

**ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ
И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА**

УДК 539.213.2:537.622.4

**ПРОЦЕССЫ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИИ В АМОРФНОМ СПЛАВЕ
Co₆₉Fe_{3.7}Cr_{3.8}Si_{12.5}B₁₁ С БЛИЗКОЙ К НУЛЮ МАГНИТОСТРИКЦИЕЙ
И ИХ ВЛИЯНИЕ НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И ХАРАКТЕРИСТИКИ
МАГНИТНЫХ ШУМОВ, ОБУСЛОВЛЕННЫХ СКАЧКАМИ БАРКГАУЗЕНА**

© 2015 г. И. Б. Кекало*, Л. З. Лубяный**, П. С. Могильников*, И. А. Чичибаба**

*Национальный исследовательский технологический университет МИСиС
119991 Москва, Ленинский проспект, 4

**Национальный технологический университет ХПИ, 61002 Украина, Харьков, ул. Фрунзе, 21
e-mail: pavel_mog@mail.ru

Поступила в редакцию 11.07.2014 г.;
в окончательном варианте – 22.01.2015 г.

Изучена эволюция гистерезисных магнитных свойств и характеристик магнитных шумов, вызванных скачками Баркгаузена, в зависимости от развития в различных температурных районах отжига отличающихся по своей природе процессов структурной релаксации. Показано, что изученный аморфный сплав на основе кобальта обладает высокой по сравнению со сплавами на основе железа пространственной однородностью магнитных шумов. Стабилизация границ доменов вследствие направленного упорядочения (при температурах отжига $T_a < T_c$) и процессы кластеринга (при $T_a > T_c$), фиксируемые методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, не только влияют на уровень гистерезисных магнитных свойств, но определяют и магнитошумовые характеристики сплава. Сопоставление динамики магнитошумовых закономерностей с изменением магнитострикции насыщения λ_s позволило прийти к заключению, что не только направленное, но и изотропное ближнее упорядочение влияет на особенности характеристик магнитных шумов. Выявлены интервалы температур отжига, обеспечивающие приемлемые значения гистерезисных магнитных свойств при одновременном низком уровне магнитных шумов. Такая ситуация складывается при некоторой оптимальной концентрации кластеров в изученном сплаве.

Ключевые слова: гистерезисные магнитные свойства (ГМС), магнитострикция насыщения, скачки Баркгаузена, магнитные шумы.

DOI: 10.7868/S0015323015070098

ВВЕДЕНИЕ

Аморфные сплавы на основе кобальта с близкой к нулю магнитострикцией, обладая чрезвычайно высокими магнитными свойствами в малых полях, прочно заняли свою нишу в современной технике [1–3]. В них, как и в других классах аморфных сплавов, при отогреве протекают процессы структурной релаксации, различающиеся по своей природе и термодинамическим стимулам [4]. Развитие этих процессов сказывается на подвижности границ доменов (ГД), а следовательно, и на уровне гистерезисных магнитных свойств (ГМС). К таким процессам структурной релаксации следует отнести следующие процессы.

1. Усиление топологической однородности аморфной фазы (“гомогенизация” аморфной фазы) вследствие уменьшения локальных флуктуаций плотности различного пространственного диапазона. Этот процесс, происходящий при отжиге, можно трактовать как уменьшение количества и эффективности различного рода дефектов

аморфной структуры [5], которые создают пиннинг ГД. Гомогенизация аморфной фазы происходит в результате выхода избыточной составляющей свободного и релаксации закалочных напряжений σ_i (в случае тороидальных образцов и за счет релаксации изгибных напряжений σ_n) [6]. При рассмотрении структурных неоднородностей того или иного пространственного диапазона применяют метод их описания в терминах полей напряжений. В этом случае появляется возможность при обсуждении связи между степенью структурной неоднородности и магнитными свойствами пользоваться естественной для физиков – магнитологов характеристикой, какой является константа магнитоупругой анизотропии K_σ :

$$K_\sigma = \frac{3}{2}\lambda_s\sigma, \quad (1)$$

где σ – внутренние напряжения, λ_s – магнитострикция насыщения.

2. Задержка границ доменов (в данном случае – стабилизация ГД) вследствие развития с течением времени процессов направленного упорядочения, происходящих под действием сил магнитного взаимодействия между ближайшими металлическими атомами [7]. Стабилизация ГД проявляется, в частности, в виде таких двух эффектов (эффектов магнитного последействия), коими являются магнитно-обратимый временной спад начальной проницаемости (ВСП) и температурный провал начальной проницаемости (ТПП), наблюдаемый ниже точки Кюри. Для этих эффектов магнитного последействия характерны две особенности. Во-первых, магнитная обратимость – начальная проницаемость восстанавливается до исходного уровня в результате перемагничивания переменным полем. Во-вторых, термическая обратимость – проницаемость восстанавливается в результате быстрого охлаждения (закалки) от температуры, превышающей точку Кюри.

Однако в случае аморфных сплавов указанные эффекты магнитного последействия приобретают специфические черты. Релаксированные значения магнитных свойств этих материалов (μ_a , H_c) могут не восстанавливаться в полной мере до исходного уровня в результате перемагничивания [1, 4, 8], т.е. в них наблюдается только частичная магнитная обратимость. Обратимую по отношению к магнитному воздействию (перемагничиванию) составляющую ВСП принято обозначить как ВСП-1, а необратимую – как ВСП-2 [1,4]. Именно составляющая ВСП-2 обуславливает деградацию магнитных свойств (μ_a и H_c) в результате отжига, поскольку перемагничивание в этом случае не приводит к полному восстановлению исходного уровня этих свойств, как это происходит, когда имеет место только ВСП-1.

3. Процессы, приводящие к образованию локальных структурно-композиционных неоднородностей (кластеров), о существовании и эволюции которых при отжиге судят по результатам, полученными методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (SAXS-method) [9–11] (см. также [5]). Как известно, малоугловое рассеяние рентгеновских лучей (МУР) обусловлено существованием в облучаемом теле локальных неоднородностей электронной плотности, о происхождении которых можно судить только на уровне в той или иной мере обоснованных предположений.

Кластерообразование в аморфных сплавах на основе кобальта может быть двух типов: низкотемпературное, проявляющиеся при температурах отжига на 150–200°С ниже температуры кристаллизации T_x , и высокотемпературное, проявляющиеся при температурах отжига, близких к температуре T_x . Последний тип кластеринга связан с перераспределением атомов в связи с развитием начальных стадий кристаллизации [5]. В вы-

сокотемпературных кластерах характер атомного упорядочения, скорее всего, отражает структуру тех фаз, которые в первую очередь образуются при кристаллизации [12]. В ряде аморфных сплавов на основе кобальта наблюдается эффект уменьшения интенсивности МУР с повышением температуры отжига [6]. Данный эффект можно трактовать как результат растворения (“рассасывания”) кластеров в силу их энергетической невыгодности при повышенных температурах.

