Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

На правах рукописи

Токмакова Екатерина Николаевна

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА В НЕНАСЫЩАЮЩЕМ МАГНИТНОМ ПОЛЕ НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И ХАРАКТЕР ПЕРЕМАГНИЧИВАНИЯ АМОРФНЫХ МАГНИТОМЯГКИХ СПЛАВОВ

Специальность 2.6.17
«Материаловедение»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: к.ф.-м.н. Введенский Вадим Юрьевич

Москва – 2024

Содержание

ВВЕДЕНИЕ 6
1 Аналитический обзор литературы 12
1.1 Общие сведения об аморфных магнитомягких сплавах 12
1.2 Виды магнитной анизотропии в аморфных сплавах 17
1.3 Факторы, определяющие магнитные свойства аморфных сплавов при отжиге 23
1.3.1 Гомогенизация аморфной структуры 24
1.3.2 Кластерообразование 24
1.3.3 Изменение величины и знака магнитострикции насыщения 27
1.3.4 Задержка границ доменов, вызванная направленным упорядочением 30
1.4 Влияние термомагнитной обработки на свойства АММС 33
1.5 Заключение 42
2 Материалы и методы исследования 44
2.1 Характеристика исходных материалов 44
2.2 Методика отжига в ненасыщающем магнитном поле 44
2.3 Методика определения степени релаксации напряжений при термической обработке АММС 49
2.4 Методика определения степени охрупчивания при термической обработке АММС 50
2.5 Методика измерения статических магнитных свойств на автоматической установке МК-3Э 51
2.6 Методика измерения динамических магнитных свойств на автоматической установке МК-4Э 53
2.7 Дифракционный анализ термически обработанных образцов 54
2.8 Моделирование петель гистерезиса АММС 55
2.9 Парный корреляционный анализ 56
2.10 Заключение 57
3 Результаты экспериментов и их обсуждение 58
3.1 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на релаксационные и кристаллизационные процессы в аморфных сплавах на основе Fe и Co 58
3.1.1 Изучение влияния ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы релаксации напряжений и охрупчивания лент аморфных сплавов 58
3.1.2 Изучение влияния ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы кристаллизации аморфных сплавов 61

3.1.3 Заключение.....63
3.2 Изучение влияния различных факторов на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле 64
3.2.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co ...64
3.2.2 Изучение влияния диаметра кольцевого образца на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле.....73
3.2.3 Изучение влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле 82
3.2.4 Изучение влияния времени выдержки при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co.....88
3.2.5 Изучение влияния момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co ...95
3.2.6 Изучение влияния магнитной подготовки на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле 99
3.2.7 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co.....102
3.2.8 Заключение.....115
3.3 Изучение влияния комбинированных обработок в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co 117
3.3.1 Заключение.....133
3.4 Изучение влияния различных факторов на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле……..135
3.4.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe ..135
3.4.2 Изучение влияния диаметра кольцевого образца при отжиге в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe 143
3.4.3 Изучение влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле 154

3.4.4 Изучение влияния времени выдержки при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe 160
3.4.5 Изучение влияния момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe ..166
3.4.6 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава 2HCP 170
3.4.7 Другие факторы, влияющие на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле 181
3.4.8 Заключение.....187
3.5 Изучение влияния содержания никеля в аморфных магнитомягких сплавах на основе железа на эффективность отжига в ненасыщающем поле в части улучшения магнитных свойств 189
3.5.1 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава 10HCP 189
3.5.2 Сравнение эффективности ТМО в ненасыщающем поле и магнитных свойств аморфных магнитомягких сплавов 2HCP и 10HCP в различных состояниях.....200
3.5.3 Заключение.....208
3.6 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на процессы намагничивания и перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co 210
3.6.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co 210
3.6.2 Изучение влияния уровня изгибных напряжений в аморфной ленте при отжиге в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co 221
3.6.3 Изучение влияния температуры при отжиге в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co.....229
3.6.4 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на петли гистерезиса аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co 243
3.6.5 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на кривые намагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co 252
3.6.6 Заключение.....262

3.7 Изучение временной стабильности магнитных свойств аморфных сплавов на основе Fe и Co после отжига в ненасыщающем магнитном поле.....264
ВЫВОДЫ 269
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ 272

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы

Аморфные металлические сплавы благодаря отсутствию дальнего порядка в расположении атомов и, как следствие магнитокристаллической анизотропии, демонстрируют уникальный комплекс свойств, нехарактерный для кристаллических материалов (высокое удельное электрическое сопротивление, высокая проницаемость, низкие потери в сердечнике, высокая твердость, устойчивость к коррозии). В связи с этим, магнитомягкие аморфные материалы играют решающую роль в обеспечении высокой эффективности различных электрических и электронных устройств. Устройства с магнитопроводами из аморфных материалов обладают большей энергоэффективностью, чем устройства с традиционными магнитопроводами из электротехнических сталей [1-2]. В новейшей эпохе стремительного развития технологий очевидной тенденцией является то, что магнитомягкие материалы становятся более легкими, прочными и энергосберегающими [3]. В связи с этим требуется, чтобы магнитомягкие аморфные сплавы обладали еще более высоким комплексом магнитных свойств, такими как высокая магнитная проницаемость, высокая степень намагничивания насыщения, низкая коэрцитивная сила и т.д. [4-6].

Большинство аморфных магнитомягких материалов, как правило, получаемых в виде лент методом спиннингования расплава по одновалковому способу, можно разделить на сплавы на основе железа (с высокой магнитострикцией насыщения) и сплавы на основе кобальта (с низкой или нулевой магнитострикцией) [7]. Для кобальтовых сплавов характерен более высокий уровень магнитомягких свойств (в части низкой коэрцитивной силы и высокой начальной проницаемости), чем для железных сплавов, однако для последних индукция насыщения значительно выше. В связи с этим, практическое применение этих групп аморфных сплавов значительно различается: кобальтовые аморфные сплавы применяются при изготовлении головок магнитной записи, магнитных экранов, высокочувствительных датчиков магнитных полей, напряжений, низкого давления и деформации, а также высокочастотных магнитопроводов [8-9], а аморфные сплавы на основе железа используются в качестве материалов для сердечников трансформаторов, работающих при высоких частотах, а также магнитных усилителей и дросселей [10].

Для аморфной ленты, полученной методом спиннингования расплава, характерен высокий уровень внутренних закалочных напряжений, поэтому почти всегда для улучшения магнитомягких свойств используется отжиг ниже температуры

кристаллизации, но выше температуры Кюри T_c, либо отжиг в магнитном поле при температуре ниже T_c (термомагнитная обработка, ТМО) [10-12]. За формирование магнитных свойств аморфных сплавов при термической обработке ответственны магнитоупругая анизотропия, а также наведенная магнитная анизотропия: при нагреве магнитоупругая анизотропия уменьшается, что способствует облегчению намагничивания аморфного сплава и улучшению его магнитомягких свойств. При этом если термическая обработка проводится при температуре ниже точки Кюри в отсутствие магнитного поля, то в процессе отжига индуцируется локальная магнитная анизотропия вследствие направленного упорядочения атомных пар, приводящая к стабилизации границ доменов и деградации магнитных свойств аморфного сплава в виде снижения магнитной проницаемости (начальной и максимальной) и увеличения коэрцитивной силы [13-17].

ТМО аморфных сплавов является эффективным инструментом управления их магнитными свойствами. Во время отжига в магнитном поле вследствие направленного упорядочения индуцируется одноосная магнитная анизотропия с направлением оси легкого намагничивания, соответствующим направлению приложения внешнего магнитного поля. Кроме того, если магнитное поле при отжиге по напряженности превышает поле насыщения аморфного сплава, то отжиг в магнитном поле подавляет стабилизацию границ доменов (поскольку термическая обработка происходит в отсутствие доменной структуры, что делает невозможной ее стабилизацию), следовательно, этот вид термообработки, как правило, увеличивает подвижность доменных границ в аморфном сплаве, что также приводит к улучшению его магнитных свойств [15, 18].

В то же время, существует несколько работ, в которых показано, что улучшению магнитомягких свойств аморфных сплавов может происходить в результате отжига и в магнитных полях значительно меньших, чем насыщающее поле [19-24]. Таким образом, актуальным является вопрос возможного энергосбережения при производстве аморфных сплавов за счет применения менее интенсивного магнитного поля во время их термомагнитной обработки с одновременным достижением повышенного уровня магнитомягких свойств. Однако единое понимание влияния малого магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфных магнитомягких сплавов разного химического состава на данный момент отсутствует.

Цель и задачи работы

Цель работы – установление закономерностей влияния отжига в продольном магнитном поле много меньше поля насыщения на магнитные свойства, характер перемагничивания и качество аморфных сплавов на основе железа и кобальта.

Для достижения данной цели требуется решить следующие задачи:

– установить закономерности влияния на магнитные свойства аморфных сплавов отжига в ненасыщающем магнитном поле при варьировании следующих факторов: диаметр образца, скорость охлаждения, величина прикладываемого поля, время выдержки, температура, момент приложения поля, магнитная подготовка образца (путём размагничивания или предварительного приложения магнитного поля);

– сравнить закономерности формирования магнитных свойств при отжиге в ненасыщающем поле аморфных сплавов разных классов (на основе Fe и Co);

– установить возможность эффективности ТМО в ненасыщающем поле в части улучшения магнитомягких свойств различных аморфных сплавов по сравнению с отжигом без поля;

– изучить влияние комбинированных термических обработок в ненасыщающем магнитном поле (ТМО с предварительным отжигом без поля; двухступенчатая ТМО) на магнитные свойства аморфных сплавов;

– определить оптимальные режимы отжига в ненасыщающем магнитном поле для разных аморфных сплавов для улучшения их магнитомягких свойств;

– с помощью анализа формы и математического моделирования петель гистерезиса, а также изучения кривых намагничивания установить влияние отжига в ненасыщающем магнитном поле на обратимый или необратимый характер перемагничивания и намагничивания аморфных сплавов;

– изучить влияние ТМО в ненасыщающем поле на характеристики качества аморфных магнитомягких сплавов, а именно: временная стабильность магнитных свойств после ТМО, степень релаксации напряжений, степень охрупчивания, отсутствие кристаллических фаз.

Научная новизна

1. Впервые выявлены закономерности влияния отжига в магнитном поле, малом по сравнению с полем насыщения, на магнитные свойства и процессы перемагничивания и намагничивания аморфных сплавов на основе Co и Fe.

2. Впервые показана возможность эффективности (в части значительного улучшения магнитомягких свойств) отжига в ненасыщающем поле по сравнению с

отжигом без поля, и обсуждены условия этой эффективности для аморфных сплавов на основе железа и на основе кобальта.

3. Впервые развиты теоретические представления о механизме влияния малых полей при отжиге на формирование магнитных свойств магнитомягких аморфных сплавов.

4. Впервые предложено применять модель петли гистерезиса с использованием дробно-линейной функции в качестве способа обработки экспериментальных данных для разделения обратимой и необратимой составляющих индукции.

Практическая значимость

1. Показано, что отжиг в ненасыщающем продольном магнитном поле может приводить к более высокому уровню магнитомягких свойств аморфных сплавов на железной и кобальтовой основе по сравнению с отжигом без поля, что в перспективе дает возможность повысить энергоэффективность процесса термомагнитной обработки аморфных сплавов за счет сокращения энергозатрат на создание магнитного поля величиной много меньше поля насыщения.

2. Установлено, что для получения оптимального комплекса магнитных свойств аморфных сплавов при отжиге в ненасыщающем поле требуется проводить кратковременную выдержку (порядка 10 мин), что также характеризует предлагаемую в данной работе обработку как энергоэффективную и более производительную.

3. Продемонстрировано, что для отжига в малом продольном магнитном поле на кольцевых образцах аморфного сплава на основе железа диаметром 26 мм, обеспечивающих низкий уровень исходных изгибных напряжений, характерна более высокая эффективность, чем на образце диаметром 15 мм – по сравнению с отжигом без поля ТМО в ненасыщающем поле на сплаве 2НСР привела к снижению коэрцитивной силы на 23 % и повышению низкополевой и максимальной проницаемости на 245 и 151 %, соответственно. В результате, проведение ТМО в ненасыщающем поле на образце сплава 2НСР большого диаметра обеспечило одновременно получение наиболее низкой коэрцитивной силы и наиболее высокой низкополевой проницаемости при достаточно высокой максимальной проницаемости среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО.

4. Предложен оригинальный способ улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава на основе кобальта за счет применения двухступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле с получением низкой коэрцитивной силы (менее 2 А/м), высокой максимальной и низкополевой проницаемости (до 574000 и 55000,

соответственно), а также низких потерь на перемагничивание, позволяющий повысить производительность ТМО за счет сокращения времени на обработку на 30 %.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Закономерности влияния различных факторов при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфных сплавов с разным химическим составом.
2. Оптимальные режимы отжига в ненасыщающем магнитном поле, обеспечивающие улучшение магнитомягких свойств аморфных сплавов.
3. Влияние комбинированных термических обработок в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного сплава на основе кобальта.
4. Закономерности влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на характер перемагничивания аморфных сплавов, проявляющегося в изменении соотношения необратимого и обратимого вкладов в магнитную индукцию, а также характерных величин полей окончания намагничивания по разным механизмам. Корреляционные зависимости различных магнитных свойств аморфных сплавов, с одной стороны, и составляющих индукции и параметров кривой намагничивания, зависящих от характера перемагничивания материала, с другой стороны.

Личный вклад автора состоит в анализе литературных источников, проведении термических обработок аморфных магнитомягких сплавов с последующим исследованием их свойств, в моделировании петель гистерезиса, анализе и обсуждении полученных результатов исследований, подготовке научных статей и тезисов конференций, а также непосредственно текста диссертации. Постановка цели и задач исследования, а также выбор материалов и методик осуществлялся совместно с научным руководителем В.Ю. Введенским.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием современного измерительного оборудования. Результаты работы докладывались на международных и всероссийских конференциях, а также были опубликованы в журналах с высоким импакт-фактором, входящих в перечень ВАК и индексируемых в наукометрических базах Scopus и WoS.

Апробация работы и публикации

Основные результаты работы были представлены на следующих конференциях: Международная научная конференция «Приоритетные направления инновационной деятельности в промышленности» (Казань, 30-31 января 2021 г.), XVIII Международная научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Информационные технологии, энергетика и экономика (электроэнергетика, электротехника и теплоэнергетика, математическое моделирование и информационные технологии в производстве)» (Смоленск, 22-23 апреля 2021 г.); V Международная научно-практическая конференция «Инновации в информационных технологиях, машиностроении и автотранспорте» (Кемерово, 19-20 октября 2021 г.); Международная научно-практическая конференция им. Д.И. Менделеева, посвящённая 90-летию профессора Р.З. Магарила (Тюмень, 25-27 ноября 2021 г.); 3-я Международная научно-практическая конференция, посвященная памяти академика А.А. Байкова «Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов» (Курск, 15 сентября 2022 г.); 3-я международная научно-техническая конференция «Электроэнергетика сегодня и завтра» (Курск, 27 марта 2024 г.).

По теме исследования сделано 10 публикаций, из которых 4 работы опубликованы в изданиях, входящих в базы данных Web of Science и Scopus.

Структура и объем работы

Диссертация изложена на 283 страницах, содержит 108 рисунков и 29 таблиц и состоит из введения, литературного обзора, методической части, результатов экспериментов и их обсуждения, выводов и списка литературы из 144 наименований.

1 Аналитический обзор литературы

1.1 Общие сведения об аморфных магнитомягких сплавах

Аморфные сплавы – относительно новый особый класс прецизионных сплавов, отличающийся от кристаллических сплавов своей структурой, способом производства и свойствами. Первые разработки по аморфным сплавам появились в 60-х годах прошлого века, когда во время проведения экспериментов по быстрому охлаждению расплавленных металлов, проводимых для получения субмикроскопической структуры металла, было обнаружено, что в некоторых случаях кристаллическая решетка в металле отсутствовала, а расположение атомов было типичным для бесструктурного, аморфного твердого тела. Помимо отличной от кристаллических материалов атомной структуры, для аморфных сплавов характерен ряд особенностей с точки зрения свойств: высокое удельное электрическое сопротивление, высокая проницаемость, низкие потери в сердечнике, высокая твердость, а также устойчивость к коррозии. Аморфные магнитомягкие сплавы – это экологичные, высокоэффективные и энергосберегающие функциональные материалы, которые в некоторых применениях демонстрируют более высокую эффективность, чем кремнистые стали, пермаллои и ферриты.

Аморфное состояние вещества, или стеклообразное состояние, представляет собой метастабильное твердое состояние, не имеющее дальнего порядка в расположении атомов [1]. При этом в первом приближении считается, что аморфные твердые тела имеют тетраэдрический локальный порядок. Чистые металлы (или сплавы переходных металлов) невозможно получить в стеклообразном состоянии, поскольку для их аморфизации требуется недостижимая при использовании технологии спиннингования расплава скорость охлаждения, для снижения которой, а также для повышения стабильности аморфной фазы в составе сплава обязательно должны присутствовать некоторые элементы, называемые аморфизаторами, приводящие к снижению критической скорости аморфизации до величины порядка 10^6 К/с [25-26]. Элемент-аморфизатор должен иметь меньший атомный радиус, чем у переходных металлов; кроме того, целесообразно в качестве легирующих элементов выбирать тугоплавкие металлы, имеющие большой радиус атома (в этом случае в качестве элементов-аморфизаторов могут выступить сами переходные металлы).

