



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Факультет физики

Базовая кафедра физики конденсированных сред ИФТТ
РАН, лаборатория структурных исследований

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА «ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМООБРАБОТКИ НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И ДОМЕННУЮ СТРУКТУРУ АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МИКРОПРОВОДОВ»

Выполнил студент Фукс А.А., группа МФ3191

Научный руководитель: д.ф.-м.н., профессор Аронин А.С.

Москва, 2021



ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ

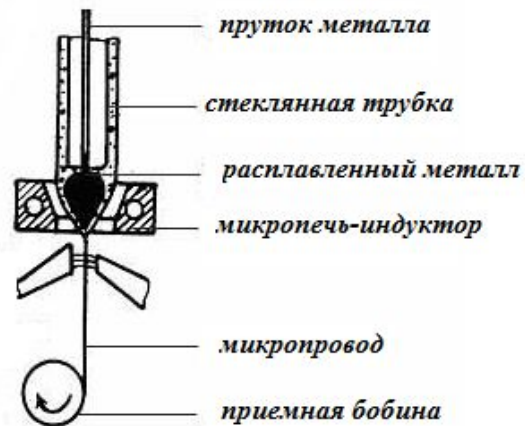
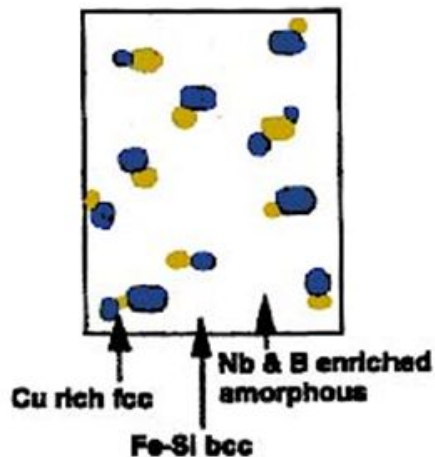
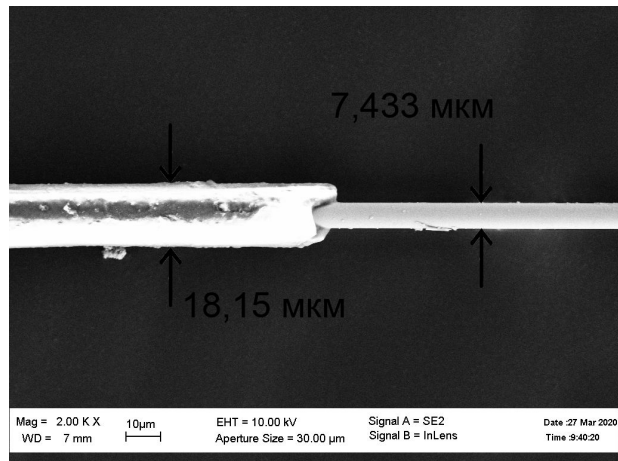
Изучить влияние механических напряжений на процесс кристаллизации и сопровождающие его изменения магнитных свойств и доменной структуры аморфных микропроводов

- Определить, как связаны изменения в напряженном состоянии с процессом кристаллизации и намагничиванием;
- Оценить вклад адгезии между стеклянной оболочкой и металлической сердцевиной микропровода во внутренние напряжения;
- Установить, каким образом влияют структурные изменения на эволюцию магнитных гистерезисных свойств.



ОСНОВНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

- Получение микропроводов осуществляется методом Улитовского – Тейлора
- Диаметр: 5 – 20 мкм
- Состав: $Fe_{73.8}Si_{13}B_{9.1}Cu_1Nb_{3.1}$ и $Fe_{70.8}Si_{16}B_{9.1}Cu_1Nb_{3.1}$





МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

- Метод вибрационной магнитометрии
- Метод, связанный с применением флюксметра
- Метод рентгенографии
- Метод сканирующей электронной микроскопии

МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

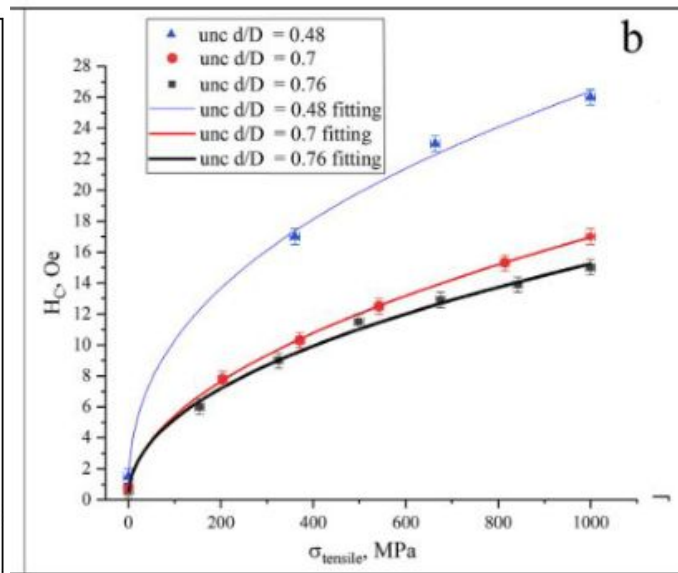
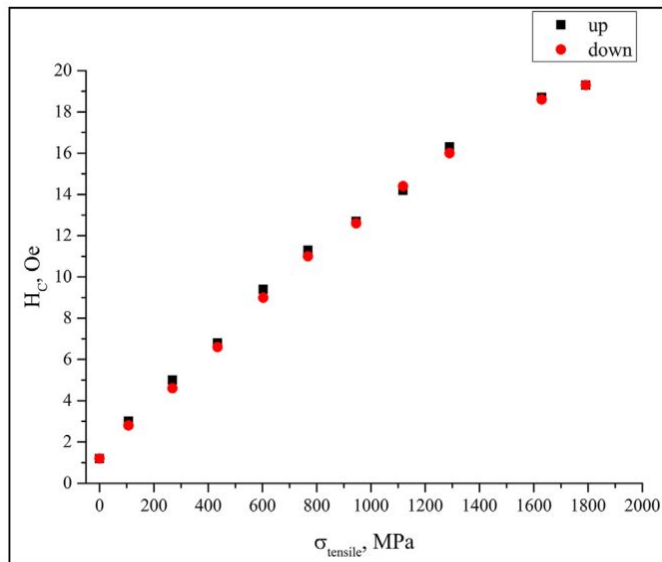
- Термическая обработка проводилась в печи для релаксации напряжений (при температуре около 300°C) и для нанокристаллизации (480°C – 550°C)
- Удаление стеклянной оболочки осуществлялось травлением в плавиковой кислоте



