

## ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА ПОД НАГРУЗКОЙ НА МАГНИТООПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

© 2025 г. А. М. Харламова<sup>1,\*</sup>, П. Я. Кожевникова<sup>1</sup>, Т. П. Каминская<sup>1</sup>,  
Г. В. Курляндская<sup>2</sup>, Е. Е. Шалыгина<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
«Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», физический факультет, Москва, Россия

<sup>2</sup>Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования  
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,  
Институт естественных наук и математики, Екатеринбург, Россия

\*E-mail: anna-h-m@mail.ru

Поступила в редакцию 15.11.2024 г.

После доработки 14.12.2024 г.

Принята к публикации 30.12.2024 г.

Изучено влияние нагрузки во время отжига на магнитооптические свойства магнитомягких нанокристаллических лент  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ , полученных путем быстрой закалки из расплава и отожженных при температуре 520°C в течение 2 ч без нагрузки и с использованием удельной нагрузки 150 МПа. Приповерхностные петли магнитного гистерезиса и одновременная визуализация изменения магнитной доменной структуры были изучены с помощью магнитооптического керр-магнитометра. Полученные экспериментальные данные свидетельствуют о том, что отжиг под нагрузкой приводит к формированию наведенной магнитной анизотропии и влияет на магнитопольное поведение образцов.

**Ключевые слова:** магнитомягкие материалы, магнитная анизотропия, магнитная доменная структура, магнитооптический эффект Керра, отжиг под нагрузкой.

DOI: 10.31857/S0367676525040172, EDN: GUATHC

### ВВЕДЕНИЕ

В последние три десятилетия наноструктурированные магнитомягкие ферромагнитные сплавы на основе железа привлекают огромное внимание как с точки зрения фундаментальных исследований, так и для технологических приложений из-за их необычных структурных, электрических, магнитных, оптических свойств и коррозионной стойкости [1, 2]. В частности, были исследованы структура и магнитные свойства так называемого класса файнмет (FM) сплавов (сплав на основе Fe-Si-Nb-B-Cu). Данный материал, получаемый в виде лент путем быстрой закалки из расплава, или тонких магнитных пленок, приобретает превосходные магнитомягкие свойства, что позволяет широко его применять в электро- и радиопромышленности, электронной технике и приборостроении [3–5]. Сравнительно недавно были созданы новые сплавы путем легирования хромом или молибденом и модификации классического состава

(FeCuNbSiB) файнмет, что привело к повышению температуры кристаллизации и повышению коррозионной стойкости сплавов [1, 4–6]. Аморфные ленты обычно отжигают при температурах выше температуры первичной кристаллизации, составляющей примерно 510°C, для получения оптимальной структуры и свойств. Было обнаружено, что наименьшее значение коэрцитивной силы  $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{B}_9$  сплава наблюдается при температуре отжига 520°C. Ухудшение магнитомягких свойств 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·м<sup>-3</sup> [6]. Кроме того, показано, что наведенная магнитная анизотропия является специальным инструментом для настройки магнитных откликов, позволяющим управлять величиной динамической и статической магнитной проницаемости с помощью отжига под напряжением [2, 7]. До сих пор вопрос поиска наибо-

лее эффективного состава лент остается актуальным. Одним из методов исследований особенностей наведенной анизотропии является магнитооптический эффект Керра [8]. В рамках данной работы было впервые исследовано влияние отжига под нагрузкой на особенности магнитной анизотропии и магнитооптические свойства лент  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  состава, включая их зависимость от геометрических особенностей образцов.

### ИЗУЧАЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

Изучаемые в данной работе аморфные ленты  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  были получены путем быстрой закалки из расплава на вращающемся медном барабане. Исследовались две серии образцов: ленты, отожженные при температуре 520 °С в течение 2 ч без нагрузки (релаксационный отжиг, FM-AN) и ленты, отожженные при температуре 520 °С в течение 2 ч с использованием удельной нагрузки величиной 150 МПа (FM-SA). Данная температура отжига была выбрана, как оптимальная для получения образцов с наиболее выраженными магнитомягкими свойствами. При отжиге образцы закреплялись с двух сторон механическими зажимами и размещались в зоне высокой однородности температуры в вертикальной печи. К нижнему зажиму подвешивались грузы заданной величины. Удельная нагрузка рассчитывалась на основании данных о сечении образца и массе груза. В каждой серии (FM-AN и FM-SA) были изготовлены по две ленты разной ширины ( $b$ ) 0.88 мм (FM1 и FM4) и 0.60 мм (FM2 и FM3) с целью оценки влияния краевых эффектов для образцов с меньшей шириной. Толщина каждой ленты ( $\delta$ ) составляла  $20.0 \pm 0.2$  мкм.