Чтобы аморфный сплав был магнитным, он должно содержать более 60 % переходных металлов (Fe, Co, Ni и др.), обладающих магнитным моментом (обычно их

атомная доля составляет 70-80 %) [27]. Соответственно, содержание элементов-аморфизаторов (B, Si) составляет 20-30 %, а тугоплавких металлов – менее 3 % [7].

В промышленном масштабе сплавы получают из чистых элементов, за исключением бора, получаемого из соединений F_3B или F_2B. Элементы обычно расплавляются путем индукционного нагрева в вакууме, полученный расплав заливается в тигель, поддерживаемый при температуре, на несколько градусов превышающей температуру плавления (1100-1300 °C). Затем жидкий металл с помощью инертного газа подается в сопло, снабженное тонкой прорезью, очень близко расположенной к ободу холодного барабана, вращающегося с угловой скоростью около 30-40 м/с. Этот метод известен как литье в плоском потоке (спиннингование расплава, быстрая закалка из расплава) и является самым распространенным способом получения аморфных сплавов. Барабан, подвергаемый в процессе спиннингования расплава водяному охлаждению, обычно изготавливается из меди или медного сплава, например, латуни, для обеспечения эффективной теплопередачи. Если параметры закалки (скорость, давление, температура) настроены должным образом, то аморфный сплав получается в виде ленты, имеющей ширину, равную ширине щели, и толщину около 20 мкм. В зависимости от области применения аморфного сплава толщина ленты может варьироваться от 18 до 40 мкм, а ширина – от нескольких мм до более 100 мм [1, 28]. Аморфные ленты являются основным типом полуфабрикатов, из которых далее методами навивки, гибки или вырубки получают изделия [29].

По химическому составу аморфные магнитомягкие сплавы (АММС) можно разделить на сплавы на основе железа, сплавы системы железо-кобальт и сплавы системы железо-никель [7].

Аморфные сплавы на основе железа обладают самой высокой намагниченностью насыщения (около 1,6 Тл) из всех аморфных материалов из-за большого содержания железа (в конечном итоге намагниченность может быть дополнительно увеличена до 1,8 Тл путем добавлением кобальта) при достаточно низких потерях на перемагничивание. Как следствие, АММС на основе Fe особенно подходят для устройств, работающих при низких и средних частотах, когда высокая намагниченность насыщения является основным параметром, определяющим размеры устройства. Из-за отсутствия дальнего порядка магнитокристаллическая анизотропия АММС теоретически равна нулю, но для сплавов на основе Fe магнитострикция насыщения обычно довольно высока (около 25 ppm), что также приводит к возникновению значительной магнитоупругой анизотропии и полезно для некоторых практических применений (например, при использовании в датчиках или преобразователях), однако в целом она вредна для

магнитных свойств, поскольку внутренние напряжения не могут быть полностью сняты, в связи с чем максимальная магнитная проницаемость μ_{max} остается в пределах порядка 10^5, а коэрцитивная сила H_c никогда не бывает ниже нескольких А/м [30]. В 80-х годах прошлого века было разработано большое разнообразие аморфных сплавов на основе железа, в частности компанией Metglas, среди которых сплавы для низкочастотных применений (в частности, сетевых трансформаторов), для высокочастотной силовой электроники, а также для магнитоупругих применений (преобразователи и сенсоры).

Сплавы на основе Fe-Co можно разделить на сплавы с преимущественно железной основой (Fe-Co) и сплавы с преимущественно кобальтовой основой (Co-Fe) [7]. Из-за меньшего магнитного момента атомов кобальта по сравнению с железом АММС Co-Fe-Si-B имеют заметно меньшую индукцию насыщения, чем сплавы на основе железа (B_s = 0,5-0,6 Тл). Напротив, поскольку для них характерна очень низкая магнитострикция насыщения λ_s, и, как следствие, уровень внутренних напряжений оказывает слабое влияние на магнитные свойства, они обладают наименьшей коэрцитивной силой из всех известных магнитных материалов, а также самой высокой максимальной проницаемостью. Кроме того, благодаря почти нулевой магнитокристаллической и магнитоупругой анизотропии путем отжига в магнитном поле может быть создана макроскопическая одноосная анизотропия, приводящая к идеально прямоугольной или идеально линейной петле гистерезиса (ПГ). Эти особенности интересны для насыщающихся реакторов или в тех устройствах, когда требуются как высокая магнитная проницаемость, так и линейность ПГ. Поскольку стоимость кобальта велика, кобальтовые АММС применяются только в приложениях с высокой добавленной стоимостью (датчики) или в тех случаях, когда требуется небольшое количество материала (например, в противокражных бирках) [28]. Свойства сплавов можно улучшить путем легирования небольшого количества Cr, Nb, Fe, Mn, Mo, V (атомная доля до 5 %). При этом добавки Fe или Mn одновременно повышают индукцию насыщения и снижают λ_s.

Среди аморфных сплавов на основе кобальта вызывают интерес безметаллоидные сплавы типа металл-металл (приблизительный состав таких сплавов – $Co_{80}Me_{10}Zr_{10}$, где Me = Cr, Mo, или V). Для этих сплавов характерна почти нулевая λ_s и B_s = 0,6 Тл. Положительной качеством безметалловидных АММС является то, что они не подвергаются охрупчиванию при отжиге при температурах ниже температуры кристаллизации [10, 31].

В АММС системы Fe-Co-Si-B при частичном замещении железа кобальтом (до атомной доли Co 20 %) растут точка Кюри T_c, индукция насыщения и λ_s (для сплава $Fe_{67}Co_{18}B_{14}Si_1$ B_s = 1,8 Тл). Однако коэрцитивная сила не улучшается при добавлении Co

[32]. Для АММС на основе Fe-Co за счет высоких значений константы наведенной магнитной анизотропии K_i характерна низкая прямоугольность ПГ после термомагнитной обработки (ТМО) в поперечном поле и высокая прямоугольность после ТМО в продольном поле. Аморфные сплавы н основе Fe-Co используются в качестве материалов для силовых трансформаторов, дросселей фильтров и резонансных контуров.

Аморфные сплавы на основе Fe-Ni по уровню магнитомягких свойств занимают промежуточное положение между сплавами на основе Fe с высокой намагниченностью насыщения и сплавами на основе Co с нулевой λ_s. В железоникелевых АММС увеличение содержания никеля приводит к снижению намагниченности насыщения и T_c. Так, в сплавах с оптимальной, одинаковой долей Fe и Ni ($Fe_{40}Ni_{40}B_{20}$ и $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$) индукция насыщения составляет от 0,7 до 1 Тл. H_c этих сплавов на порядок меньше, чем АММС на основе Fe (H_c < 0,5 А/м). λ_s железоникелевых АММС примерно в 3 раза ниже, чем железных [29, 33]. Для сплавов на основе Fe-Ni характерны весьма низкие потери на перемагничивание и высокие значения начальной или максимальной проницаемостей, которые обеспечиваются специальной обработкой [34, 35]. Уровень магнитомягких свойства данных сплавов сопоставим с пермаллоями и ферритами [7]. АММС на основе Fe-Ni применяют в качестве материалов магнитных экранов, фильтров, а также сердечников малогабаритных трансформаторов [29].

В части легирования аморфных металлических сплавов, как уже было отмечено ранее, наиболее часто в качестве элементов-аморфизаторов используются бор и кремний (при этом бор повышает стеклообразующую способность АММС в несколько раз эффективнее, чем кремний). Кроме того, добавление бора в слишком большом количестве приводит к объединению первичной и вторичной кристаллизации сплава и образованию соединения Fe_2B, ухудшающего магнитные свойства материала [36]. Легирование Si системы Fe-B обеспечило более высокую термическую стабильность сплавов без какого-либо влияния на намагниченность насыщения или магнитострикцию насыщения, однако это также приводит к окислению материала из-за образования воздушных карманов в процессе производства, снижению плотности магнитного потока и увеличению общих потерь на перемагничивание [37].

Помимо кремния и бора, склонность сплава к аморфизации может повысить легирование иттрием, что было продемонстрировано в исследовании [38]. Кроме того, добавление небольшого количества иттрия способно значительно снизить содержание кислорода в лентах [39].

Легирование АММС на основе Fe небольшим количеством хрома способно увеличить их коррозионную стойкость и снизить коэрцитивную силу [38, 40-41]. При этом

легирование хромом может как повышать, так и понижать стеклообразующую способность железных сплавов [40-42] Добавление хрома к сплавам системы Fe-Si-B также может приводить к снижению потерь на перемагничивание и увеличению начальной магнитной проницаемости с сопутствующим уменьшением намагниченности насыщения и температуры Кюри [43].

В работе [44] показано, что добавление циркония к аморфному сплаву Fe-B привело к получению превосходных магнитомягких свойств и очень низких потерь в сердечнике по сравнению со сплавами Fe-Si-B, однако при этом снижает значения B_s. Комбинация Zr и B в качестве элементов-аморфизаторов оказалась чрезвычайно эффективной как для расширения температурного диапазона стеклообразования, так и для повышения устойчивости к кристаллизации аморфных сплавов на основе железа [45]. При этом добавление марганца в сплавы системы Fe-Zr-B повышает термическую стабильность аморфной фазы, но приводит к снижению индукции насыщения [46].

Недавно было привлечено внимание к легированию азотом аморфных сплавов на основе железа, и оказалось, что легирование азотом может значительно увеличить индукцию насыщения до $B_s \geq 2$ Тл [47] при коэрцитивной силе менее 2 А/м. Значение B_s, равное 2,44 Тл, полученное на сплаве $Fe_{83,4}N_{8,4}B_{7,3}Cu_{0,9}$, является наиболее высокой индукцией насыщения, о которой до сих пор сообщалось в аморфных/нанокристаллических сплавах на основе железа [36].

К сожалению, высокая стоимость и небольшие размеры получаемых лент и проволоки не дают широко распространиться аморфным сплавам в промышленности. Их применение в различных конструкциях также затруднено по причине плохой свариваемости [10]. Кроме того, существует несколько ограничений использования аморфных магнитных материалов в определенных областях применения из-за некоторых особенностей их магнитного поведения. Во-первых, их относительно низкая намагниченность насыщения ограничивает их использование в технике с высокой плотностью тока. Во-вторых, их потери в сердечнике начинают быстро расти при высокой плотности потока. По этой причине они находят большее применение в маломощных, слаботочных системах и специализированных устройствах малой мощности, где требуются трансформаторы с умеренной плотностью магнитного потока. В этих областях применения аморфные магнитные материалы могут успешно использоваться вместо сплавов Ni-Fe, включая пермаллой. Аморфные магнитные материалы, производимые в промышленных масштабах, используются в импульсных трансформаторах, магнитных датчиках, магнитострикционных преобразователях и коммуникационном оборудовании [48].

1.2 Виды магнитной анизотропии в аморфных сплавах

Магнитная анизотропия – это преимущественное направление осей легкого намагничивания в ферромагнетике. В случае аморфных сплавов магнитокристаллическая анизотропия, связанная с ориентацией легких осей вдоль определенных кристаллографических направлений, отсутствует. Однако в связи с тем, что в расположении атомов в аморфной фазе всё же присутствует ближний порядок, поэтому направления легких осей и величина магнитной анизотропии также могут локально отличаться [1]. В аморфных сплавах локальный магнитный момент испытывает локальную магнитную анизотропию из-за локального градиента электрического поля, который аналогичен кристаллическому полю в кристаллических твердых телах. Контроль магнитной анизотропии чрезвычайно важен для любого технологического применения аморфных сплавов, поскольку очевидно, что достижение наиболее высоких магнитомягких свойств возможно только в материале со слабой магнитной анизотропией.

Все виды анизотропии в аморфных сплавах можно условно разделить на магнитоупругую анизотропию и наведенную магнитную анизотропию. В аморфных лентах после быстрой закалки внутренние напряжения σ обычно отличны от нуля [49], поскольку во время их изготовления аморфизация часто происходит неравномерно, поскольку трудно избежать аэродинамических колебаний лужи расплавленного сплава, из которой вытягивается лента. Когда магнитострикция сплава не равна нулю, эти неоднородные напряжения создают локальную анизотропию с легким отклонением оси от плоскости ленты [50]. В связи с этим, возникает магнитоупругая анизотропия, константа K_σ которой определяется выражением (1).

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

Магнитострикция насыщения аморфных магнитных материалов определяется главным образом химическим составом сплава. Высокие и положительные значения коэффициента магнитострикции наблюдаются в композициях, богатых Fe (обычно $\lambda_s \approx 35\text{-}40\cdot10^{-6}$). Замена Fe на Co или Ni в сплавах Co-Fe или Ni-Fe позволяет снизить значения λ_s. Наиболее часто для АММС с высоким содержанием кобальта характерны отрицательные значения λ_s (обычно $\lambda_s \approx -5\cdot10^{-6}$) [51-52].

О природе происхождения магнитоупругой анизотропии можно также судить по результатам экспериментов по измерениям величины макроскопических напряжений в

аморфной ленте сплава на основе Fe при постоянной деформации, деформации при разрушении при изгибе, а также анизотропии, определяемой как энергии, необходимой для достижения магнитного насыщения [53] (рисунок 1) при разной длительности выдержки при отжиге. Значения параметров на рисунке приведены в виде отношения к их значениям в быстрозакаленном состоянии.

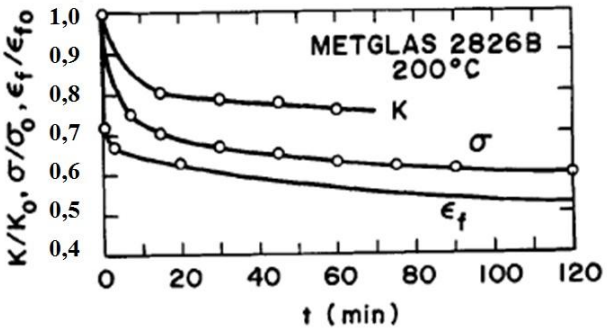


Рисунок 1 – Влияние отжига на магнитную анизотропию,
деформацию при разрушении и напряжение при постоянной деформации [53]

Из представленных зависимостей следует, что изменения напряжений, деформации разрушения и анизотропии с увеличением времени выдержки были качественно схожими, что позволяет предположить, что за все три явления ответственны одни и те же (или очень похожие) механизмы атомных перестроений. Поскольку происхождение магнитоупругой анизотропии обусловлено, в том числе, внутренними напряжениями, создаваемыми в ленте в процессе изготовления, поэтому закономерно, что качественно константа магнитоупругой анизотропии зависит от времени выдержки (или температуры) при термической обработке так же, как и параметр релаксации напряжений [53].

При значении $\lambda_s \approx 3 \cdot 10^{-5}$ и напряжении $\sigma \approx 1{,}5$ ГПа (которое все еще остается меньше предела упругости для большинства аморфных сплавов) константа $K_\sigma \approx 7 \cdot 10^4$ Дж/м^3, что больше, чем константа магнитокристаллической анизотропии железа ($K_1 \approx 5 \cdot 10^4$ Дж/м^3). Магнитоупругая анизотропия является основным фактором, определяющим форму кривой намагничивания аморфных ферромагнетиков. Присутствующие после закалки внутренние напряжения в аморфных сплавах на основе Fe с высокой λ_s приводят к тому, что поле насыщения для них может достигать 10 кА/м. Отжиг для снятия внутренних напряжений может снизить среднюю магнитоупругую анизотропию до нескольких десятков Дж/м^3 [54]. Однако если магнитоупругая анизотропия обусловлена более микроскопическими неоднородностями напряжений

масштаба 10^2-10^3 Å, описанными в терминах диполей дислокаций, то ее невозможно снять путем отжига [50].

Величина константа K_σ во многом определяется условиями получения аморфной ленты. Так, для АММС на основе Fe величина λ_s снижается с ростом скорости закалки из расплава, а также при уменьшении температуры расплава [55-56]. Также очевидно, что увеличение скорости закалки вызывает повышение внутренних напряжений аморфной ленте [57].

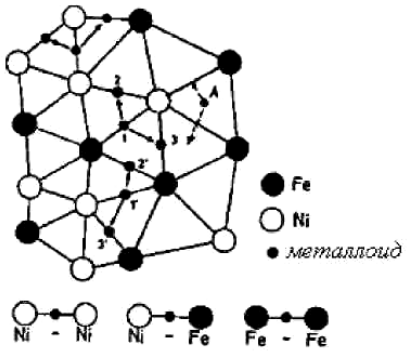
Магнитоупругая анизотропия также может быть вызвана пластической деформацией. Поскольку анизотропия вследствие деформации также может наблюдаться и в сплавах с нулевой магнитострикцией, поэтому она обусловлена не только неоднородными внутренними напряжениями, вызванными деформацией (хотя такие напряжения, если они присутствуют, могут играть определенную роль в формировании структуры и свойств аморфных сплавов). Частью анизотропии, наведенной деформацией, может быть просто анизотропия формы из-за деформации поверхности. Так, в работе [58] в качестве основной причины возникновения магнитной анизотропии в плоскости ленты для большинства АММС выделяют анизотропию формы ориентированных поверхностных шероховатостей (риски, полосы, воздушные карманы продолговатой формы и др.). Исследование дифракции рентгеновских лучей [59] показало, что анизотропное распределение ориентации связей атомов является источником магнитной анизотропии, вызванной деформацией. Константа магнитной анизотропии из-за деформации поверхности ленты определяется ее качеством, в связи с чем, полировка поверхности ленточного образца приводит к уменьшению анизотропии [60].

