

УДК 539.23

## ПОВЕРХНОСТНАЯ КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ И ПРОЦЕССЫ ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ В АМОРФНЫХ МИКРОПРОВОДАХ

© 2023 г. О. И. Аксенов<sup>а, \*</sup>, А. А. Фукс<sup>а, b</sup>, Г. Е. Абросимова<sup>а</sup>,  
Д. В. Матвеев<sup>а</sup>, А. С. Аронин<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Московская область, 142432 Россия

<sup>б</sup>Национальный исследовательский университет “Высшая школа экономики”, Москва, 105066 Россия

\*e-mail: oleg\_aksenov@inbox.ru

Поступила в редакцию 29.12.2022 г.

После доработки 14.02.2023 г.

Принята к публикации 14.02.2023 г.

Исследована неоднородная по объему кристаллизация аморфных микропроводов состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$ . Выдвинуто предположение о влиянии неоднородного распределения растягивающих и сжимающих напряжений в объеме микропроводов на их кристаллизацию. Установлено, что на начальных этапах кристаллизации происходит преимущественное выделение нанокристаллов в приповерхностной области микропровода толщиной около 2.5 мкм. Установлено, что размеры кристаллов в поверхностном слое микропровода составляют около 10 нм. Обнаружено, что образование аморфно-нанокристаллического слоя на поверхности микропровода приводит к увеличению отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения  $M_r/M_s$ , что связано с уменьшением величины магнитной анизотропии за счет уменьшения уровня напряжений в процессе термообработки и нанокристаллизации. Химическое травление отожженных микропроводов приводит к существенному увеличению отношения  $M_r/M_s$ , что обусловлено ростом относительного объема центрального доменного слоя. Полученные результаты свидетельствуют о потенциале создания композитных аморфно-нанокристаллических структур на базе микропроводов. В случае микропроводов состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$  преимущественная кристаллизация поверхностного слоя может обеспечить увеличение эффекта гигантского магнитного импеданса. Такие объекты могут иметь потенциальное применение в сенсорике, в частности в датчиках магнитного поля и деформации.

**Ключевые слова:** аморфные микропровода, структура, нанокристаллизация, напряжения, термообработка, поверхностная кристаллизация, перемагничивание, химическое травление, остаточная намагниченность, рентгенография, просвечивающая электронная микроскопия, вибрационная магнитометрия.

DOI: 10.31857/S1028096023090029, EDN: ZLHMIO

### ВВЕДЕНИЕ

Управление структурой и свойствами аморфных сплавов путем контролируемой кристаллизации и деформации активно исследуют в последние годы [1–6]. Известно, что наведенное в аморфных материалах напряженное состояние может оказывать существенное влияние на процессы кристаллизации. Так, в работе [7] было показано, что в аморфных лентах на основе сплава  $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$  в областях, подвергнутых сжимающим изгибным напряжениям около 1.5 ГПа, можно наблюдать ускорение нанокристаллизации. Это было обусловлено комбинацией сжимающих напряжений и отрицательного объемного эффекта, наблюдаемого при образовании нанокристаллической фазы, из-за разных плотностей кристаллической и аморфной фазы. Используя этот эффект, можно

вызывать преимущественное выделение кристаллов в определенных областях образцов, создавая таким образом композиционный аморфно-нанокристаллический материал с варьированием структуры и, следовательно, свойств, по сечению образца.

В рамках настоящей работы были исследованы аморфные микропровода состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1} \cdot \text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$ , полученные методом Улитовского–Тейлора. Микропровода характеризуются тем, что в процессе изготовления в них возникает неоднородное распределение напряжений по объему. Так, в центральной части микропроводов присутствуют растягивающие напряжения порядка нескольких сотен МПа. В то же время в поверхностном слое микропровода наблюдаются сильные сжимающие напряжения порядка нескольких

ГПа [8]. Учет влияния напряжений на кинетику кристаллизации материала позволяет предположить, что кристаллизация микропровода может протекать неоднородно по объему.

