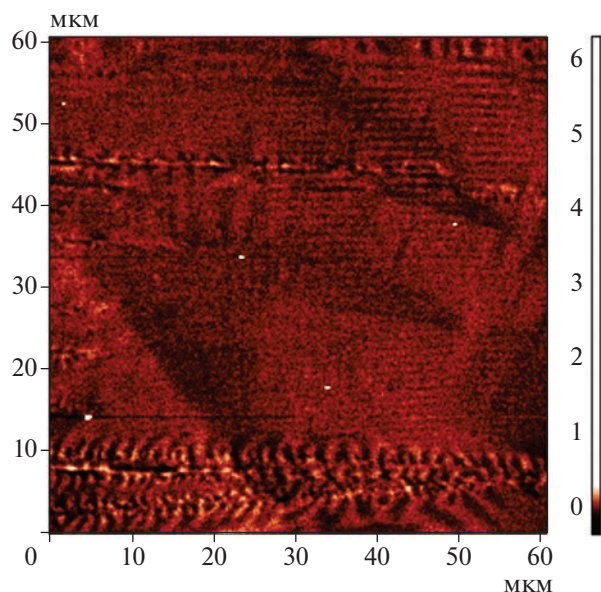


Рис. 4. МСМ-изображение участка свободной стороны фольги с клинообразными доменами.

параметров полосовых доменов, скорости перемещения доменной стенки и, как следствие, снижения вихрековых потерь.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методы растровой электронной и магнитно-силовой микроскопии использованы для изучения влияния импульсов слабого (10–100 кА/м) магнитного поля низкой частоты (10–20 Гц) на магнитные свойства ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB), полученных методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся медному барабану. Методом магнитно-силовой микроскопии исследована доменная структура свободной поверхности фольги, не прилегавшая к барабану. В результате магнитоимпульсной обработки в областях, удаленных от крупных дефектов, характерным явилось появление полосовых доменов шириной 0.6–1.0 мкм. В местах ленты, в которых сплав не являлся совершенно однородным и содержал включения либо дефекты (разрывы, царапины), вокруг них образовывались замыкающие домены, т.н. клиновидные домены Нееля. Для некоторых областей фольги в результате магнитоимпульсной обработки возникали довольно большие клинообразные домены с размерами до нескольких десятков микрометров. Полученные результаты исследований могут быть использованы для уточнения методики снятия напряжений, возникающих в процессе изготовления аморфных лент.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда и Правительства Калужской области (проект № 23-21-10069).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Глезер А.М., Молотиллов Б.В. Структура и механические свойства аморфных сплавов. М.: Металлургия, 1992. 207 с.
2. Стародубцев Ю.Н., Белозеров В.Я. Магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов. Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2002. 376 с.
3. Стогней О.В. Физика аморфных металлических сплавов. Учебное пособие. Воронеж, 2007. 139 с.
4. Постников В.В. Фазовые и структурные превращения в диамагнитных материалах после воздействия слабых магнитных полей: Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. Воронеж: Воронежский государственный университет, 2004. 338 с.
5. Волчков И.С. Воздействие слабых магнитных полей на реальную структуру и свойства полупроводниковых кристаллов CdTe(Cl) и CdTe(Cl, Fe). Дис. ... канд. физ.-мат. наук. М.: Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН ФИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, 2020. 139 с.
6. Вонсовский С.В. Магнетизм: Учебное пособие. М.: Наука, 1984. 208 с.
7. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения. М.: Мир, 1987. 419 с.
8. Гормин А.С., Грешишкин Р.М., Иванова А.И. Способ визуализации магнитной доменной структуры и полый рассеяния микрообъектов в растровом электронном микроскопе. Патент РФ RU 2 564 456 C1. 2015.
9. Андреева В.Д., Горшков И.И. Электронная микроскопия материалов: Учебное пособие. СПб.: Изд-во политехн. ун-та, 2016. 139 с.
10. Giessibl Franz J. // Rev. Mod. Phys. 2003. V. 75. No. 3. P. 949.
11. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учеб. пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004. 114 с.
12. Meyer Ernst, Hug Hans Josef, Bennewitz Roland. Scanning probe microscopy. The lab on a tip. Berlin, Heidelberg: Springer, 2004. 210 p.
13. Munks Matthias. Scanning tunneling microscopy and atomic force microscopy measurements on correlated systems. Dis. ... Doktors der Naturwissenschaften. Konstanz: Universität Konstanz, 2017. 146 p.
14. Кузнецова Ю.В., Супонев Н.П., Дегтева О.Б., Салев П.С. // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. иссл. 2011. № 11. С. 89; Kuznetsova Yu.V., Suponev N.P., Degteva O.B., and Salev P.S. // J. Surf. Invest. X-ray. Synchrotron Neutron Techniques. 2011. V. 5. No. 6. P. 1107.
15. Каминская Т.П., Коровушкин В.В., Попов В.В., Шипко М.Н., Степович М.А. // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. иссл. 2014. № 12. С. 26; Kaminskaya T.P., Korovushkin V.V., Popov V.V.,

