

На правах рукописи

Степанова Елена Александровна

**МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И СОСТОЯНИЕ
ПОВЕРХНОСТИ ЛЕНТ АМОРФНЫХ
МАГНИТОМЯГКИХ СПЛАВОВ**

Специальность 01.04.11 – физика магнитных явлений

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург 2004

Работа выполнена в Уральском государственном университете
им.А.М. Горького на кафедре физики магнитных явлений.

Научный руководитель: старший научный сотрудник,
кандидат физико-математических наук
Н.А. Скулкина

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Ю.Н.Драгошанский

доктор физико-математических наук,
профессор Л.В.Спивак

Ведущая организация: Институт физики им. Л.В. Киренского
СО РАН (г. Красноярск)

Защита состоится 14 октября 2004 года в 16.00 часов
на заседании диссертационного совета Д 212.286.01 по защите дис-
сертаций на соискание учёной степени доктора физико-
математических наук при Уральском государственном университе-
те им. А.М.Горького по адресу: 620083, г. Екатеринбург, пр. Лени-
на, д. 51, ком. 248.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Ураль-
ского государственного университета им. А.М.Горького.

Автореферат разослан __ сентября 2004 года

Учёный секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук,
старший научный сотрудник

Н.В. Кудреватых

1. ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

АКТУАЛЬНОСТЬ ТЕМЫ.

Аморфные и нанокристаллические сплавы, по сравнению с традиционными кристаллическими материалами, являются сравнительно новым классом магнитных материалов. Аморфные магнитомягкие материалы представляют собой сплавы 75-85 % одного или нескольких переходных металлов (Fe, Co, Ni) и 15-20 % металлоида (B, C, Si, P и др.).

Большое, по сравнению с кристаллическими материалами, содержание немагнитных элементов в аморфных магнитных сплавах (~20 ат.%) понижает индукцию насыщения этих материалов, но является необходимым условием для получения аморфного состояния. Вариации состава этих сплавов и применение различных обработок позволяет получить такое сочетание магнитных и электрических свойств, которое дает возможность на их основе создать магнитные материалы, имеющие широкие области использования в технике. Поэтому изучение магнитных свойств быстрозакаленных магнитомягких материалов имеет определенный практический интерес. Но не менее интересно исследование магнитных свойств данного класса материалов и с научной точки зрения. Сверхбыстрое охлаждение расплава при получении аморфных металлических сплавов приводит к подавлению кристаллографической анизотропии и позволяет выявить влияние других факторов, второстепенных для кристаллических материалов, (например, магнитоупругой энергии, энергии наведенной анизотропии и т.п.) на процессы намагничивания и перемагничивания, следовательно, и формирование магнитных свойств. Учет влияния таких факторов, как структурно-морфологические особенности, состояние поверхности ленты, высокая диффузионная активность атомов металлоида дает более широкие возможности изучения физических механизмов, влияющих на процессы намагничивания и перемагничивания, следовательно, и на формирование магнитных свойств данного класса материалов. Немаловажным является выявление физических причин влияния поверхностного слоя ленты на магнитные свойства аморфных сплавов при изменении его состояния в результате специальных (термической, термомагнитной, локальной лазерной) об-

работок и взаимодействия с химически активными средами (электроизоляционными покрытиями различной морфологии, средой отжига, наводороживанием и оксидированием поверхности ленты).

Одной из основных характеристик магнитопроводов являются магнитные потери. Известно несколько механизмов возникновения магнитных потерь, однако в проводящих материалах определяющую роль играют макро- и микровихревые токи, возникающие при изменении магнитного потока. Расчеты показывают, что динамическая часть магнитных потерь имеет квадратичную зависимость от частоты. Полагают, что потери на гистерезис зависят от частоты линейно. Следовательно, динамические потери за цикл перемагничивания должны иметь линейную зависимость от частоты. Экспериментальная же зависимость является нелинейной, что объясняют наличием неоднородности смещения доменных границ, их амплитудным и фазовым изгибом и уменьшением ширины доменов с ростом частоты. Для аморфных сплавов было обнаружено ранее неизвестное резкое увеличение магнитных потерь при низких частотах перемагничивания, которое нельзя объяснить только динамическим изгибом доменных границ и дроблением доменной структуры [1]. Этот факт удовлетворительно объясняется в рамках теории магнитного последствия: увеличение поля вязкости при низких частотах, обусловленного перескоком диффузионно подвижных атомов, приводит к возникновению коррелированных скачков Баркгаузена и аномальному повышению скорости движения доменных границ в скачке. Однако, вопрос, касающийся механизмов формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь, не является окончательно решенным. Поэтому весьма важным является также изучение вопросов, связанных с выявлением физических причин формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь.

В соответствии с вышеизложенным, определены **ЦЕЛИ РАБОТЫ:**

- исследование магнитных свойств аморфных магнитомягких сплавов при применении различных воздействий на состояние поверхности лент этих сплавов;
- выявление физических причин возникновения аномалии магнитных потерь за цикл при низких частотах перемагничивания.

Для этого в работе поставлены следующие **ЗАДАЧИ**:

– провести исследования влияния различных воздействий (термообработок (на воздухе и в вакууме), нанесения электроизоляционных покрытий различной морфологии, проведения локальной лазерной обработки, электролитического наводороживания и т.д.) на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов на основе железа;

– выявить механизм влияния электроизоляционных покрытий на магнитные свойства аморфных быстрозакаленных сплавов;

– проанализировать влияние различных факторов (вариации магнитоупругой энергии; частичной кристаллизации поверхности; типа доменных границ, участвующих в процессах перемагничивания; различных химически активных сред и т.п.) на вид частотной зависимости удельных магнитных потерь, приведенных к единице индукции и частоты.

ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ: образцы аморфных сплавов на основе железа и кобальта с положительной магнитострикцией насыщения. Исследуемые образцы имели форму полос размерами 130×10 мм и толщину 20 – 27 мкм.

НАУЧНАЯ НОВИЗНА.

На основе совместных исследований магнитных свойств и Мессбауэровских спектров разработан экспресс-метод определения распределения намагниченности в объеме лент аморфных магнитомягких сплавов.

Исследование лент аморфных магнитомягких сплавов с разным структурным состоянием, уровнем магнитоупругой энергии, распределением намагниченности в ленте позволило выявить основные физические причины формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь. Показано, что наблюдаемое аномальное повышение магнитных потерь за цикл перемагничивания в области низких частот имеет вид резонансной кривой. Пик, наблюдаемый при частотах 20-40 Гц, формируется при участии смещения 90-градусных доменных границ в процессе перемагничивания, имеет сложную мультиплетную структуру и удовлетворительно объясняется релаксацией в процессе перемагничивания осей разных типов пар элементов (например, для сплава Fe-B-Si-C пары Si-B, C-B, B-

В и т.п.).

Установлено, что процессы вращения намагниченности и смещения 180-градусных доменных границ не приводят к формированию низкочастотной аномалии магнитных потерь за цикл перемагничивания. Аномалия существенно уменьшается со снижением магнитоупругой энергии и объема, перемагничиваемого смещением 90-градусных доменных границ. Частичная поверхностная кристаллизация сплава, возрастание объема доменов с ортогональной намагниченностью способствуют усилению аномалии частотной зависимости магнитных потерь за цикл.

Проанализировано влияние внедрения элементов различных химически активных сред (наводороживание и окислирование поверхности, нанесение электроизоляционных покрытий, атмосфера отжига) в поверхность лент аморфных магнитомягких сплавов на распределение намагниченности и изменение магнитных свойств. Выявлен механизм влияния электроизоляционных покрытий разной морфологии на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов.

Показано, что вариация длительности изотермической выдержки при постоянной температуре во время термообработки приводит к соответствующей вариации толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя. Для получения высоких магнитных свойств в результате термической обработки и повышения их временной стабильности необходимо формирование аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины (например, для сплава Fe-B-Si-C толщиной 25 мкм глубина такого слоя составляет 30-50 нм).

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЗНАЧИМОСТЬ.

– Предложен и запатентован способ получения аморфной ленты с электроизоляционным покрытием, свойства которой не хуже ленты без ЭИП, прошедшей термообработку по оптимальному режиму. Этот способ состоит в совмещении формирования ЭИП с термомагнитной обработкой лент аморфных сплавов.

– Показано, что при локальной лазерной обработке лент аморфных магнитомягких сплавов в области прохождения лазерного луча имеет место частичная кристаллизация аморфного сплава, которая влияет на индуцируемые напряжения и, соответственно, на распределение намагниченности и процессы намагничивания и перемаг-

ничивания. Наибольший эффект улучшения магнитных свойств ленты достигается при совместном применении лазерной и термомагнитной обработок.

– Выявлены физические причины влияния химически активных сред (воды, ацетона, электроизоляционных покрытий, атмосферы отжига, электролитического наводороживания и оксидирования поверхности) на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов. Псевдоодноосные растягивающие напряжения индуцируются за счет анизотропного внедрения элементов этих сред из-за анизотропии распределения намагниченности в исходном состоянии ленты.

– Установлено, что для получения высокого уровня магнитных свойств в результате термической обработки необходимо формирование поверхностного аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины.

АПРОБАЦИЯ РАБОТЫ.

Результаты исследований, составляющие основу диссертации, представлялись на следующих конференциях и семинарах:

- V Всесоюзная конференция «Аморфные прецизионные сплавы: технология, свойства, применение» (Ростов Великий, 23-27 сентября 1991 г.);
- III межгосударственный семинар «Структурно-морфологические основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий» (Обнинск, 14-16 июня 1995 г.);
- Soft Magnetic Materials Conference (Cracov, 12-14 September, 1995);
- Российский семинар «Структурная наследственность в процессах сверхбыстрой закалки расплавов» (Ижевск, 26-28 сентября 1995 г.);
- Шестое международное совещание «Аморфные прецизионные сплавы: технология, свойства, применение» (Боровичи, 19-20 сентября 1996 г.);
- 9th International conference on Rapidly quenched and metastable materials (Bratislava, August 25-30, 1996);
- Soft Magnetic Materials 13 Conference (Grenoble, 24-26 September, 1997);
- Soft Magnetic Materials 14 Conference (Balatonfured, Hungary, September 8-10, 1999);
- V межгосударственный семинар «Структурно-морфологические основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий» (Обнинск, 14-16 июня 1999 г.);
- IX Международный семинар «Дислокационная структура и механиче-

ские свойства металлов и сплавов. Актуальные проблемы нанокристаллических материалов: Наука и технология» (Екатеринбург, 18-22 марта 2002 г.).

ПУБЛИКАЦИИ РАБОТЫ.

По результатам проведенных исследований опубликовано 13 научных статей, 28 тезисов докладов, получен 1 патент на изобретение.

СТРУКТУРА ДИССЕРТАЦИИ.

Диссертация состоит из введения, четырех глав, общих выводов и списка цитированной литературы. Работа содержит 167 страниц, включая 62 рисунка и 33 таблицы. В списке литературы приведено 187 наименований.

2. ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы её цель и основные задачи, научная новизна и практическая значимость исследования, указаны результаты, выносимые на защиту.

Первая глава носит обзорный характер. В ней рассмотрены некоторые вопросы, касающиеся получения и структуры аморфных сплавов, их физических свойств. Рассмотрены методы улучшения магнитных свойств: термические и термомагнитные обработки, локальная лазерная обработка, нанесение электроизоляционных покрытий, электролитическое наводороживание поверхностного слоя ленты. Особое место в данной главе уделено механизмам удельных магнитных потерь и их зависимости от индукции и частоты. На основе представленной информации поставлены задачи исследования.

Во второй главе описаны исследуемые образцы, их состав, состояние, размеры, а также применяемые обработки и методики измерений магнитных свойств, погрешности измеряемых характеристик. Приводится оригинальная методика оценочного расчета распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов на основе совместных исследований Мессбауэровских спектров и магнитных свойств образцов этих сплавов. Получена корреляционная зависимость максимальной остаточной индукции (B_{rs}) и объема доменов с ортогональной намагниченностью (V_{\perp})

(рис.1а). Поскольку в нашем случае наиболее сильным фактором является магнитоэлектрическая энергия, распределение намагниченности в ленте связывали с осями симметрии, определяемыми геометрией образцов. $V_{\perp} + V_{\parallel} = 100\%$, где V_{\parallel} – относительный объем доменов с планарной намагниченностью. В свою очередь, $V_{\parallel} = V_{180} + V_{90}$, где V_{180} и V_{90} – относительные объемы образца с намагниченностью вдоль и поперек оси ленты в ее плоскости, а $V_{\perp} = (100 - V_{\parallel})\%$. Зависимость остаточной индукции, измеренной по частным петлям гистерезиса, от максимальной индукции позволяет определить распределение намагниченности в плоскости ленты.

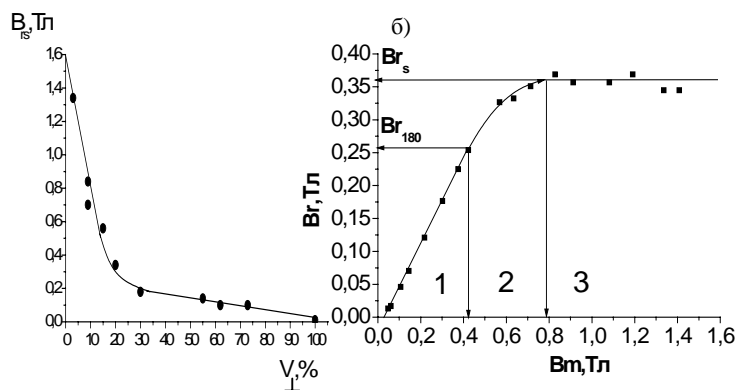


Рис.1. (а) - корреляционная зависимость B_{rs} от объема доменов с намагниченностью, перпендикулярной плоскости ленты V_{\perp} ; (б) - типичная зависимость остаточной индукции от максимальной для образцов магнитомягких аморфных

Эта зависимость, как правило, имеет вид кривой с насыщением (рис. 1б). Участок насыщения определяет значение B_{rs} и соответствует безгистерезисным процессам вращения намагниченности. Линейный участок от 0 до B_{r180} соответствует процессам смещения слабо стабилизированных 180-градусных доменных границ. Граничное значение этого участка B_{r180} позволяет определить $V_{180} = B_{r180}/B_{rs} \cdot V_{\parallel}$. Отклонение зависимости $B_r(B_m)$ от линейной на участке от B_{r180} до B_{rs} характеризуется преобладающим смещением сильно стабилизированных 90-градусных доменных границ. Значение $V_{90} = V_{\parallel} - V_{180}$ [12].

В третьей главе представлены результаты исследования влияния различных воздействий на состояние поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов и их магнитные свойства.

- Исследование влияния термообработки показало, что наилучший уровень магнитных свойств ленты достигается при формировании поверхностного аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины. Вследствие локальной кристаллизации поверхности такой слой индуцирует в ленте преимущественно плоские растягивающие напряжения и уменьшает объем доменов с ортогональной намагниченностью.

На рис.2 для образцов сплава Fe-B-Si-C толщиной 25 мкм показана зависимость максимальной магнитной проницаемости от толщины поверхностного аморфно-кристаллического слоя. Толщину слоя варьировали длительностью изотермической выдержки при 380 оС и контролировали с помощью рентгеновских исследований в параллельных скользящих лучах [11]. Видно, что в этом случае оптимальная толщина аморфно-кристаллического слоя составляет 30-50 нм.

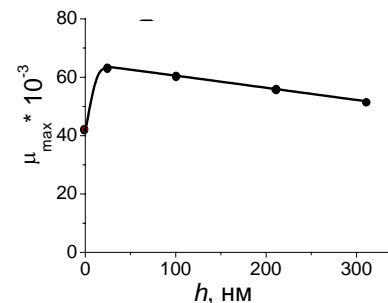


Рис.2. Зависимость максимальной магнитной проницаемости от толщины поверхностного частично-кристаллизованного слоя h .