В аморфном состоянии сплав  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  обладает положительной магнитострикцией насыщения (около  $3 \times 10^{-5}$ ). При кристаллизации происходит выделение нанокристаллов твердого раствора кремния в железе. Постепенное обеднение аморфной матрицы железом приводит к понижению величины магнитострикции материала. Образованные нанокристаллы твердого раствора кремния в железе изначально обладают положительной магнитострикцией. Однако по мере увеличения в нанокристаллах содержания кремния происходит сначала уменьшение положительной магнитострикции нанокристаллов, а затем (после достижения атомного содержания кремния 15,5%) и смена знака магнитострикции нанокристаллов [9]. Это может приводить к формированию в материале магнитострикции, близкой к нулю, что обеспечивает слабую чувствительность материала к деформации и может быть полезно с прикладной точки зрения. Образование аморфно-нанокристаллической структуры в сплаве  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  приводит к существенному росту магнитной проницаемости (до нескольких сотен тысяч). Кроме того, известно, что нанокристаллизация сплава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  может вызывать уменьшение его удельного электрического сопротивления более чем на 20% [10].

Известно, что плотность нанокристаллов, образующихся при кристаллизации сплава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1 \cdot \text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ , выше, чем плотность исходной аморфной матрицы [9]. Это означает, что при кристаллизации наблюдается отрицательный объемный эффект. При отрицательном объемном эффекте зарождение и рост кристаллов облегчаются с ростом сжимающих напряжений и, наоборот, затрудняются в поле растягивающих напряжений. Тогда для микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1} \cdot \text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  именно в поверхностной части провода (область сжимающих напряжений) скорость кристаллизации выше, чем в его центральной части [11]. Использование объемного эффекта может открыть возможность создания композитов, состоящих из поверхностного аморфно-нанокристаллического и центрального аморфного слоя. Такая структура может быть интересна для применения микропроводов в качестве чувствительных элементов датчиков.

Одним из характерных свойств микропроводов является наблюдаемый в них эффект гигантского магнитного импеданса. Он состоит в изменении импеданса магнитного проводника при протекании по нему переменного тока и приложении внешнего постоянного магнитного поля. Наилучшие на данный момент результаты по оп-

тимизации эффекта гигантского магнитного импеданса достигнуты в микропроводах (увеличение импеданса на 600–700% относительно исходных значений) [12–14]. Ранее уже осуществляли попытки исследования эффекта гигантского магнитного импеданса в микропроводах состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  [15, 16]. В данных работах эффект гигантского магнитного импеданса был исследован в аморфных микропроводах, отожженных при различных температурах, и он не превышал 180%.

Как известно, для достижения наилучших показателей эффекта гигантского магнитного импеданса необходимо выполнение двух ключевых условий: снижения электрического активного сопротивления и повышения магнитной проницаемости. Достичь этого удалось в сплаве  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$ , полученного в виде лент, при соотношении нанокристаллической и аморфной фаз 70 : 30 [9]. В сплавах в виде лент уровень механических напряжений существенно ниже, чем в микропроводах. Стандартным режимом обработки для достижения такого соотношения нанокристаллической и аморфной фаз в сплаве  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  является отжиг при температуре 550°C в течение 1 ч. Ранее [11] было показано, что кристаллизация аморфных микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  происходит существенно быстрее, чем в аморфных лентах того же состава. Также в работе [11] проведены расчеты зависимости скорости зарождения нанокристаллов от расстояния до поверхности микропроводов и обнаружена на ранних этапах термообработки преимущественная приповерхностная кристаллизация микропровода.

Настоящая работа посвящена продолжению исследований влияния внутренних закалочных напряжений на образование нанокристаллов при кристаллизации микропровода состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  и изучению влияния поверхностной кристаллизации на перемагничивание микропровода.