- Shipko M.N., Stepovich M.A.* // J. Surf. Invest. X-ray. Synchrotron Neutron Techniques. 2014. V. 8. No. 6. P. 1235.
16. Кузнецова Ю.В. // Физ.-хим. асп. изуч. класт. нанострукт. и наноматер. 2021. № 13. С. 243.
 17. Каминская Т. // Производство электроники: технологии, оборудование, материалы. 2010. № 6. С. 37.
 18. Андреева Н.В., Филимонов А.В., Рудской А.И. и др. // ФТТ. 2016. Т. 58. № 9. С. 1798; *Andreeva N.V., Filimonov A.V., Rudskoi A.I. et al.* // Phys. Solid State. 2016. V. 58. No. 9. P. 1862.
 19. *Ponomareva S., Dias A., Royer B. et al.* // J. Micromech. Microengin. 2019. V. 29. No. 1. Art. No. 015010.
 20. Каминская Т.П., Шипко М.Н., Степович М.А. и др. // Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем. 2022. № 3. С. 206.
 21. Шипко М.Н., Каминская Т.П., Степович М.А. и др. // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтрон. иссл. 2023. № 2. С. 17; *Shipko M.N., Kaminskaya T.P., Stepovich M.A. et al.* // J. Surf. Invest. X-ray. Synchrotron Neutron Techniques. 2023. V. 17. No. 1. P. 186.
 22. Пастушенков Ю.Г. Трансформация доменной структуры в области спин-переориентационных фазовых переходов и в процессе перемангничивания редкоземельных тетрагональных магнетиков на основе железа. Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. Тверь: Тверской государственный университет, 2000. 389 с.
 23. Шипко М.Н., Степович М.А., Сибирев А.Л. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2021. Т. 85. № 11. С. 1528; *Shipko M.N., Stepovich M.A., Sibirev A.L. et al.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2021. V. 85. No. 11. P. 1191.

Study of the local magnetic properties of Fe(Ni,Cu)(SiB) ribbon amorphous alloys produced by ultrafast cooling

T. P. Kaminskaya^{a, *}, M. N. Shipko^b, M. A. Stepovich^c, A. I. Tikhonov^b, A. A. Viryus^d, V. V. Popov^a

^a Lomonosov Moscow State University, Moscow, 119991 Russia

^b Ivanovo State Power Engineering University, Ivanovo, 153003 Russia

^c Tsiolkovsky Kaluga State University, Kaluga, 248023 Russia

^d Academician Korzhinsky Institute of Experimental Mineralogy of the Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, 142432 Russia

*e-mail: ktp53@mail.ru

Magnetic force microscopy was used to investigate the effect of magnetic pulse treatment on the local magnetic properties of the surface of ribbon amorphous Fe(Ni,Cu)(SiB) alloys obtained by ultrafast cooling by melt spraying on a rotating copper drum.