Исследуемые образцы были механически отрезаны от исходных лент и имели прямоугольную форму. Длина образцов ( $a$ ) не превышала 4 мм, что было обусловлено техническими данными экспериментальной установки для исследования магнитооптических свойств. Кроме того, данный размер является оптимальным для работы детекторов слабых магнитных полей, работающих на основе эффекта гигантского магнитного импеданса [7].

Геометрические параметры изучаемых лент были оценены по фотографиям, полученным на оптическом микроскопе, а также измерены с помощью электронного штангенциркуля. Массы образцов, необходимые для последующего определения намагниченности, были определены с помощью высокоточных электронных весов непосредственно перед измерениями магнитных характеристик.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

Структура изучаемых  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  лент была исследована методом рентгеновской

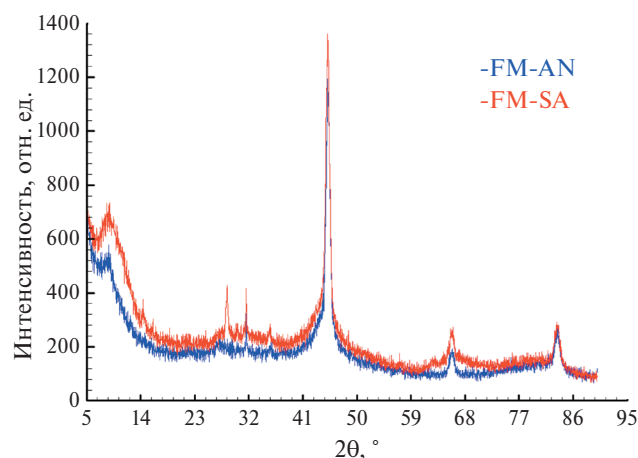
дифракции с использованием  $\text{CuK}_\alpha$  (длина волны  $\lambda = 1.5418$  Å).

Морфология поверхности образцов была исследована методами оптической и атомно-силовой (АСМ) микроскопии с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver» (NT-MDT, Зеленоград) в полуконтактной моде при комнатной температуре. Применялись стандартные кремниевые кантилеверы MFM 01 с резонансными частотами от 47 до 90 кГц, радиусом закругления кончика иглы (tip) 40 нм, силовой константой  $1-5 \text{ Н} \cdot \text{м}^{-1}$ . Образцы сканировались в областях размерами  $4 \times 4$ ,  $12 \times 12$  и  $30 \times 30$  мкм<sup>2</sup>. Полученные АСМ изображения были обработаны с использованием математических операций и фильтров программы «Nova», представленной изготовителями стандартного пакета АСМ.

Измерение приповерхностных петель гистерезиса и одновременная визуализация особенностей магнитной доменной структуры (ДС) в процессе перемагничивания образца (регистрировались изменения компоненты намагниченности ( $M$ ) под действием приложенного магнитного поля) были выполнены с помощью магнитооптического керр-магнитометра при комнатной температуре со свободной стороны лент, т.е. стороны лент, которая не находилась в контакте с поверхностью барабана в процессе их получения. Используемый керр-магнитометр создан на основе поляризационного микроскопа Carl Zeiss (Производитель: Evico magnetics GmbH, Германия). Наблюдение ДС осуществляли с помощью меридионального эффекта Керра (МЭК), пропорционального компоненте намагниченности, параллельной плоскости падения света. Внешнее магнитное поле ( $H$ ) прикладывалось в плоскости лент в двух направлениях:  $\theta = 0^\circ$  и  $90^\circ$ , где  $\theta$  — угол между осью ленты и направлением распространения  $H$ . Принцип получения контрастного изображения с помощью вышеописанного микроскопа состоит в следующем. Вначале регистрируется оригинальное изображение образца. Наличие разных цветов контраста соответствует тому, что вектора намагниченности  $M$  в этих областях направлены в разные стороны. Обработка изображений требует усиления контраста. В связи с этим регистрируется изображение топографического контраста, то есть фоновое изображение образца, в магнитном поле, превышающем поле насыщения. Компьютерная обработка этих данных позволяет получить разностное изображение, которое содержит только контраст, соответствующий магнитным доменам.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены результаты рентгенофазового анализа  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  лент AN и SA. Данные исследований показали, что



**Рис. 1.** Рентгеновские спектры, наблюдаемые для изучаемых образцов, отожженных без нагрузки (синяя кривая — FM-AN) и под нагрузкой (красная кривая — FM-SA).