Состав –



РЕЗУЛЬТАТЫ



The stress dependence of the switching field in glass-coated amorphous microwires / Aragonese, P., Blanco, J.M., Dominguez, L., González, J., Zhukov, A., Vázquez, M. // Journal of Physics D: Applied Physics. – 1998. – V. 31 – P. 3040.

Формула хорошо работает для микропроводов без оболочки

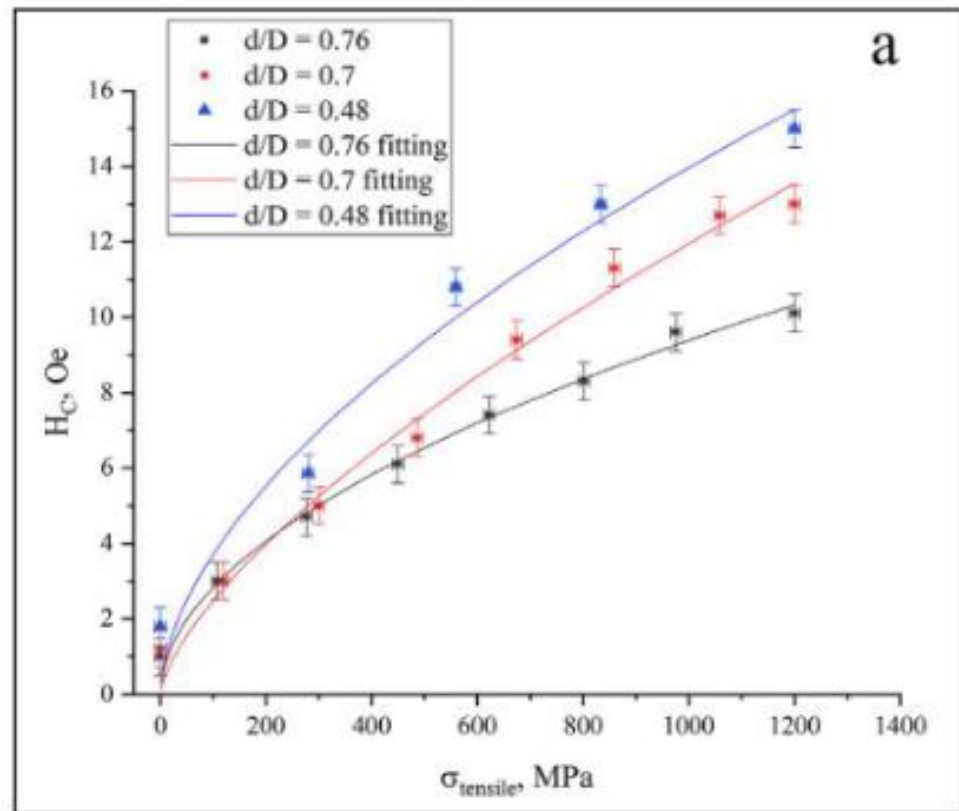
Гистерезис в зависимости коэрцитивности от приложенного внешнего напряжения отсутствует: материал не разрушается в широком диапазоне напряжений

$$H_C \sim \left[A \left(\frac{3}{2} \right) \lambda_s (\sigma_t + \sigma_i) \right]^{1/2} / \cos \alpha$$

РЕЗУЛЬТАТЫ

Аппроксимация степенной функцией плохо описывает экспериментальные значения для микропроводов в оболочке

Было сделано предположение о том, что коэрцитивность микропроводов в оболочке на начальных этапах нагрузки линейно зависит от внешнего напряжения