- Локальная лазерная обработка (ЛЛО) создает на поверхности ленты в зонах термического воздействия луча магнитоэлектрические барьеры, приводящие к индуцированию продольных растягивающих напряжений между зонами термического воздействия. Это вызывает дробление доменной структуры, и соответствующее уменьшению динамической составляющей удельных магнитных потерь. Проведенные исследования подтвердили наличие оптимального уровня энерговклада при ЛЛО, приводящего к наиболее

сильному снижению удельных магнитных потерь. Более низкий уровень энергозатрат не позволяет получить напряжения, достаточные для создания оптимальной доменной структуры и соответствующего снижения магнитных потерь. В случае более высоких значений плотности облучения, как показали результаты наших исследований, повышается объем доменов с ортогональной намагниченностью. Это приводит к усилению стабилизации границ доменов с планарной намагниченностью и увеличению магнитных потерь. Результаты исследования влияния ЛЛО оптимальной плотности облучения и последующих термической и термомагнитной обработок на магнитные свойства и распределение намагниченности образцов аморфного сплава Fe-B-Si-C представлены в Табл. 1. Для сравнения приведены магнитные свойства образцов исследуемого сплава после ТО и ТМО.

Таблица 1.

Состояние	ТО	ЛЛО+ТО	ТМО $_{ }$	ЛЛО+ТМО $_{ }$
$\mu_{\max} \cdot 10^{-3}$	45	74	276	267
H_c , А/М	4,6	4,4	1,5	1,7
$P_{1,0/400}$, Вт/кг	P	4,2	3,2	3,1
	P_{Γ}	0,95	1,4	0,62
	$P_{\text{дин}}$	3,2	1,8	2,46
V_{\perp} , %	21	12	2	7
$V_{ }$, %	79	88	98	93
V_{180} , %	73	73	98	83
V_{90} , %	6	15	0	10

Видно, что эффект ЛЛО не снимается проведением термообработки, как это имеет место в кристаллических материалах. Рентгеновские исследования показали, что на дифрактограмме в области лазерной дорожки на фоне аморфного гало появляется пик α -Fe, соответствующий локальной частичной кристаллизации сплава. Анализ результатов также показал, что термомагнитная обработка, проводимая после ЛЛО лент аморфного сплава в закаленном состоянии, также как и облучение ленты, прошедшей термомагнит-

ную обработку, позволяет получить наиболее низкие значения удельных магнитных потерь.

• Влияние среды отжига на магнитные свойства магнитомягких быстрозакаленных сплавов исследовали на примере аморфного сплава Fe-B-Si-C. Образцы отжигали на воздухе и в вакууме при 380 °С с длительностью изотермической выдержки 10 мин, скорость охлаждения составляла ~10 К/мин. В Табл.2 приведены магнитные свойства и распределение намагниченности для образцов аморфного сплава Fe-B-Si-C после отжига на воздухе и вакууме.

Таблица 2.

Состояние	μ_{\max}	$P_{1,0/400}$, Вт/кг			V_{\perp} , %	$V_{ }$, %	V_{180} , %	V_{90} , %
		P	P_{Γ}	$P_{\text{дин}}$				
ТО на воздухе	64000	1,48	0,64	0,84	14	86	62	24
ТО в вакууме	92000	2,28	0,59	1,69	8	92	71	21

Из таблицы 2 видно, что термообработка в вакууме позволяет получить лучшие статические свойства за счет меньшей степени стабилизации границ доменов с планарной намагниченностью вследствие меньшего относительного объема доменов с ортогональной намагниченностью. Однако удельные магнитные потери после ТО на воздухе существенно ниже. Меньшие значения удельных магнитных потерь обусловлены в этом случае вдвое меньшими значениями их динамической составляющей. Эффект снижения динамической составляющей магнитных потерь после ТО на воздухе может быть связан с дроблением доменной структуры из-за псевдооднососного растяжения вдоль оси ленты. Такое растяжение, в свою очередь, может быть следствием анизотропного окисливания и наводороживания поверхности ленты из-за взаимодействия во время отжига с находящимися в атмосфере водяными парами. При ТО эффект анизотропии формы существенно ослабляется и на распределение намагниченности в ленте основное влияние оказывают внутренние напряжения, индуцированные в результате закалки в процессе изготовления ленты. Известно, что наибольшее растяжение в плоскости ленты имеет место в направлении, перпендикулярном ее оси, следовательно, в этом направлении и будет ориен-

тирована результирующая намагниченность. При внедрении в поверхность ленты водорода и кислорода их избыточная концентрация создается в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности [III], т.е. вдоль оси ленты. После охлаждения в этом направлении аморфная матрица испытывает псевдоодноосное растяжение.

- С целью проверки выдвинутой гипотезы образцы подвергали электролитическому наводороживанию и оксидированию. В таблице 3 показано влияние электролитического наводороживания и оксидирования поверхности на распределение намагниченности и максимальную магнитную проницаемость предварительно отожженных при 380⁰С на воздухе с длительностью выдержки 2 мин образцов аморфного сплава Fe-B-Si-C.

Таблица 3.

Состояние	V _⊥ , %	V , %	V ₁₈₀ , %	V ₉₀ , %	μ _{max}
исходное	14,5	85,5	72	13,5	23000
после наводороживания	16	84	64	20	20000
исходное	14	86	71	15	28000
после оксидирования	9,5	90,5	52	38,5	38000

Видно, что после наводороживания объем доменов с ортогональной намагниченностью существенно не изменяется, в то время как оксидирование приводит к его снижению. Это обусловлено действием плоских растягивающих напряжений, индуцируемых в аморфной матрице поверхностным слоем ленты из-за сравнительно большего (относительно водорода) эффективного диаметра атомов кислорода и меньшей глубиной его проникновения. С этим связано, в основном, и увеличение максимальной магнитной проницаемости (на 36%). В результате наводороживания и оксидирования поверхностного слоя ленты имеет место перераспределение намагниченности в ее плоскости: возрастает объем доменов с намагниченностью, ориентированной поперек оси ленты. Такая переориентация намагниченности может быть следствием псевдоодноосного плоского растяжения в этом направлении из-за анизотропного внедрения водорода и кислорода в поверхностный слой ленты. Поскольку электролитическое оксидирование и наводороживание происходит при комнатной температуре, а результирующая намаг-

ниченность в этом случае ориентирована вдоль оси ленты, избыточная концентрация элементов внедрения образуется в плоскости ленты поперек ее оси. Этими причинами и обусловлено уменьшение (на 13 %) максимальной магнитной проницаемости и увеличение удельных магнитных потерь (например, значение R_{0,6/400} изменилось от 0,82 Вт/кг до 1,70 Вт/кг) при наводороживании образцов.