образцы имеют нанокристаллическую структуру с размером кристаллитов, рассчитанным по методу Шеррера, около  $15 \pm 3$  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<sub>3</sub>Si.

Наиболее характерные изображения поверхности и профили поверхности исследуемых образцов, отожженных без нагрузки и под нагрузкой, полученные с помощью АСМ, представлены на рис. 2.

Анализ полученных данных показал, что для образцов, отожженных без нагрузки (FM-AN, рис. 2а и 2б), средняя шероховатость поверхности образцов ( $R_a$ ) составляет порядка  $20.0 \pm 0.1$  нм, а отклонение профиля поверхности от среднего значения  $\Delta Z$ , порядка 100 нм. Для образцов, отожженных под нагрузкой (FM-SA, рис. 2в и 2г),  $R_a \approx 10$  нм, а  $\Delta Z \approx 20.0 \pm 0.1$ . То есть  $R_a$  и  $\Delta Z$  для образцов FM-SA, меньше, чем для FM-AN. Более того значения  $\Delta Z$  могут отличаться на порядок. Таким образом, процедура отжига под нагрузкой приводит к уменьшению шероховатости поверхности. Данный результат никогда не обсуждался в исследованиях по тематике магнитодинамических свойств образцов в виде лент. Изменение динамической магнитной проницаемости ранее всегда интерпретировали с точки зрения возникновения поперечной магнитной анизотропии с малой дисперсией осей легкого намагничивания [2, 7]. При этом уменьшение шероховатости может существенно снизить вклад

поверхностной анизотропии и повысить степень однородности свойств ферромагнитного образца и обеспечить дополнительное увеличение магнитной проницаемости.

Типичные приповерхностные петли магнитного гистерезиса изучаемых лент, измеренных при углах  $\theta$ , равных  $0^\circ$  и  $90^\circ$ , отожженных без нагрузки и под нагрузкой приведены соответственно на рис. 3 и 4.

Видно, что магнитополовое поведение лент зависит от  $\theta$ : при  $\theta = 0^\circ$  петли гистерезиса имеют практически прямоугольную форму (черные кривые), а при  $\theta = 90^\circ$  наблюдается более сложная, наклонная форма петли гистерезиса (красные кривые). Кроме того, для лент FM1 (рис. 3а) и FM3 (рис. 4б) перемагничивание образцов лент при  $\theta = 90^\circ$  идет в два этапа.