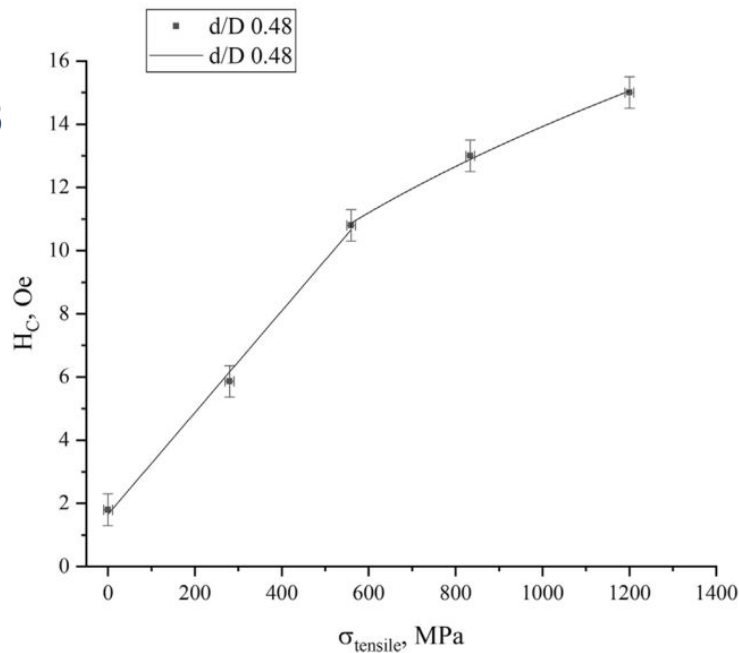


РЕЗУЛЬТАТЫ

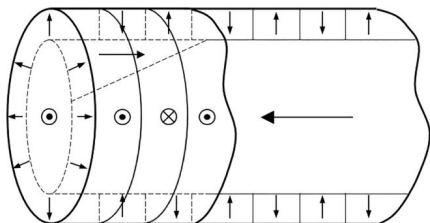
Особенно хорошо заметна линейная часть, при $d/D = 0,48$

- Чем больше d/D , тем медленнее с нагрузкой растёт коэрцитивная сила, независимо от наличия/отсутствия оболочки
- Но в целом, у микропроводов без оболочки скорость роста коэрцитивной силы выше

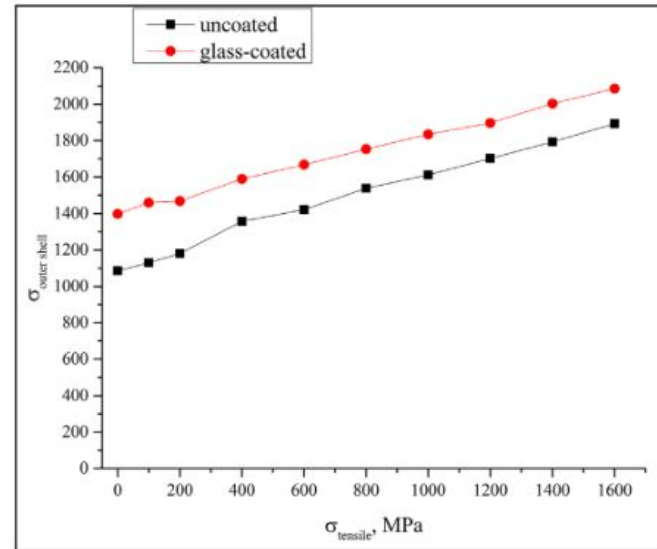
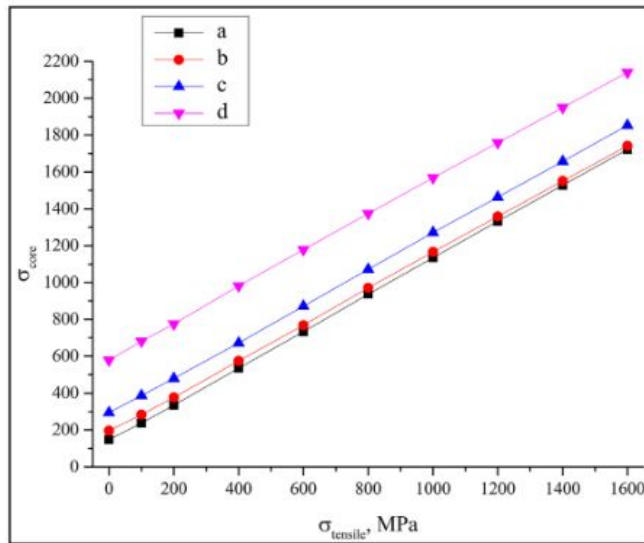
Причина – разное исходное напряженное состояние



РЕЗУЛЬТАТЫ



Средние напряжения
оценивались по критерию
фон Мизеса



$$\sigma_a = \sqrt{(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta})^2 + (\sigma_{\theta\theta} - \sigma_{zz} - \sigma_t)^2 + (\sigma_{zz} + \sigma_t - \sigma_{rr})^2} / 2$$