Рассмотрим еще один вид магнитной анизотропии, наведенной в аморфных сплавах вследствие направленного упорядочения (НУ). При проведении термической обработки аморфного сплава при температуре, достаточно высокой для обеспечения диффузионной подвижности атомов на короткие расстояния, но ниже T_c происходит переориентация оси пар атомов по отношению к направлению локальной намагниченности и занятие ими положений с меньшей энергией взаимодействия [61-64]. Подвижность пар атомов в аморфном материале включается при наличии свободного объема, вблизи которого эти пары атомов могут иметь две различные ориентации своих осей. Эти две ориентации разделены энергетическим барьером, который может быть преодолен либо термической активацией, либо процессом туннелирования [65]. Таким образом, тепловое движение атомов в процессе отжига аморфного сплава вызывает локальные атомные перегруппировки в сторону более стабильного их расположения с точки зрения свободной энергии системы. По мере понижения температуры до уровня, не

приводящего к протеканию процессов диффузии, положения пар атомов замораживаются в некотором направленном состоянии, в результате чего, НУ вызывает наведение локальной магнитной анизотропии внутри доменных стенок в направлении оси локальной намагниченности, в связи с чем, границы доменов будут стабилизированы в некотором положении, поскольку для их перемещения необходимо отклонение локальных моментов от их энергетически выгодных направлений [62], что приводит к ухудшению магнитомягких свойств АММС [1]. Процесс направленного упорядочения преимущественно протекает в доменных стенках, вызывая их стабилизацию, однако также по причине НУ может протекать стабилизация векторов намагниченности, вызывающих стабилизацию доменов.

Различают парное и моноатомное направленное упорядочение. В первом процессе участвуют пары атомов переходных металлов, которые уменьшают энергию магнитного взаимодействия путем переориентации своих осей. Во втором процессе участвуют пары атомов металл-металлоид; при этом уменьшение энергии магнитного взаимодействия достигается за счет занятия атомами элементов-металлоидов определенных позиций между ферромагнитными атомами [66].

На рисунке 2 схематично представлен процесс моноатомного НУ, представляющий собой перегруппировку атомов элементов-металлоидов, занимающих межатомные позиции.



А – металлоид в поре полиэдра Бернала;

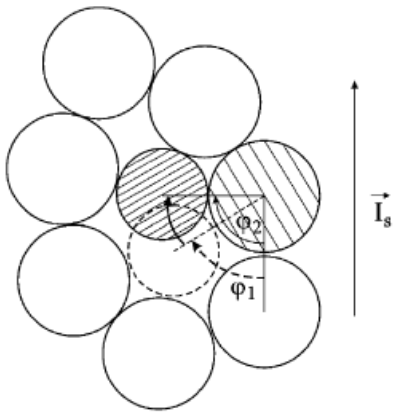
1 и 1’ – начальные положения атомов элементов-металлоидов; 2 и 2’ и 3 и 3’ – положения атомов металлоидов, отвечающие минимуму энергии магнитного взаимодействия.

Рисунок 2 – Схема процесса моноатомного направленного упорядочения [18]

В процессе НУ принимают участие только те атомы металлоидов, которые расположены в позициях между двумя атомами ферромагнитных элементов (поскольку атомы металлоидов, располагающиеся в берналовских порах (атом А на рисунке 2),

находятся в потенциальных ямах, и для занятия ими других положений им необходима слишком высокая энергия активации) [18].

Как отмечается в работе [50], основной вклад в явление наведения магнитной анизотропии вносит парное направленное упорядочение ферромагнитных атомов. Поскольку пара атомов может иметь две разные ориентации j_1 и j_2 своей оси по отношению к направлению локальной намагниченности, минимизация свободной энергии реализуется путем переориентации этой оси и занятия атомами определенных позиций. В случае парного НУ пары ферромагнитных атомов имеют возможность изменять ориентацию своих осей только при наличии свободного объема (рисунок 3).



$\vec{I_s}$ – локальная намагниченность; φ_1 – начальный угол между направлениями оси пары атомов и локальной намагниченности; φ_2 – конечный угол между направлениями оси пары атомов и локальной намагниченности.

Рисунок 3 – Схема процесса парного направленного упорядочения [61]

Константа наведенной вследствие НУ магнитной анизотропии K_u определяется выражением (2).

$$K_u = \frac{1}{15}\frac{C_p}{kT}\langle\varepsilon_0^2\rangle\left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right], \quad (2)$$

где $\langle\varepsilon_0^2\rangle$ – среднее значение квадрата энергии магнитного взаимодействия;

t и T – время и температура термической обработки;

C_p – концентрация подвижных пар атомов;

τ – время релаксации.

Равновесное значение K_u, достигнутое после продолжительного отжига, пропорционально квадрату намагниченности насыщения при данной температуре отжига

[67]. Зависимости константы K_u от температуры отжига длительностью 1 ч для АММС на основе Co, имеющих разные T_c и очень низкую магнитострикцию, имеют вид, представленный на рисунке 4.

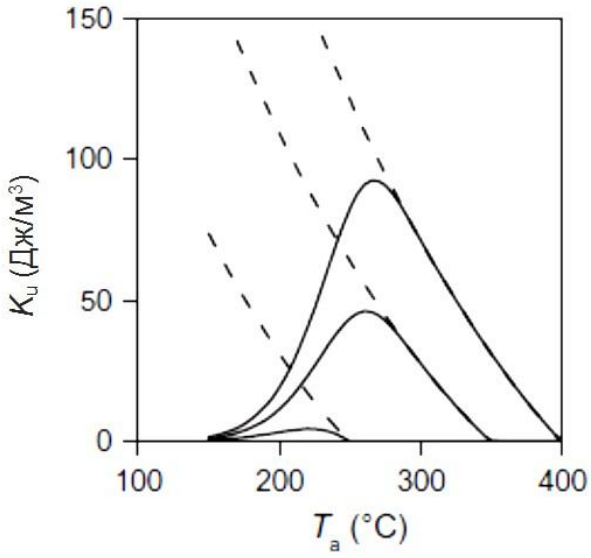


Рисунок 4 – Зависимость константы наведенной магнитной анизотропии K_u от температуры отжига [68] (пунктиром показано равновесное изменение K_u)

Как уже отмечалось, наведение магнитной анизотропии вследствие НУ является термически активируемым процессом. При этом, как следует из рисунка 4, наибольшее теоретическое значение константы K_u может быть достигнуто при температуре 0 К после отжига с бесконечной длительностью, однако на практике при низких температурах отжига кинетика направленного упорядочения слишком медленная, чтобы достичь равновесного значения при конечной его длительности, что приводит к возникновению максимума K_u при некоторой температуре отжига [13, 68]. Более высокие значения K_u характерны для АММС на основе Fe-Co, Fe-Ni, содержащих несколько ферромагнитных элементов (вследствие протекания парного НУ), однако небольшая индуцированная магнитная анизотропия вследствие моноатомного НУ также наблюдалась и в сплавах с одним переходным металлом ($Fe_{80}P_{13}C_7$ и $Fe_{80}B_{20}$), что свидетельствует о невозможности пренебрежения вкладом моноатомного НУ даже в сплавах с несколькими переходными металлами [69].

Выражение (2) может быть использовано не только для описания константы локальной наведенной магнитной анизотропии, но и при наведении макроскопической одноосной магнитной анизотропии, происходящем при приложении магнитного поля в процессе термической обработки. Таким образом, процесс НУ может приводить не только

к деградации магнитомягких свойств вследствие наведения локальной магнитной анизотропии с сопутствующей стабилизацией границ доменов (ГД), но также позволяет эффективно управлять магнитными свойствами аморфных сплавов за счет создания макроскопической оси легкого намагничивания в них при отжиге в магнитном поле.

1.3 Факторы, определяющие магнитные свойства аморфных сплавов при отжиге

Для аморфной ленты, полученной методом спиннингования расплава, характерен высокий уровень внутренних закалочных напряжений, поэтому почти всегда для улучшения магнитомягких свойств используется отжиг ниже температуры кристаллизации, но выше температуры Кюри T_c, либо отжиг в магнитном поле при температуре ниже T_c [10-12, 70, 71].

При отжиге улучшение магнитомягких свойств АММС происходит, во-первых, за счет снижения уровня внутренних напряжений, что улучшает однородность смещения доменных стенок в процессе перемагничивания. Кроме того, атомы водорода и кислорода, внедряющиеся в поверхность аморфной ленты при ее взаимодействии с атмосферным водяным паром, приводят к возникновению плоских растягивающих напряжений в ней, в результате чего за счет формирования аморфно-кристаллического слоя на поверхности ленты с оптимальной толщиной происходит ослабление стабилизации ГД с планарной намагниченностью и снижение объемной доли доменов с ортогональным направлением намагниченности [30, 72].

Однако при нагреве аморфных сплавов магнитные свойства могут резко деградировать не только за счет их кристаллизации, но и из-за процессов структурной релаксации, приводящих к изменению ближнего порядка в аморфной фазе [73]. Как уже отмечалось ранее, структура аморфных металлических сплавов является неравновесной, в связи с чем, при нагреве до температур ниже кристаллизационных она претерпевает значительные изменения в части композиционного и топологического ближнего порядка в расположении атомов отжига, стремясь достичь более термодинамически стабильного состояния [74]. Интенсивность структурной релаксации зависит от химического состава сплава и условий отжига [75].

Существует несколько процессов структурной релаксации, протекающих при отжиге и влияющих на формирование магнитомягких свойств АММС: изменение знака и величины магнитострикции насыщения аморфного сплава; кластерообразование;

гомогенизация аморфной фазы; снижение подвижности границ доменов из-за протекания при отжиге процессов направленного ближнего упорядочения. Далее будет рассмотрен каждый из этих процессов в разрезе его влияния на магнитные свойства АММС.

1.3.1 Гомогенизация аморфной структуры

Гомогенизация аморфной фазы является единственным процессом структурной релаксации, протекающим при отжиге, приводящим к улучшению магнитомягких свойств АММС за счет уменьшения числа центров пиннига ГД. Процесс повышения топологической однородности аморфной фазы (гомогенизация) был первым среди всех процессов структурной релаксации, который можно было наблюдать структурными методами исследования (с помощью рентгеновской дифракции в работе [76]). Именно тогда было показано, что релаксация, наблюдаемая с помощью дифракции рентгеновских лучей, является топологической, т.е. она касается только расположения положения атомов независимо от их химического состава. Таким образом, гомогенизация аморфной фазы может быть описана в терминах перераспределения или трансформации структурных дефектов, как правило, приводящего к увеличению плотности упаковки атомов. Данный процесс реализуется путем уменьшения флуктуаций плотности аморфной фазы, снижения уровня внутренних напряжений, возникающих при быстрой закалке из расплава, а также выхода избыточного свободного объема и является необратимым [10, 18, 31, 77].

Одним из последствий гомогенизации является снижение коэффициента диффузии, поскольку считается, что диффузия в аморфных твердых телах происходит за счет перемещения структурных дефектов или свободного объема [78-79]. Кроме того, усиление топологической однородности аморфной фазы приводит к снижению скорости релаксации напряжений и охрупчиванию аморфных лент [80].

Наиболее сильная интенсификация гомогенизационных процессов в АММС, а также разупорядочения исходной структуры флуктуаций плотности протекает при температурах отжига, превышающих температуру выхода избыточного свободного объема. В результате отжига при таких температурах происходит наиболее значительное повышение магнитомягких свойств АММС [10, 18, 31].

1.3.2 Кластерообразование

В АММС могут присутствовать неоднородности композиционного и топологического характера. Любые неоднородности атомной структуры в АММС

становятся центрами пиннинга границ доменов, что приводит к снижению уровня магнитомягких свойств аморфных сплавов.

Кластеры могут образовываться в аморфных сплавах не только в процессе термической обработки, но и уже на этапе их получения методом спиннингования расплава, что наблюдалось для АММС на основе Fe и Fe-Ni. В то же время для сплавов на основе Co наличие композиционно-топологических неоднородностей в быстрозакаленном состоянии установлено не было [81].

Несмотря на это, нельзя утверждать, что при отжиге процессы кластерообразования протекают лишь в сплавах определенного химического состава – кластеринг наблюдался как в железных, так и в кобальтовых сплавах, однако химический состав АММС определяет главным образом температуры его проявления. Различают два типа процессов кластерообразования: высокотемпературное и низкотемпературное. Первый тип проявляется при предкристаллизационных температурах и может считаться одной из начальных стадий кристаллизации, которые невозможно зафиксировать, например, методом рентгеновской дифракции. При этом для химического состава и топологии образующихся высокотемпературных кластеров прослеживались четкие корреляции с данными параметрами для выделяющихся впоследствии нанокристаллов. Второй тип кластеринга имеет место при температурах отжига на 150-200 °C меньше температуры кристаллизации. При этом, например, для сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ было установлено, что по мере повышения температуры отжига может происходить растворение низкотемпературных кластеров по причине того, что их присутствие в структуре при более высоких температурах энергетически невыгодно [57, 82-83].

Как правило, для аморфных сплавов на основе Fe эффект от кластеринга может наблюдаться после термической обработке при достаточно низких температурах 100-200 °C; при этом для АММС системы Co-Si-B к развитию процесса кластерообразования приводят лишь отжиге при температурах близких к кристаллизационным.

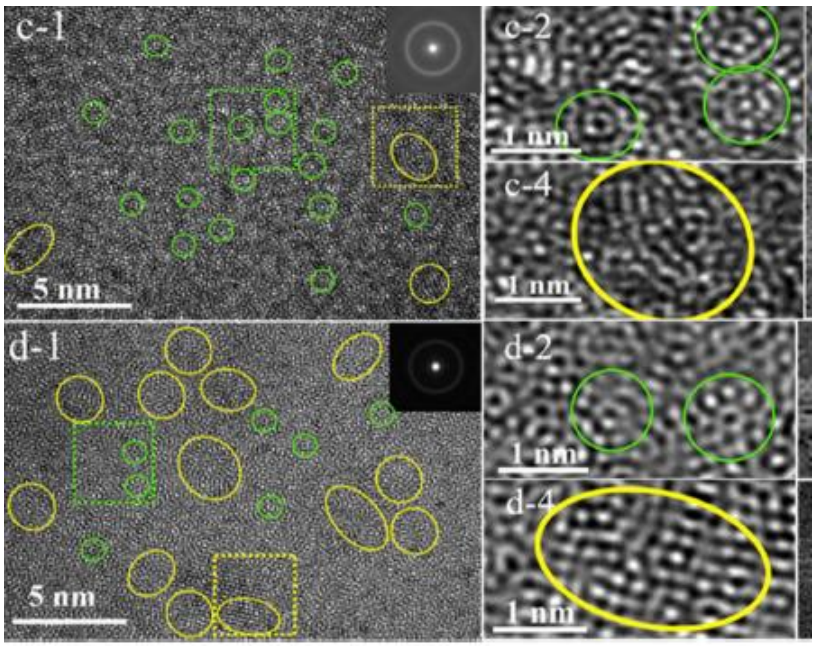
Процессы кластеринга играют значительную роль в формировании магнитных свойств при отжиге не для всех АММС: так, для аморфных сплавов на основе Co на зависимостях магнитных свойств от температуры отжига не наблюдается никаких негативных эффектов от высокотемпературного кластерообразования в виде снижения начальной проницаемости или роста коэрцитивной силы – после отжига при температурах в области температуры кристаллизации магнитные свойства сплавов непрерывно улучшаются по причине значительного усиления композиционно-топологической однородности АММС, имеющего место при высоких температурах отжига, которое, по-видимому, превалирует над отрицательным влиянием на магнитомягкие свойства

процессов кластеринга [84]. В то же время, низкотемпературное кластерообразование в кобальтовых сплавах приводит к ярко выраженной деградации их начальной проницаемости и коэрцитивной силы [18].

Для АММС на основе Fe после отжига при любой температуре кластеринг также не приводит к явному ухудшению магнитных свойств, что связано с определяющей ролью магнитоупругой анизотропии в их формировании, которая монотонно снижается по мере увеличения температуры обработки [31], однако при этом на основании работ [85-86] можно утверждать, что процессы кластерообразования участвуют в формировании магнитных свойста железных сплавов при отжиге.

В работе [70] обсуждалось влияние процесса кластерообразования на формирование магнитных свойств АММС на основе железа состава $Fe_{(82,6-85,7)}Si_{(2-4,9)}B_{(9,2-11,2)}P_{(1,5-2,7)}C_{0,8}$ при отжиге в продольном магнитном поле. Было отмечено, что узкий температурный интервал между точкой Кюри и температурой начала кристаллизации, характерный для сплава с наиболее высоким среди рассмотренных содержанием железа, демонстрирует низкую термическую стабильность этого сплава, по причине которой для него невозможно подобрать такой режим термической обработки, при котором была бы достигнута полная релаксация закалочных напряжений без образования кластеров или начала кристаллизационных процессов, что приводит к наиболее низкому уровню магнитомягких свойств сплава с высоким содержанием железа [86-88]. Для других сплавов с более низким содержанием железа, для которых характерна повышенная термическая стабильность и большая разница между температурой Кюри и температурой кристаллизации, быстрозакаленные ленты отличались более высокой однородностью атомной структуры как до, так и после термической обработки [70], что способствовало хорошим магнитомягким свойствам.