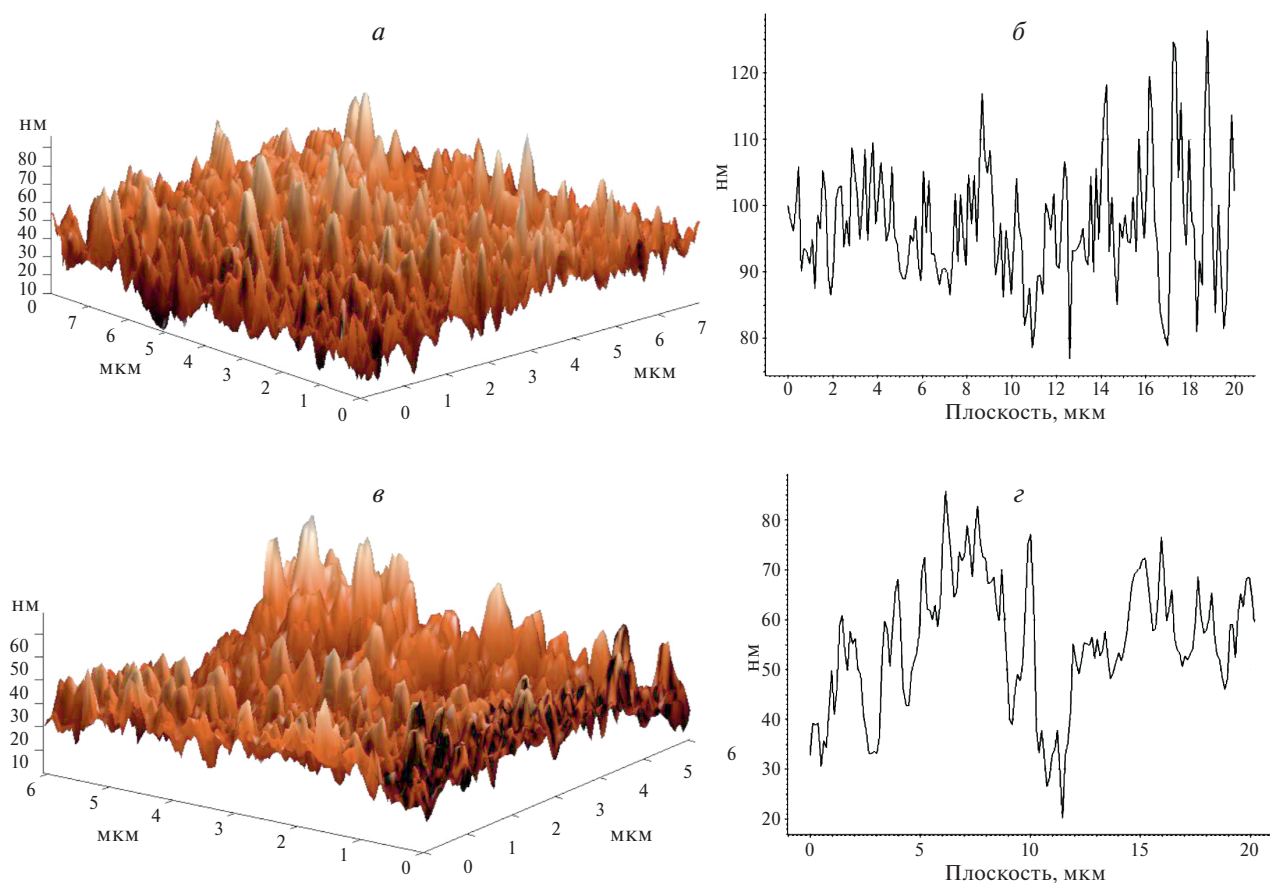
Данные рис. 3 и 4 свидетельствуют также о том, что для лент одинаковой ширины, отжиг под нагрузкой влияет на магнитополовое поведение образцов: форма петель магнитного гистерезиса для образцов, отожженных под нагрузкой (рис. 3б и 4б), отличается от формы петель гистерезиса образцов, отожженных без нагрузки (рис. 3а и 4а), соответственно. Основной причиной появления наведенной магнитной анизотропии после отжига под нагрузкой считается остаточная деформация решетки нанокристаллов [2, 9, 10].

В частности обнаружено, что отжиг под нагрузкой влияет на значения коэрцитивной силы ( $H_c$ ): при  $c = 0.88$  мм наблюдается уменьшение значений  $H_c$  примерно в 2 раза, в то время как при  $c = 0.60$  мм — увеличение значений  $H_c$  примерно в 2 раза. Известно, что отжиг под нагрузкой приводит к формированию поперечной магнитной анизотропии типа «трудная плоскость». Добавление  $S_g$  ведет к увеличению  $H_c$ , также понижается объемная доля нанокристаллитов, образующихся при отжиге [11].