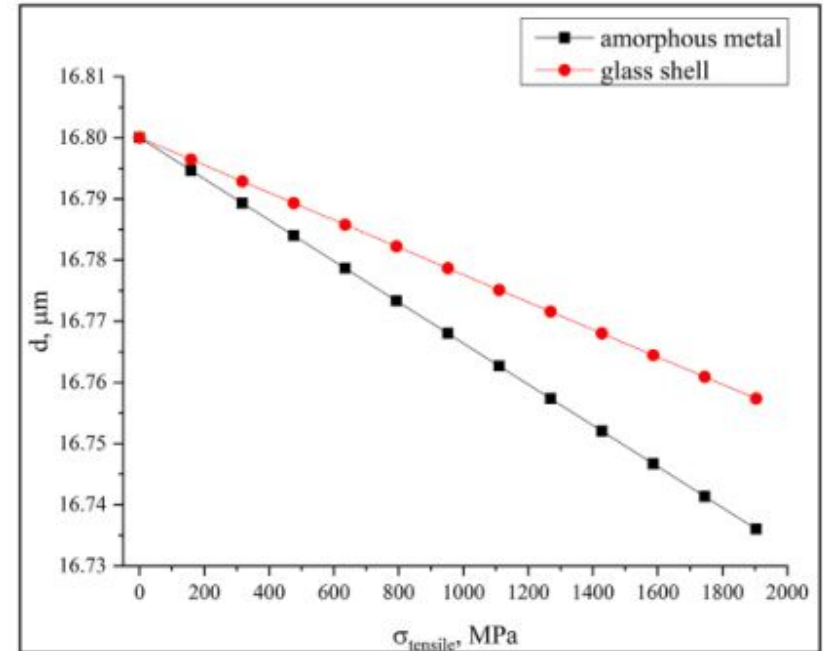
- Величина напряжений в поверхностном слое в три раза больше, чем в центральной части.
- Для микропровода в стеклянной оболочке с отношением $d/D = 0,48$ величина начальных внутренних напряжений составляет примерно 600 МПа.

РЕЗУЛЬТАТЫ

- Из-за разницы в КТР появляется положительная добавка к напряжению;
- При изготовлении возникает адгезия, которая вносит дополнительный отрицательный вклад в компоненты тензора внутренних напряжений

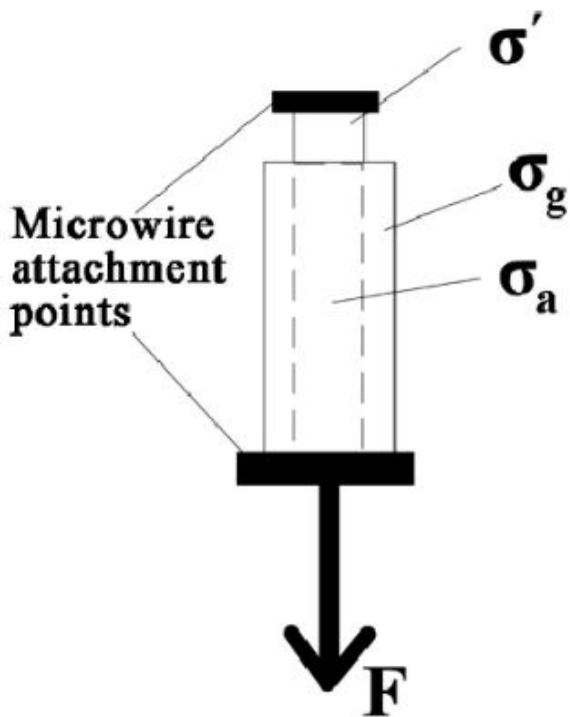
Постепенная осевая деформация компенсирует избыточное напряжение, меняя характер изменения коэрцитивности

Коэрцитивная сила у проводов без оболочки больше при том же внешнем напряжении, чем у проводов в стеклянной оболочке из-за отрицательного вклада адгезии в напряжения в поверхностном доменном слое



Изменения диаметров сердцевины и оболочки происходят с разной скоростью при растяжении

РЕЗУЛЬТАТЫ

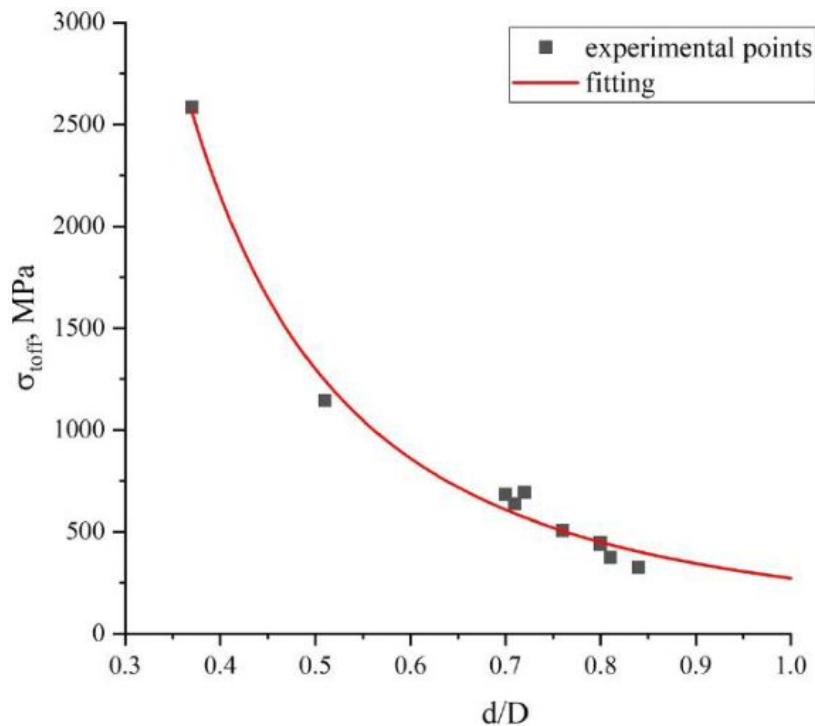


По предложенной схеме измерения адгезии, находим разность деформаций на участках с оболочкой и без неё. При критической нагрузке (разрыв микропровода) напряжение, соответствующее этой разности, является напряжением отрыва.