В исследованиях [12, 23] отмечается, что процессы кластеринга не всегда приводят к деградации магнитомягких свойств АММС: большое количество кластеров со сферической симметрией (рисунок 5) может быть причиной достижения оптимального сочетания магнитных и механических свойств сплава $Fe_{80}Si_9B_{11}$. В то же время, множество кластеров с трансляционной симметрией в структуре сплава после термообработки приводит к получению более высоких потерь на гистерезис и коэрцитивной силы даже по сравнению с образцом, у которого в структуре присутствовало небольшое количество нанокристаллов.



c-1-4 – структура образца с высоким комплексом магнитных и механических свойств и превалирующим числом кластеров со сферической симметрией в структуре;
d-1-4 – структура образца с низким комплексом магнитных и механических свойств и превалирующим количеством кластеров с трансляционной симметрией в структуре.
Рисунок 5 – Различные типы кластеров в структуре сплаве $Fe_{80}Si_9B_{11}$ после термической обработки (желтыми контурами отмечены кластеры с трансляционной симметрией, зелеными – со сферической симметрией) [12]

Кластеры со сферической симметрией являются основной структурной единицей для плотной упаковки атомов в аморфных сплавах. Согласно исследованию Албена и др. [89-90], такие топологические кластеры с высокой плотностью упаковки, имеющие небольшой размер, в структурно релаксированном образце могут обладать пониженной магнитной анизотропией, что способствует повышению магнитомягких свойств АММС.

1.3.3 Изменение величины и знака магнитострикции насыщения

Величина и знак λ_s для АММС определяются как их химическим составом, так и степенью ближнего порядка в этих сплавах.

В зависимости от температуры АММС на основе Fe или Co, магнитострикция монотонно уменьшается до нуля в точке Кюри при положительных значениях λ_s или монотонно возрастает до нуля в точке Кюри при отрицательной λ_s (рисунок 6) [91]. Однако для кобальтовых АММС с очень низкой магнитострикцией на кривой

зависимости магнитострикции от температуры может наблюдаться перегиб и даже изменение знака λ_s (точка компенсации на рисунке 6).

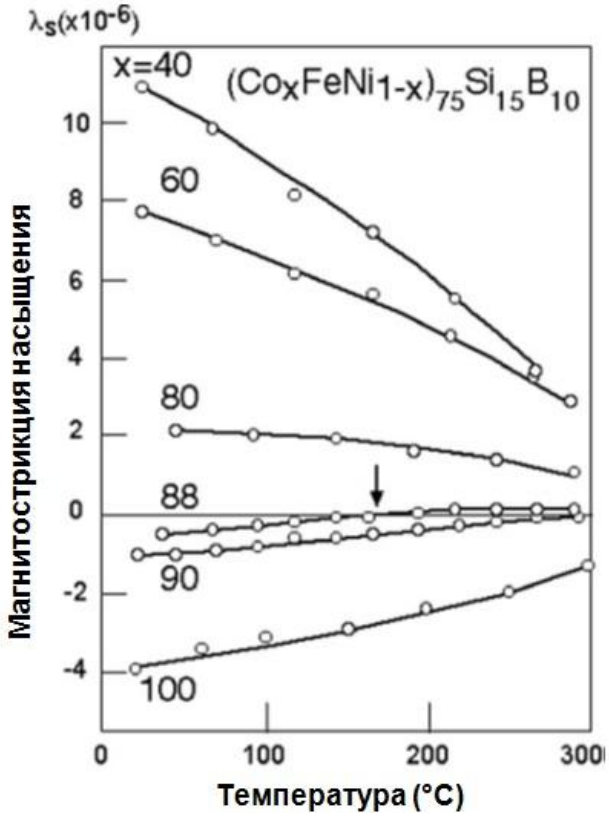


Рисунок 6 – Температурная зависимость магнитострикции в аморфных сплавах на основе Co-Fe-Ni (стрелкой показана температура компенсации) [54]

В этих сплавах температурная компенсация магнитострикции обнаружена значительно ниже точки Кюри, что свидетельствует о конкуренции между положительным и отрицательным вкладами в λ_s: одноионный и двухионный вклады в магнитострикцию по-разному зависят от температуры, в связи с чем, при некоторой температуре происходит смена знака λ_s. При этом одноионная магнитострикция положительна для железа и отрицательна для кобальта и никеля [54]. Смена знака магнитострикции (прохождение λ_s через 0) должна приводить к возникновению на зависимостях магнитных свойств от температуры отжига минимума коэрцитивной силы, максимума начальной магнитной проницаемости, а также к прохождению коэффициента прямоугольности ПГ через значение 0,5, отвечающее магнитно-изотропному состоянию [81].

Температурная зависимость магнитострикции насыщения до температур около $0{,}8 \cdot T_c$ описывается выражением (3) [92-93].

$$\lambda_s(T) = \alpha J(T)^3 + \beta J(T)^2 , \quad (3)$$

где $J(T) = \mu_0 M(T)$ – магнитная поляризация;

M – намагниченность;

α и β – коэффициенты, относящиеся к одноионному и двухионному вкладам в магнитострикцию, соответственно.

Для АММС на основе Fe-Ni-Co наблюдается непрерывное изменение коэффициентов α и β в зависимости от химического состава. В этих сплавах коэффициент β равен нулю для сплава $Co_{75}Si_{15}B_{10}$, однако его величина увеличивается с повышением содержания Fe-Ni в сплавах $(Co_xFeNi_{100-x})_{75}Si_{15}B_{10}$ примерно до x = 70, а затем снова уменьшается [94-95].

Поскольку локальная структура аморфных сплавов при отжиге эволюционирует в сторону релаксированного состояния, эффекты структурной релаксации могут оказывать влияние на величину и знак константы магнитострикции насыщения аморфного сплава. Перестроения как в композиционном, так и в топологическом ближнем порядке приводят к изменениям температурной зависимости λ_s за счет изменения относительной соотношения одноионного и двухионного вкладов в магнитострикцию. Такие изменения невелики по величине ($\approx 10^{-7}$), и могут быть обнаружены только в сплавах с почти нулевой магнитострикцией. Общей особенностью является то, что по мере того, как атомная структура релаксирует до более стабильных состояний, а также происходит выход избыточного свободного объема, магнитострикция растет, и фактически она может менять знак, когда начальное значение λ_s при низких температурах отрицательное. Рост магнитострикции при условии слабой релаксации внутренних напряжений способствует значительному повышению магнитоупругой энергии и перестройке доменной структуры, приводящей к деградации магнитомягких свойств АММС (росту H_c, снижению μ_a). Однако при дальнейшем повышении температуры отжига равновесное металлическое стекло имеет больший свободный объем, чем релаксированное при более низкой температуре, в связи с чем, магнитострикция снижается (рисунок 7) [31, 54, 96].

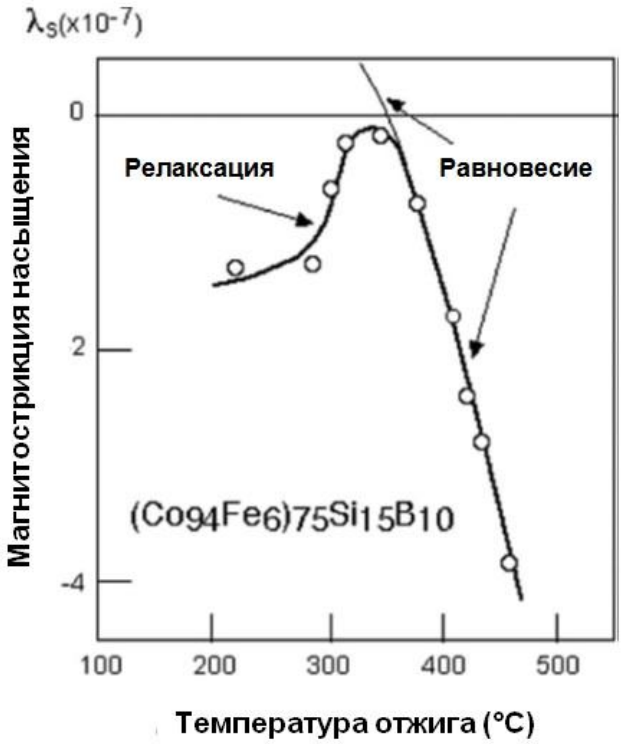


Рисунок 7 – Изменения магнитострикции насыщения вследствие структурной релаксации аморфного сплава на основе Co-Fe при отжиге [54]

В случае АММС с близкой к нулю λ_s изменение ее величины или знака может приводить к крайне драматичным изменениям магнитных свойств, поскольку для таких сплавов магнитоупругая энергия, определяемая в наибольшей степени именно значением магнитострикции, по величине может быть сопоставима с другими видами энергий магнитной анизотропии [31].

1.3.4 Задержка границ доменов, вызванная направленным упорядочением

Стабилизация границ доменов, возникающая из-за развития процессов направленного упорядочения, приводит к возникновению двух эффектов магнитного последействия: магнитно-обратимого временного спада μ_a и ее температурного провала при температурах ниже T_c.

Чаще всего для эффектов магнитного последействия характерны две особенности: термическая обратимость (проницаемость восстанавливается в результате быстрого охлаждения с температуры, превышающей температуру Кюри) и магнитная обратимость (μ_a восстанавливается до исходного уровня при перемагничивании).

Для аморфных сплавов стабилизация границ доменов становится причиной магнитно-обратимой деградации начальной проницаемости и коэрцитивной силы [13-17,

57, 61, 65, 97], в результате которой на зависимостях H_c и μ_a от температуры возникают максимум и минимум, соответственно. В некоторых АММС значения H_c и μ_a после размагничивания переменным полем могут не восстановиться до исходного уровня, т.е. наблюдается лишь частичная магнитная обратимость. Обратимую составляющую временного спада по отношению к магнитному воздействию обозначают как ВСП-1 (при низких температурах), а необратимую – как ВСП-2 (при высоких температурах) [10, 98]. Именно ВСП-2 приводит к деградации магнитомягких свойств АММС при отжиге, поскольку при перемагничивании магнитные свойства восстанавливаются частично (а не до начального уровня, как в случае ВСП-1).

По аналогии с процессами кластеробразования на АММС на основе железа деградация магнитомягких свойств вследствие НУ тем сильнее выражена, чем меньше разница между точкой Кюри и температурой кристаллизации сплава, поскольку только для сплавов с широким интервалом между этими температурами возможно обеспечить достаточно полное снятие внутренних напряжений в условиях отсутствия стабилизационных процессов (выше T_c), что позволит получить хорошие магнитные свойства [63].

Помимо деградации магнитомягких свойств аморфного сплава, процессы направленного упорядочения в аморфных сплавах на основе кобальта могут вызвать изменение их T_c (на 10 % и более), а также величины и знака магнитострикции насыщения λ_s [99-100]. Серьезным недостатком аморфных магнитомягких сплавов на основе кобальта является уменьшение их магнитной проницаемости из-за перминварного эффекта, обусловленного наведением магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения в процессе термической и механической обработки [9]. Потенциальные ямы, внутри которых находятся границы доменов вследствие их стабилизации, имеют параболическую форму, что объясняет постоянство начальной восприимчивости (и проницаемости) вплоть до некоторого критического поля H_{CR} [64, 101], выше которого восприимчивость начинает возрастать (рисунок 8). Перминварный эффект связан с тем, что намагничивание на начальном участке кривой намагничивания осуществляется путем обратимого смещения стабилизированных ГД [81].

В реальном ферромагнетике для каждой границы домена характерно определенное поле пиннинга. Критическое поле H_{CR} является самым низким значением поля пиннинга. Величина H_{CR} связана с крутизной потенциала доменной стенки [61, 102].

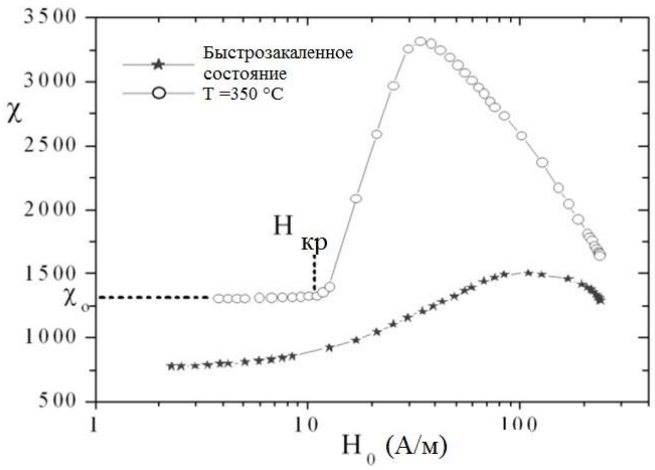


Рисунок 8 – Полевые зависимости начальной восприимчивости, измеренные в исходном состоянии и после отжига [64]

При перемагничивании перминварный эффект приводит к возникновению перетянутости ПГ из-за задержки смещения ГД в средних полях, когда прикладываемое при измерениях поле больше поля стабилизации. В процессе отжига ГД в материале стабилизируются вследствие НУ по причине «замораживания» направления намагниченности как по обе стороны от ГД, так и внутри нее. Как уже отмечалось, при протекании стабилизационных процессов 180-градусные ГД расположены в небольших потенциальных ямах. Если доменная граница смещена из такой ямы, то далее она будет двигаться достаточно большими необратимыми скачками Баркгаузена. Однако 90-градусные ГД, смещающиеся обратимо, не могут двигаться на большие расстояния: если под действием внешнего поля они сместились из начального положения, то вся область материала, пройденная 90-градусной ГД, будет намагничена в неблагоприятном направлении по сравнению с заданным созданной при отжиге локальной магнитной анизотропией. Наложение эффектов от смещения 180-градусных и 90-градусных ГД приводит к возникновению перетянутости ПГ.

Помимо перетянутости, материалы, в которых протекают процессы НУ, после отжига могут демонстрировать асимметричные петли гистерезиса, смещенные по оси поля и намагниченности [65].

Наиболее простым способом подавить процессы стабилизации ГД вследствие НУ в сплавах с температурой кристаллизации более высокой, чем точка Кюри, является быстрое охлаждение после отжига образца при температурах, обеспечивающих его парамагнитное состояние. Однако, например, существуют некоторые АММС на основе железа, для которых соотношение температур начала кристаллизации и ферромагнитного

перехода обратное, в связи с чем, основным способом избежать деградации магнитомягких свойств в них является термомагнитная обработка [81].

1.4 Влияние термомагнитной обработки на свойства АММС

Одной из разновидностей термической обработки аморфных магнитомягких сплавов является отжиг в магнитном поле (термомагнитная обработка, ТМО).

Термомагнитная обработка (ТМО) (отжиг в магнитном поле) аморфных сплавов заключается в их нагреве, выдержке и охлаждении во внешнем магнитном поле с постоянной или переменной величиной, которое прикладывается под некоторым углом к оси ленты. ТМО является эффективным инструментом управления магнитными свойствами материала. При этом улучшение свойств в результате ТМО происходит, в основном, благодаря релаксации внутренних напряжений, а также наведению требуемого типа магнитной анизотропии в материале. Очевидно, что термомагнитную обработку АММС целезообразно проводить при температурах ниже T_c. При этом чаще всего величина прикладываемого магнитного поля при отжиге превышает поле насыщения для данного сплава, в связи с чем, в процессе обработки образцы находятся в однодоменном состоянии, т.е. в них отсутствуют ГД, которые при нагреве могли бы подвергнуться стабилизации [13, 81]. Как уже отмечалось, процесс направленного упорядочения приводит к наведению локальной магнитной анизотропии и стабилизации ГД, ухудшающей магнитомягкие свойства АММС [2], однако именно благодаря НУ ТМО может быть эффективным инструментом для управления магнитными свойствами материала: в процессе отжига в магнитном поле индуцируется макроскопическая одноосная анизотропия с осью легкого намагничивания в направлении приложения магнитного поля за счет локальных изменений атомной конфигурации, описываемых в терминах направленного упорядочения и имеющих дальнодействующую ориентационную корреляцию с направлением приложения поля [62, 103].

В зависимости от направления приложения магнитного поля по отношению к оси ленты можно выделить следующие виды отжига в магнитном поле: отжиг в продольном магнитном поле, отжиг в поперечном магнитном поле, отжиг в перпендикулярном магнитном поле, отжиг в наклонном магнитном поле, отжиг во вращающемся магнитном поле [81].

При этом, в работе [104] отмечается, что вне зависимости от направления приложения магнитного поля при отжиге (продольное, поперечное, перпендикулярное),

происходит уменьшение числа центров пиннинга ГД и улучшение магнитомягких свойств АММС (в частности, снижение H_c). На примере результатов экспериментов в исследовании [105] можно проанализировать изменения формы ПГ и величины коэрцитивной силы аморфного сплава на основе железа и кобальта $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu_1$ при отжиге без поля, а также в продольном и поперечном полях (рисунок 9).

