

УДК 537.63:53.09853.043

О ВЛИЯНИИ МАГНИТО-ИМПУЛЬСНОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ ПОВЕРХНОСТИ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ЛЕНТОЧНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ Fe(Ni, Cu)(SiB)

© 2023 г. М. Н. Шипко^{а, *}, Т. П. Каминская^б, М. А. Степович^с,
А. А. Вирус^д, А. И. Тихонов^а

^аИвановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина,
Иваново, 153003 Россия

^бМосковский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Москва, 119991 Россия

^сКалужский государственный университет им. К.Э. Циолковского,
Калуга, 248023 Россия

^дИнститут экспериментальной минералогии им. академика Д.С. Коржинского РАН,
Черноголовка, 142432 Россия

*e-mail: michael-1946@mail.ru

Поступила в редакцию 26.06.2022 г.

После доработки 30.07.2022 г.

Принята к публикации 30.07.2022 г.

Методы растровой электронной, атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии совместно с измерениями магнитных характеристик до и после воздействия импульсами слабого магнитного поля (10–100 кА/м) низкой частоты (10–20 Гц) использованы для изучения особенностей состояния поверхности, определяющих доменную структуру, магнитные свойства и магнитные потери при перемагничивании ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB), полученных методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся барабане. Исследованы обе поверхности фольг. Поверхности образцов, прилежавшие к медному барабану, имели неоднородную, характерную для всех быстрозакаленных образцов структуру. Другие стороны фольг были более ровными, отчего они выглядели блестящими. При изучении поверхностей фольг методом атомно-силовой микроскопии после их магнито-импульсной обработки изменений характера структуры поверхности не обнаружено. Изменения зарегистрированы на снимках блестящей стороны образцов, полученных методом магнитно-силовой микроскопии. До магнито-импульсной обработки доменной структуры в образцах не наблюдали. После магнито-импульсной обработки на дефектах структуры обнаружены полосовые домены шириной 0.6–0.8 нм и замыкающие домены шириной от 1.0 до 1.6 нм, а в некоторых областях поверхности наряду с этим был обнаружен слабый магнитный контраст в виде крупных и мелких доменов формы, близкой к треугольной. Установлено, что потери на перемагничивание в большей степени связаны с потерями, обусловленными вихревыми токами, и связаны с шириной доменов (около 1.5 нм), которая зависит от режимов магнито-импульсной обработки незначительно. Полученные результаты исследований могут быть использованы для уточнения методики снятия напряжений, возникающих в процессе изготовления аморфных лент.

Ключевые слова: аморфные сплавы, магнитные домены, поверхность, растровая электронная, атомно-силовая и магнитно-силовая микроскопия.

DOI: 10.31857/S1028096023020103, **EDN:** DSUDDZ

ВВЕДЕНИЕ

Качество цифровых высокочастотных трансформаторов обеспечивается уровнем электромагнитных свойств ленточных аморфных сплавов, используемых при изготовлении магнитопроводов. Одним из таких сплавов является Fe(Ni, Cu)(SiB). Среди свойств таких сплавов особое место занимают коэрцитивная сила, магнитострикция, магнитные потери, которые лимитируются химиче-

ским составом сплава, состоянием поверхности, особенностями ближнего порядка. Использование только традиционных металлургических способов для управления этими свойствами затруднено вследствие высокой степени неопределенности влияния состава аморфного сплава и технологических параметров на магнитостатическую энергию дефектов, реальную магнитную структуру поверхности ленточных образцов [1–3].

Такие факторы оказывают существенное влияние на процессы перемагничивания и, как следствие, на магнитные потери в сердечниках, включающие гистерезисные и более значительные вихревые потери.

Перспективным способом контролируемого изменения вихревых потерь магнитных аморфных сплавов является управление динамикой магнитных доменов. Скорость перемещения доменной стенки при перемагничивании образца связана с электродвижущей силой, возникающей на его локальном участке, она ограничивает вихревые потери. В свою очередь, эта скорость связана с шириной доменов, которая определяется константой анизотропии, намагниченностью насыщения сплава, внутренними напряжениями, вызванными специфическим состоянием поверхности фольг [4–7]. Состояние сплава связано с особенностями его локальной структуры и, прежде всего, с наличием частично кристаллизованных и нанокристаллических участков поверхности, обеспечивающих заметные внутренние напряжения, а также участков с пониженным электрическим сопротивлением. Снижение напряжений, определяющих параметры доменной структуры, возможно не только в результате воздействия лазерного излучения, электронов и ионов. Модификация напряженного состояния поверхности сплава возможна и в результате магнито-импульсного воздействия [8–12]. Использование импульсов слабых магнитных полей на сплавы обеспечивает проявление магнитоэластического эффекта, снижение склонности сплавов к хрупкому разрушению (охрупчиванию).