Площади сечений определялись с помощью СЭМ (измерялся диаметр), модули Юнга металла и стекла : 154 ГПа и 64 ГПа

$$\sigma_{off} = FS_g / [S_a(S_g + \sigma_a S_a / E_g)]$$

РЕЗУЛЬТАТЫ



Затем аппроксимировали в виде зависимости от соотношения d/D

$$\sigma_{off} = a(d/D)^b, \text{ где } a = 272,09, b = -2,256.$$

Чем больше толщина стекла при фиксированной толщине сердцевины, тем больше величина сжимающих радиальных напряжений и сила трения



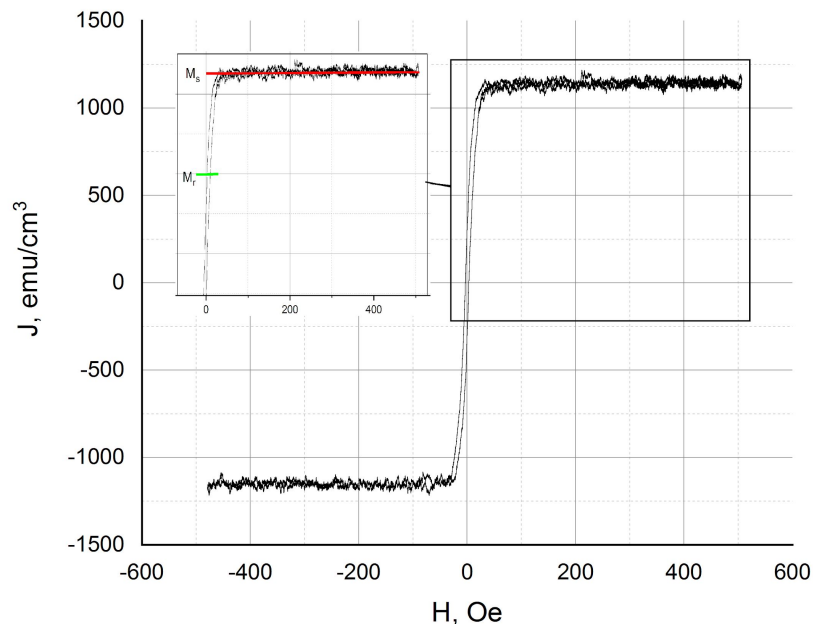
РЕЗУЛЬТАТЫ

Аппроксимационная кривая при стремлении к $d/D = 1$ (почти полное отсутствие оболочки) позволяет отбросить вклады от сил трения и получить значение адгезии с большой достоверностью (коэффициент χ аппроксимационной кривой равен 0,99). Было получено, что величина адгезии составляет 270 МПа, что согласуется с данными по адгезии между стеклянной и железной поверхностями [Adhesion of Dust and Powder / A.D. Zimon // Springer. –2012.]

РЕЗУЛЬТАТЫ

$$\frac{r_{core}}{R_{metal}} = \sqrt{\frac{M_r}{M_s}}$$

По соотношению для остаточной намагниченности и намагниченности насыщения определялся радиус цилиндрического домена сердцевинки. Радиус металлической сердцевинки определялся на СЭМ.