4. В соответствии с концепцией, сформулированной Эгами [13, 14] (см. также [5]), при оттогреве аморфных сплавов в них протекают процессы изотропного упорядочения, которые вызывают весьма специфического характера зависимости физических свойств, в том числе и магнитострикции λ_s , от температуры отжига. Интерпретация этих зависимостей была дана на основе модели равновесных значений свойств. Изменение магнитострикции в зависимости от температуры отжига (рост ее величины или уменьшение, перемена знака) может в широких пределах изменять начальную проницаемость в аморфных сплавах с низкой магнитострикцией, поскольку величина магнитострикции может определять удельную площадь границ доменов S , от которой в соответствии с выражением

$$\mu_a \sim \frac{I_s^2 S}{\alpha}, \quad (2)$$

зависит начальная проницаемость [7]. Здесь I_s – намагниченность насыщения, S – удельная площадь ГД (S – фактор), $\alpha = (d^2 E/dx^2)_{x_0}$ – так называемый коэффициент жесткости, определяющий сопротивление смещению ГД из положения равновесия x_0 – дна потенциальной ямы (α -фактор), E – удельная энергия ГД. В частности, в исходных (ЗЖС) аморфных сплавах со столь низкой магнитострикцией ($\lambda_s \leq 10^{-7}$), что магнитоупругая константа K_σ (1) становится меньше константы анизотропии формы

$$K_N = \frac{1}{2} N I_s^2, \quad (3)$$

основная доменная структура при условии $K_\sigma < K_N$ будет состоять из продольных пластинчатых доменов. Это предопределяет коэффициент $K_\pi = B_r/B_s$, близкий к единице, низкую удельную площадь ГД и, соответственно, низкие значения начальной проницаемости. Из-за роста магнитострикции при отжиге может начать выполняться условие $K_\sigma > K_N$, что приводит к дроблению доменной структуры и, соответственно, увеличению начальной проницаемости. Возникает нетривиальная ситуация – повышение μ_a стимулируется ростом λ_s .

Применение аморфных сплавов для изделий радиоэлектронной техники и приборостроения предполагает низкие магнитошумовые свойства этих материалов. Однако этому вопросу посвящены только единичные работы. В работе [15] изучали в статическом режиме намагничивания распределение скачков Баркгаузена (СБ) по магнитным полям тороидальных образцов сплавов $\text{Fe}_{84}\text{B}_{16}$ ($\lambda_s \approx 30 \times 10^{-6}$) и $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ ($\lambda_s \approx 10^{-6}$). Было показано, что намагничивание происходит в три стадии: в слабых полях путем малых СБ, затем следуют “гигантские” скачки, а завершается техническое намагничивание опять-таки относительно малыми СБ. В работах [16, 17] были изучены параметры СБ в ленточных образцах аморфных сплавов на основе железа.

Цель данной работы – выяснение вопроса о том, как стабилизация ГД вследствие направленного упорядочения и кластеринг, фиксируемый методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, влияют на гистерезисные магнитные свойства и на характеристики магнитных шумов (МШ) в аморфном сплаве на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией.

В представленной работе приводятся результаты исследования аморфного сплава состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3.7}\text{Cr}_{3.8}\text{Si}_{12.3}\text{B}_{11}$ с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s \leq 10^{-7}$), так что в исходном состоянии у него $K_\sigma < K_N$. Сплав был получен спиннингованием в виде ленты толщиной около 25 мкм и шириной 5 мм. Аморфное состояние сплава контролировали рентгеновским методом. Гистерезисные магнитные свойства, а именно, коэрцитивную силу H_c и коэффициент прямоугольности петли гистерезиса K_H , измеряли в статическом режиме или на тороидальных образцах обычным баллистическим методом, или на ленточных образцах с помощью описанной ниже установки. Проницаемость μ_2 ($H = 5$ мЭ) при частоте магнитного поля $f = 1$ кГц определяли на тороидальных образцах с использованием автоматизированной установки, позволяющей обработанные компьютером результаты получать на экране дисплея. Магнитострикцию насыщения λ_s измеряли методом малоуглового вращения намагниченности (SAMR-method).

Малоугловые рентгеновские снимки получали с помощью высоковакуумного малоуглового дифрактометра в излучении CoK_α (см. [10, 11]). Использовалась схема коллимации первичного рентгеновского пучка по методу Кратки путем накопления рассеянных квантов в заданное время [9]. Абсолютную интенсивность МУР при этом измеряли методом калиброванного эталона. Комплекс сбора и обработки результатов предусматривал последующую компьютерную обработку индикатрис МУР.

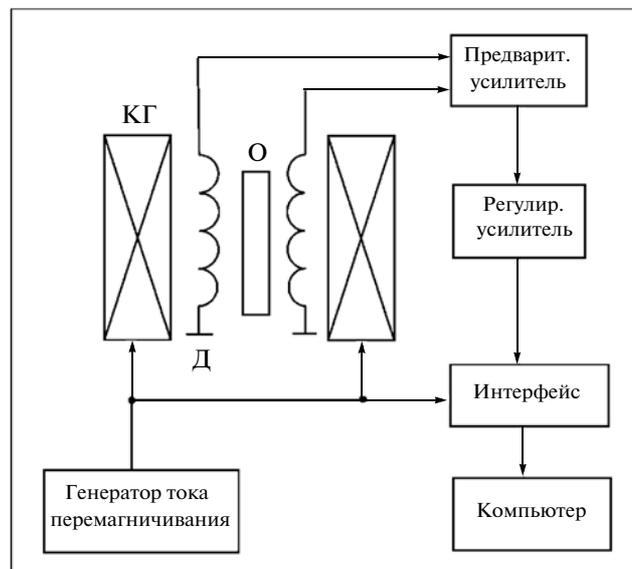


Рис. 1. Схема установки (магнитошумовой структуроскоп), предназначенной для изучения магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена.

Релаксацию изгибных напряжений оценивали по параметру $\gamma = (1 - R_0/R_{T,t})$, где R_0 – радиус кварцевой оправки, на которую навивают ленту, $R_{T,t}$ – остаточный радиус кривизны ленты после отжига при температуре T в течение времени t .

Чтобы предотвратить влияние стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения на результаты измерения магнитных свойств, охлаждение после отжигов во всех случаях проводили ускоренно – путем закалки в воде или охлаждением на воздухе.