- Электроизоляционные покрытия (ЭИП), наносимые на поверхность листовых электротехнических материалов также являются химически активными средами. Для понимания механизма воздействия ЭИП на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов необходимо глубокое и полное изучение формирования адгезии покрытия к металлу. На поверхность лент аморфных сплавов Fe-B-Si-C и Fe-Co-Si-B (с одинаковой магнитострикцией) методом растворной керамики наносили аморфное (состава ZnO-Al₂O₃-P₂O₅) и кристаллическое (состава ZnO-Li₂O-P₂O₅) ЭИП. при одностороннем нанесении ЭИП на образцы по стреле прогиба исследовали величину и знак напряжений, создаваемых этими покрытиями. Установили, что аморфное покрытие создает слабые растягивающие напряжения, в то время как кристаллическое ЭИП в плоскости ленты индуцирует сжимающие напряжения величиной ~20 Н/мм². Формирование адгезии в случае аморфного ЭИП происходит в один этап уже при температуре сушки. А в случае кристаллического ЭИП его формирование происходит в два этапа: при температуре сушки удаляется свободная вода, а при более высоких температурах формирования происходит удаление связанной воды. Исследуемые покрытия отличаются и по химическому взаимодействию с поверхностью ленты. При нанесении аморфного покрытия возможно замещение алюминия кремнием, содержащегося на поверхности исследуемых аморфных сплавов. Внедрение атомов алюминия или замещение атомов кремния приводит к возникновению растягивающих напряжений, поскольку эффективный диаметр атомов алюминия больше эффективного диаметра атомов кремния [IV, V]. В случае кристаллического ЭИП индуцированию сжимающих напряжений в аморфной магнитной матрице способствует уменьшение расстояния между атомами в поверхностном слое ленты из-за его обеднения атомами железа и возможного внедрения атомов цинка, эффективный диаметр которых несколько меньше эффективного диаметра атомов железа. Кроме того, уменьшение

объема покрытия вследствие удаления связанной воды и его локальная кристаллизация также способствуют возникновению преимущественно плоских сжимающих напряжений.

Для выявления физических причин индуцирования ЭИП анизотропных напряжений исследовали модельные образцы с известным распределением намагниченности и низким уровнем внутренних закалочных напряжений: образцы аморфного сплава Fe-B-Si-C, предварительно прошедшие термомагнитную обработку в продольном и поперечном поле. Изменение магнитных свойств исследуемых образцов после контрольного отжига (без ЭИП) и в результате формирования ЭИП представлено в таблице. 4.

Таблица 4.

Исходное состояние	Состояние	μ_{\max}	f = 400 Гц			
			B _m = 0,75 Тл			B _m = 1,45 Тл
			P, Вт/кг	P _r , Вт/кг	P _d , Вт/кг	P, Вт/кг
ТМО	Исходное	276 000	0,98	0,20	0,78	3,1
	ТО по реж. форм. ЭИП	180 000	0,88	0,32	0,56	2,8
	ЭИП	55 000	1,04	0,48	0,57	3,5
ТМО _⊥	Исходное	27 000	0,78	0,16	0,62	4,0
	ТО по реж. форм. ЭИП	117 000	1,00	0,36	0,64	3,2
	ЭИП	91 500	0,99	0,56	0,43	3,8

Видно, что удельные магнитные потери и потери на гистерезис увеличиваются после нанесения ЭИП для образцов, предварительно прошедших ТМО как в продольном, так и поперечном поле. Но наиболее сильное возрастание гистерезисной составляющей наблюдается для образцов с ЭИП, сформированным после ТМО_⊥. Динамическая составляющая удельных магнитных потерь в результате формирования ЭИП а) после ТМО_{||} не изменяется, б) после ТМО_⊥ - уменьшается. Разной оказывается и степень снижения μ_{\max} : формирование ЭИП после предварительной ТМО_{||} приводит к уменьшению μ_{\max} на 70%, а после ТМО_⊥ – лишь на 20%. Сами же значения μ_{\max} образцов с ЭИП, сформированным после ТМО_⊥ вы-

ше, а динамическая составляющая магнитных потерь – ниже. Таким образом, анизотропия распределения намагниченности в плоскости, созданная термомагнитной обработкой перед нанесением ЭИП, приводит к разному характеру влияния ЭИП на магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов. Следовательно, покрытие создает псевдоодноосные растягивающие напряжения, направление которых связано с распределением намагниченности в исходном состоянии. Создание таких напряжений удовлетворительно объясняется анизотропным внедрением элементов покрытия в поверхность ленты: создается их избыточная концентрация в направлении, перпендикулярном результирующей намагниченности. После охлаждения ленты с ЭИП в направлении избыточной концентрации элементов внедрения создается псевдоодноосное растяжение матрицы, которое приводит к переориентации намагниченности. Таким образом, улучшение магнитных свойств при формировании ЭИП на образцах предварительно прошедших ТМО_⊥ объясняется индуцированием напряжений вдоль оси ленты, что приводит к увеличению объема доменов с намагниченностью, ориентированной вдоль продольной оси ленты и дроблению доменной структуры. При нанесении ЭИП объем доменов с намагниченностью, перпендикулярной плоскости увеличивается вследствие создания сжимающих напряжений над воздушными «карманами» на поверхности ленты. В настоящей работе предложен способ формирования ЭИП в присутствии продольного магнитного поля.