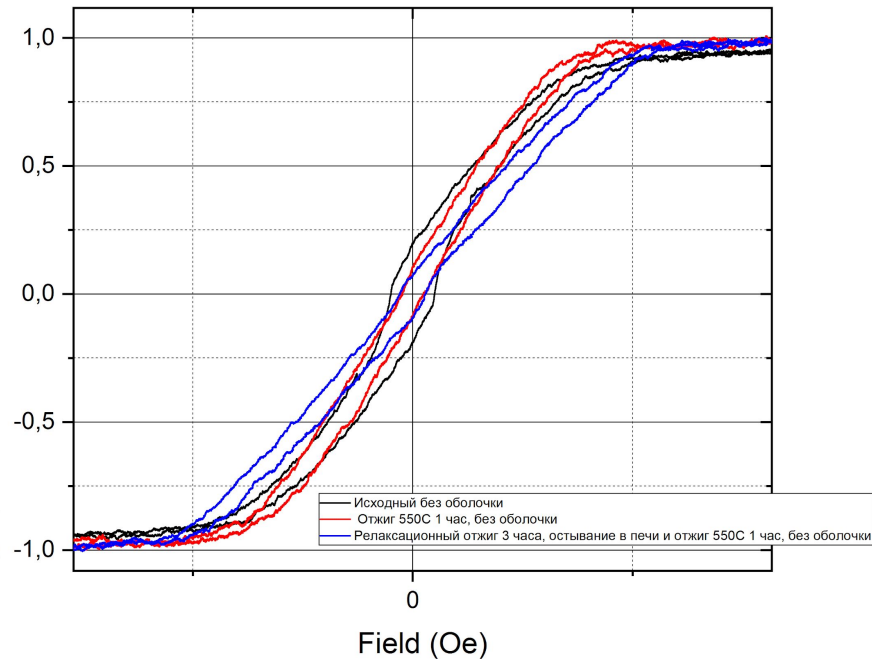
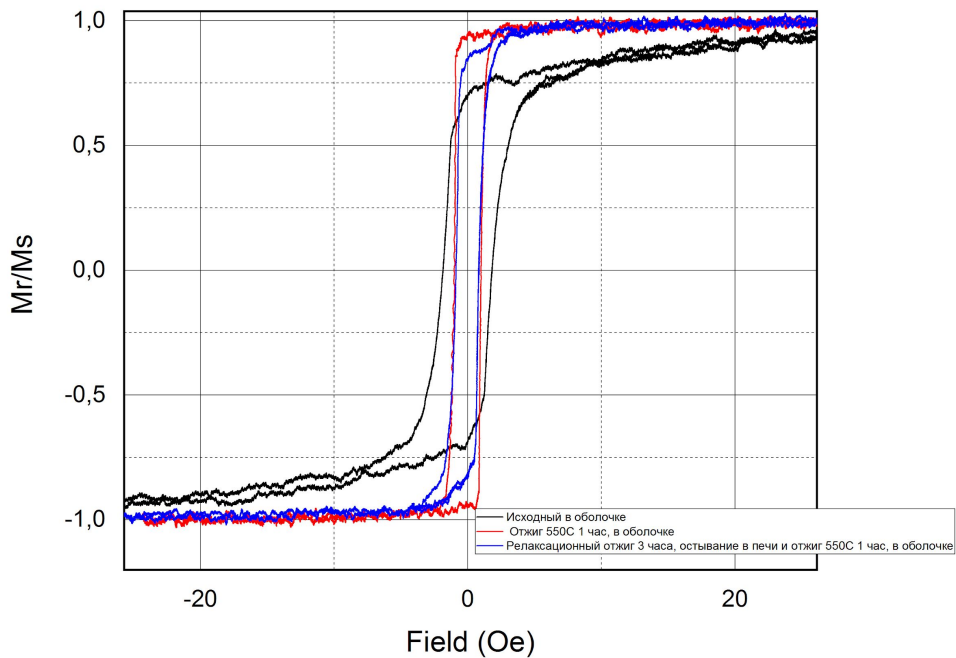


РЕЗУЛЬТАТЫ

Тип отжига	В оболочке			Без оболочки	
	d/D	M_r/M_s	$H_c, \text{Э}$	M_r/M_s	$H_c, \text{Э}$
Исходный образец	0.4876	0.83	1,8	0,44	1,1
550°C 1 час	0.4619	0.97	1,1	0.30	0,83
Релаксационный отжиг 3 часа, остывание в печи, отжиг 550°C 1 час	0.4922	0.91	1,33	0.28	0,70



РЕЗУЛЬТАТЫ

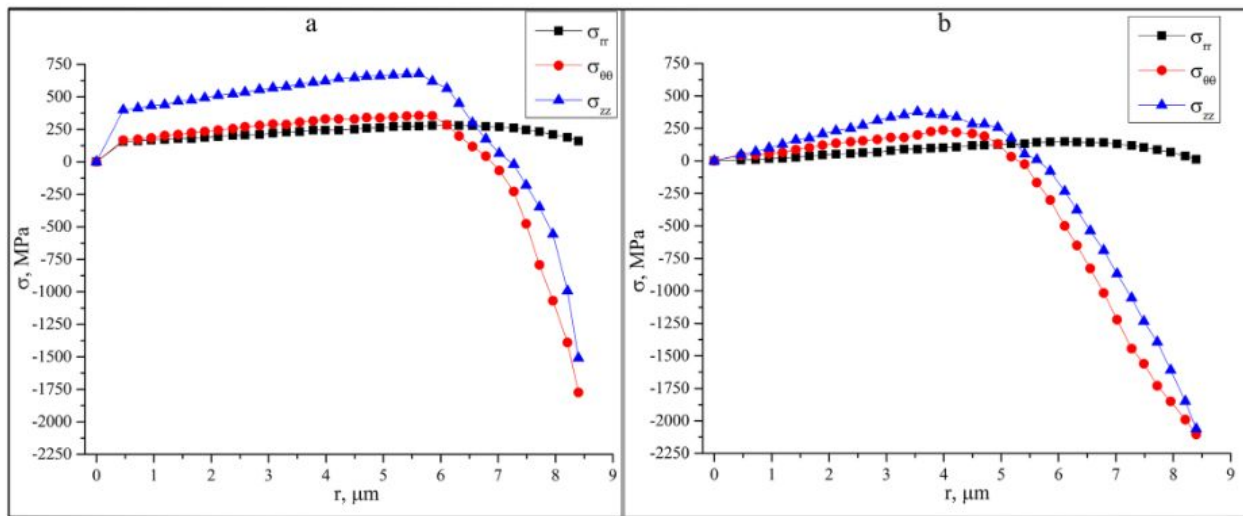




РЕЗУЛЬТАТЫ

- При нанокристаллизации остаточная намагниченность увеличивается
- Коэрцитивная сила снижается, эффект усиливается после удаления оболочки, т.к. снижается общий уровень напряжений в микропроводе
- При релаксационном отжиге и постепенном остывании в печи снимаются закалочные напряжения, последующая нанокристаллизация происходит с меньшей скоростью, нежели при высокотемпературном отжиге