Схема установки (магнитошумовой структуроскоп), разработанной Лубяным с сотрудниками [18], приведена на рис. 1. Ленточный образец (О) помещается внутрь измерительной катушки датчика (Д), которая, в свою очередь, располагается внутри намагничивающей системы – катушек Гельмгольца (КГ). Генератор тока перемагничивания создает в КГ линейно изменяющееся магнитное поле треугольной формы. При этом от СБ в измерительной катушке датчика Д генерируются импульсы ЭДС. Эти импульсы ЭДС поступают на вход усилительного тракта. Вторая измерительная катушка служит для устранения влияния сигнала помехи на процесс измерения СБ. На вход усилителя поступают одновременно два сигнала – нужный сигнал с датчика Д и сигнал помехи со второй катушки. Первый из них не пропускается, если на входе существует сигнал помехи. Программа обработки результатов эксперимента позволяет в автоматическом режиме строить распределение плотности магнитных шумов (плотности СБ) в интервале поля dH от амплитуды по-

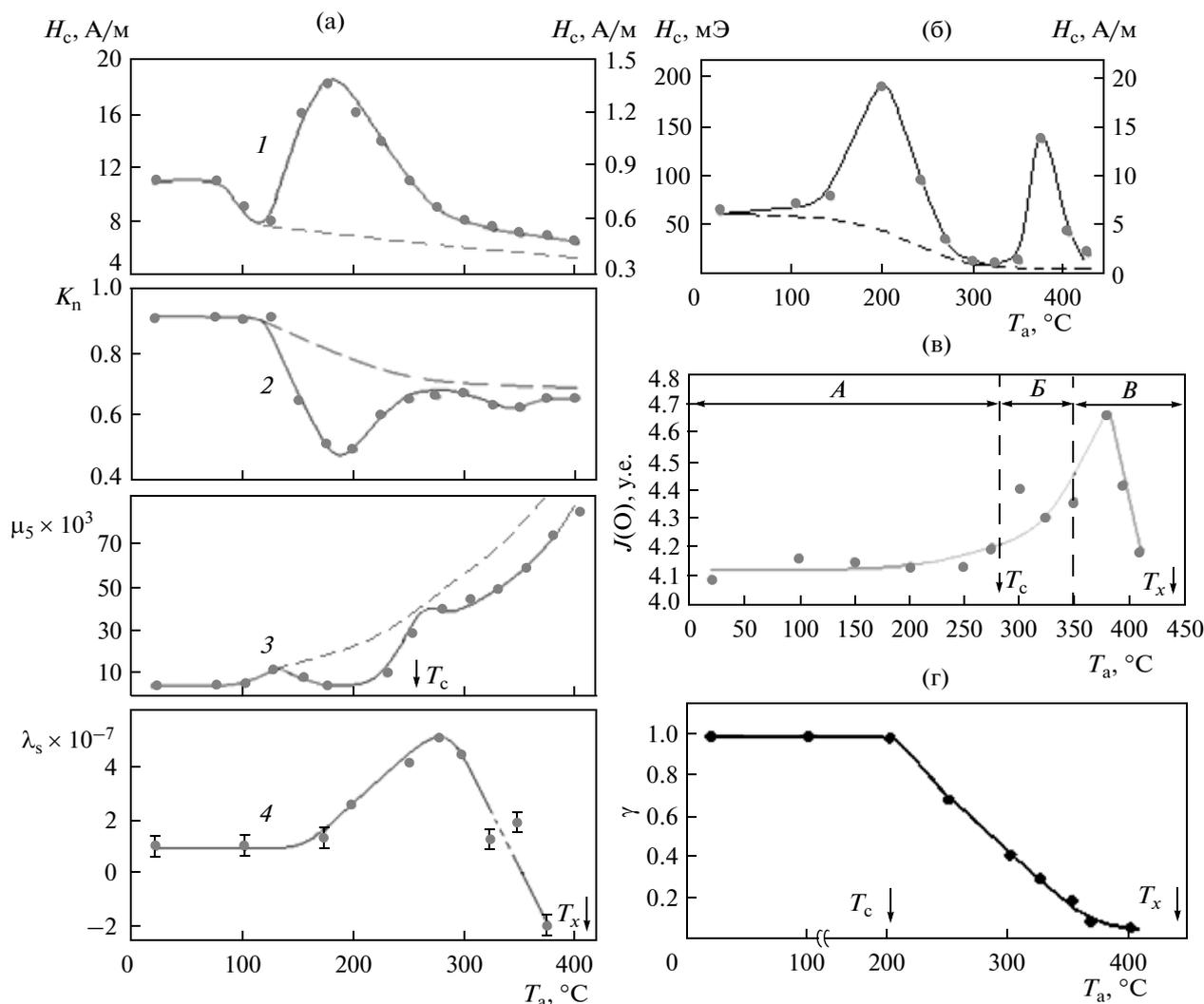


Рис. 2. Влияние температуры отжига T_a (0.5 ч) на магнитные свойства (H_c , μ_5 , K_p , λ_s) исходных тороидальных образцов аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3.7}\text{Cr}_{3.8}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{11}$:

а – H_c и K_p измерялись в статическом режиме; проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ) – при частоте $f = 1$ кГц; б – то же, но в отношении только коэрцитивной силы, измеренной на ленточных образцах; Штриховые кривые – предполагаемое изменение магнитных свойств вследствие гомогенизации аморфной фазы в отсутствие других процессов структурной релаксации; в – влияние температуры отжига T_a (0.5 ч) на интенсивность $J(0)$ малоуглового рассеяния рентгеновских лучей; г – то же в отношении параметра релаксации изгибных напряжений γ .

ля перемангничивания H , т.е. строить функцию распределения скачков Баркгаузена $dN/dH(H)$. Здесь N – число СБ, dN – число СБ в интервале dH . Это распределение строится следующим образом. Весь интервал поля перемангничивания от $-H_m$ до $+H_m$ разбивается на равные участки dH и подсчитывается число СБ, произошедших на каждом участке dH . Для повышения точности получаемых результатов проводилась процедура усреднения. Приведенные в работе данные по магнитным шумам (функции $d\bar{N}/dH(H)$) получены при усреднении числа СБ за восемь рабочих ходов перемангничивания.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Гистерезисные магнитные свойства. Эволюцию гистерезисных магнитных свойств тороидальных и ленточных образцов при изохронном отжиге иллюстрирует рис. 2. Характер кривых зависимости ГМС от температуры изохронного отжига, проводимого ниже точки Кюри, однозначно свидетельствует о развитии при этих температурах процесса стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения. Наблюдается эффект ТПП (позиция а, кривая 3), а коэрцитивная сила как тороидальных, так и ленточных образцов об-

разует ярко выраженный максимум на кривых зависимости H_c от температуры отжига T_a (позиция а и б). При этом наблюдается термическая обратимость изменения магнитных свойств (рис. 3): после предварительного отжига ($T_a > T_c$) с последующим быстрым охлаждением присутствуют все признаки повторного развития процессов стабилизации ГД (кривая 2).