В силу того, что эксплуатационные характеристики ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB) во многом определяются их локальными свойствами, изучение этих свойств и составляет предмет рассмотрения в настоящей работе.

МЕТОДИКА

Образцы аморфной электротехнической стали Fe(Ni, Cu)(SiB) представляли собой ленты (фольги) толщиной около 100 мкм, шириной 10 мм, длиной 50 мм, которые были получены методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся медном барабане. Для их магнито-импульсной обработки использовали импульсы магнитного поля амплитудой $(5-8) \times 10^3$ А/м² длительностью 0.1–0.5 с и интервалом между импульсами 1–2 с. Количество импульсов составляло 10–50 [13–15].

Изучение локальных характеристик аморфной фольги Fe(Ni, Cu)(SiB) до и после обработки слабыми низкочастотными (10–20 Гц) импульсами магнитного поля проводили методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) [16, 17] и растровой

электронной микроскопии (РЭМ), а также методом рентгеноспектрального микроанализа [18, 19].

Предварительное состояние поверхности контролировали с помощью специально подготовленного для этой цели оптического микроскопа “МКД-Р” фирмы ЛОМО с видеокамерой, соединенной с компьютером. Были использованы следующие объективы: “ПЛАН-АПО F = 5”, “ЛОМО 91036” и “ЛОМО 91048”. Для сохранения и обработки оптических снимков была использована стандартная цифровая видеокамера с приложенной к ней программой Tour View 3.7 For Digital Camera.

Структуру и элементный состав электротехнической фольги изучали с помощью растрового электронного микроскопа Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным рентгеновским спектрометром INCAx-sight. При исследовании топологии поверхности образцов методом РЭМ на поверхности фольги выбирали ровные участки для последующих исследований их методами АСМ и магнитно-силовой микроскопии (МСМ) [16, 17].

При использовании методов АСМ и МСМ для сканирования выбирали гладкие участки фольги с перепадами высот, не превышающими 4–7 нм, что позволило методом латеральных сил визуализировать особенности рельефа фольги. Исследования образцов методом МСМ проводили двухпроходной методикой с использованием зондового микроскопа SMENA-A, платформа Solver (NT-MDT, РФ, Зеленоград). Образцы исследовали в полуконтактной моде методом фазового контраста и в контактной моде методом латеральных сил при комнатной температуре с использованием стандартных кремниевых кантилеверов NANSC ETALON с резонансными частотами от 110 до 235 кГц, с радиусом закругления кончика иглы 10 нм. Для МСМ-исследований были использованы кантилеверы MFM 01 с магнитным покрытием (Co) в режиме частот 50–85 кГц. Кантилевер отводили от поверхности образцов на расстояния $dz = 100$ нм. Размеры изучаемых областей образцов составляли от 2.5×2.5 нм до 80.0×80.0 нм.

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

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Изображения поверхности образцов, полученные методом РЭМ, представлены на рис. 1 и 2, методами АСМ и МСМ – на рис. 3 и 4.

Поверхность полученных фольг, прилегавшая к медному барабану, имела неоднородную, характерную для всех быстрозакаленных образцов, структуру (рис. 1), вследствие чего эта поверхность фольги была матовой. Были обнаружены довольно большие (от ~15–20 до ~100 мкм) не-

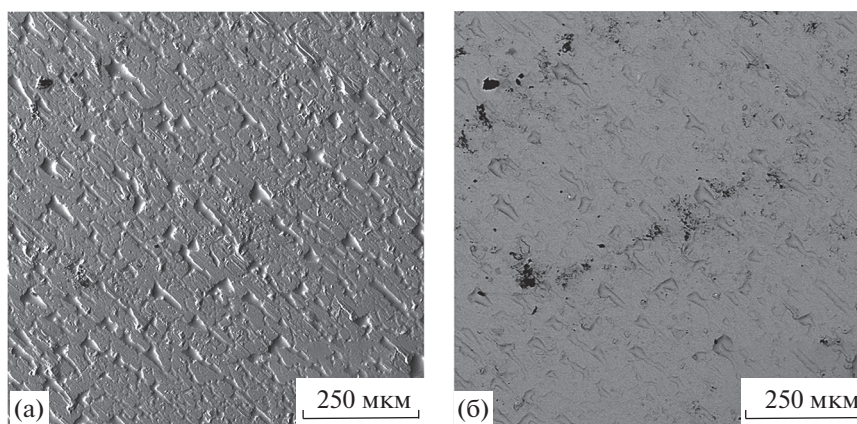


Рис. 1. Поверхность матовой стороны фольги в режимах работы РЭМ: вторичная электронная эмиссия (а) и обратно рассеянные электроны (б).