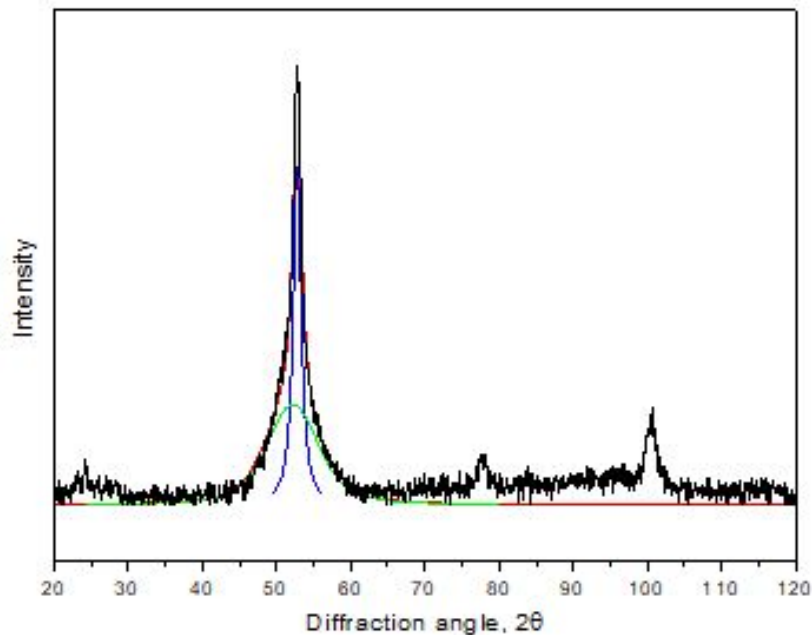
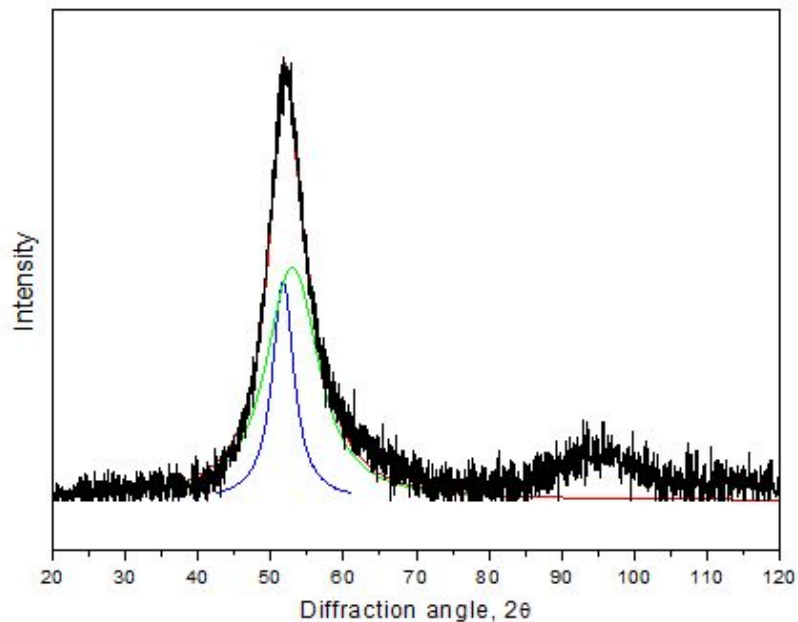
РЕЗУЛЬТАТЫ



Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires / H. Chiriac et al. // Physical Review B. – 1995. – V. 52 – P. 10 104

В центральной части микропровода доминируют осевые растягивающие напряжения, в поверхностной части действуют сжимающие напряжения. Подобное распределение напряжений должно влиять на процесс нанокристаллизации на начальных этапах.

РЕЗУЛЬТАТЫ



Слева – лента, справа – микропровод без оболочки, отожженные при 480°C в течение 1 часа

РЕЗУЛЬТАТЫ

- Размер нанокристаллов в ленте ~ 6 нм, в микропроводе ~ 16 нм, для оценки размера использовалось соотношение Селякова – Шеррера:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

K – коэффициент, зависящий от формы частиц (в случае шара равен 0,9), λ – длина волны излучения (Co - 1,789 Å), β - полуширина рефлекса

- Доля нанокристаллов в ленте ~ 30%, в микропроводе ~ 38%, оценивалась по соотношению:

$$V_c = \frac{I_c}{I_c + KI_{am}}$$

K – параметр Хуанга (для данного сплава равен 1,05)



ВЫВОДЫ

- Зависимость коэрцитивности от величины растягивающих напряжений обратима и может состоять из двух частей с линейной и степенной зависимостью, величина которых коррелирует с начальным уровнем и распределением напряжения в материале;
- Был предложен новый метод измерения адгезии в микропроводах. Величина адгезии составила 270 МПа, что находится в хорошем согласии с литературными данными. При термообработке ниже температуры кристаллизации адгезия может увеличиться более чем в два раза;
- Из петель гистерезиса получено, что уровень внутренних напряжений и нанокристаллизация влияют на объем центрального домена микропровода, понижение напряжений вследствие снятия оболочки уменьшает размеры домена, при нанокристаллизации он, наоборот увеличивается;
- В результате исследования начальных стадий кристаллизации определено, что напряженное состояние оказывает влияние на процесс кристаллизации. Это выражено в различии нанокристаллической структуры микропроводов и лент, обработанных при температурах у нижней границы кристаллизации.