В отношении поведения коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $K_H = B_r/B_s$ следует высказать следующие соображения. Высокое значение коэффициента K_H (~0.9) даже в тороидальных образцах свидетельствует о том, что в изученном сплаве выполняется условие $K_\sigma < K_N$ со всеми вытекающими отсюда последствиями – формированием продольной пластинчатой доменной структуры, которой отвечает малая удельная площадь ГД (S-фактор) и, соответственно, относительно низкие для высококобальтовых сплавов значения проницаемости. Достаточно резкое уменьшение коэффициента K_H при $T_a > 120^\circ\text{C}$, в принципе, может быть обусловлено двумя факторами. Во-первых, стабилизацией ГД [7] и, во-вторых, диспергированием доменной структуры из-за роста магнестрикции (см. рис. 2а, кривая 4). Последнее означает, что возникает условие $K_\sigma > K_N$. Обнаруженные экспериментальные закономерности в отношении коэффициента K_H хорошо укладываются в те теоретически прогнозируемые зависимости, которые были получены в рамках модели двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [19]. В частности, было показано, что в случае магнитно-анизотропных аморфных лент с осью легкого намагничивания вдоль их длины ($K_H = 1$), увеличение магнестрикции должно приводить к снижению коэффициента K_H , как это и наблюдается в эксперименте. Подобная ситуация характерна для изученного в работе сплава.

При температурах отжига, превышающих точку Кюри (260°C), как видно из рис. 2, возникает деградация ГМС по отношению к тому их уровню, который можно было бы ожидать, если бы в изученном сплаве происходила только гомогенизация аморфной фазы. Наблюдаемые при $T_a > T_c$ закономерности вызваны процессами кластеринга. Возникающие структурно-композиционные неоднородности создают пиннинг ГД и приводят соответственно к деградации ГМС. С помощью метода малоуглового рассеяния рентгеновских лучей отчетливо фиксируется развитие процессов кластеринга в изученном сплаве при указанных выше температурах отжига (см. рис. 2в).

На этом рисунке результаты изучения малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (МУР) выражены в виде зависимости параметра интенсивности МУР $J(0)$ от температуры отжига T_a . Этот параметр представляет собой интенсивность

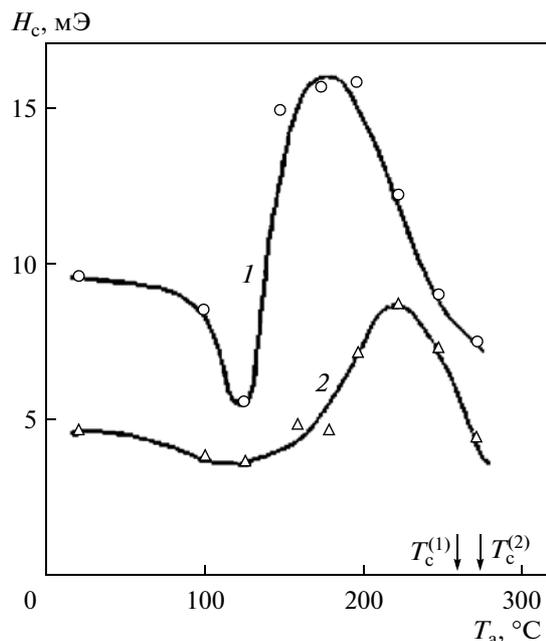


Рис. 3. Влияние температуры изохронного отжига T_a (0.5) на коэрцитивную силу исходных тороидальных образцов (1) и образцов, прошедших предварительный отжиг при 390°C (2). Охлаждение – в воде. $T_c^{(1)}$ и $T_c^{(2)}$ соответственно точки Кюри для исходных и отожженных образцов.

МУР при нулевом значении дифракционного вектора K . В соответствии с теорией Гинье, величина $J(0)$ оценивается выражением вида

$$J(0) = J_e N n^2, \quad (4)$$

где J_e – интенсивность рассеяния одним электроном, N – количество неоднородностей в облучаемом объеме, n – разница числа электронов в матрице и в неоднородности (кластере).

Определение величины $J(0)$ представляет интерес, поскольку она отражает изменение количества кластеров N в зависимости от температуры изохронного отжига.

Следует отметить чрезвычайно низкий уровень интенсивности МУР во всех исследованных образцах, который не превышает по величине 10^{-5} – 10^{-6} интенсивности падающего рентгеновского пучка. Это намного ниже, чем в ранее исследованных аморфных сплавах на основе железа (см. [16, 17]). Кроме того видно, что до температуры отжига $T_a \approx 250^\circ\text{C}$ процессы кластеринга отсутствуют – величина $J(0)$ в пределах ошибки опыта не изменяется. Видно также, что при температурах отжига, превышающих 380°C , интенсивность МУР резко уменьшается. Другими словами, наблюдается эффект растворения (“рассасывания”) низкотемпературных кластеров.

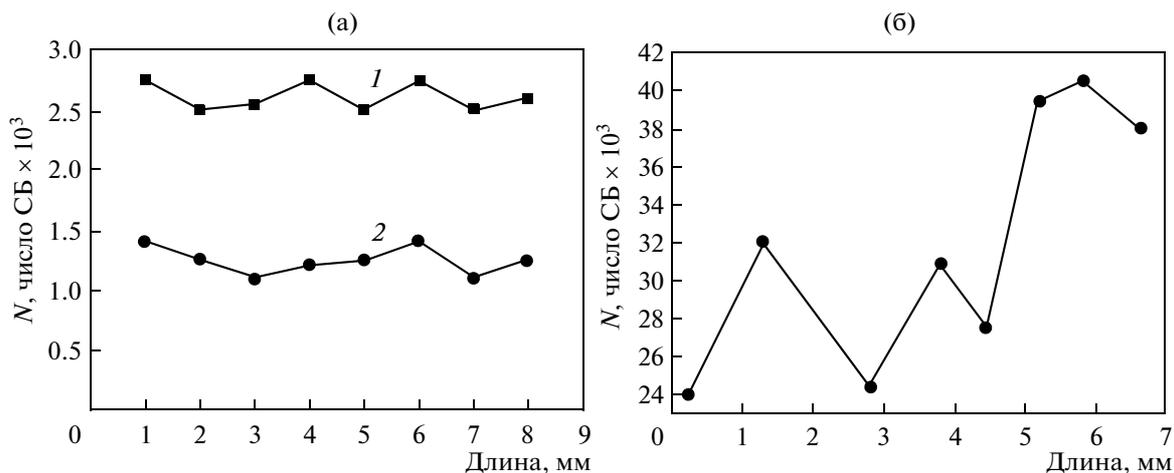


Рис. 4. Распределение скачков Баркгаузена по длине ленточных образцов:

а – изученный сплав на основе кобальта: 1 – исходное состояние, 2 – после отжига при 350°C; б – сплав на основе железа системы Fe–Si–B–C в исходном состоянии.

Отметим не совсем обычное явление, наблюдаемое в данном сплаве, а именно, отсутствие максимума коэрцитивной силы на кривых $H_c(T_a)$ при $T_a > T_c$ в случае тороидальных образцов (см. рис. 2а). По-видимому, уменьшение коэрцитивной силы вследствие гомогенизации аморфной фазы из-за интенсивной релаксации изгибных напряжений (см. рис. 2г) компенсирует ее рост из-за развития кластеринга.