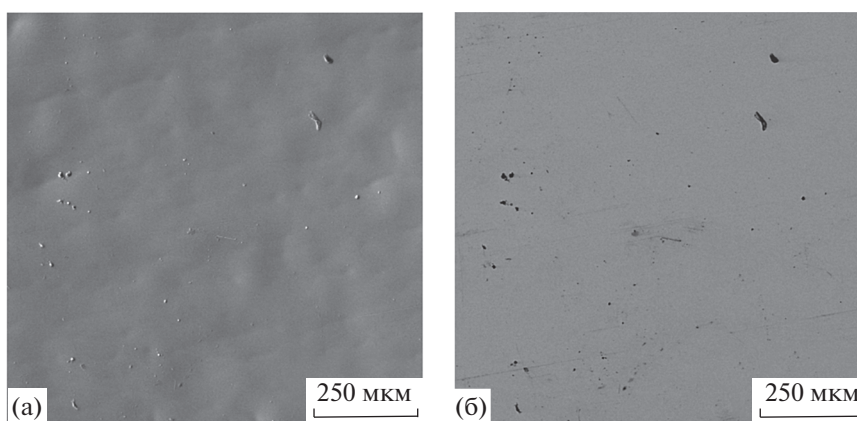


Рис. 2. Поверхность блестящей стороны фольги в режимах работы РЭМ: вторичная электронная эмиссия (а) и обратно рассеянные электроны (б).

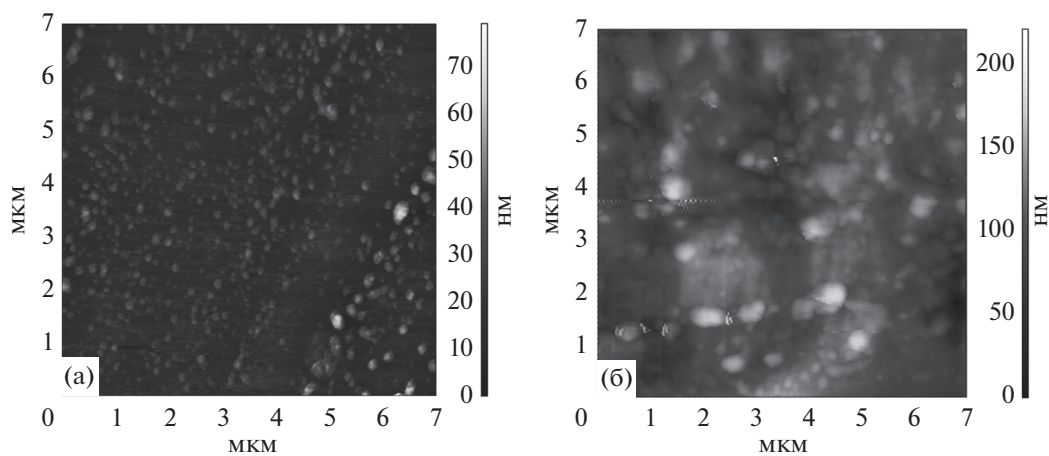


Рис. 3. Поверхность блестящей (а) и матовой (б) сторон фольги, полученные методом АСМ в области сканирования 7×7 мкм. Шкала справа характеризует перепад высот рельефа.