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Аморфные микропровода состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1} \cdot \text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  были получены методом Улитовского–Тейлора. Диаметр металлической части микропровода составлял 16,5 мкм, толщина стеклянной оболочки – 3,5 мкм. Исходные образцы были произведены с использованием компонентов высокой чистоты (99,9%). Как показано в [9] термообработка сплава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  для достижения аморфно-нанокристаллической структуры проводится в диапазоне температур 500–560°C. Однако данные из работы [17] показывают, что образование нанокристаллов в сплаве  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1 \cdot \text{Nb}_{3,1}\text{V}_{9,1}\text{Si}_{13}$  наблюдается уже в интервале тем-

ператур 450–500°C. Руководствуясь данными работы [17], вакуумная термообработка аморфных микропроводов проводилась при температуре 480°C. Перед проведением отжига стеклянная оболочка удалялась с поверхности микропроводов методом химического травления.

Состояние поверхности микропроводов оценивали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) с помощью растрового электронного микроскопа Zeiss Supra 50VP.

Исследование структуры и фазового состава образцов до и после термообработки осуществлено на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием  $\text{CoK}_\alpha$ -излучения. В случае, когда образцы состояли из аморфной и нанокристаллической фаз, из экспериментальных кривых выделяли диффузную и дифракционную составляющие, учитывали полуширину и положение диффузного максимума. Более подробно подход описан в работе [18].

Структура поверхностной области микропровода была исследована методом просвечивающей электронной микроскопии. Подготовка образца с приповерхностных областей микропровода осуществлялась с помощью установки Dual Beam VERSA 3D HighVac.

Исследование зависимостей намагниченности от внешнего магнитного поля (петель магнитного гистерезиса) микропроводов проводилось на вибрационном магнитометре PAR VSM Model 155. Погрешность измерения напряженности поля составляла около 1 Э, относительная погрешность измерения магнитного момента  $\pm 2\%$ .

Для проверки положения о преимущественной кристаллизации в приповерхностной области микропровода и изучения влияния кристаллизации на процессы перемангничивания сначала проводили исследование структуры и магнитных свойств образцов после отжига. Затем осуществляли химическое травление поверхностного кристаллического слоя в специально подготовленном растворе глицерина, азотной и плавиковой кислот с дальнейшим повторением экспериментов по исследованию структуры и измерению петель магнитного гистерезиса. Далее проводили сопоставление результатов для отожженных микропроводов и отожженных микропроводов после химического травления.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлена рентгенограмма исходных аморфных микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$ . Как видно из рис. 1, исходные образцы были аморфными: на рентгенограмме наблюдается только диффузное рассеяние от аморфной матрицы.

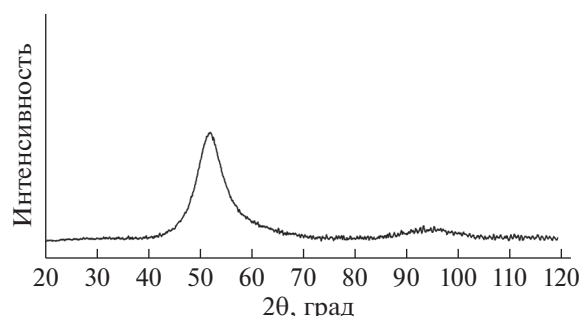
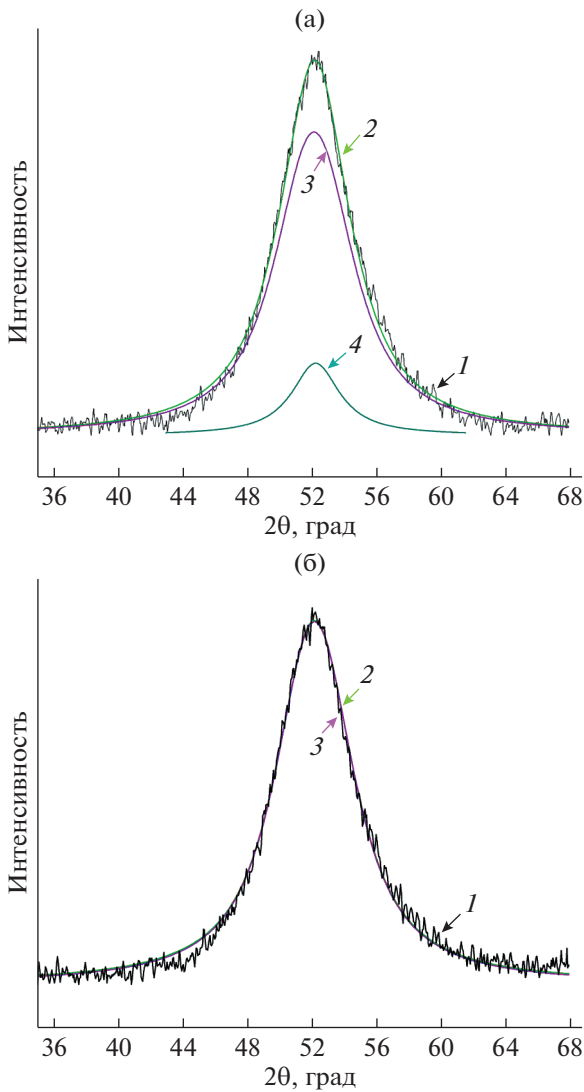