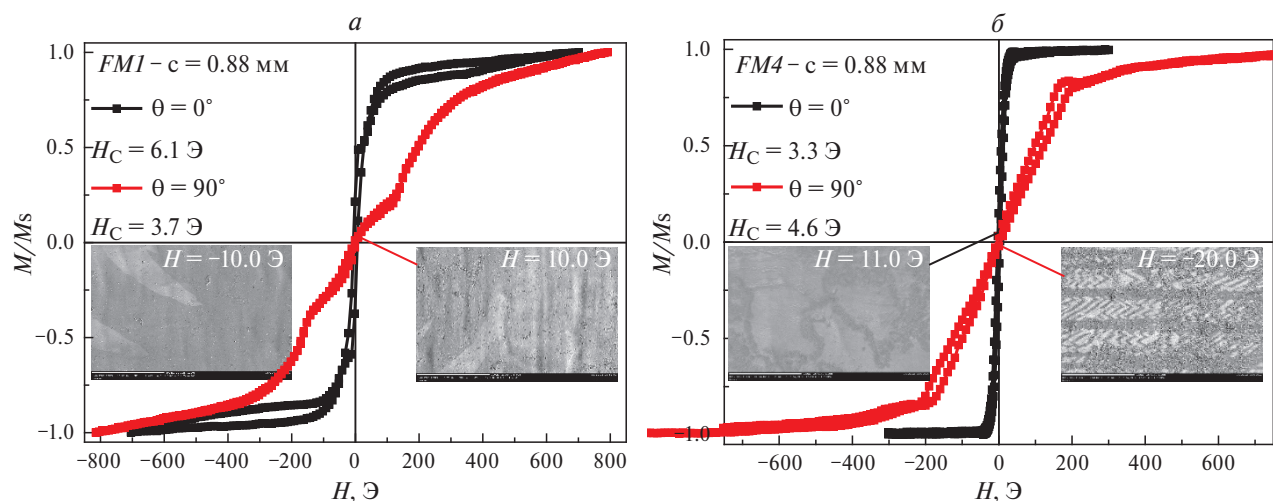
Обнаружено, что изменение геометрии ленты влияет на значения  $H_c$ . По данным рис. 4б и 3б видно, что с уменьшением ширины ленты, отожженной под нагрузкой, значения  $H_c$  увеличиваются примерно в 2.7 раза. В то же время для образца, отожженного без нагрузки рис. 4а и 3а, наблюдается уменьшение значений  $H_c$  примерно в 1.3 раза.

Сравнение приповерхностных значений  $H_c$  с ранее полученными объемными значениями  $H_c$  показало, что приповерхностные значения на порядок больше, чем объемные. Этот факт может быть объяснен наличием микроструктурных и химических неоднородностей в приповерхностных слоях образцов на глубине до 100 нм, что является характерным для материалов, приготовленных описанным методом закалки из расплава [12].

Также были получены изображения магнитной доменной структуры. Типичные видоизменения ДС изучаемых лент представлены на вставках рис. 3 и 4. Видно, что для образцов, ото-



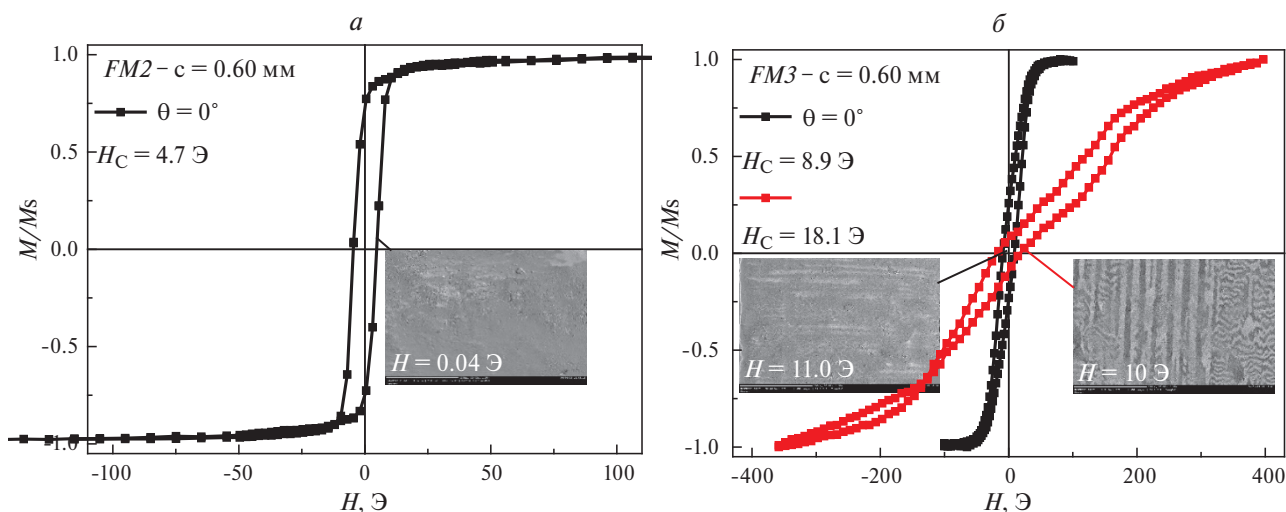
**Рис. 2.** АСМ изображение поверхности (*а, в*) и профиль поверхности (*б, г*), полученные для ленты FM1 (*а, б*), отожженной без нагрузки, и FM4 (*в, г*), отожженной под нагрузкой.