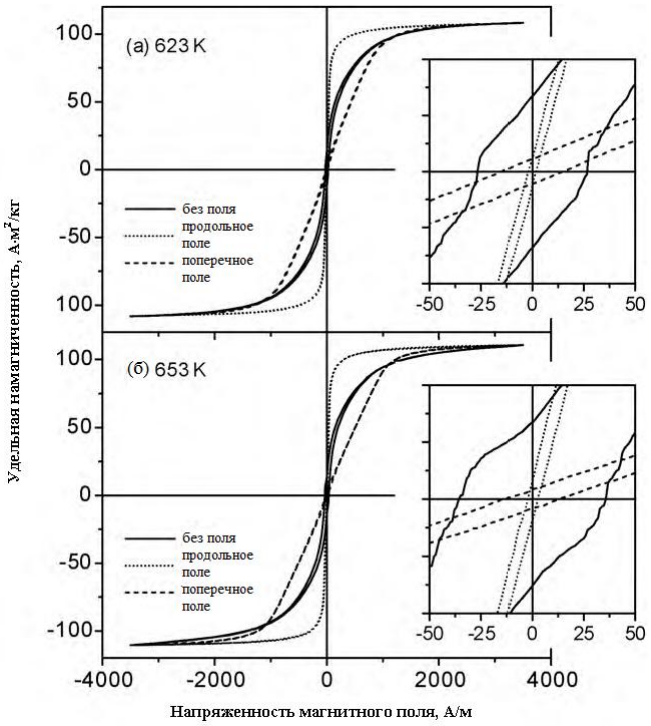


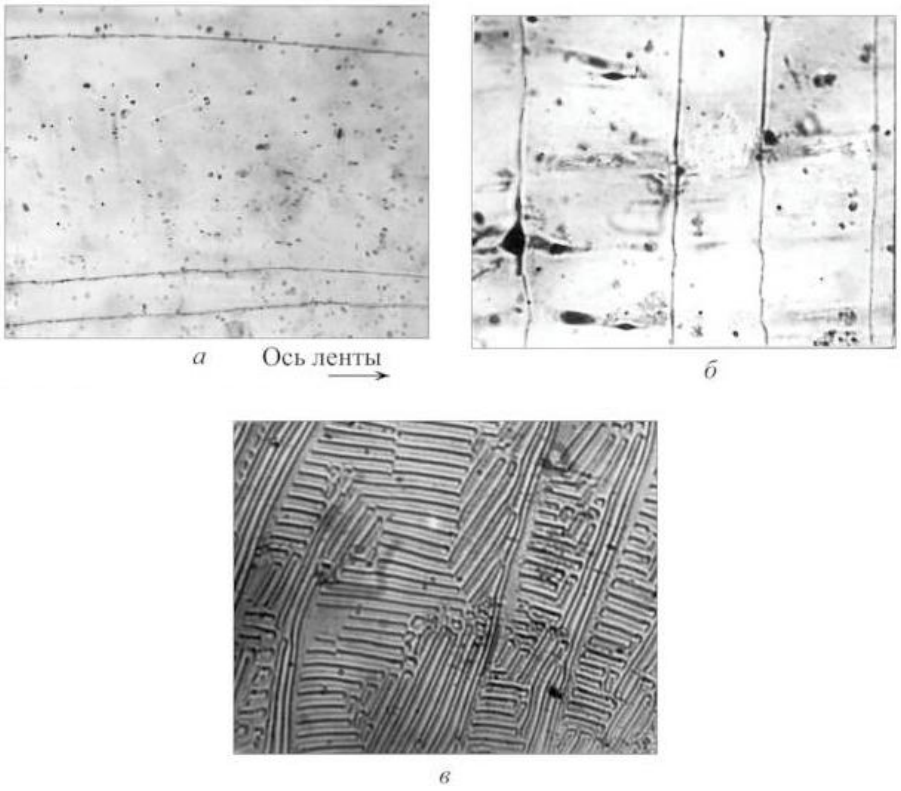
Рисунок 9 – Петли гистерезиса сплава $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ после отжига в поле и без поля при различных температурах длительностью 1 час [105]

На ПГ после отжига без поля в области коэрцитивной силы наблюдалась перетянутость вследствие стабилизации ГД. Приложение магнитного поля при обработке эту перетянутость устраняло. После ТМО в поперечном поле была получена пологая петля гистерезиса с хорошей линейной зависимостью намагниченности от поля. Отжиг в продольном магнитном поле, напротив, привел к повышению прямоугольности ПГ. При этом по сравнению с отжигом без поля H_c как после продольной, так и после поперечной ТМО была более низкой [105].

Как уже отмечалось, процесс направленного упорядочения может приводить к изменению величины и знака λ_s, в связи с чем, ожидаемым является влияние приложения магнитного поля при отжиге на величину магнитострикции насыщения АММС на основе Fe, продемонстрированное в работах [106-107]: так, в обеих работах показано что ТМО в

поперечном поле приводит к повышению λ_s, а отжиг в продольном магнитном поле – к снижению λ_s по сравнению с отжигом без поля.

На рисунке 10 представлены микрофотографии доменной структуры сплава $Fe_{60}Co_{20}Si_8B_{12}$ после ТМО с разным направлением приложения внешнего магнитного поля.



а) ТМО в продольном поле; б) ТМО в поперечном поле; в) ТМО в перпендикулярном поле.

Рисунок 10 – Типичный вид доменной структуры АММС на основе Fe-Co после разных видов ТМО, ×500 [81]

Несмотря на зрительно различающуюся доменную структуру (ДС) образцов после поперечной и перпендикулярной ТМО (в первом случае наблюдаются широкие полосовые домены, а во втором – мозаичная доменная структура с мелкими доменами с поперечным направлением намагниченности), как после ТМО в поперечном поле, так и после отжига в перпендикулярном магнитном поле преобладающим механизмом намагничивания таких образцов будет обратимое вращение вектора спонтанной намагниченности I_s. В то же время, после продольной ТМО в доменной структуре образца наблюдаются широкие пластинчатые домены, в которых намагниченность направлена вдоль оси ленты, в связи с чем, намагничивание в них будет преимущественно происходить по механизму

необратимого смещения 180-градусных ГД [81]. В работе [108] показано, что домены в лентах с поперечной магнитной анизотропией имеют меньшую ширину, чем в лентах с продольной анизотропией из-за поперечного размагничивающего фактора, что, в целом, согласуется с микрофотографиями на рисунке 10.

1) Продольная ТМО приводит к повышению доли продольно намагниченных областей в ДС образцов АММС и ее упрощению из-за образования продольной магнитной текстуры, в связи с чем повышаются прямоугольность ПГ и максимальная магнитная проницаемость. При этом суммарные потери на перемагничивание могут снижаться за счет уменьшения повышения подвижности ГД и, как следствие, снижения гистерезисной составляющей потерь [12], однако в некоторых работах [106, 109] показано, что острая продольная магнитная текстура может приводить к трудности образования динамического зародыша перемагничивания, что вызывает повышение суммарных потерь.

По аналогии с потерями на перемагничивание, в результате ТМО в продольном поле возможен как рост, так и уменьшение H_c, поскольку в данном случае на ее формирование влияют два конкурирующих фактора: появление пластинчатых доменов с легкоподвижными 180-градусными границами, способствующее снижению H_c, а также трудность в условиях ярко выраженной магнитной текстуры образования и роста зародышей обратной намагниченности, приводящее к увеличению коэрцитивной силы. Однако, как правило, после продольной ТМО коэрцитивная сила падает [12, 20]. Проведение отжига в продольном магнитном поле величиной 16 кА/м на АММС на основе Fe-Co с точкой Кюри, превышающей температуру начала кристаллизации особенно эффективно для снижения коэрцитивной силы и повышения эффективной проницаемости по сравнению с отжигом без поля за счет одновременного повышения гомогенности доменной структуры и создания макроскопической продольной магнитной анизотропии, приводящей к подавлению стабилизации ГД вследствие наведения локальной магнитной анизотропии [85].

В некоторых исследованиях показано, что продольная ТМО может приводить к повышению индукции насыщения аморфных сплавов за счет может усиления обменного взаимодействия ферромагнитных атомов [12, 110].

В части начальной магнитной проницаемости из-за значительного снижения удельной площади ГД при формировании крупнопластинчатой продольной ДС μ_a снижается, в связи с чем, этот вид ТМО не используют для АММС, используемых в изделиях, работающих в малых магнитных полях [81].

В работе [12] на примере сплава $Fe_{80}Si_9B_{11}$ показано, что приложение продольного магнитного поля напряженностью 800 кА/м при отжиге может приводить к подавлению

развития нанокристаллизации по сравнению с отжигом без поля при этой же температуре, что также способствует улучшению магнитомягких свойств АММС. Кроме того, правильно подобранный режим ТМО может позволить повысить твердость и модуль упругости аморфного сплава.

Продольная ТМО в поле 10 МА/м на объемном аморфном сплаве $Fe_{71}(Nb_{0.8}Zr_{0,2})_6B_{23}$ помимо уже обсужденного эффекта повышения магнитных свойств привела к повышению термической стабильности сплава, а также его пластичности [110].

В исследовании [70] утверждается, что улучшение магнитомягких свойств АММС на основе железа при ТМО в продольном поле напряженностью 1600 А/м происходит потому, что при охлаждении в магнитном поле образца магнитные моменты в кластерах и аморфной матрице будут выровнены в направлении приложенного магнитного поля.

О возможности улучшения магнитных свойств сплавов на основе Fe-Co при продольной ТМО в поле около 4000 А/м утверждается в работе [104]. Приложение небольшого магнитного поля при отжиге может приводить к выравниванию в направлении внешнего поля магнитного поля даже магнитных доменов кристаллических фаз. Кроме того, ТМО в малом поле может изменять соотношение выделяющихся при нанокристаллизации фаз.

Механизм влияния напряженности прикладываемого при ТМО продольного поля на степень улучшения магнитомягких свойств аморфных сплавов мало изучен, однако в работе [23] продемонстрировано, что повышение напряженности поля при отжиге приводит к увеличению доли в структуре АММС на основе Fe кластеров со сферической симметрией и снижению доли кластеров с трансляционной (кристаллоподобной) симметрией, что и становится причиной более значительного повышения уровня магнитных свойств, что также согласуется с результатами, представленными в [2].

Поскольку актуальным на сегодняшний день остается вопрос возможности снижения интенсивности магнитного поля при ТМО для повышения энергоэффективности обработки без ухудшения магнитомягких свойств аморфных сплавов, то достаточно интересными являются результаты исследования [23], показывающие, что приложение даже небольшого магнитного поля (порядка 200 А/м) может подавить процесс кристаллизации во время отжига. Также было установлено, что несмотря на то, что отжиг в таком малом магнитном поле не привел к достижению наилучших магнитных (коэрцитивной силы, максимальной проницаемости и максимальной индукции) и механических свойств (модуля упругости и твердости) среди всех других рассмотренных обработок сплава $Fe_{80}Si_9B_{11}$, тем не менее, уровень свойств

оказался выше, чем в быстрозакаленном состоянии и после отжига без поля, и лишь немного ниже, чем после отжига в большом поле величиной 800 кА/м.

2) В процессе поперечной ТМО прямоугольность петли гистерезиса значительно снижается (рисунок 9). Такая обработка может быть полезна для уменьшения высокочастотных потерь на перемагничивание [106], повышения начальной магнитной проницаемости (за счет повышения дисперсности ДС, сопровождающегося снижением удельных потерь на вихревые токи и ростом удельной площади ГД), а также для формирования магнитных свойств перминварного типа, когда при перемагничивании сплава наблюдается безгистерезисная ПГ, а магнитная проницаемость остается постоянной при увеличении прикладываемого поля (начальный участок кривой намагничивания вплоть до некоторого поля является линейным). При этом для последующего практического применения в изделиях АММС с перминварным типом свойств важно, чтобы μ_a на перминварном участке имела как можно более высокие значения.

Наиболее высокая начальная проницаемость, связанная с наибольшей дисперсностью ДС, достигается, когда после ТМО в поперечном поле достигается состояние с коэффициентом прямоугольности ПГ $К_п$ = 0,2-0,3 [31, 111].

В работе [112] показано, что также как и в случае продольного поля, приложение поперечного магнитного поля при отжиге способствует повышению намагниченности насыщения и снижению коэрцитивной силы АММС на основе Fe-Co, а также может приводить к изменению температуры Кюри и влиять на выделение кристаллических фаз при нагреве.

Повышение напряженности поперечного магнитного поля с 8 до 160 кА/м при отжиге низкомагнитострикционного кобальтового АММС также может приводить к снижению коэрцитивной силы более чем в 2 раза [113].

Поперечная ТМО способствует повышению стабильности магнитных свойств АММС во времени при температурах в районе климатических, поскольку в результате такой обработки, как уже отмечалось, формируется поперечная ДС, преимущественно перемагничивающаяся вращением намагниченности, в связи с чем, снижение подвижности ГД вследствие НУ и связанные с ним явления типа ВСП-1 и ВСП-2 проявляться не должны. Подобное преимущество особенно важно при использовании АММС в качестве материалов для головок магнитной записи [31].

Для некоторых практических применений (например, для устройств, работающих в сильном возбуждающем магнитном поле) важно, чтобы магнитомягкий материал обладал низкой магнитной проницаемостью, поскольку высокая магнитная проницаемость может

легко привести к перенасыщению магнитных устройств и снижению их эффективности [114]. ТМО в поперечном поле величиной 44-110 кА/м затрудняет достижение насыщения АММС на основе кобальта и позволяет значительно снизить эффективную проницаемость при разных частотах перемагничивания, причем, чем сильнее напряженность прикладываемого при обработке поля, тем ниже проницаемость (рисунок 11).

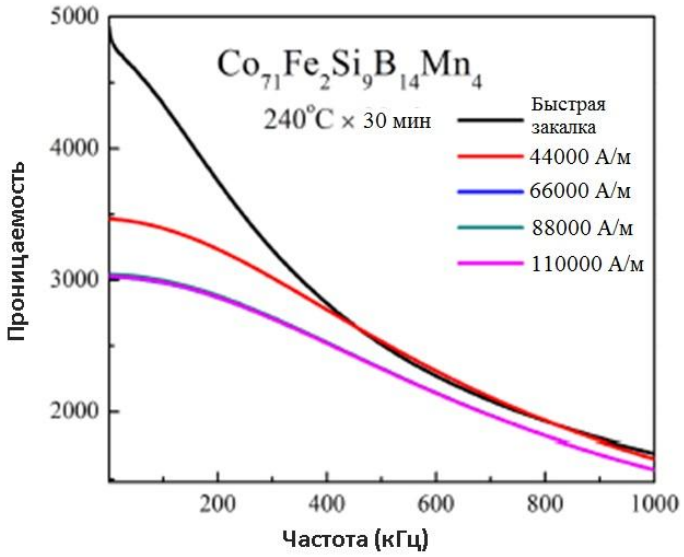


Рисунок 11 – Частотная зависимость проницаемости аморфного сплава $Co_{71}Fe_2Si_9B_{14}Mn_4$ в быстрозакаленном состоянии и после ТМО в поперечных полях с различной напряженностью [114]

3) При ТМО в наклонном поле приложение поля осуществляется под углом θ относительно оси ленты, в результате чего образующиеся пластинчатые домены и направление намагниченности в них также расположены под некоторым углом α к оси ленты (как правило, угол $\alpha < \theta$). Окончательная ориентация ДС будет определяться конкуренцией энергий наведенной магнитной анизотропии и размагничивающего фактора; при этом превалирование наведенной магнитной анизотропии приведет к уменьшению разности углов α и θ.

Необходимость снижения системой энергии размагничивающего фактора для достижения равновесного состояния приводит к тому, что в процессе ТМО в наклонном поле происходит измельчение доменной структуры, что способствует снижению на десятки процентов суммарных потерь на перемагничивание при высоких частотах за счет уменьшения вклада на вихревые токи, а также повышению начальной проницаемости. В то же время, коэрцитивная сила и гистерезисная составляющая потерь будут иметь

повышенные значения за счет снижения подвижности ГД, а максимальная проницаемость будет пониженной.

Наиболее часто ТМО в наклонном поле проводят для железных аморфных сплавов с высокой индукцией насыщения, работающих в качестве магнитопроводов в высокочастотных распределительных трансформаторах, где потери на вихревые токи должны быть минимальными [81].

4) Отличительной особенностью ТМО во вращающемся поле по сравнению с другими рассмотренными видами отжига в магнитном поле является возможность одновременного подавления стабилизации ГД вследствие НУ и получение материала без ярко выраженной магнитной текстуры, что способствует обеспечению оптимального сочетания магнитомягких свойств АММС: низкой коэрцитивной силы и экстремально высокой начальной проницаемости, которые могли бы быть присущи аморфным сплавам, если бы в них протекала исключительно гомогенизация аморфной фазы в отсутствие стабилизационных процессов [115]. В работе [116] показано, что ТМО во вращающемся поле приводит к получению наиболее низкой H_c, наиболее высокой начальной восприимчивости и коэффициента экранирования аморфного сплава состава $Co_{68,4}Fe_{4,4}Cr_{7,2}Si_{8,3}B_{11,7}$ по сравнению с поперечной и продольной ТМО. Схема установки для проведения отжига во вращающемся магнитном поле показана на рисунке 12.

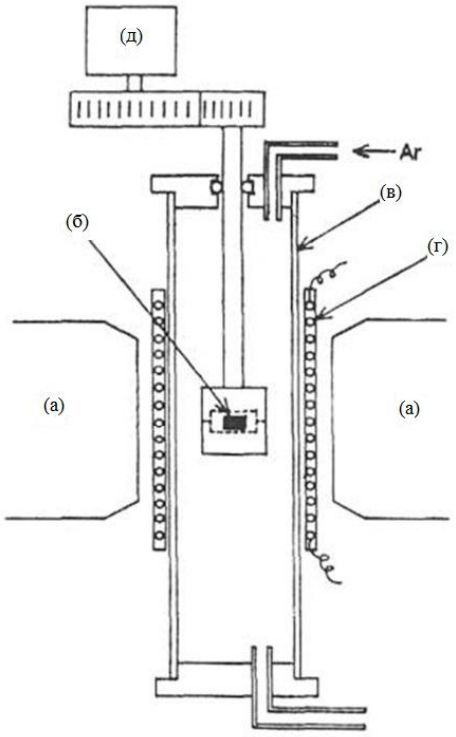


Рисунок 12 – Схема установки для проведения отжига во вращающемся магнитном поле [117]

Обработка проводилась в кварцевой трубке (в) в атмосфере аргона на тороидальных образцах (б), помещенных в печь (г). Магнитное поле большой напряженности (сотни тысяч А/м) создавалось с помощью электромагнита (а). В процессе ТМО с помощью мотора (д) образец, расположенный между полюсами электромагнита, вращался относительно оси тороида, в результате чего прикладываемое к нему магнитное поле «вращалось».