Рис. 1. Рентгенограмма от микропроводов состава  $\text{Fe}_{73,8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3,1}\text{B}_{9,1}\text{Si}_{13}$  до обработки.

Термообработка при температуре 480°C осуществлена в течение различного времени (от 10 до 60 мин). Установлено, что поверхностная кристаллизация происходит только при времени отжига 20 мин. На рис. 2 представлены рентгенограммы микропроводов, отожженных при температуре 480°C в течение 20 мин до и после химического травления металлической части микропровода. Из рис. 2а видно, что после термообработки при температуре 480°C в течение 20 мин наблюдаются как дифракционные отражения от нанокристаллов (кривая 4), так и диффузное рассеяние от оставшейся аморфной матрицы (кривая 3). Дифракционные отражения соответствуют фазе ОЦК-Fe(Si). Анализ интенсивностей отражений в соответствии с методикой [18] показал, что объемная доля нанокристаллов после термообработки составляет несколько процентов. Методом просвечивающей электронной микроскопии было проведено исследование структуры поверхности отожженного микропровода (рис. 3). Размер выделившихся нанокристаллов составил около 10 нм.

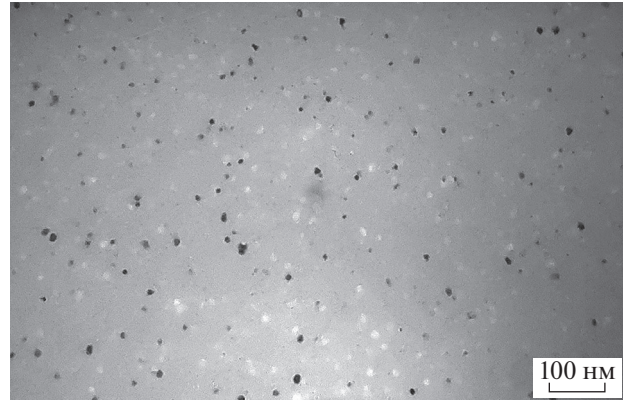
После съемки рентгенограмм отожженных микропроводов (рис. 2а) было проведено их химическое травление в растворе глицерина, плавиковой и азотной кислот для удаления поверхностной части, в которой и происходило образование аморфно-нанокристаллического слоя. На рис. 4 представлены РЭМ-изображения микропроводов до и после химического травления. Химическое травление привело к удалению поверхностного слоя толщиной около 2.5 мкм и уменьшению общей толщины микропровода. В соответствии с работой [8], именно в слое такой толщины в микропроводе диаметром 16.5 мкм сосредоточены сильные сжимающие напряжения. Таким образом, химическое травление должно было полностью удалить поверхностный аморфно-нанокристаллический слой. После сравнения поверхности микропровода были проведены повторные рентгеноструктурные исследования. Как видно из рис. 2б, после химического травления на



**Рис. 2.** Рентгенограммы от микропроводов состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$ , отожженных при температуре  $480^\circ\text{C}$  в течение 20 мин до (а) и после (б) удаления поверхностного кристаллического слоя толщиной 2.5 мкм: 1 – экспериментальная кривая; 2 – суммарная кривая; 3 – рассеяние от аморфной фазы; 4 – дифракционное отражение 110 от нанокристаллов ОЦК-Fe(Si).