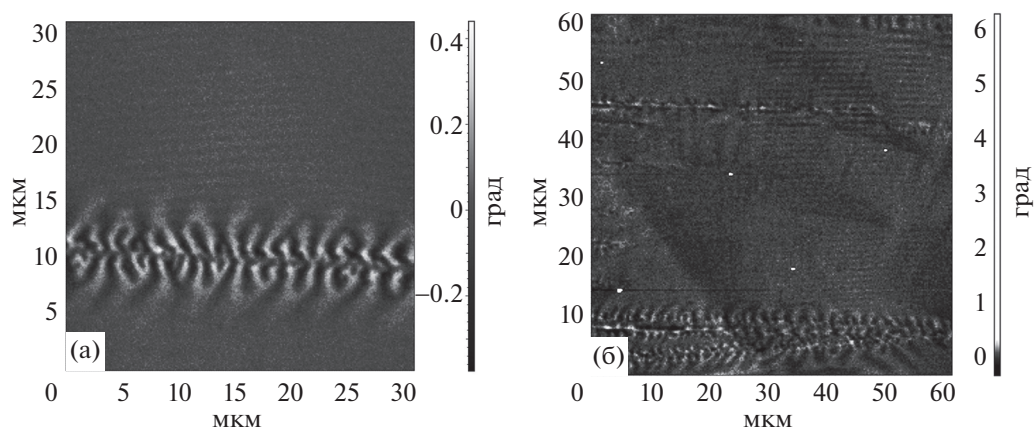


Рис. 4. МСМ-изображение различных участков блестящей стороны фольги в области сканирования 31×31 мкм (а) и 61×61 мкм (б). Шкала справа характеризует фазу сигнала МСМ.

ровности ярко выраженной направленности, обусловленные вращением барабана и характером сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся барабане. Выявлены пористые участки различного размера – в основном менее 10 мкм, а также области скопления таких пористых участков. Пористые участки и их скопления более заметны в виде темных пятен при регистрации сигнала РЭМ в режиме обратно рассеянных электронов (рис. 1б). Другая стороны фольги, блестящая на вид поверхность, имела однородную структуру с меньшим количеством пор размерами менее 10 мкм; скоплений пористых участков здесь не обнаружено (рис. 2).

Структура блестящей и матовой поверхностей исследованы методом АСМ (рис. 3). Блестящая сторона имеет шероховатость около 5–10 нм. На поверхности найдены многочисленные частицы практически круглой формы размерами от 20 до 80 нм. Матовая сторона имеет большую шероховатость, около 40 нм, с многочисленными частицами размером до 200 нм. На матовой поверхности практически отсутствовали плоские участки, что не позволило провести МСМ-исследования. Отметим также, что изучение структуры поверхности с помощью оптического микроскопа показало наличие малых структурно-упорядоченных областей, имеющих цепочечную структуру, которая при магнито-импульсной обработке трансформировалась в сетчатую [12].

При изучении поверхностей фольг методом АСМ после их магнито-импульсной обработки изменений характера шероховатости не обнаружено. Изменения зарегистрированы на МСМ-снимках блестящей стороны образцов. До магнито-импульсной обработки доменной структуры не наблюдали. После магнито-импульсной обработки обнаружены полосовые домены шириной 0.6–0.8 нм и замыкающие домены на дефектах

структуры шириной от 1.0 до 1.6 нм (рис. 4а), а в некоторых областях поверхности наряду с этим был обнаружен слабый магнитный контраст в виде крупных и мелких доменов формы, близкой к треугольной (рис. 4б).

На рис. 5 приведены зависимость коэрцитивной силы от частоты и зависимость потерь на перемагничивание аморфного сплава от индукции магнитного поля.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В аморфных сплавах Fe(Ni, Cu)(SiB) после магнито-импульсной обработки имеет место эволюция локальных неоднородностей, существенное изменение ближнего порядка в расположении атомов. Механизм эффектов может быть связан с иницированием процессов самоорганизации, обеспечивающих изменение локальной конфигурации ближнего порядка, уменьшающих параметры наноразмерных участков сплава. Происходит трансформация цепочечной структуры поверхности аморфного сплава в сетчатую, что, как следствие, обеспечивает снижение константы анизотропии. В результате следует ожидать изменения параметров полосовых доменов, скорости перемещения доменной стенки и, следовательно, снижения вихрековых потерь.