Приложение при вращающейся ТМО магнитного поля с большой напряженностью должно привести к полному разрушению исходной ДС в образце и необходимо, чтобы устранить действие размагничивающего фактора, которое может привести к возникновению в аморфной ленте локальной магнитной анизотропии, а также преимущественного распределения осей пар атомов, которое вызовет стабилизацию ГД.

Механизм улучшения магнитомягких свойств АММС при отжиге во вращающемся магнитном поле связан с тем, что в процессе обработки с приложением поля, направление которого всегда лежит в плоскости ленты, снижается вертикальная по отношению к плоскости ленты магнитная анизотропия; при этом плоскостная анизотропия не наводится. Стоит отметить, что сам отжиг во вращающемся магнитном поле может всё же привести к усилению одноосной магнитной анизотропии в плоскости, если при высокой температуре отжига величина, обратная времени релаксации индуцированной магнитной анизотропии (например, при предварительной поперечной ТМО), становится равной частоте вращения магнитного поля. В таком случае этот метод эквивалентен отжигу в продольном магнитном поле, и начальная магнитная проницаемость при отжиге во вращающемся поле несколько снижается [117-118].

Для АММС на основе кобальта ТМО во вращающемся поле также приводит к повышению температурно-временной стабильности их начальной проницаемости за счет отсутствия анизотропии в композиционном ближнем порядке, что также препятствует развитию процесса направленного упорядочения в них.

Свое применение отжиг во вращающемся магнитном поле нашел, в первую очередь, для сплавов, у которых точка Кюри превышает температуру начала кристаллизации, что делает неприменимым для них в качестве способа подавления стабилизации ГД вследствие НУ отжига выше T_c с последующим быстрым охлаждением в воде [9]. В результате ТМО во вращающемся поле обеспечивается высокий уровень магнитных свойств в малых полях [81].

Серьезным недостатком рассматриваемого типа ТМО является то, что для создания вращающегося магнитного поля нужно сложное оборудование, к тому же способ не

применим к наиболее часто используемым на практике кольцевым образцам, полученным навивкой аморфной ленты на оправку.

Также стоит отметить, что как следует из приведенного обзора, наиболее часто величина прикладываемого при отжиге магнитного поля велика (тысячи-сотни тысяч А/м), однако на основании работ [21-23] можно предположить, что ТМО в полях величиной в сотни А/м и менее также может быть эффективной для подавления стабилизационных процессов и улучшения магнитомягких свойств различных АММС.

1.5 Заключение

Для аморфных металлических сплавов характерно уникальное сочетание механических, электрических, магнитных свойства, а также высокой коррозионной стойкости, что демонстрирует их большие перспективы в промышленности, в частности, в приборостроении и электротехнике. Устройства с магнитопроводами из аморфных материалов обладают большей энергоэффективностью, чем устройства с традиционными магнитопроводами из электротехнических сталей.

Аморфные магнитомягкие сплавы после быстрой закалки из расплава традиционно подвергают термической обработке без поля или в магнитном поле (отжиг или термомагнитная обработка) для снятия внутренних закалочных напряжений и обеспечения требуемого комплекса свойств посредством наведения определенного типа макроскопической магнитной анизотропии. Термомагнитная обработка позволяет дополнительно улучшить магнитные свойства аморфного сплава за счет подавления процесса стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения, являющегося значимым фактором, определяющим уровень магнитомягких свойств АММС при отжиге.

Традиционно при ТМО прикладывают поля больше поля насыщения, которые приводят к практически полному исчезновению доменной структуры ферромагнетика и, как следствие, отсутствию в нем границ доменов, которые могли бы быть подвергнуты стабилизации.

Однако на основании работ, проведенных ранее разными коллективами ученых, можно сделать предположение, что отжиг в магнитных полях интенсивностью в 100-1000 раз слабее поля насыщения также может быть эффективной обработкой для подавления стабилизационных процессов и улучшения магнитомягких свойств различных АММС. Таким образом, при производстве аморфных сплавов могла бы появиться дополнительная возможность энергосбережения при проведении ТМО за счет применения менее

интенсивного магнитного поля с одновременным достижением повышенного уровня свойств.

Очевидно, что единого понимания влияния напряженности малого магнитного поля в процессе ТМО на магнитные свойства АММС на данный момент не существует.

2 Материалы и методы исследования

2.1 Характеристика исходных материалов

В работе изучались два аморфных сплавов на основе железа 2НСР и 10НСР (производство – Ашинский металлургический завод и опытный завод ЦНИИчермет им. И.П. Бардина, соответственно), а также аморфный сплав на основе кобальта 84КХСР (производство – опытный завод ЦНИИчермет им. И.П. Бардина). Сплавы были получены методом спиннингования расплава в виде ленты. Состав сплавов приведен в таблице 1. Характеристики сплавов приведены в таблице 2. Ширина ленты сплава 2НСР – 10 мм, толщина ленты – 25 мкм; ширина ленты сплава 10НСР – 20 мм, толщина ленты – 28 мкм; ширина ленты сплава 84КХСР – 5 мм, толщина ленты – 25 мкм.

Таблица 1 – Состав исследуемых аморфных сплавов

Марка сплава	Атомная доля, %					
	Fe	Ni	B	Si	Co	Cr
2НСР	77	1	13	9	-	-
10НСР	69	8	14	9	-	-
84КХСР	4	-	11	13	68	4

Таблица 2 – Характеристики исследуемых аморфных сплавов

Свойство	Сплав		
	2НСР	10НСР	84КХСР
Температура Кюри, °С	420	420	260
Температура начала кристаллизации, °С	540	520	530
Плотность, кг/м^3	7300	7300	7500
Константа магнитострикции	$25 \cdot 10^{-6}$	$25 \cdot 10^{-6}$	$0{,}1 \cdot 10^{-6}$

2.2 Методика отжига в ненасыщающем магнитном поле

Образцы для отжига в ненасыщающем магнитном поле и дальнейших исследований имели цилиндрическую форму и были получены навивкой 10 витков

аморфной ленты (чтобы исключить влияние полей смещения на полученные результаты) на керамическую (или кварцевую) оправку.

Термическую обработку образцов проводили в муфельной печи в воздушной атмосфере. Температуры обработки выбирались на основании работ [119-121] так, чтобы достичь различной степени протекания процессов направленного упорядочения и релаксации напряжений при отжиге аморфных сплавов, но не вызвать кристаллизации. Чтобы предотвратить окисление лент при нагревании, кольцевые образцы были покрыты фольгой.

Магнитное поле создавалось пропусканием тока от стабилизированного источника питания через намагничивающую обмотку кольцевого образца. Схема установки для проведения отжигов в ненасыщающем магнитном поле образцов показана на рисунке 13.

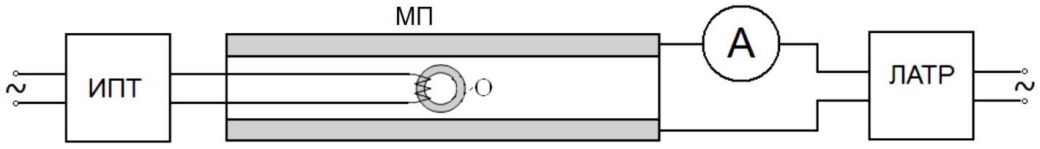


Рисунок 13 – Схема установки для термомагнитной обработки в ненасыщающем поле

Установка состоит из намагничивающей цепи и муфельной печи (МП), которая подключена к электрической сети через лабораторный автотрансформатор (ЛАТР). Намагничивающая цепь состоит из намагничивающей обмотки, навиваемой на кольцевой образец (О) и подключаемой к источнику постоянного тока (ИПТ) Б5-45 с максимальной физической нагрузкой 0,5 А и дискретностью установки величины тока 1 мА.

Для оценки эффективности отжига в ненасыщающем магнитном поле в части возможности улучшения магнитно-мягких свойств на образцах аморфных сплавов также проводились отжиги без магнитного поля при аналогичных температурах, времени выдержки и скорости охлаждения.

Изучение влияния различных факторов на магнитные свойства АММС на основе железа (2НСР) и кобальта (84КХСР) при ТМО в ненасыщающем поле производилось путем поочередного варьирования параметров обработки со «стандартными» условиями: охлаждение на воздухе, время выдержки 10 мин, приложение магнитного поля на протяжении всей обработки, средний диаметр образца 15,5 мм, величина магнитного поля соответствует полю максимальной проницаемости для образца в исходном состоянии. Отдельные случаи изменения «стандартных» условий проведения серий ТМО (как, например, в случае варьирования температуры ТМО) прописаны непосредственно в подразделах раздела «Результаты экспериментов и их обсуждение».

Варьирование факторов ТМО осуществлялось в соответствии со схемой, представленной на рисунке 14.



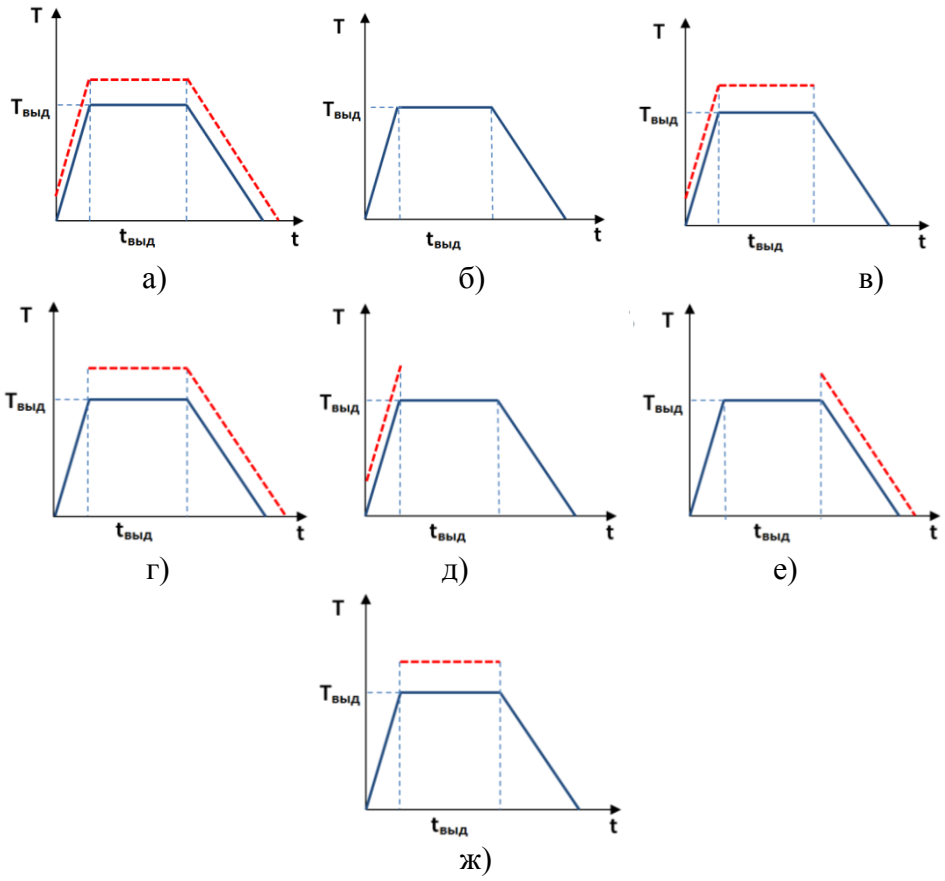
Рисунок 14 – Факторы, определяющие магнитные свойства АММС при ТМО

Серии обработок с варьированием различных параметров ТМО для каждого сплава проводились при трех температурах, поскольку в зависимости от состояния сплава влияние этих параметров на их магнитные свойства может различаться. Так, для сплава 2НСР были выбраны три температуры обработки: 300, 350 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Во-первых, все три температуры ниже T_c, во-вторых, при всех указанных температурах отжиг не приводит к развитию процессов кристаллизации. При этом если обработки при 300 °С обеспечивают достаточно слабую степень завершенности процессов релаксации напряжений, то ТМО при 405 °С достигается практически полностью релаксированное состояние; соответственно, при 350 °С наблюдается промежуточное состояние.

Для сплава 84КХСР для проведения серий ТМО были выбраны температуры 150, 240 и 400 °С, которые также обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Во-первых, при всех указанных температурах отжиг не приводит к развитию процессов кристаллизации. Обе температуры 150 и 240 °С ниже T_c, но при 150 °С отжиг не приводит к развитию релаксации напряжений, однако обеспечивает протекание диффузионных процессов, вследствие чего при указанной температуре должны протекать должен протекать процесс стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения. В то же время при 240 °С релаксация напряжений уже протекает, а процессы стабилизации ГД вследствие НУ развиты в значительной степени в соответствии с [122]. При температуре 400 °С, которая значительно выше T_c, процесс релаксации напряжений практически завершен, а процессы стабилизации не оказывают значительного влияния на формирование магнитных свойств.

Варьирование скорости охлаждения проводилось путем изменения условий охлаждения – медленное охлаждение до комнатной температуры со скоростью 6-15 °С/мин соответствовало охлаждению образца вместе с печью (в условиях ограниченного теплообмена камеры печи с окружающей средой); умеренное охлаждение со скоростью 17-63 °С/мин соответствовало охлаждению с печью (в условиях неограниченного теплообмена камеры печи с окружающей средой) или на воздухе; быстрое охлаждение со скоростью 1800 °С/мин соответствовало охлаждению в воде.

На рисунке 15 показана схема возможных моментов приложения магнитного поля при отжиге, которые реализовывались при исследованиях в данной работе.

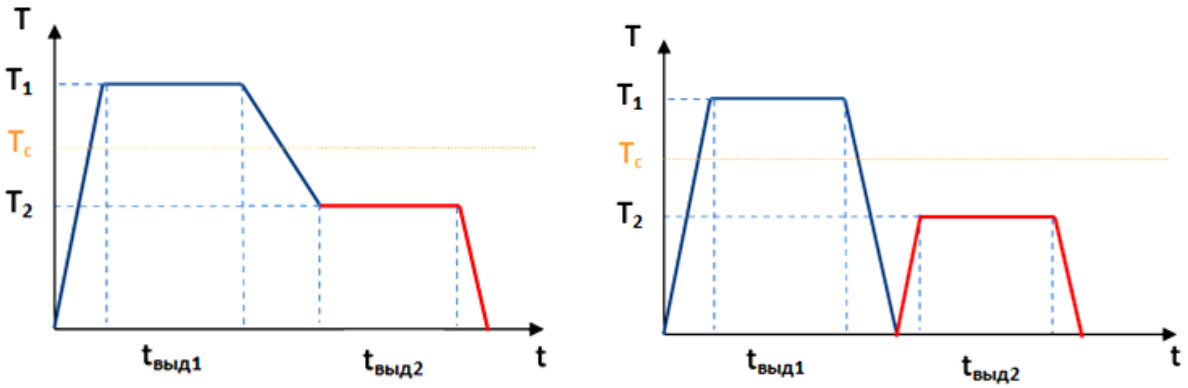


а) поле приложено на протяжении всей обработки (I); б) поле при обработке не прикладывалось (II); в) поле приложено при нагреве и выдержке образца (III); г) поле приложено при выдержке и охлаждении образца (IV); д) поле приложено при нагреве образца (V); е) поле приложено при охлаждении образца (VI); ж) поле приложено при выдержке образца (VII).

Рисунок 15 – Схема, иллюстрирующая возможные варианты момента приложения поля при ТМО, изученные в данном исследовании (красным пунктиром на схемах ТО отмечены ее этапы, проводимые в ненасыщающем магнитном поле)

Для улучшения визуализации результатов экспериментов различным моментам приложения магнитного поля при обработке была присвоена условная нумерация от I до VII.

В настоящей работе также изучалось влияние комбинированных термических обработок – ТМО в ненасыщающем поле с предварительным отжигом без поля, а также двухступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле – на магнитные свойства сплава 84КХСР. Комбинированные обработки заключались в проведении без приложения поля предварительной высокотемпературной ступени, обеспечивающей практически полное снятие напряжений, а также низкотемпературной ступени (после предварительного подстуживания в случае двухступенчатой ТМО или с отдельного нагрева в случае ТМО с предварительным отжигом) в ненасыщающем магнитном поле напряженностью 46 А/м при температуре ниже T_c для создания нужного типа анизотропии. Для изучения влияния комбинированной ТМО была выбрана температура первой ступени без поля T_1 = 400 °С, при этом температура второй ступени T_2 варьировалась от 150 до 240 °С. Выдержка на первой ступени обработки составляла $t_{выд1}$ = 10 мин, на второй – $t_{выд2}$ = 5 мин. Схема двухступенчатого отжига в ненасыщающем продольном магнитном поле в сравнении со схемой ТМО с предварительным отжигом приведена на рисунке 16.



а) б)

Рисунок 16 – Схема двухступенчатой ТМО с 1-ого нагрева (а) и ТМО с предварительным отжигом с 2-ух нагревов (б) (красным цветом на схемах ТО отмечены ее этапы, проводимые в ненасыщающем магнитном поле)

2.3 Методика определения степени релаксации напряжений при термической обработке АММС

Степень релаксации изгибных напряжений при отжиге и ТМО, характеризующая степень релаксации внутренних закалочных напряжений в аморфной ленте, оценивалась по методике Люборского [123].