Уровень этих напряжений, рассчитанных по формуле $\sigma_{ii} = \frac{hE}{D}$ (h – толщина ленты, E – модуль упругости), составляет около 125 МПа при диаметре тороида $D = 1.6$ см.

Зависимость характеристик магнитных шумов от температуры отжига. Проведенный выше анализ дает возможность сопоставления характеристик магнитных шумов с развитием тех или иных процессов структурной релаксации во время отжига. Сразу же отметим весьма высокую пространственную однородность магнитных шумов в изученном сплаве по сравнению с таковой в аморфных сплавах на основе железа с $\lambda_s \approx 35 \times 10^{-6}$ (рис. 4). Изменение количества СБ по длине ленты в изученном сплаве на основе кобальта не превышает 10% (см. рис. 4а). В сплавах на основе железа уровень магнитных шумов может изменяться в полтора и более раз. (см. рис. 4б). Видно также, что отжиг сплава на основе кобальта приводит к существенному уменьшению количества СБ при перемагничивании за одинаковый период времени.

Ниже приводятся результаты экспериментов, полученные при перемагничивании полем треугольного вида, амплитуда изменения которого была от -4 А/см до $+4$ А/см. На рисунках по оси ординат откладывается среднее число СБ $d\bar{N}$ в

интервале поля dH по 8 циклам перемагничивания, а по оси абсцисс – величина внешнего поля H . На рис. 5 показана эволюция функций распределения $d\bar{N}/dH(H)$ по мере увеличения температуры отжига до 410°C, т.е. до значений, близких к температуре начала кристаллизации T_x (450°C). Сопоставим особенности параметров магнитных шумов (МШ), вызванных СБ, с характерными участками температур отжига, на которых преобладают и поэтому в явном виде проявляются те или иные процессы структурной релаксации.

Первым характерным участком может быть участок от комнатных температур до точки Кюри, равной 260°C (условно – участок А). Здесь основным релаксационным процессом, определяющим подвижность ГД и параметры МШ, является процесс стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения. Но при этом нельзя исключить определенное влияние на подвижность ГД и МШ такого фактора, как рост магнитострикции (см. рис. 2а). Это приводит к увеличению константы магнитоупругой анизотропии K_σ , и к перестройке доменной структуры в связи с переходом от состояния с $K_\sigma < K_N$ к состоянию $K_\sigma > K_N$. Кроме того, как видно из рис. 2г, выше температуры отжига $T_a = 200^\circ\text{C}$ начинает развиваться процесс релаксации изгибных напряжений σ_{ii} , т.е. протекает гомогенизация аморфной фазы. Такое многофакторное на участке А влияние релаксационных процессов на подвижность ГД и доменную структуру приводит к неоднозначным зависимостям параметров СБ (параметров МШ) от температуры отжига (рис. 6 и 7). Графики на этих рисунках построены в основном по первичным данным, которые приведены на рис. 5.

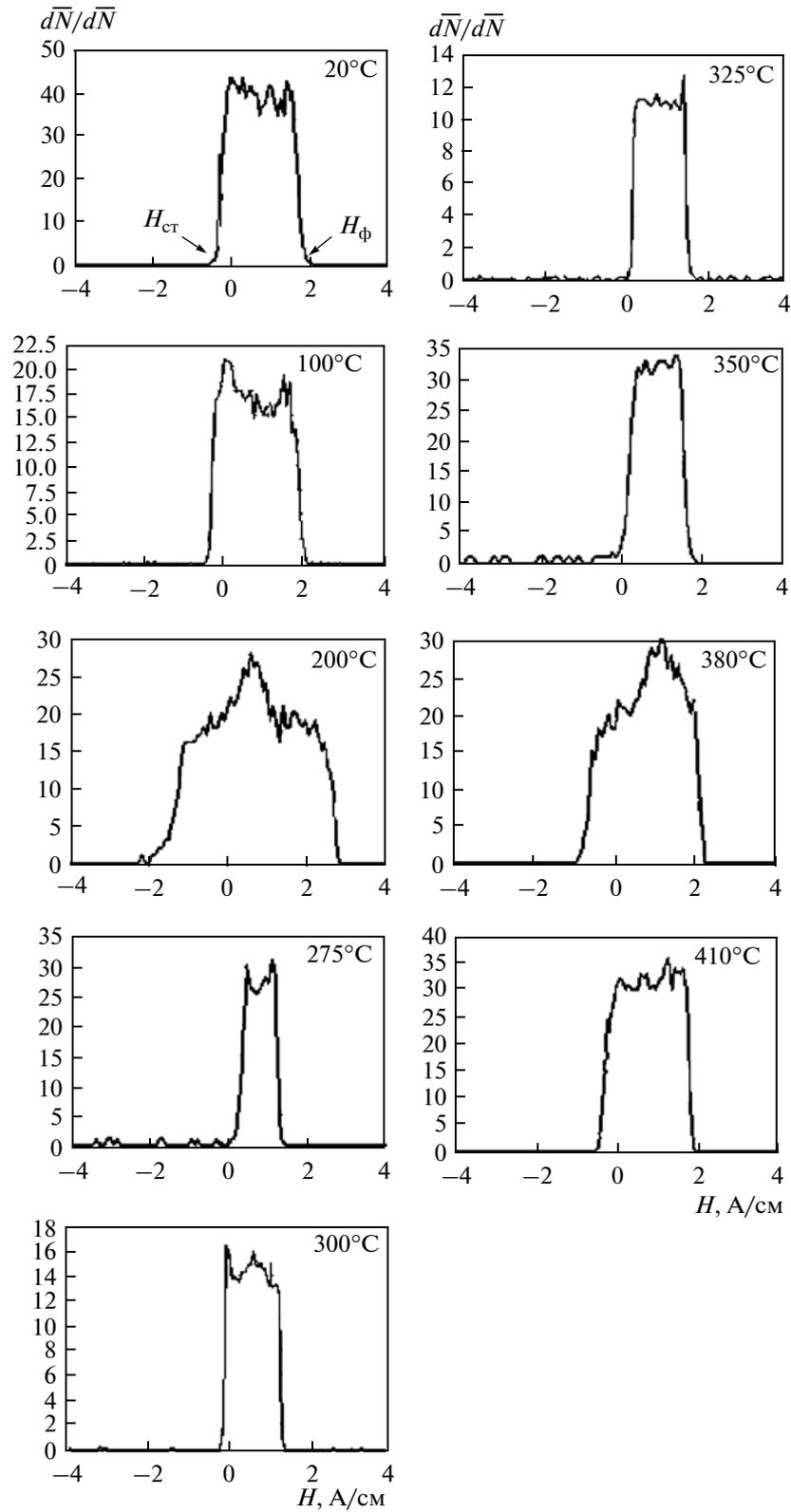


Рис. 5. Функции распределения плотности скачков Баркгаузена $d\bar{N}/dH(H)$ для исходного образца и образцов, прошедших отжига (0.5 ч) при разных температурах (указаны на рисунке).