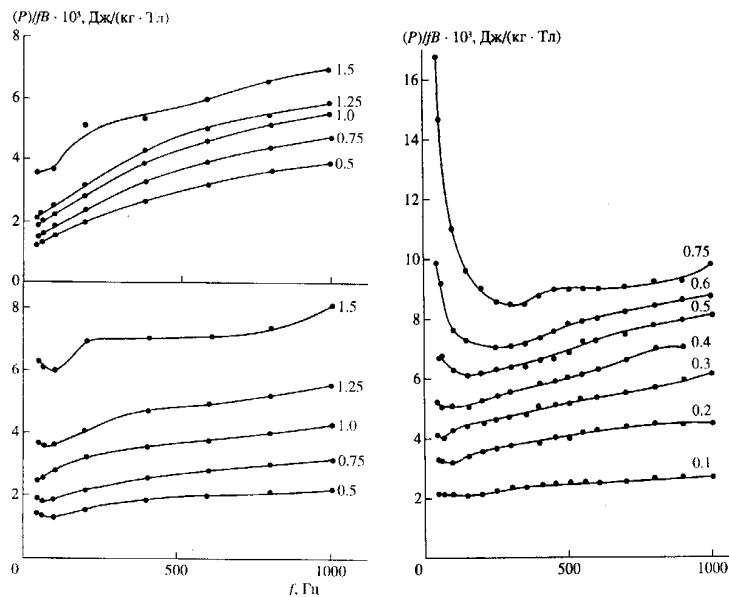
Этот способ позволяет получить аморфную ленту с покрытием, свойства которой близки к свойствам ленты после отжига по оптимальному режиму (см. Табл.5).

Таблица 5.

Характеристики	ТО	ЭИП+ТМО
μ_{\max}	70 000	97 000
H _c , А/м	3,2	3,0
B _r /B _m	0,74	0,73
P _{1,45/400} , Вт/кг	4,1	3,8
P _{1,00/400} , Вт/кг	1,85	1,53

В четвёртой главе подробно рассматриваются факторы, влияющие на появление аномального повышения магнитных потерь за цикл перемагничивания при низких частотах; анализируются физические причины возникновения такого вида зависимости.

Из рис.3а видно, что для образца аморфного сплава Fe-B-Si-C, прошедшего ТМО_{||}, аномалия исследуемого вида отсутствует во всем исследуемом интервале индукций. Следовательно, процессы смещения 180°-ных доменных границ не приводят к формированию аномалии. Для образцов, предварительно прошедших ТМО_⊥, во интервале индукций вплоть до 1,6 Тл значения остаточной индукции, измеренной по частным петлям гистерезиса, достаточно низки (0,04 – 0,08 Тл) и практически не зависят от максимальной индукции. Следовательно. Перемагничивание образцов в этом случае осуществляется, в основном, с помощью обратимого вращения



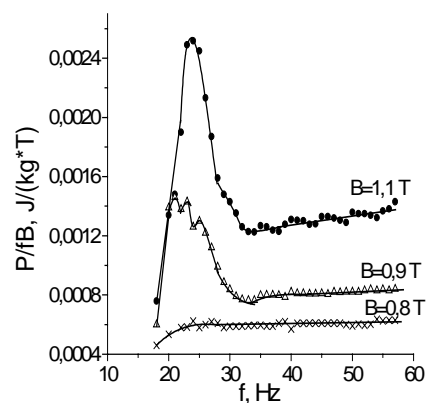
намагниченности. Частотная зависимость магнитных потерь за цикл перемагничивания для таких образцов представлена на рис.3б. Видно, что аномалия не является ярко выраженной: глубина минимума $\Delta_{PB/50}/P_{min}$ невелика и не превышает 6 % при индукции 1,5 Тл. Следовательно, процессы вращения намагниченности не приводят к формированию низкочастотной аномалии магнитных потерь. На рис. 3в показана частотная зависимость магнитных потерь за цикл перемагничивания для образцов исследуемого сплава в закаленном состоянии. Видно, что аномальное повышение магнитных потерь при частотах 20 – 40 Гц появляется при индукции выше 0,4 Тл и усиливается с ростом индукции. Исследование зависимости $V_r(B_m)$ показало, что именно в этом интервале индукций в процессе перемагничивания преобладающим является смещение 90-градусных доменных границ.

Таким образом, процессы смещения 90°-ных доменных границ играют определяющую роль в процессе формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь. Уменьшение магнитоупругой энергии, обусловленное снятием внутренних напряжений в результате термообработки, приводит к перераспределению намагниченности в ленте и снижению аномалии магнитных потерь при низких частотах. На распределение намагниченности и степень стабилизации доменных границ в лентах аморфных магнитомягких сплавов оказывают влияние также и структурные факторы (частичная поверхностная и объемная кристаллизация, локальная лазерная обработки и т.п.). Например, после ТО при 430°С, приводящей к объемной частичной кристаллизации сплава, в интервале частот 20 – 40 Гц происходит существенное повышение удельных магнитных потерь за цикл перемагничивания. ЛЛЮ образцов, предварительно прошедших термообработку при 380°С с длительностью изотермической выдержки 10 минут, при достаточно высоких индукциях (выше 1,25 Тл) вызывает появление исследуемого вида аномалии магнитных потерь. Этот факт связан с тем, что в области частот, где проявляются релаксационные процессы, дополнительное закрепление доменных границ структурными барьерами существенно увеличивает скорость их скачкообразного движения и приводит к возрастанию магнитных потерь.