На керамическую тороидальную оправку с радиусом R_0 (в большинстве серий обработок радиус составлял 7,5 мм за исключением серий с варьированием уровня исходных изгибных напряжений при ТМО) навивался и закреплялся один виток ленты (лента навивалась блестящей стороной наружу). После последующей термической обработки лента снималась с оправки, затем измерялся ее равномерный радиус кривизны путем наложения ее в свободном состоянии на лист миллиметровки и обвода по контуру изгиба. Остаточный радиус кривизны ленты $R_{T,t}$ рассчитывали в соответствии с рисунком 17. Путем подстановки полученного значения $R_{T,t}$ в формулу (4) определяли величину параметра γ, а, следовательно, и степень релаксации изгибных напряжений при данном режиме отжига.

$$\gamma = 1 - \frac{R_0}{R_{T,t}}, \tag{4}$$

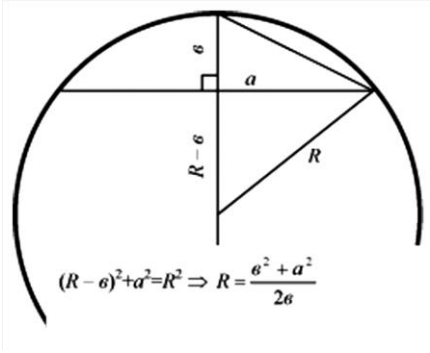


Рисунок 17 – Схема расчета радиуса кривизны ленты $R_{T,t}$ после термической обработки [31]

Снижение уровня изгибных напряжений отображается по шкале от 1,0, соответствующей первоначальному напряжению, до 0, что соответствует полному снятию напряжений.

Для оценки влияния ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы релаксации напряжений сравнивались релаксационные кривые после отжига в поле и без

поля с расчетом погрешности определения параметра γ статистическим способом: определение радиуса кривизны одного и того же образца проводилось несколько раз с учетом того, что фрагмент ленты при повторном размещении на миллиметровке может несколько по-разному изгибаться, застревая, например, на шероховатостях бумаги. Погрешность определения параметра γ с учетом ее составляющих погрешностей измерения радиуса оправки и радиуса кривизны отрезка ленты после отжига ΔR_1 и ΔR_2 вычислялась по формуле (5).

$$\delta\gamma = \delta R_0 + \delta R_{T,t} = \frac{\Delta R_1}{R_0} + \frac{\Delta R_2}{R_{T,t}}, \quad (5)$$

2.4 Методика определения степени охрупчивания при термической обработке АММС

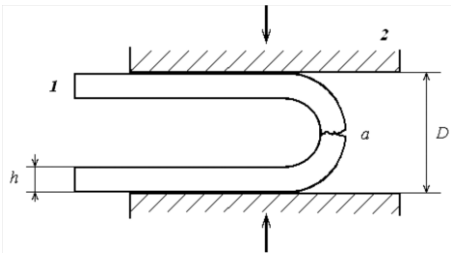
Параметр пластичности ε_f, характеризующий критическую степень деформации в приповерхностной зоне аморфной ленты, подвергнутой изгибу (рисунок 18), в момент ее хрупкого разрушения. Параметр пластичности ε_f рассчитывается по формуле (6).

$$\varepsilon_f = h/(D - h), \quad (6)$$

где D – расстояние между сжимающими поверхностями (щупы микрометра) в момент разрушения;

h – толщина ленты.

Для проведения испытаний на изгиб аморфных лент используют микрометр, позволяющий с достаточной точностью фиксировать величину D.



1 – отрезок аморфной ленты, подвергаемый изгибу; 2 – сжимающие отрезок ленты поверхности; а – место зарождения хрупкой трещины.

Рисунок 18 – Схема испытания ленточных образцов на изгиб для определения параметра пластичности ε_f [31]

Если после термической обработки лента сохраняет пластичность (при изгибе отрезок ленты не разрушается, а «складывается» пополам), то значение расстояния между сжимающими поверхностями составляет 2h, а параметр пластичности ε_f равен 1. Напротив, если термическая обработка привела к охрупчиванию ленты, то ее разрушение может произойти даже при большом расстоянии между сжимающими поверхностями (т.е. в случае абсолютной хрупкости величина D стремится к бесконечности), при этом параметр ε_f равен 0.

При проведении серии обработок с варьированием температуры температуру вязко-хрупкого перехода T_f вычисляется как среднее значение от температур T_1 и T_2, где T_1 – наибольшая температура отжига, при которой лента еще сохраняет свою пластичность (ε_f равен 1), а T_2 – наиболее низкая температура отжига, при которой возможно зафиксировать уменьшение параметра ε_f. Очевидно, что для повышения точности определения температуры вязко-хрупкого перехода требуется делать термические обработки с малым шагом по температуре, чтобы температурный диапазон между температурами T_1 и T_2 был как можно более узким.

Температура T_f характеризует склонность АММС к охрупчиванию: чем она ниже, тем выше эта склонность.

2.5 Методика измерения статических магнитных свойств на автоматической установке МК-3Э

Измерения статических магнитных характеристик АММС до и после различных термических обработок проводилось на автоматической магнитоизмерительной установке МК-3Э, предназначенной для измерений на кольцевых образцов магнитно-мягких материалов по методике ГОСТ 8.377-80 [124].

Для образцов индукционно-импульсным методом в коммутационном режиме проводились измерения точек петли гистерезиса и кривой намагничивания с последующей фиксацией следующих магнитных параметров:

- остаточная индукция, Тл;
- коэрцитивная сила по индукции, А/м;
- коэффициент прямоугольности петли гистерезиса;
- максимальная магнитная проницаемость;
- поле максимальной проницаемости;
- магнитная проницаемость в заданном поле;

- индукция в заданном поле.

Принцип работы установки основан на явлении электромагнитной индукции и заключается в измерении силы тока на намагничивающей обмотке с одновременным замером индуцированного напряжения на измерительной обмотке. Измерения магнитной индукции и напряженности поля в точках петли гистерезиса и кривой намагничивания производились посредством коммутации намагничивающего поля, на основании которых в автоматическом режиме вычислялись значения магнитных свойств измеряемого образца.

Относительная погрешность измерений различных магнитных свойств для доверительной вероятности 0,95 составляла не более 1,5 % при измерении точек магнитной петли гистерезиса и основной кривой намагничивания по индукции; не более 2 % при измерении остаточной индукции и коэрцитивной силы по индукции, а также индукции в максимальном поле; не более 5 % при измерении максимальной магнитной проницаемости и проницаемости в заданном поле.

Петли гистерезиса и кривые намагничивания для сплавов 2НСР и 10НСР измерялись при максимальной напряженности магнитного поля, равной 50 и 800 А/м, а для сплава 84КХСР, характеризующегося более высоким комплексом магнитомягких свойств – в полях 5 и 800 А/м. При этом после отдельных обработок происходила съемка полевых зависимостей различных магнитных свойств в полях в диапазоне 1,5-1000 А/м.

Помимо упомянутых ранее магнитных параметров дополнительно измерялась проницаемость в низких полях $\mu_{низкопол}$, являющаяся аналогом начальной проницаемости, которую напрямую зафиксировать не удавалось из-за высокой погрешности измерений при низких индукциях, зачастую превышающей саму определяемую величину. При этом для сплава 84КХСР после термических обработок при разных температурах величина низкополевой проницаемости фиксировалась в разных полях, поскольку различающиеся в разы средние значения поля максимальной проницаемости $H_{\mu max}$ для аморфного сплава при 150, 240 и 400 °С не давали возможности унифицировать значение поля для измерений низкополевой проницаемости. При этом величина поля измерений $\mu_{низкопол}$ выбиралась так, чтобы поле измерений $\mu_{низкопол}$ всегда было меньше $H_{\mu max}$ и соответствовало начальному участку необратимого намагничивания скачками Баркгаузена. В случае сплавов 2НСР и 10НСР низкополевая проницаемость всегда фиксировалась в поле 2 А/м (проницаемость μ_2). Дополнительно для исследуемых сплавов в быстрозакаленном состоянии, а также после термической обработки определялась проницаемость в некотором поле с фиксированной напряженностью (5 А/м для сплава 84КХСР (проницаемость μ_5) и 30 А/м для сплавов 2НСР и 10НСР (проницаемость μ_{30})),

которая в зависимости от сплава для всех измеренных образцов всегда превышала $H_{\mu max}$, т.е. данная проницаемость является по своей сути проницаемостью в большом поле, когда прирост индукции осуществляется преимущественно за счет вращения намагниченности.

По кривым намагничивания образцов АММС в различном состоянии также определялись значения полей $H_{кр}$ и H_P: критическое поле $H_{кр}$, вплоть до которого проницаемость остается постоянной, и поле H_P, соответствующее завершению процесса намагничивания ферромагнетика путем малых скачков Баркгаузена (в полях меньше H_P наблюдается параболический участок, соответствующий намагничиванию по квадратичному закону Рэлея) (рисунок 19). Для более точного определения напряженностей полей $H_{кр}$ и H_P кривые намагничивания измерялись в небольших полях, чтобы на начальном участке КН, который и подвергается дополнительному исследованию, присутствовало как можно больше точек (для сплава 84КХСР – в поле 5 А/м, для сплавов 2НСР и 10НСР – в поле 50 А/м).

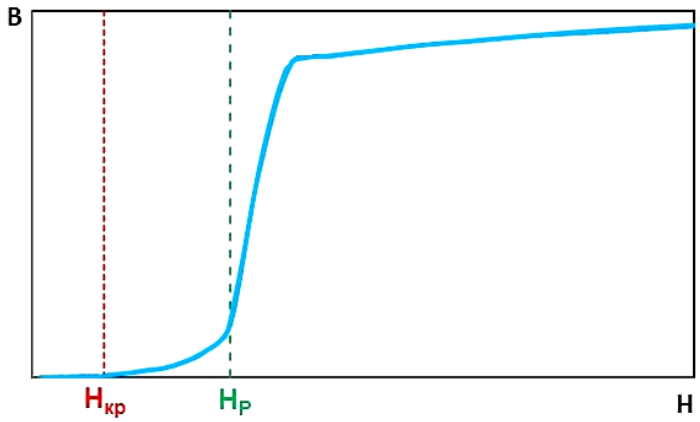


Рисунок 19 – Схема определения значений характерных полей $H_{кр}$ и H_P по кривой намагничивания ферромагнетика

2.6 Методика измерения динамических магнитных свойств на автоматической установке МК-4Э

Измерения динамических магнитных свойств АММС до и после различных термических обработок проводились на автоматической магнитоизмерительной установке МК-4Э предназначена для автоматического измерения магнитных характеристик. Измерения динамической петли гистерезиса и удельных потерь на перемагничивание проводились на кольцевых образцах. После съемки динамической ПГ в автоматическом

режиме вычислялись значения амплитудной индукции, динамической коэрцитивной силы, остаточной индукции, проницаемости, а также удельных потерь.

Относительная погрешность измерений различных магнитных свойств для доверительной вероятности 0,95 составляла не более 2 % для индукции и коэрцитивной силы, а также не более 4 % для удельных потерь на перемагничивание.

Принцип работы установки заключается в перемагничивании образца по динамической петле гистерезиса при частотах 50 Гц или 400 Гц при заданной величине амплитуды намагничивающего поля, регистрации магнитных петель гистерезиса и вычислении магнитных свойств исследуемых образцов.

В процессе проведения измерения динамических свойств амплитуда намагничивающего поля выбиралась так, чтобы напряженность магнитного поля, прикладываемого к образцу, составляла около 470 А/м. В результате, вне зависимости от состояния образцов сплава 84КХСР индукция B_m, достигаемая в поле 470 А/м составляла 0,3 Тл (т.е. удельные потери на перемагничивание фиксировались при значении B_m = 0,3 Тл). В то же время, для сплавов 2НСР и 10НСР, для которых характерна сильная температурная зависимость индукции, достигаемая в поле 470 А/м индукция в зависимости от режима термообработки различалась.

2.7 Дифракционный анализ термически обработанных образцов

На образцах аморфных сплавов в виде фрагментов лент до и после термической обработки проводилась проверка их аморфности посредством метода рентгеновской дифрактометрии. Для аморфных металлических материалов на дифрактограмме должно наблюдаться лишь диффузное гало, при этом частичная или полная их кристаллизация должна приводить к возникновению на дифракционной картине максимумов интенсивности.

Дифракционная съемка проводилась на кобальтовом излучении с использованием рентгеновского дифрактометра ДРОН-4-07, произведенного в условиях АО НПП «Буревестник». Фокусировка гониометра осуществлялась по схеме Брэгга-Брентано. Съемка дифрактограммы проводилась в диапазоне углов от 20 до 120° (для сплава 84КХСР) и от 20 до 140° (для сплавов 2НСР и 10НСР) с шагом съемки 0,1° при величине экспозиции 3 сек.

2.8 Моделирование петель гистерезиса АММС

Исследование влияния приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы перемагничивания аморфных сплавов проводилось с помощью моделирования статических петель гистерезиса образцов АММС до и после различных термообработок. Для интерполяции точек ветвей ПГ использовалась математическая модель ПГ с использованием дробно-линейной функции, описанная в работе [125], обеспечивающая точное прохождение ветвей ПГ через точки коэрцитивной силы и остаточной индукции.

Выражения для описания нисходящей и восходящей ветвей ПГ по индукции представлены в формулах (7) и (8).

$$B_1(H) = \mu_0 \cdot H + B_{m1} \cdot \frac{H+H_c}{|H+H_c|+H_c \cdot \left(\frac{B_{m1}}{B_r}-1\right)} + \left(1-\frac{B_r}{B_{m2}}\right) \cdot B_{m2} \cdot \left[\mathrm{cth}\left(\frac{H}{H_{rev}}\right) - \frac{H_{rev}}{H}\right], \quad (7)$$

$$B_2(H) = \mu_0 \cdot H + B_{m1} \cdot \frac{H+H_c}{|H+H_c|+H_c \cdot \left(\frac{B_{m1}}{B_r}-1\right)} + \left(1-\frac{B_r}{B_{m2}}\right) \cdot B_{m2} \cdot \left[\mathrm{cth}\left(\frac{H}{H_{rev}}\right) - \frac{H_{rev}}{H}\right], \quad (8)$$

где μ_0 – магнитная постоянная, Гн/м;

H – напряженность магнитного поля, А/м;

B_r – остаточная индукция, Тл;

H_{rev} – подгоночный параметр, характеризующий поле обратимого процесса намагничивания;

B_{m1} – подгоночный параметр, характеризующий максимальную индукцию, наблюдающуюся, если бы присутствовал только необратимый вклад в намагниченность;

B_{m2} – подгоночный параметр, характеризующий максимальную индукцию в случае намагничивания только по обратимому механизму.

Следует отметить, что важным преимуществом использованной в данной работе математической модели ПГ является возможность разделения с ее помощью вкладов в индукцию (или намагниченность) от необратимых процессов смещения границ доменов, а также от обратимых процессов вращения намагниченности. Так, в формулах (7) и (8) необратимая составляющая индукции описывается дробно-линейной функцией (второе слагаемое), а обратимая составляющая – функцией Ланжевена (третье слагаемое).

Таким образом, процесс изучения влияния ТМО в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания разных АММС заключался в первоначальном проведении

термообработки образцов сплавов с последующей съемкой петель гистерезиса (в преимущественном большинстве случаев, при максимальном значении напряженности магнитного поля 800 А/м), после чего с помощью модели ПГ [125] значения индукции экспериментальных точек ветвей ПГ аппроксимировались с последующим раздельным расчетом величин обратимого и необратимого вкладов в индукцию, основанным на полученных при аппроксимации оптимальных значениях подгоночных параметров, обеспечивающих наиболее высокое качество описания экспериментальных кривых. Адекватность полученных значений составляющих индукции проверялась на основании того, что значение максимальной индукции образца, измеренное экспериментально, должно соответствовать сумме обратимого и необратимого вкладов в индукцию, рассчитанных по смоделированным кривым ветвей ПГ.

В процессе аппроксимации экспериментальных точек ветвей ПГ процедура варьирования подгоночных параметров продолжалась до тех пор, пока значение индукции в поле 800 А/м B_{800} не стало наиболее близким к заданному из эксперимента значению B_m, и при этом остаточная дисперсия S^2 значений магнитной индукции была минимальной, а коэффициент детерминации R^2 (доля рассеяния данных, которая объясняется используемой моделью) – наиболее близким к 1 (в подавляющем большинстве случаев при моделировании ПГ образцов различных сплавов после различных обработок R^2 был более 0,99 за исключением петель гистерезиса, измеренных в полях с крайне малой напряженностью). Также важно отметить, что погрешность аппроксимации значений индукции всегда была меньше, чем погрешность измерений индукции на магнитоизмерительной установке МК-3Э.

2.9 Парный корреляционный анализ

Исследование закономерностей влияния различных количественных факторов при ТМО на магнитные свойства АММС проводилось с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом величины коэффициента парной корреляции по Пирсону r_{xy} (формула (9)) в пакете «Анализ данных» приложения Excel.

$$r_{xy} = \frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})\cdot(y_i-\bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})^2\cdot\sum_{i=1}^{n}(y_i-\bar{y})^2}}, \quad (9)$$

где x_i – i-ый элемент выборки X;

y_i – i-ый элемент выборки Y;

$\bar{x}$ и $\bar{y}$ – средние значения выборок X и Y, соответственно;

n – объем выборки.