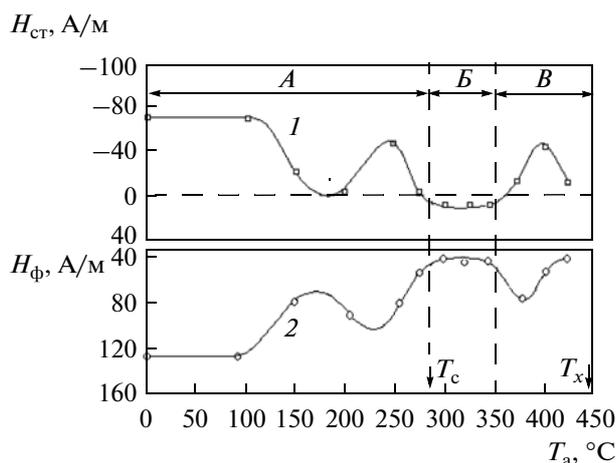


Рис. 6. Зависимость поля старта $H_{ст}$ (кривая 1) и поля финиша $H_{ф}$ (кривая 2) от температуры изохронного отжига T_a (0.5 ч).

На рис. 6 приведены кривые зависимости поля старта $H_{ст}$ и поля финиша $H_{ф}$ от температуры изохронного отжига. Принято, что поле старта $H_{ст}$ отсчитывается из области отрицательных перемангничивающих полей (см. функцию $d\bar{N}/dH$ для исходных образцов). В этом случае СБ фиксируются во время всего цикла перемангничивания — и при намагничивании, и при размагничивании. Поле старта, в отличие от поля финиша, может изменять свой знак — приобретать положительное значение. Это означает, что размагничивание происходит без СБ, которые могут быть зафиксированы с помощью применяемой методики.

От комнатной температуры до температуры отжига $T_a = 100^\circ\text{C}$ картина распределения СБ (вид функций $d\bar{N}/dH(H)$), изменяется сравнительно мало (см. рис. 5), в частности, не изменилось положение функции $d\bar{N}/dH(H)$ относительно нулевого поля. Другими словами, не изменились поля $H_{ст}$ и $H_{ф}$ (см. рис. 6). До температуры отжига $T_a \approx 150^\circ\text{C}$ наблюдается одновременное уменьшение количества как малых, так и больших СБ, причем число малых СБ значительно больше числа больших (см. рис. 7). При температурах отжига от 100 до $\sim 175^\circ\text{C}$ поле старта по абсолютной величине уменьшается и в районе $170\text{--}180^\circ\text{C}$ становится близким к нулю — перемангничивание происходит практически в отсутствие СБ в области отрицательных магнитных полей (см. рис. 6), т.е. при размагничивании СБ не фиксируются. При этом уменьшается и поле финиша (поля $H_{ст}$ и $H_{ф}$ сближаются). Это означает, что при указанных температурах отжига интервал полей, в котором фиксируются СБ, сокращается. При $T_a > 150^\circ\text{C}$ число больших СБ продолжает умень-

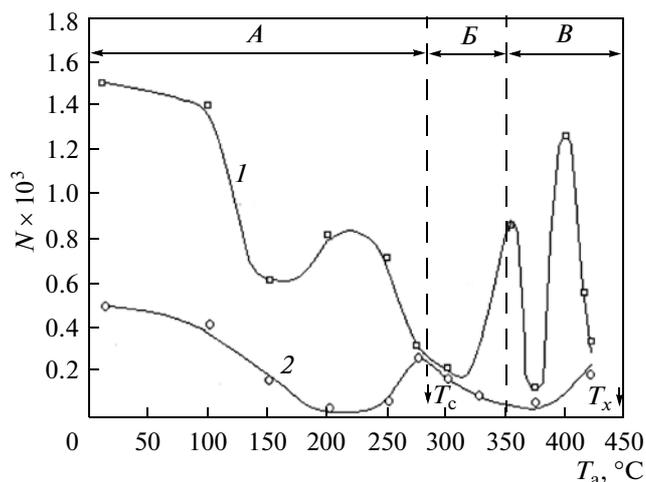


Рис. 7. Зависимость числа малых (кривая 1) и больших (кривая 2) скачков Баркгаузена от температуры изохронного отжига T_a (0.5 ч).

шаться до температуры отжига $T_a \approx 200^\circ\text{C}$ (см. рис. 7, кривая 2), при которой степень стабилизации ГД достигает максимальной интенсивности. Поскольку ведущим релаксационным процессом, влияющим на подвижность ГД на участке А, является процесс стабилизации ГД, то можно прийти к заключению, что именно этот процесс в основном определяет число больших СБ. При этом ГМС деградируют в максимальной степени (см. рис. 2), а число больших СБ достигает на участке А наименьших значений.

Как предсказывает теория стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения [7], деградация ГМС ослабевает из-за дестабилизации ГД при подходе к точке Кюри (H_c уменьшается, μ_5 растет). Эти закономерности видны также из данных, приведенных на рис. 2. В самом деле, в случае больших СБ наряду с улучшением ГМС одновременно наблюдается рост их числа (см. рис. 7, кривая 2). Это является естественной закономерностью, если изменения ГМС и МШ связаны со стабилизацией ГД.

Другая картина наблюдается в случае малых СБ — их число при $T_a > 150^\circ\text{C}$ возрастает. Причем это происходит, как видно из рис. 2, наряду с ухудшением ГМС (H_c возрастает, μ_5 уменьшается). Такое поведение МШ, обусловленное малыми СБ, может быть следствием только того, что на их количество влияет не только стабилизация ГД, но и другие факторы. Таким потенциальным фактором может быть λ_s -фактор, приводящий к перестройке доменной структуры вследствие перехода к условию $K_\sigma > K_N$, о чем свидетельствует уменьшение коэффициента K_n от 0.9 до 0.5. Суть перестройки доменной структуры в данном случае состоит в разрушении продольной полосовой структуры, сформировавшейся под влиянием

константы анизотропии формы K_N . Другим таким фактором может быть фактор релаксации закалочных напряжений (см. рис. 2г). Влияние этих двух факторов на число малых СБ преобладает над влиянием стабилизации “послеперестроичных” ГД и поэтому проявляется в своеобразной форме – в виде кривой с максимумом. Конечно, нельзя исключить определенного влияния указанных этих факторов на количество больших СБ, но в этом случае роль стабилизации ГД, очевидно, является преобладающей.

Как видно из рис. 5, при температуре отжига $T_a = 200^\circ\text{C}$, отвечающей максимальной стабилизации ГД, вид функции распределения СБ сильно изменился. Резко увеличился полевой интервал существования СБ (примерно в два раза), значительно возросло число СБ в отрицательных и положительных перемагничивающих полях (поля $H_{ст}$ и $H_{ф}$ сильно разошлись).