Коэрцитивная сила и удельные потери на перемагничивание [20] зависят от частоты. Для коэрцитивной силы H_c зависимость от частоты ν линейна для удельных потерь, а зависимость удельных потерь на перемагничивание P от частоты можно описать квадратичной функцией (см. ниже). Известно, что изменение коэрцитивной силы связано с изменением соотношения константы анизотропии к намагниченности. В свою очередь, изменение потерь на перемагничивание определяется частотной зависимостью силы ин-

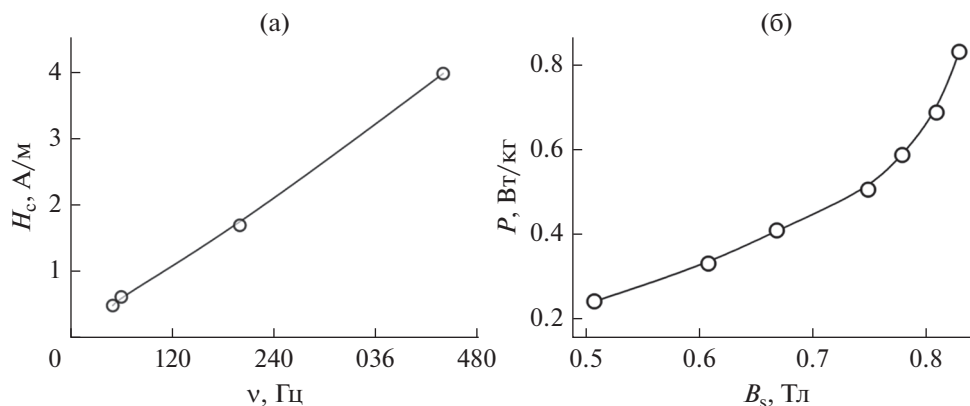


Рис. 5. Зависимости коэрцитивной силы H_c от частоты поля (а) и удельных потерь на перемагничивание P от магнитной индукции поля (б).

дукционного тока, удельного сопротивления ρ и ширины домена d и может быть представлено в виде $P \sim \nu^2 d^2 / \rho$. Диаметр доменов d определяется толщиной ленты h , намагниченностью насыщения M_S , энергией связи спиновых моментов отдельных атомов σ , константой анизотропии K и равен $d = (2\sigma h / K)^{1/2}$; $\sigma = 4A(K + 2\pi M_S)^{1/2}$, а постоянная $A = njS^2/a$ определяется параметрами ближнего порядка: количеством ближайших магнитоактивных атомов n , обменным интегралом j , спином атома S и межатомным расстоянием a . В таком случае можно заключить, что потери на перемагничивание в большей степени связаны с вихревыми потерями, которые квадратично зависят от частоты. Более того, потери на перемагничивание связаны с шириной доменов, которая не является лимитирующей, т.к. она незначительно изменяется с ростом частоты. Учитывая относительно слабую зависимость H_c от частоты, следует ожидать и незначительного изменения ширины домена d от частоты.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучено влияние импульсного магнитного поля на доменную структуру, вихревые потери при перемагничивании быстрозакаленных ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB) при частотах 50–1000 Гц.

Результаты проведенных исследований структуры поверхности и магнитных свойств фольги методами АСМ, МСМ и РЭМ показали, что при определенных параметрах магнитного воздействия наблюдаются изменения магнитных свойств материала при неизменной концентрации присутствующих фаз. Наиболее сильные изменения претерпевают энергия перемагничивания, определяемая по площади петли магнитного гистерезиса, коэффициент прямоугловности петли гистерезиса и остаточная намагниченность. Установлено,

что потери на перемагничивание в большей степени связаны с потерями, обусловленными вихревыми токами, и связаны с шириной доменов (около 1.5 нм), которая зависит от режимов магнито-импульсной обработки незначительно. Полученные результаты исследований могут быть использованы для уточнения методики снятия напряжений, возникающих в процессе изготовления аморфных лент.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271).

Конфликт интересов: авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Глезер А.М., Молотилов 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. Глезер А.М., Плотникова М.Р. // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Сер. математика, физика. 2011. № 11(106). Вып. 23. С. 159.
5. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. // Физика и химия обработки материалов. 2013. № 3. С. 44.
6. Стародубцев Ю., Белозеров В. // Силовая электроника. 2009. № 2. С. 86.
7. Сокол-Кутыловский О.Л. // Международный научно-исследовательский журнал. 2016. № 5-3(47). С. 176.