ПУБЛИКАЦИИ, ПАТЕНТЫ И УЧАСТИЕ В КОНФЕРЕНЦИЯХ

Материалы данной работы опубликованы в следующих статьях:

1. The effect of stress distribution in the bulk of a microwire on the magnetization processes / O.I. Aksenov, A.A. Fuks, A.S. Aronin // Journal of Alloys and Compounds. – 2020. – V. 836. – P. 155472.
2. The study of adhesion between the glass shell and the metallic nucleus of a Fe-based amorphous microwire / O.I. Aksenov, A.A. Fuks, A.S. Aronin // Measurement. – 2021. – V. 178. – P. 109400.

а также представлены на конференциях:

1. стендовый доклад “Изменение магнитных свойств аморфных микропроводов состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ при нанокристаллизации и воздействии внешних напряжений”. А.А. Фукс, О.И. Аксенов, А.С. Аронин // 11-я Международная конференция “Фазовые превращения и прочность кристаллов” (ФППК-2020) : сб. тр. – 2020. – С. 113.;
2. устный доклад “Влияние растягивающих напряжений на коэрцитивную силу аморфных ферромагнитных микропроводов”. О.И. Аксенов, А.А. Фукс, А.С. Аронин // 11-я Международная конференция “Фазовые превращения и прочность кристаллов” (ФППК-2020) : сб. тр. – 2020. – С. 112.
3. стендовый доклад “Исследование различий кинетики кристаллизации аморфных лент и микропроводов состава $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ ”. А.А. Фукс, О.И. Аксенов, А.С. Аронин // 2-я конференция “Физика конденсированного состояния” (ФКС-II). – 2021.

и в виде патента:

1. “Датчик измерения механических напряжений на основе микропроводов с положительной магнитострикцией”, RU 2746765 С1, О.И. Аксенов, А.А. Фукс, А.С. Аронин



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

www.hse.ru

Телефон.: +7 (996) 937 9300

Адрес: aafuks@edu.hse.ru



РЕЗУЛЬТАТЫ

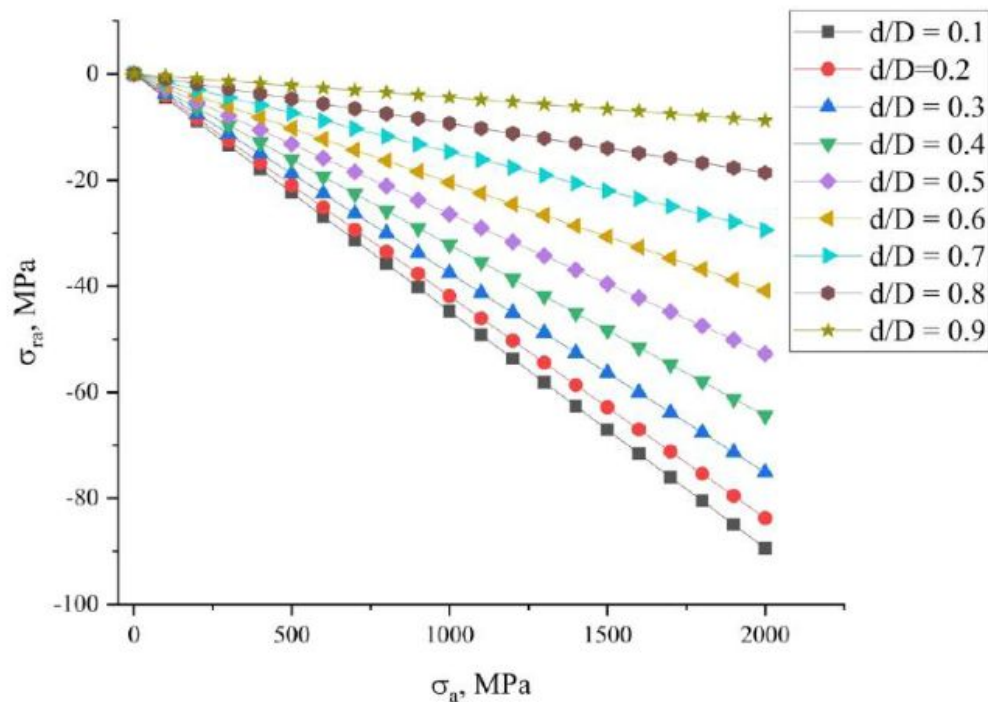
Поскольку оболочка не отрывается в процессе измерения, то надо учесть дополнительную радиальную деформацию из-за разницы в коэффициентах Пуассона, получаем зависимость радиального напряжения от осевой нагрузки

$$\sigma_{ra} = \frac{E_g(\mu_g - \mu_a)(R^2 - r^2)\sigma_a}{E_a[r^2(1 - \mu_g) + R^2(1 + \mu_g)] - E_g(R^2 - r^2)(1 - \mu_a)}$$

Подставляя значения коэффициентов Пуассона $\mu_a = 0,3$, $\mu_g = 0,2$, модули Юнга и заменяя $\rho = d/D$, получаем

$$\sigma_{ra} = \frac{6,4(\rho^2 - 1)\sigma_a}{168\rho^2 + 140}$$

РЕЗУЛЬТАТЫ



Напряжение отрыва состоит из:

1. Непосредственно величины адгезии
2. Трения, связанного с осевым растяжением
3. Добавки к трению из-за радиальной деформации
4. Трение из-за разницы в КТР