рентгенограмме отсутствуют дифракционные отражения от нанокристаллической фазы. Данный результат подтверждает исходное предположение об ускоренной кристаллизации поверхностного слоя микропровода.

Показательным также является анализ кривых перемагничивания отожженных микропроводов, поскольку их форма позволяет оценить эволюцию доменной структуры микропровода. Из работ [19–21] известно, что доменная структура микропроводов, полученных методом Улитовского–Тейлора, определяются комбинацией магнито-



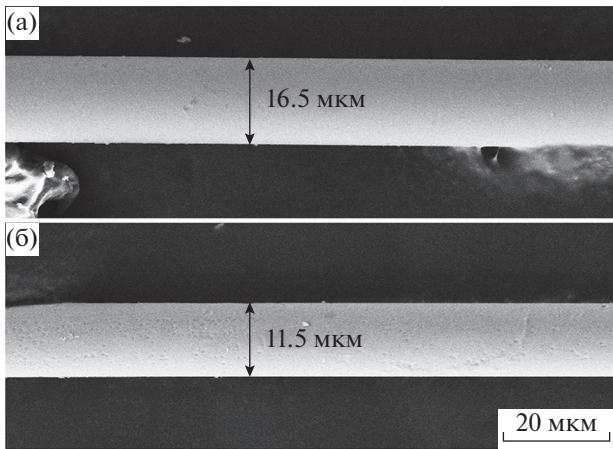
**Рис. 3.** Структура поверхностной части микропровода состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$ , отожженного при температуре  $480^\circ\text{C}$  в течение 20 мин.

статического и магнитоупругого вкладов в свободную энергию. Таким образом, неоднородное распределение напряжений по объему приводит к формированию прослоек с различной магнитной анизотропией и, как следствие, различной доменной структурой. Центральная часть микропровода состоит из доменов с магнитными моментами, ориентированными вдоль оси провода. Поверхностная часть микропровода состоит из кольцевых доменов с радиальной (в случае положительной магнитострикции) и циркулярной (в случае отрицательной магнитострикции) ориентацией магнитных моментов. В работе [22] было показано, что для проводов с радиальной ориентацией намагниченности в поверхностном доменном слое отношение остаточной намагниченности  $M_r$  к намагниченности насыщения микропровода  $M_s$  позволяет оценить размеры центрального  $R_C$  и поверхностного доменного слоя микропровода. Это обусловлено тем, что центральный доменный слой микропровода перемагничивается смещением. В то же время поверхностный доменный слой наилучшим образом описывается процессами вращения вектора намагниченности. Тогда для размера центрального доменного слоя можно записать следующее выражение:

$$R_C/R_m = (M_r/M_s)^{1/2}, \quad (1)$$

где  $R_m$  – радиус металлической части микропровода.

Как упомянуто выше, микропровода состава  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$  обладают положительной магнитострикцией. При кристаллизации происходит постепенное уменьшение уровня магнитострикции насыщения по мере обеднения аморфной матрицы и выделения в ней нанокристаллической фазы. При достижении соотношения между нанокристаллической и аморфной фазами 70 : 30



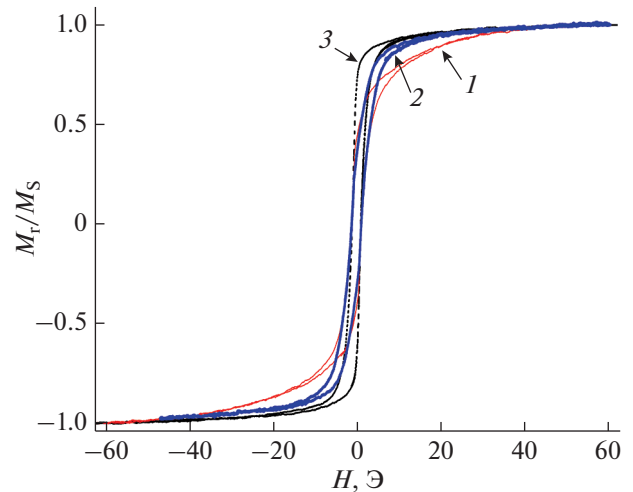
**Рис. 4.** РЭМ-изображение микропровода состава  $Fe_{73.8}Cu_1Nb_{3.1}B_{9.1}Si_{13}$  после отжига  $480^\circ C$  в течение 20 мин до (а) и после (б) химического травления металлической части.