8. *Alshits V.I., Darinskaya E.V., Koldaeva M.V., Petrzikh E.A.* // Crystallography Reports. 2003. V. 48. № 5. P. 768. <https://www.doi.org/10.1134/1.1612598>
9. *Shipko M.N., Tikhonov A.I., Stepovich M.A., Viryus A.A., Kaminskaya T.P., Korovushkin V.V., Savchenko E.S., Er-emin I.V.* // Bull. RAS: Phys. 2018. V. 82. № 8. P. 988. <https://www.doi.org/10.3103/S1062873818080373>
10. *Viryus A.A., Kaminskaya T.P., Shipko M.N., Bakhteva N.D., Korovushkin V.V., Savchenko A.G., Stepovich M.A., Savchenko E.S. and Todorova E.V.* // IOP Conf. Series: Mater. Sci. Engineer. 2020. V. 848. № 012085. <https://www.doi.org/10.1088/1757-899X/848/1/012085>
11. *Shipko M.N., Sibirev A.L., Stepovich M.A., Tikhonov A.I., Savchenko E.V.* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2021. V. 15. № 5. P. 970. <https://www.doi.org/10.1134/S1027451021050190>
12. *Shipko M.N., Stepovich M.A., Sibirev A.L., Tikhonov A.I., Savchenko E.S. Kaminskaya T.P.* // Bull. RAS: Phys. 2021. V. 85. № 11. P. 1191. <https://www.doi.org/10.3103/S1062873821110356>
13. *Шипко М.Н., Степович М.А., Полемаев В.А., Костюк В.Х.* // Вестник Ивановского государственного энергетического университета. 2011. № 5. С. 49.
14. *Шипко М.Н., Степович М.А., Староверов Б.А., Костюк В.Х.* // Промышленные АСУ и контроллеры. 2012. № 1. С. 2.
15. *Вирюс А.А., Каминская Т.П., Шипко М.Н., Степович М.А.* // Физика и химия обработки материалов. 2013. № 2. С. 71.
16. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004. 114 с.
17. *Сазанова Т.С., Воротынцев И.В.* Атомно-силовая микроскопия: принцип, устройство, применение. Нижний Новгород: НГТУ, 2016. 107 с.
18. Scanning Microscopy for Nanotechnology. Techniques and Applications / Ed. Zhou W., Wang Z.L. Springer Science + Business Media, LLC, 2006. 522 p.
19. *Goldstein J.I., Newbury D.E., Michael J.R., Ritchie N.W., Scott J.H.J., Joy D.C.* Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. N.Y. Inc.: Springer-Verlag, 2018. 550 p.
20. *Вонсовский С.В.* Магнетизм. М.: Наука, 1984. 208 с.

On the Effect of Magnetic Pulsed Treatment on the Surface Structure and Magnetic Properties of Tape Amorphous Alloys Fe(Ni, Cu)(SiB)

M. N. Shipko^{1, *}, T. P. Kaminskaya², M. A. Stepovich³, A. A. Viryus⁴, A. I. Tikhonov¹

¹Lenin Ivanovo State Power Engineering University, Ivanovo, 153003 Russia

²Lomonosov Moscow State University, Moscow, 119991 Russia

³Tsiolkovsky Kaluga State University, Kaluga, 248023 Russia

⁴Academician Korzhinsky Institute of Experimental Mineralogy RAS, Chernogolovka, 142432 Russia

*e-mail: michael-1946@mail.ru

The methods of scanning electron, atomic force, and magnetic force microscopy, together with measurements of the magnetic characteristics before and after exposure to pulses of a weak magnetic field (10–100 kA/m) of low frequency (10–20 Hz), were used to study the features of the surface state that determine the domain structure, magnetic properties and magnetic losses during magnetization reversal of ribbon amorphous Fe(Ni, Cu)(SiB) alloys obtained by ultrafast cooling by melt spraying on a rotating drum. Both surfaces of the foils were studied: the surfaces of the samples adjacent to the copper drum, which had an inhomogeneous structure characteristic of all rapidly quenched samples, and other sides of the foils, the surfaces of which were more even, which made them look shiny. When studying the surfaces of foils by atomic force microscopy after their magnetic pulse processing, no changes in the nature of the surface structure were found. The changes were recorded on the images of the shiny side of the samples by magnetic force microscopy. If no domain structure was observed before magnetic pulse treatment, then after magnetic pulse treatment, stripe domains with a width of 0.6–0.8 nm and closing domains with a width of 1.0–1.6 nm were found on structural defects, and in some areas of the surface, along with this, a weak magnetic contrast in the form of large and small domains with a shape close to triangular. It has been established that the magnetization reversal losses are largely related to the losses caused by eddy currents and are related to the domain width (about 1.5 nm), which depends only slightly on the modes of magnetic pulse processing. The obtained research results can be used to refine the technique for relieving stresses arising in the process of manufacturing amorphous ribbons.

Keywords: amorphous alloys, magnetic domains, surface, scanning electron, atomic force and magnetic force microscopy.