Результаты более подробного (с шагом 1-2 Гц) исследования час-

точной зависимости магнитных потерь за цикл перемагничивания для образцов нанокристаллического сплава Fe-Cu-Nb-Si-B после термообработки в вакууме показаны на рис.4. Видно, что частотная зависимость магнитных потерь за цикл перемагничивания имеет вид резонансной кривой. При частотах 20 – 40 Гц обнаружен пик поглощения, характерный для той области магнитной индукции, которая достигается благодаря преобладающему влиянию смещения 90 - градусных доменных границ в процессе перемагничивания. Наблюдаемый пик поглощения имеет сложную мультиплетную структуру. Его возникновение также находит удовлетворительное объяснение в рамках теории направленного упорядочения и релаксации осей пар немагнитных атомов.

Электролитическое оксидирование и наводороживание ленты приводит к формированию двух серий пиков водородной и кислородной групп в области более высоких частот (40-90 Гц).



3. ОБЩИЕ ВЫВОДЫ.

1. Разработан экспресс-метод определения распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов на основе полученной с помощью Мессбауэровской спектроскопии зависимости максимального значения остаточной индукции от объема доменов с ортогональной намагниченностью и зависимости остаточной индукции, измеренной по частным петлям гистерезиса, от максимальной.

2. Исследование взаимосвязи магнитных свойств с состоянием поверхности образцов аморфных магнитомягких сплавов, подвергнутых различным воздействиям, показало, что:

- для получения высокого уровня магнитных свойств в результате термической обработки необходимо формирование поверхностного аморфно-кристаллического слоя оптимальной толщины. Например, для сплава FeBSiC толщиной 25 мкм глубина такого слоя составляет 30-50 нм.

- частичная кристаллизация сплава в области лазерной дорожки при локальной лазерной обработке сплава влияет на индуцируемые напряжения, которые определяют вид доменной структуры, оказывают воздействие на распределение намагниченности в ленте и процессы намагничивания и перемагничивания. Наибольший эффект улучшения магнитных свойств ленты достигается при совместном применении лазерной и термомагнитной обработок.

- электролитическое наводороживание и оксидирование поверхности ленты оказывает влияние на распределение намагниченности в ленте за счет создания псевдоодноосного растяжения. Такое растяжение может быть связано с анизотропным внедрением водорода и кислорода в поверхностный слой ленты из-за анизотропии распределения намагниченности в исходном состоянии.

- при температуре отжига атмосфера является химически активной средой по отношению к лентам аморфных магнитомягких сплавов. Взаимодействие поверхности ленты с находящимися в воздухе водяными парами способствует индуцированию плоского псевдоодноосного растяжения из-за соответствующего анизотропного оксидирования и наводороживания ее поверхности.

3. Исследование неорганических электроизоляционных покрытий различных химсоставов и морфологии (аморфных и кристаллических) показало, что имеет место химическое взаимодействие электроизоляционных покрытий с поверхностью лент исследуемых сплавов. Знак индуцируемых напряжений зависит от типа этого взаимодействия: внедрение элементов покрытия в поверхностный слой ленты приводит к растяжению поверхности, а замещение более крупных элементов мелкими (с меньшим значением эффективного радиуса атома) – к возникновению плоских сжимающих напряжений. Дополнительным источником индуцирования плоских сжимающих напряжений в ленте является локальная

частичная кристаллизация покрытия. Влияние покрытия на распределение намагниченности и магнитные свойства ленты зависит от распределения намагниченности в исходном состоянии и обусловлено анизотропным внедрением элементов покрытия, генерирующим псевдоодноосные напряжения в ленте.

4. Выявление физических причин влияния электроизоляционных покрытий на свойства аморфных магнитомягких сплавов позволило разработать и запатентовать способ получения ленты с электроизоляционным покрытием, обладающей высоким уровнем магнитных свойств, который заключается в формировании ЭИП одновременно с термомагнитной обработкой, в результате чего существенно снижается объем доменов с ортогональной намагниченностью.

5. Исследование лент аморфных магнитомягких сплавов с разным структурным состоянием, уровнем магнитоупругой энергии, распределением намагниченности в ленте позволило выявить основные физические причины формирования низкочастотной аномалии магнитных потерь за цикл перемагничивания:

– наблюдаемое аномальное повышение магнитных потерь за цикл перемагничивания в области низких частот имеет вид резонансной кривой. Пик, наблюдаемый при частотах 20-40 Гц, формируется при участии 90-градусных доменных границ в процессе перемагничивания, имеет сложную мультиплетную структуру и удовлетворительно объясняется релаксацией в процессе перемагничивания осей разных типов пар элементов (например, Si-B, C-B, B-B и т.п.).

– окислирование и наводороживание поверхности ленты приводит к формированию в области более высоких частот (40-90 Гц) двух серий пиков водородной и кислородной групп, формирование которых может быть обусловлено релаксацией в процессе перемагничивания осей пар элементов: (O-Si, O-O, O-C, O-B), O-H, (H-Si, H-C, H-B, H-H).

– процессы вращения намагниченности и смещения 180-градусных доменных границ не приводят к формированию аномалии.