в сплаве состава  $Fe_{73.8}Cu_1Nb_{3.1}B_{9.1}Si_{13}$  наблюдается околонулевая магнитоупругая анизотропия. Толщина поверхностного доменного слоя в исходных микропроводах соответствует толщине приповерхностной области, в которой сосредоточены сжимающие напряжения [8]. После термообработки магнитная доменная структура поверхностного слоя микропровода определяется приповерхностным аморфно-нанокристаллическим слоем. Для оценки влияния кристаллизации на перемагничивание микропроводов были измерены гистерезис намагниченности микропроводов в зависимости от внешнего магнитного поля (рис. 5): исходного, отожженного при температуре  $480^\circ C$  в течение 20 мин, а также отожженного и подвергнутого химическому травлению в течение 40 с (удаление поверхностного слоя толщиной 2.5 мкм).

Как видно из рис. 5, отжиг и химическое травление приводят к увеличению остаточной намагниченности. Отношение  $M_r/M_s$  составляет 0.35 – для исходного микропровода, 0.43 – для микропровода, отожженного при температуре  $480^\circ C$  в течение 20 мин, 0.7 – для отожженного микропровода после химического травления. Это соответствует отношению радиуса центрального доменного слоя к радиусу металлической части микропровода  $R_c/R_m$  для исходного, отожженного и отожженного после травления микропроводов 0.59, 0.66 и 0.84 соответственно.

Наблюдаемое изменение в отношении  $M_r/M_s$  может быть объяснено, исходя из следующих положений.

Отжиг при температуре  $480^\circ C$  в течение 20 мин приводит к уменьшению уровня внутренних механических напряжений. В случае аморфных ферромагнетиков ключевым вкладом в энергию магнитной анизотропии является вклад, опреде-



**Рис. 5.** Петли магнитного гистерезиса исследованных микропроводов: 1 – исходного; 2 – отожженного при температуре  $480^\circ C$  в течение 20 мин; 3 – отожженного при температуре  $480^\circ C$  в течение 20 мин и после подверженного химическому травлению в течение 40 с.

ляемый энергией магнитоупругой анизотропии. Известно, что величина энергии магнитоупругой анизотропии аморфного ферромагнетика может быть записана следующим образом [9]:

$$E_\sigma \sim \lambda_s \sigma \sin^2 \theta, \quad (2)$$

где  $\theta$  – угол между осью провода и вектором намагниченности,  $\sigma$  – величина напряжений в материале,  $\lambda_s$  – магнитоупругая анизотропия насыщения. Исходя из (2), уменьшение величины напряжений при термообработке микропроводов приводит к уменьшению величины энергии магнитоупругой анизотропии.

Происходит нанокристаллизация поверхностного слоя, что приводит к возникновению дополнительного вклада в энергию магнитной анизотропии (вклад магнитокристаллической анизотропии). Размер формируемых нанокристаллов значительно меньше длины обменного взаимодействия  $L_{ex} \approx 35$  нм [9]. Это приводит к существенному уменьшению эффективной магнитокристаллической анизотропии даже по сравнению с исходной магнитоупругой анизотропией аморфного микропровода. Однако уровень напряжений в поверхностном доменном слое на порядок выше, чем в центральном. Если уменьшение энергии магнитной анизотропии в поверхностном слое за счет нанокристаллизации ниже, чем уменьшение энергии магнитоупругой анизотропии в центральном доменном слое за счет уменьшения уровня напряжений, то более выгодным оказывается увеличение объема центрального доменного слоя. Из рис. 5 видно, что после термообработки наблюдается увеличение отноше-

ния  $M_r/M_s$ . Это соответствует увеличению объема центрального доменного слоя.