Вторым характерным участком температур отжига (участок *Б*) целесообразно обозначить участок от точки Кюри до температуры отжига $T_a = 350^\circ\text{C}$. Этому участку отвечает интенсивный рост степени гомогенизации аморфной фазы и связанное с этим улучшение ГМС (см. штриховые линии на рис. 2). Такой рост происходит не только за счет релаксации закалочных и изгибных напряжений (см. рис. 2г), но и за счет процесса выхода избыточной составляющей свободного объема – в сплавах на основе кобальта этот процесс начинает развиваться при температурах отжига $\sim 250^\circ\text{C}$ [6, 20, 21].

На участке *Б* начинает в полной мере проявлять себя низкотемпературный кластеринг. Результатом этого, очевидно, является прогрессивное уменьшение количества больших СБ вплоть до границы участка *Б* – температуры отжига 350°C (см. рис. 2в). Однако в отношении малых СБ такая закономерность не наблюдается – при таком отжиге наблюдается резкий рост числа малых СБ. Можно предположить, что это связано с очередной перестройкой доменной структуры в результате смены знака магнитострикции (см. рис. 2а, кривая 4).

Интерес с точки зрения практического использования сплава представляет тот факт, что отжиг на участке *Б* может приводить к формированию удовлетворительного уровня ГМС в сочетании с относительно низкими магнитными шумами. Так, видно (см. рис. 2а, кривая 3), что отжиг в районе $300\text{--}325^\circ\text{C}$ увеличивает проницаемость μ_5 примерно от 2000 до 45000, т.е. более чем в 20 раз. Коэрцитивная сила при этом уменьшается в торoidalных образцах от 11 до 6.5 мЭ, а в ленточных – от 60 до 18 мЭ. Число малых и больших СБ в результате отжига, например, при $T_a = 300^\circ\text{C}$ уменьшается, соответственно, примерно в 7 и 5 раз. При температурах отжига, отвечающих участку *Б*,

складывается в определенном смысле парадоксальная картина. С повышением температуры отжига одновременно происходит и улучшение ГМС, и существенное подавление магнитных шумов. Такая ситуация, по всей видимости, складывается в результате того, что достигается некая оптимальная концентрация кластеров первого типа, при которой они в заметной степени не влияют на подвижность ГД, но в то же время уменьшают число СБ.

Допустим, что низкотемпературный кластеринг является ведущим процессом, определяющим на участке *Б* особенности функции плотности распределения СБ (функцию $d\bar{N}/dH(H)$). Тогда можно констатировать, что начальные стадии развития этого процесса приводят к следующим последствиям. Во-первых, этот процесс обуславливает уменьшение полевого интервала существования СБ, о чем свидетельствует сближение полей $H_{ст}$ и $H_{ф}$ при отжиге в районе $300\text{--}325^\circ\text{C}$ (см. рис. 6). Во-вторых, до температуры отжига $T_a = 325^\circ\text{C}$ одновременно уменьшается количество малых и больших СБ (см. рис. 7). При этом такое поведение СБ происходит на фоне заметного улучшения ГМС в результате гомогенизации аморфной фазы. В-третьих, поле старта приобретает положительное значение (см. рис. 5 и 6).

Следует отметить различие в поведении малых и больших СБ при увеличении температуры отжига: малые СБ более чувствительны, чем большие СБ, к перестройкам доменной структуры в результате изменения магнитострикции при отжиге. Об этом свидетельствует рост малых СБ при $T_a \approx 200^\circ\text{C}$ и $T_a = 350^\circ\text{C}$.

Третьим характерным участком температур отжига будем рассматривать участок *В* – от температуры отжига $T_a \approx 350^\circ\text{C}$ до температуры начала кристаллизации T_x . На этом участке бурно развиваются и, в конечном счете, завершаются процессы структурной релаксации, в максимальной степени гомогенизирующие аморфную фазу. Подвижность ГД из-за действия данного фактора должна была бы существенно возрастать, а следовательно вызывать улучшение ГМС и, соответственно, рост интенсивности МШ. Однако такого хода событий не происходит. Причиной является интенсивное развитие на участке *В* кластеринга (см. рис. 2в), который вызывает как резкое увеличение коэрцитивной силы (см. рис. 2б) и эффект ГПП при $T_a > T_c$ (см. рис. 2а, кривая 3), так и характер изменения числа скачков Баркгаузена (см. рис. 7).

Наращивание процесса кластеринга сопровождается существенным изменением вида функции распределения СБ по сравнению с их видом при более низких температурах отжига (от 275 до 350°C), когда протекают только начальные ста-

Таблица

Состояние	Свойства	H_c				$\mu_5 (H = 5 \text{ мЭ})$ $f = 1 \text{ кГц}$	Число малых СБ	Число больших СБ
		тороид		лента				
		мЭ	А/м	мЭ	А/м			
Исходное (ЗЖС)		11	0.87	60	4.77	2000	1.5×10^3	0.5×10^3
После отжига при 410°C		6	0.47	18	1.43	80000	0.3×10^3	0.1×10^3

дии низкотемпературного кластеринга. Видно (рис. 5), что после отжига при 380°C , когда МУР достигает максимальной интенсивности, поле H_{ct} приобретает отрицательное значение. Другими словами, как намагничивание, так и размагничивание в этом случае совершается путем СБ, которые отчетливо фиксируются с помощью примененной методики. Другой особенностью функции $d\bar{N}/dH(H)$ после отжига при 380°C является сильное расширение полевого интервала существования СБ (более чем в два раза). Кроме того, после отжига при 380°C наблюдается “провал” числа малых СБ (см. рис. 7).

При температурах отжига $T_a > 380^\circ\text{C}$ наблюдается уменьшение интенсивности МУР (см. рис. 2в). Этот эффект можно трактовать как результат “растворения” (по крайней мере – частичного) низкотемпературных кластеров. Уменьшение количества кластеров этого типа вызывает, естественно, улучшение ГМС, в частности уменьшение коэрцитивной силы (см. рис. 2б). Функция распределения СБ, относящаяся к $T_a = 380^\circ\text{C}$, при этом преобразуется к виду, характерному для температур отжига, при которых МУР еще выражен сравнительно слабо (см. эту функцию при $T_a = 350^\circ\text{C}$). Наблюдается уменьшение полевого интервала существования СБ (поля H_{ct} и H_{ϕ} сдвигаются друг к другу), а поле старта приближается к нулевой отметке.

Однако нетривиальной выглядит закономерность в отношении малых СБ, наблюдающаяся при $T_a > 380^\circ\text{C}$, а именно, весьма резкое уменьшение количества этих скачков при одновременном улучшении ГМС (см. рис. 7). Наблюдается ситуация, аналогичная той, которая была на участке *Б*. Ее причиной может опять-таки быть то обстоятельство, что *при растворении* (на участке *Б* – *при образовании*) низкотемпературных кластеров создается оптимальная их концентрация, обеспечивающая указанные выше закономерности.