– аномалия магнитных потерь существенно снижается с уменьшением магнитоупругой энергии и объема, перемагничиваемого смещением 90-градусных доменных границ.

– процессы, приводящие к усилению неоднородного скачкооб-

разного движения доменных границ (частичная поверхностная кристаллизация сплава, возрастание магнитоупругой энергии и объема доменов с ортогональной намагниченностью и т.п.), способствуют усилению аномалии частотной зависимости магнитных потерь за цикл.

4. ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Широкова (Степанова) Е.А., Иванов О.А., Ханжина Т.А. Влияние электроизоляционных покрытий на магнитные свойства и удельные магнитные потери аморфного сплава Fe₈₁B₁₃Si₄C₂ // Изв. ВУЗов “Черная металлургия”.-1993.-№1.-С.58-62.

2. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А., Широкова (Степанова) Е.А., Ханжина Т.А. Влияние электроизоляционного покрытия и термомагнитных обработок на магнитные свойства аморфного сплава Fe-B-S-C // ФММ.-1995.-Т79, вып.5.-С.38-46.

3. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А., Попова И.А., Цветкова Л.Е., Степанова Е.А., Смышляев А.С., Маркин П.Е. Влияние лазерной обработки на магнитные свойства аморфного сплава Fe-B-Si-C // ФММ.-1997.-Т.83, вып.5.-С. 54-63.

4. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Степанова Е.А., Глотова Л.С., Цепелев В.С. Влияние термических обработок на структуру и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов // ФММ.-1998.-Т.86, вып.2.-С. 54-60.

5. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А. Аномалия частотной зависимости магнитных потерь. I. Влияние характера процессов намагничивания и распределения намагниченности на формирование аномалии // ФММ.-1998.-Т.86, вып.5.-С. 48-54.

6. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А. Аномалия частотной зависимости магнитных потерь. II. Влияние структурных факторов и стабилизации доменных границ на формирование аномалии // ФММ.-1998.-Т.86, вып.5.-С. 55-63.

7. Skulkina N.A., Stepanova E.A., Gorlanova M.A., Ivanov O.A., Khanzhina T.A. Mechanisms of influence of electroinsulation coatings on magnetic properties of amorphous soft magnetic alloys/ J. Phys. IV France.-1998.-N 8.- P. 2-67 - 2-70.

8. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А., Назарова Л.А.

Формирование аномалии частотной зависимости магнитных потерь// ФММ.-2000.-Т.90, вып.1.-С.51-56.

9. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А., Назарова Л.А. Влияние химически активной среды на магнитные свойства быстрозакаленных сплавов на основе железа I. Среда отжига и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов//ФММ.-2001.-Т.91, вып.1.-С.17-23.

10. Скулкина Н.А., Степанова Е.А., Иванов О.А., Ханжина Т.А., Назарова Л.А.. Влияние химически активной среды на магнитные свойства быстрозакаленных сплавов на основе железа II. Морфология электроизоляционных покрытий и магнитные свойства лент аморфных магнитомягких сплавов. //ФММ.-2001.-Т.91, вып.2.-С.26-32.

11. Skulkina N.A., Stepanova E.A., Ivanov O.A., Nazarova L.A.. The anomaly of frequency dependence of magnetic losses for rapidly quenched alloys// JMMM.-2000.-№215-216.-P.331-333.

12. Скулкина Н.А., Иванов О.А., Степанова Е.А. Оценочный расчет распределения намагниченности в лентах аморфных магнитомягких сплавов. // Изв. АН, сер. физ.-2001.-Т.65, №10.-С.1483-1486.

13. Степанова Е.А., Скулкина Н.А., Иванов О.А., Скрябина Н.Е., Цикарева О.В. Влияние водорода и кислорода на распределение намагниченности и магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов// Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов: Тез.докл. (Екатеринбург, 2002).

14. Ханжина Т.А., Скулкина Н.А., Широкова Е.А., Катаев В.А., Бамбуров В.Г. «Способ получения электроизоляционного покрытия на лентах аморфных сплавов» Заявка № 9402746 от 19.07.94. Решение о выдаче патента от 24.08.95., МКИЗ С23С 22/07, 22/23; С23D 5/00, 5/02.

5. СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:

I. Скулкина Н.А., Горланова М.А., Иванов О.А., Катаев В.А. Аномалия магнитных потерь аморфного сплава Fe-B-Si-C// Физ. мет. и металл.-1991.-№8.-С. 132-139.

II. Иванова Е.В., Якимов И.И., Скулкина Н.А., Катаев В.А. Контроль кристаллизации аморфных лент с помощью модифицированного метода рентгеновской дифракции/ Шестое Всероссийское совещание вузов по физике магнитных материалов: Тез. докл. (Ир-

кутск, 23-26 июня 1992 г.) – Иркутск, 1992. С. 64-65.

III. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами. – М.: Металлургия, 1989. - 496 с.

IV. Пенкаля Т. Очерки кристаллохимии.- Л.:Химия, 1974. – 496 с.

V. Штин А.П., Фотиев А.А., Галактионов А.Д., Ходос М.Я. Физико-химические свойства щелочных алюмофосфатных стекол //Физика и химия стекла, т. 2, № 1, 1976, с.80-88.

Частичная финансовая поддержка исследований осуществлена фондом «The U.S. Civilian Research & Development Foundation for the Independent States of the Former Soviet Union (CRDF)», грант №.REC-005.

Подписано в печать _____. Формат 60×84 1/16
Бумага типографская. Объем 1 п.л. Тираж 100. Заказ № _____
г. Екатеринбург, К-83, пр. Ленина, 51. Типолаборатория УрГУ.