**Рис. 3.** Приповерхностные петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном в плоскости лент, отожженных без нагрузки (FM1) (*а*) и под нагрузкой (FM4) (*б*) с шириной  $c = 0.88$  мм с помощью МО керр-магнитометра.

женных без нагрузки (рис. 3), общий вид магнитной доменной структуры хорошо согласуется с представлениями о магнитных доменах магнитомягкого материала [8]: наблюдаются широ-

кие домены с намагниченностью, ориентированной в плоскости и в противоположных направлениях в соседних доменах. При перемангничивании в направлении короткой стороны ленты



**Рис. 4.** Приповерхностные петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном в плоскости лент, отожженных без нагрузки (FM2) (а) и под нагрузкой (FM3) (б) с шириной  $c = 0.60$  мм с помощью МО керр-магнитометра.

картина несколько усложняется, поскольку направление вдоль оси ленты является направлением легкого намагничивания. При  $\theta = 90^\circ$  перемагничивание осуществляется вдоль оси трудного намагничивания, но упомянутые ранее особенности шероховатости поверхности приводят к повышенной неоднородности процесса намагничивания. Уменьшение магнитного контраста в данной конфигурации подтверждает положение о вкладе процессов вращения и подтверждается также формой петель магнитного гистерезиса.

Оценивая роль геометрии, можно заключить, что для образцов FM1 и FM2, отожженных без нагрузки (рис. 3а и 4а), наблюдаются широкие домены со 180-градусными доменными стенками, что является типичным для мягких ферромагнитных материалов с одноосной магнитной анизотропией [7].

Для образцов, отожженных под нагрузкой (рис. 3б и 4б), наблюдается зависимость особенностей магнитной доменной структуры от угла  $\theta$ , чего и следовало ожидать для материала с индуцированной магнитной анизотропией. После отжига под нагрузкой 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. Экспериментальные данные показывают, что перемагничивание образцов в геометрии  $\theta = 0^\circ$  происходит преимущественно за счет смещения доменных границ, а при  $\theta = 90^\circ$  преимущественно путем вращения вектора намагниченности  $M$ . Для образцов, отожженных под нагрузкой, наблюдается типичная хорошо выраженная зигзагообразная доменная структура [13, 14]. Кроме того,

для образца FM3, отожженного под нагрузкой (рис. 4б), наблюдается одновременно полосовая и зигзагообразная доменная структура. Наблюдаемые структуры доменов согласуются с характеристиками петель гистерезиса, рассмотренными выше.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенного исследования нанокристаллических лент  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  в состояниях после релаксационного отжига и после отжига под нагрузкой определены количественные характеристики морфологии поверхности, особенностей структуры, магнитных и магнитооптических свойствах. Установлено, что изучаемые образцы имеют нанокристаллическую структуру с размером кристаллитов около  $15 \pm 3$  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. Найдено, что уменьшение ширины ленты от 0.88 до 0.60 мм влияет на значение  $H_c$ : для образцов, отожженных без нагрузки, оно уменьшается примерно в 1.3 раза, для образцов, отожженных под нагрузкой, увеличивается примерно в 2.7 раза. Показано, что нагрузка во время отжига приводит к формированию поперечной магнитной анизотропии, по-видимому, как следствие остаточной деформации решетки нанокристаллов. Отжиг под нагрузкой и направление приложения внешнего поля влияют на магнитопольное поведение образцов и магнитооптические свойства: образцы, отожженные без нагрузки, имеют широкие домены с доменными стенками  $180^\circ$ , образцы, отожженные под нагрузкой,