Химическое травление отожженного микропровода приводит к удалению из провода области, в которой сосредоточены сжимающие напряжения и аморфно-нанокристаллический слой. Тогда значительно увеличивается относительный размер центрального доменного слоя, что отражается в существенном росте отношения  $M_r/M_s$  (повышается прямоугльность петли гистерезиса). Поскольку  $M_r/M_s < 1$ , поверхностный доменный слой по-прежнему присутствует в микропроводе. Это свидетельствует о том, что химическое травление не привело к его полному удалению.

Таким образом, состояние поверхности аморфных микропроводов оказывает принципиальное влияние как на формирование кристаллической структуры таких материалов, так и на эволюцию их магнитной доменной структуры и процессы перемангничивания.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована неоднородная по объему кристаллизация аморфного микропровода состава  $Fe_{73.8}Cu_1Nb_{3.1}B_{9.1}Si_{13}$ . На ранних этапах кристаллизации выделение нанокристаллов происходит в приповерхностной области микропровода (около нескольких мкм толщиной), в которой сосредоточены закалочные сжимающие механические напряжения. Средний размер образующихся нанокристаллов составляет 10 нм. Отжиг при температуре 480°C в течение 20 мин приводит к увеличению отношения  $M_r/M_s$  благодаря уменьшению величины энергии магнитной анизотропии в поверхностном магнитном доменном слое за счет релаксации напряжений и образовании нанокристаллов. Удаление поверхностного слоя с аморфно-нанокристаллической структурой вызывает увеличение прямоугльности петли гистерезиса в связи с увеличением относительного объема центрального доменного слоя, имеющего осевую анизотропию.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФТТ РАН. Для приготовления фольг для электронно-микроскопических исследований использовалось оборудование центра коллективного пользования (ЦКП) ИФТТ РАН.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Greer A.L., Cheng Y.Q., Ma E. // Mater. Sci. Eng. 2013. V. R74. P. 71. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2013.04.001>

2. Постнова Е.Ю., Абросимова Г.Е., Аронин А.С. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2021. № 11. С. 5.
3. Абросимова Г.Е., Аронин А.С. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2018. № 5. С. 91.
4. Glezer A.M., Khriplivets I.A., Sundeev R.V., Louzguine-Luzgin D.V., Pogozhev Yu.S., Rogachev S.O., Bazlov A.I., Tomchuk A.A. // Mater. Let. 2020. V. 281. P. 128659. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128659>
5. Inoue A., Ochiai T., Horio Y., Masumoto T. // Mater. Sci. Eng. 1994. V. A179/A180. P. 649. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90286-0](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90286-0)
6. Louzguine D.V., Inoue A. // J. Non-Cryst. Solids. 2002. V. 311. P. 281. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(02\)01375-3](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(02)01375-3)
7. Yavari A. R., Georgarakis K., Antonowicz J., Stoica M., Nishiyama N., Vaughan G., Chen M., Pons M. // Phys. Rev. Lett. 2012. V. 109. P. 085501. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.109.085501>
8. Chiriac H., Ovari T.A., Pop G. // Phys. Rev. B 1995. V. 52. P. 10104. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.52.10104>
9. Herzer G. // Phys. Scr. 1993. V. 49. P. 307. <https://doi.org/10.1088/0031-8949%2F1993%2FT49A%2F054>
10. Chiriac H., Ovari T.A. // ProgMater Sci. 1996. V. 40. P. 333. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(97\)00001-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(97)00001-7)
11. Fuks A., Abrosimova G., Aksenov O., Churyukanova M., Aronin A. // Crystals. 2022. V. 12. P. 1494. <https://doi.org/10.3390/cryst12101494>
12. Talaat A., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez-Legarreta L., Hernando B., del Val J.J., González J., Zhukov A. // J. Appl. Phys. 2014. V. 115. P. 17A313. <https://doi.org/10.1063/1.4863484>
13. Corte-León P., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez J., Zhukov A. // Intermetallics. 2019. V. 105. P. 92. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.11.013>
14. Gonzalez A., Zhukova V., Corte-Leon P., Chizhik A., Ipatov M., Blanco J. M., Zhukov A. // Sensors. 2022. V. 22. № 3. P. 1053. <https://doi.org/10.3390/s22031053>
15. Churyukanova M., Kaloshkin S., Shuvaeva E., Mitra A., Panda A.K., Roy R.K., Murugaiyan P., Corte-Leon P., Zhukova V., Zhukov A. // J. Magn. Magn. Mater. 2019. V. 492. P. 165598. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165598>
16. Zhukov A., Ipatov M., Corte-León P., Gonzalez-Legarreta L., Churyukanova M., Blanco J.M., Gonzalez J., Taskaev S., Hernando B., Zhukova V. // J. Alloys Compd. 2020. V. 814. P. 152225. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152225>
17. Clavaguera N., Pradell T., Jie Z., Clavaguera-Mora M.T. // Nanostruct. Mater. 1995. V. 6. P. 453. [https://doi.org/10.1016/0965-9773\(95\)00094-1](https://doi.org/10.1016/0965-9773(95)00094-1)
18. Abrosimova G.E., Aronin A.S., Kholstinina N.N. // Phys. Solid State. 2010. V. 52. P. 445.
19. Chizhik A., Stupakiewicz A., Zhukov A., Maziewski A., Gonzalez J. // IEEE Trans. Magn. 2015. V. 51.