Для иллюстрации благотворного влияния высокотемпературного отжига, при котором складывается описанная выше ситуация, рассмотрим свойства изученного сплава после отжига при 410°C в сопоставлении со свойствами исходных образцов (таблица):

Видно, что в результате отжига при 410°C проницаемость μ_5 увеличилась в 40 раз, коэрцитивная сила уменьшилась в 2–3 раза, магнитные шумы, связанные с малыми и большими СБ, сократились примерно в 5 раз.

Таким образом, можно констатировать, что имеются два интервала температур отжига, которые обеспечивают вполне удовлетворительные значения ГМС и одновременно сравнительно низкий уровень магнитных шумов. Первый из них располагается при температурах отжига в районе $275\text{--}325^\circ\text{C}$, а второй – при $400\text{--}425^\circ\text{C}$. Для обоих случаев характерны следующие особенности функций распределения плотности СБ: полевой интервал существования СБ сравнительно мал, поле старта H_{ct} близко к нулевому значению (см. рис. 5), а количество больших и малых СБ близки друг к другу (см. рис. 7).

Все рассмотренные выше закономерности следует относить к низкотемпературному типу кластеринга. Однако, опираясь на данные, полученные при изучении сплавов на основе кобальта других составов [6], можно предвидеть, что из-за интенсивного развития процесса гомогенизации аморфной фазы высокотемпературный кластеринг в изученном сплаве не будет в явном виде проявляться на кривых зависимости ГМС от температуры отжига. Можно также ожидать, что такое поведение ГМС неизбежно приведет к увеличению магнитных шумов.

ВЫВОДЫ

1. Изученный сплав характеризуется высокой пространственной однородностью магнитных шумов по сравнению со сплавами на основе железа.
2. Стабилизация ГД вследствие направленного упорядочения (при $T_a < T_c$) приводит к существенному уменьшению как малых, так и больших скачков Баркгаузена, но одновременно вызывает деградацию ГМС.
3. Процессы кластеринга вызывают не только деградацию магнитных свойств, но также существенно влияют на уровень магнитных шумов. Особенно ярко это проявляется при температурах отжига, при которых интенсивность малоуглового

рентгеновского рассеяния достигает максимального значения.

4. Показано, что не только направленное, но и изотропное ближнее упорядочение оказывает влияние на характеристики магнитных шумов. Обусловленное изотропным упорядочением изменение магнитострикции вызывает перестройку доменной структуры и соответственно число скачков Баркгаузена.

5. Определены интервалы температур отжига, которым отвечают приемлемые гистерезисные магнитные свойства при одновременном относительно низком уровне магнитных шумов. Анализ экспериментальных данных показывает, что такая ситуация возникает при некоторой оптимальной концентрации кластеров.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы / Под ред. Ц. Масумото; пер. с япон. под ред. И.Б. Кекало. М.: Металлургия, 1987. 328 с.
2. Molotilov V.V., Sadchikov V.V. Amorphous soft magnetic materials and their application // J. Magn. Magn. Mater., 1992. V. 112. P. 253–257.
3. Chernov V.S., Ivanov O.G., Pashchenko F.E. Production and properties of amorphous magnetically soft alloys AMAG // J. Fdvanced Mater., 1994. V. 1. № 4. P. 353–358.
4. Кекало И.Б. Влияние состава и условий получения аморфных сплавов на эволюцию их магнитных свойств при отжиге (обзор) // Аморфные (стеклообразные) металлические материалы: Сб. трудов. М.: Наука, 1992. С. 107–112.
5. Кекало И.Б. Атомная структура аморфных сплавов и ее эволюция. М.: Изд-во МИСиС, 2006. 340 с.
6. Кекало И.Б. Процессы структурной релаксации и физические свойства аморфных сплавов. М.: Изд-во Дом МИСиС. 2014. Т. 1. 436 с.
7. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое материаловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами. М.: Металлургия, 1989. 495 с.
8. Кекало И.Б., Столяров В.Л., Цветков В.Ю. Релаксационные процессы и температурно-временная стабильность начальной проницаемости аморфного сплава $Fe_3Co_{70}Si_{15}B_{10}$ // ФММ. 1983. Т. 55. № 6. С. 1117–1124.
9. Small angle X-ray Scattering / Eds. O. Glatter, O. Kratky. London – New-York: Academic Press, 1983. 247 p.
10. Черемской П.Г. Методы исследования пористости твердых тел. М.: Энергоатомиздат, 1985. 112 с.
11. Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990. 376 с.
12. Tagabiev G.Kh., Kekalo I.B., Skakov Yu., Fyodorov V.K., Kochubey D.I., Gusenco S.N. A. The investigation of structural features and crystallization of amorphous alloys $Co_{80}(Cr, Mo)_{10}Zr_{10}$ with the use synchrotron radiation // Nuclear Instrum. and Methods in Phys. Research, 1991. V. A 308. P. 251–254.
13. Egami T., Vitek V. Local structural fluctuations and defects in metallic glass // J. Non-Cryst. Sol., 1984. V. 62. № 4. P. 499–510.
14. Эгами Т. Атомный ближний порядок в аморфных металлических сплавах / Аморфные металлические сплавы. М.: Металлургия, 1987. С. 92–106.
15. Кекало И.Б., Столяров В.И., Тараничев В.Е. Влияние отжига на закономерности процессов намагничивания и перемагничивания в аморфных сплавах // Аморфные металлические сплавы: Сб. трудов М.: Металлургия, 1983. С. 68–76.
16. Черемской П.Г., Лубяный Л.З., Лукашенко Л.И., Муровцев Л.Г. Объемные неоднородности, скачки Баркгаузена и доменная структура аморфного сплава Fe–B–Si–C // ФММ. 1989. Т. 68. № 1. С. 81–88.
17. Lubyaniy L.Z., Samofalov V.N., Lukashenko L.I. The features of Barkhausen jumps in multilayer ferromagnetic films with crossed easy axes of magnetization // J. Magn. Magn. Mater., 1995. V. 148. P. 267–268.
18. Лубяный Л.З., Оверко Н.Е., Чичибаба И.А. Установка для исследования параметров скачков Баркгаузена в магнитных материалах // Эффект Баркгаузена и его использование в технике: Сб. трудов III Всесоюзной школы-семинара. Ижевск, 1989. С. 146–149.
19. Веденский В.Ю., Кекало И.Б. Анализ влияния магнитной анизотропии на прямоугольность петли гистерезиса аморфных сплавов // ФММ. 1992. № 4. С. 99–110.
20. Кекало И.Б., Басаргин О.В., Цветков В.Ю. Дилатометрический анализ процессов структурной релаксации в аморфных сплавах // ФММ. 1984. Т. 57. № 5. С. 967–974.
21. Бохштейн Б.С., Капуткина Л.М., Ковачев Г., Левин Ю.Б., Никольский Г.С. Кинетика выхода избыточного объема в аморфных сплавах на основе кобальта // ФММ. 1991. № 12. С. 75–79.