кой, имеют одновременно полосовую и зигзагообразную магнитную доменную структуру, а также наблюдается хаотичное распределение намагниченности, зависящее от  $\theta$ . Полученные экспериментальные результаты могут быть использованы для изготовления сплавов с заранее заданными свойствами, в том числе материалов для индукторов и детекторов слабых магнитных полей.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. McHenry M., Willard M.A., Laughlin D.E. // *Progr. Mater. Sci.* 1999. V 44. P. 291.
2. Kurlyandskaya G.V., Lukshina V.A., Larranaga A. et al. // *J. Alloys Compounds*. 2013. V. 566. P. 31.
3. Еришов Н.В., Лукишина В.А., Федоров В.И. и др. // *ФТТ*. 2013. Т. 55. № 3. С. 460; Ershov N.V., Llukshina V.A., Fedorov V.I. et al. // *Phys. Solid State*. 2013. V. 55. No. 3. P. 508.
4. Serikov V.V., Kleinerman N.M., Volkova E.G. et al. // *Phys. Metal. Metallogr.* 2006. V. 102. P. 268.
5. Moulin J., Mazaleyra F., Mendez A., Dufour-Gergam E. // *J. Magn. Magn. Mater.* 2010. V. 322. P. 1275.
6. Еришов Н.В., Черненко Ю.П., Лукишина В.А. и др. // *ФТТ*. 2021. Т. 63. № 7. С. 834; Ershov N.V., Chernenkov Y.P., Fedorov V.I. et al. // *Phys. Solid State*. 2021. V. 63. No. 7. P. 978.
7. Vazquez M., Kurlyandskaya G.V., Garcia-Beneytez J.M. et al. // *IEEE Trans. Magn.* 1999. V. 35. No. 5. P. 3358.
8. Hofmann B., Kronmüller H. // *J. Magn. Magn. Mater.* 1996. V. 152. No. 91. P. 91.
9. Ohnuma M., Hono K., Yanai T. et al. // *Appl. Phys. Lett.* 2003. V. 83. No. 14. P. 2859.
10. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Нижний Новгород: ИФМ РАН, 2004. 114 с.
11. Еришов Н.В., Федоров В.И., Черненко Ю.П. и др. // *ФТТ*. 2017. Т. 59. № 9. С. 1724; Ershov N.V., Fedorov V.I., Chernenkov Y.P. et al. // *Phys. Solid State*. 2017. V. 59. No. 9. P. 1748.
12. Шалыгина Е.Е., Молоканов В.В., Комарова М.А. // *ЖЭТФ*. 2002. Т. 122. № 3. С. 593; Shalygina E.E., Molokanov V.V., Komarova M.A. // *JETP*. 2002. V. 95. P. 511.
13. Kurlyandskaya G.V., Lezama L., Pasyunkova A.A. et al. // *Materials*. 2022. V. 15. P. 4160.
14. Hubert A., Schäfer R. *Magnetic Domains*. Berlin: Springer, 1998. P. 686.

## Influence of annealing underload on magneto-optical properties of iron-based nanocrystalline ribbons

A. M. Kharlamova<sup>a,\*</sup>, P. Y. Kozhevnikova,<sup>a</sup> T. P. Kaminskaya<sup>a</sup>, G. V. Kurlyandskaya<sup>b</sup>,  
E. E. Shalygina<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Faculty of Physics, Moscow State University, Moscow, 119991 Russia

<sup>b</sup> Institute of Natural Sciences and Mathematics, Ural Federal University, Ekaterinburg, 620002 Russia

\*e-mail: anna-h-m@mail.ru

The results of the influence of load annealing on the magneto-optical properties of soft magnetic nanocrystalline  $\text{Fe}_{68.5}\text{Cr}_5\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Nb}_3\text{Cu}_1$  ribbons obtained by rapid quenching from the melt and then annealed at a temperature of 520°C for 2 h without load and using a specific load of 150 MPa are presented. The near-surface magnetic hysteresis loops and simultaneous visualization of the changes of magnetic domain structure were measured using a magneto-optical Kerr magnetometer. The obtained experimental data that annealing underload leads to the formation of induced magnetic anisotropy and affects the magnetic field behavior of the samples.

**Keywords:** annealing under load, magnetic anisotropy, magnetic domain structure, magneto-optical Kerr effect, soft magnetic materials.

# **Волновые явления: физика и применения**

Редактор тематического выпуска  
канд. физ.-мат. наук **А. Н. Калиш**