- P. 200234.  
<https://doi.org/10.1109/INTMAG.2015.7157157>
20. *Chen D.M., Xing D.W., Qin F.X., Liu J.S., Wang H., Wang X.D., Sun J.F.* // *Phys. Status Solidi. A.* 2013. V. 210. P. 2515.  
<https://doi.org/10.1002/pssa.201329246>
21. *Usov N., Antonov A., Dykhne A., Lagarkov A.* // *J. Magn. Magn. Mater.* 1997. V. 174. P. 127.  
[https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(97\)00130-3](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)00130-3)
22. *Chiriac H., Ovari T.A., Pop G.* // *J. Magn. Magn. Mater.* 1996. V. 157. P. 227.  
[https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(97\)00001-7S0079642597000017](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(97)00001-7S0079642597000017)

## Surface Crystallization and Magnetization Reversal Processes in Amorphous Microwires

O. I. Aksenov<sup>1, \*</sup>, A. A. Fuks<sup>1, 2</sup>, G. E. Abrosimova<sup>1</sup>, D. V. Matveev<sup>1</sup>, A. S. Aronin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Solid State Physics, Chernogolovka, Moscow Region, 142432 Russia*

<sup>2</sup>*National Research University Higher School of Economics, Moscow, 105066 Russia*

\*e-mail: oleg\_aksenov@inbox.ru

The bulk-inhomogeneous crystallization of amorphous microwires of composition  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$  has been studied. An assumption was put forward about the influence of the non-uniform distribution of tensile and compressive stresses in the bulk of microwires on their crystallization. It has been established that at the initial stages of crystallization the crystallization occurs in the near-surface region of a microwire with a thickness of about 2.5  $\mu\text{m}$ . It has been established that the sizes of nanocrystals in the surface region of microwire are about 10 nm. It was found that the formation of an amorphous nanocrystalline layer on the microwire surface leads to an increase in the  $M_r/M_S$  ratio (ratio of remanent magnetization to saturation magnetization), which is associated with a decrease in the magnetic anisotropy due to a decrease in the stress level during heat treatment and nanocrystallization. Chemical etching of annealed microwires leads to a significant increase in the  $M_r/M_S$  ratio, which is due to an increase in the relative volume of the central domain layer. The results obtained indicate the potential for creating composite amorphous-nanocrystalline structures based on microwires. In the case of microwires of  $\text{Fe}_{73.8}\text{Cu}_1\text{Nb}_{3.1}\text{B}_{9.1}\text{Si}_{13}$  composition, the predominant crystallization of the surface layer can increase the effect of the giant magnetic impedance. Such objects may have potential applications in sensorics, in particular, in magnetic field and strain sensors.

**Keywords:** amorphous microwires, structure, nanocrystallization, stresses, heat treatment, surface crystallization, magnetization reversal process, chemical etching, residual magnetization, X-ray diffraction, transmission electron microscopy, vibrational magnetometry.