Коэффициент корреляции, может принимать значения от -1 до 1. При этом отрицательное значение r_{xy} демонстрирует обратную зависимость рассматриваемых параметров друг от друга, а положительное значение r_{xy} – их прямую зависимость. Нулевой коэффициент корреляции показывает, что для данной выборки данных связь между рассматриваемыми параметрами отсутствует.

При обобщении закономерностей корреляций различных параметров принималась следующая градация силы корреляционной зависимости: сильная связь между двумя рассматриваемыми параметрами (изменения одного параметра однозначно приводят к изменениям другого параметра) присутствует, если $|r_{xy}| \geq 0{,}8$. При этом связь средней силы характерна для параметров, у которых $0{,}3 \leq |r_{xy}| < 0{,}8$, а слабая связь (или практически отсутствующие корреляции, т.е. ситуация, при которой изменения одной переменной вызывают слабые изменения другой переменной) – при $0 \leq |r_{xy}| < 0{,}3$.

2.10 Заключение

Во втором разделе приведено описание объектов исследований (аморфные магнитомягкие сплавы на основе Fe и Co), методики отжига в ненасыщающем магнитном поле. Рассмотрены методы исследования процессов структурной релаксации и кристаллизации, а также статических и динамических магнитных свойств АММС.

Приведено описание использованной в данной работе для анализа влияния ТМО в ненасыщающем поле на характер перемагничивания различных аморфных сплавов математической модели петли гистерезиса, в которой обратимая составляющая индукции описывается функцией Ланжевена, а необратимая составляющая – дробно-линейной функцией.

Описан метод парного корреляционного анализа, использованный в данной работе для подтверждения и обобщения закономерностей влияния различных количественных факторов при ТМО на магнитные свойства и характер перемагничивания АММС.

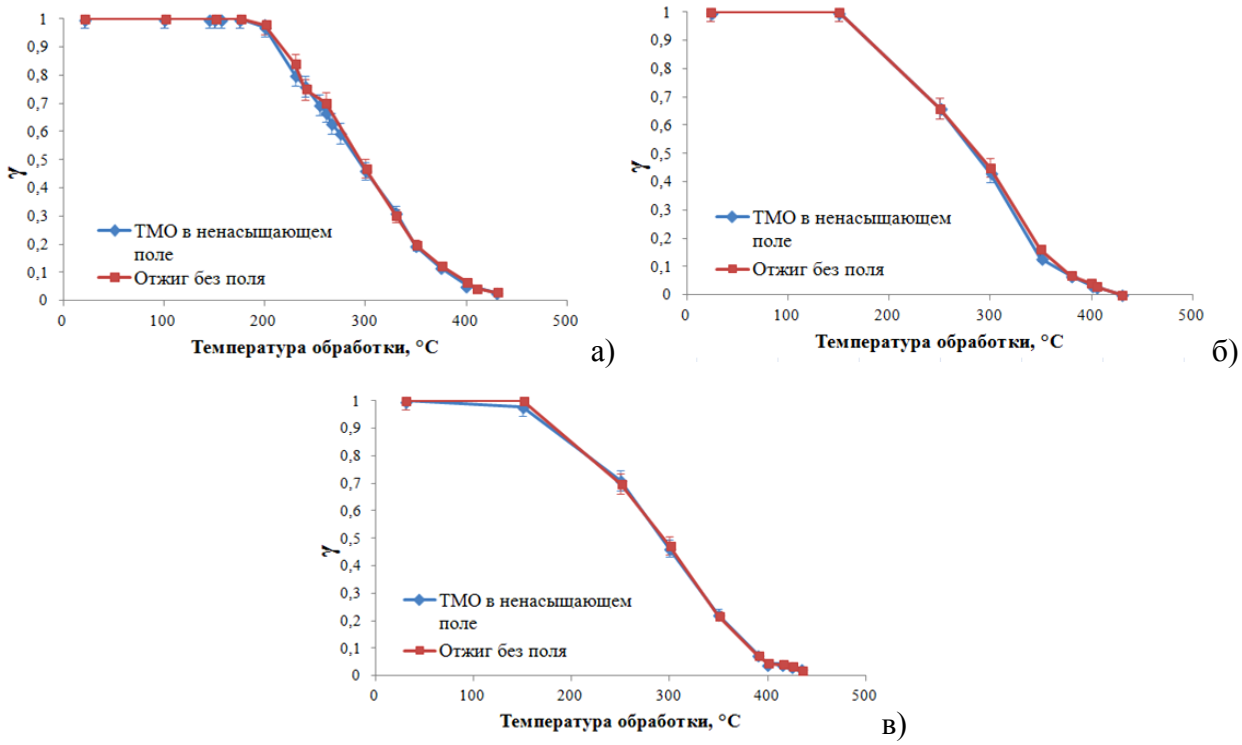
3 Результаты экспериментов и их обсуждение

3.1 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на релаксационные и кристаллизационные процессы в аморфных сплавах на основе Fe и Co

3.1.1 Изучение влияния ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы релаксации напряжений и охрупчивания лент аморфных сплавов

Оценка степени развития процессов релаксации напряжений и охрупчивания аморфных лент является крайне важным этапом как при подборе оптимального режима термической обработки аморфных сплавов, так и, например, при интерпретации физических причин наблюдаемых эффектов изменений их магнитных свойств. На всех трех исследуемых в данной работе аморфных сплавах (84КХСР, 2НСР, 10НСР) проводился анализ влияния приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на релаксацию напряжений и охрупчивание путем сравнения протекания релаксационных процессов в аморфных лентах при отжиге в ненасыщающем поле и отжиге без поля. На рисунке 20 показаны зависимости параметра релаксации γ, характерирующего долю несрелаксировавших изгибных напряжений в аморфной ленте, от температуры отжига в поле и без поля для сплавов $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$, $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ и $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$.

В результате атомных перестроений в аморфной фазе, ее структура в процессе отжига под действием изгибающих напряжений, возникающих при навивке аморфной ленты на цилиндрическую оправку, изменяется в направлении, соответствующем наиболее равновесному состоянию. Как следствие, изгибные напряжения в ленте снижаются до определенного уровня – за счет атомных перегруппировок происходит релаксация этих напряжений [119, 126].



а) сплав $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$; б) сплав $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$; в) сплав $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$.

Рисунок 20 – Кривые релаксации напряжений аморфных сплавов на основе железа и кобальта после отжига без поля и отжига в ненасыщающем магнитном поле

Полученные кривые релаксации напряжений для всех сплавов имеют типичный вид – вплоть до некоторой температура значение параметра релаксации напряжений γ остается на начальном уровне (γ = 1), а далее, по мере увеличения температуры обработки, происходит постепенное уменьшение γ до значений около 0.

Сразу отметим, что влияние ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процесс релаксации напряжений в сплавах 84КХСР, 2НСР и 10НСР на основании кривых на рисунке 18 выявить не удалось, поскольку различия между точками кривых после ТМО и отжига без поля оказались по величине меньше, чем погрешность определения параметра релаксации напряжений γ. Таким образом, даже если эффект от приложения малого магнитного поля при обработке и присутствует, то его невозможно зафиксировать по использованной в данной работе методике Люборского.

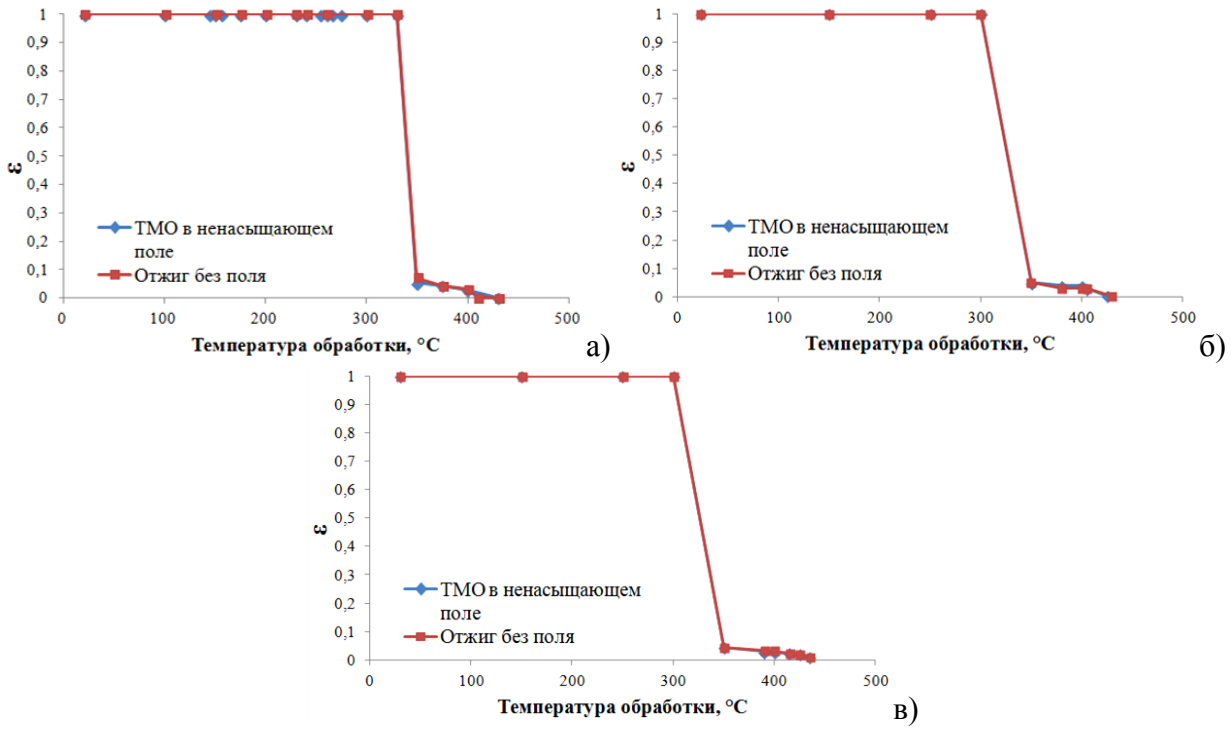
Для сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ термические обработки при температурах ниже 200 °С не приводили к развитию процессов релаксации напряжений в аморфной ленте (значение параметра γ после обработок при 100-175 °С оставалось равным 1). Таким образом, отжиг образцов аморфного сплава при температуре 200 °С и более с выдержкой 10 мин привел к развитию процессов релаксации изгибных напряжений, степень завершенности которых при разных температурах обработки отличалась – в случае

температуры отжига 200 °С в аморфной ленте срелаксировало менее 5 % напряжений ($\gamma = 0,97$), а при температурах отжига выше 400 °С – более 90 % (γ менее 0,1). Процесс релаксации напряжений в аморфной ленте неразрывно связан со скоростью диффузии атомов при выбранной температуре обработки. Так, при температурах отжига до 350 °С скорость диффузии невысока, в результате чего кратковременный отжиг не приводит к полному или практически полному завершению релаксации напряжений. Напротив, за счет высокой скорости диффузии в случае температур отжига 400 °С и более с кратковременной выдержкой 10 мин может быть получено почти полностью релаксированное состояние (γ менее 0,1).

Для сплавов $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ и $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ основные реперные точки по температурам начала и окончания релаксации напряжений схожи: термические обработки при температуре 150 °С не приводили к развитию процессов релаксации напряжений в аморфной ленте, а практически полное завершение релаксации происходит при температурах отжига более 400 °С. Следует также отметить, что для сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ при сопоставимых температурах обработки доля несрелаксировавших напряжений была несколько выше, чем для сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$, что особо заметно в интервале температур 250-350 °С, что вероятно связано с более высокой магнитострикцией насыщения сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$.

На рисунке 21 показаны зависимости параметра пластичности ε, характеризующего деформацию хрупкого разрушения, от температуры отжига в поле и без поля для сплавов $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$, $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ и $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$.

Качественно характер изменения параметра пластичности ε с ростом температуры обработки подобен таковому для параметра γ. Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге практически не оказывает влияния на процесс охрупчивания всех рассматриваемых аморфных сплавов.



а) сплав $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$; б) сплав $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$; в) сплав $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$.

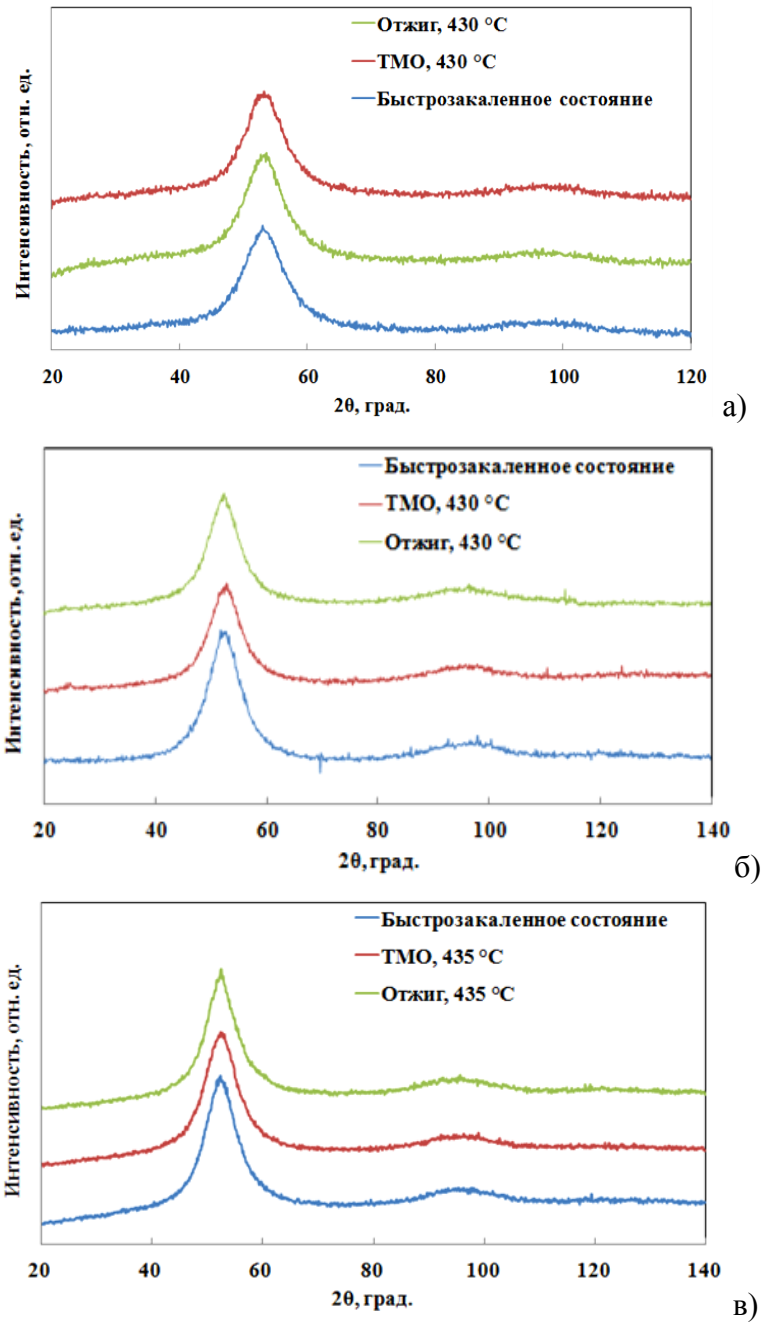
Рисунок 21 – Кривые охрупчивания аморфных сплавов на основе железа и кобальта после отжига без поля и отжига в ненасыщающем магнитном поле

При этом температура вязко-хрупкого перехода для сплава на основе кобальта $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ составила 340 °С, для сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ – 318 °С и для сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ – 325 °С. Таким образом, несколько различающийся состав сплавов на основе Fe 2HCP и 10HCP не привел к значительным различиям их температуры вязко-хрупкого перехода. При этом для аморфного сплава на основе кобальта критическая температура окончания запаса пластичности несколько выше, чем для АММС на основе железа, другими словами, кобальтовые АММС имеют более высокую стойкость к охрупчиванию, чем железные сплавы, поскольку выход избыточного свободного объема в последних происходит при более низких температурах [28].

3.1.2 Изучение влияния ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы кристаллизации аморфных сплавов

На рисунке 22 показаны дифракционные спектры сплавов $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$, $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ и $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ в быстрозакаленном состоянии, а также после отжига в поле и без поля с выдержкой 10 мин при температурах 430 °С (для сплавов 84КХСР и 2HCP) и

435 °C (для сплава 10HCP), являющихся наиболее высокими температурами, при которых в данной работе будут проводиться термические обработки.



а) сплав $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$; б) сплав $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$; в) сплав $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$.

Рисунок 22 – Рентгеновские дифракционные спектры от образцов аморфных сплавов в различных состояниях

На всех спектрах можно отметить наличие только диффузного дифракционного максимума (аморфное гало), что говорит о присутствии в исследуемых образцах как в быстрозакаленном состоянии, так и после отжига без поля и отжига в ненасыщающем магнитном поле только аморфной фазы. Таким образом, термические обработки при

температурах ниже 430-435 °С также не приведут к развитию кристаллизационных процессов в данных сплавах.

3.1.3 Заключение

Установлено, что приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге аморфных сплавов на основе Fe и Co не оказывает влияния на процессы структурной релаксации и кристаллизации.

Для исследуемых в данной работе сплавов процесс релаксации напряжений начинается при температуре около 200 °С и заканчивается при 400 °С. При этом аморфные ленты переходят в охрупченное состояние при температурах свыше 300 °С.

Вплоть до максимальных в настоящей работе температур термической обработки (около 430 °С) в лентах сохраняется полностью аморфная структура.

3.2 Изучение влияния различных факторов на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

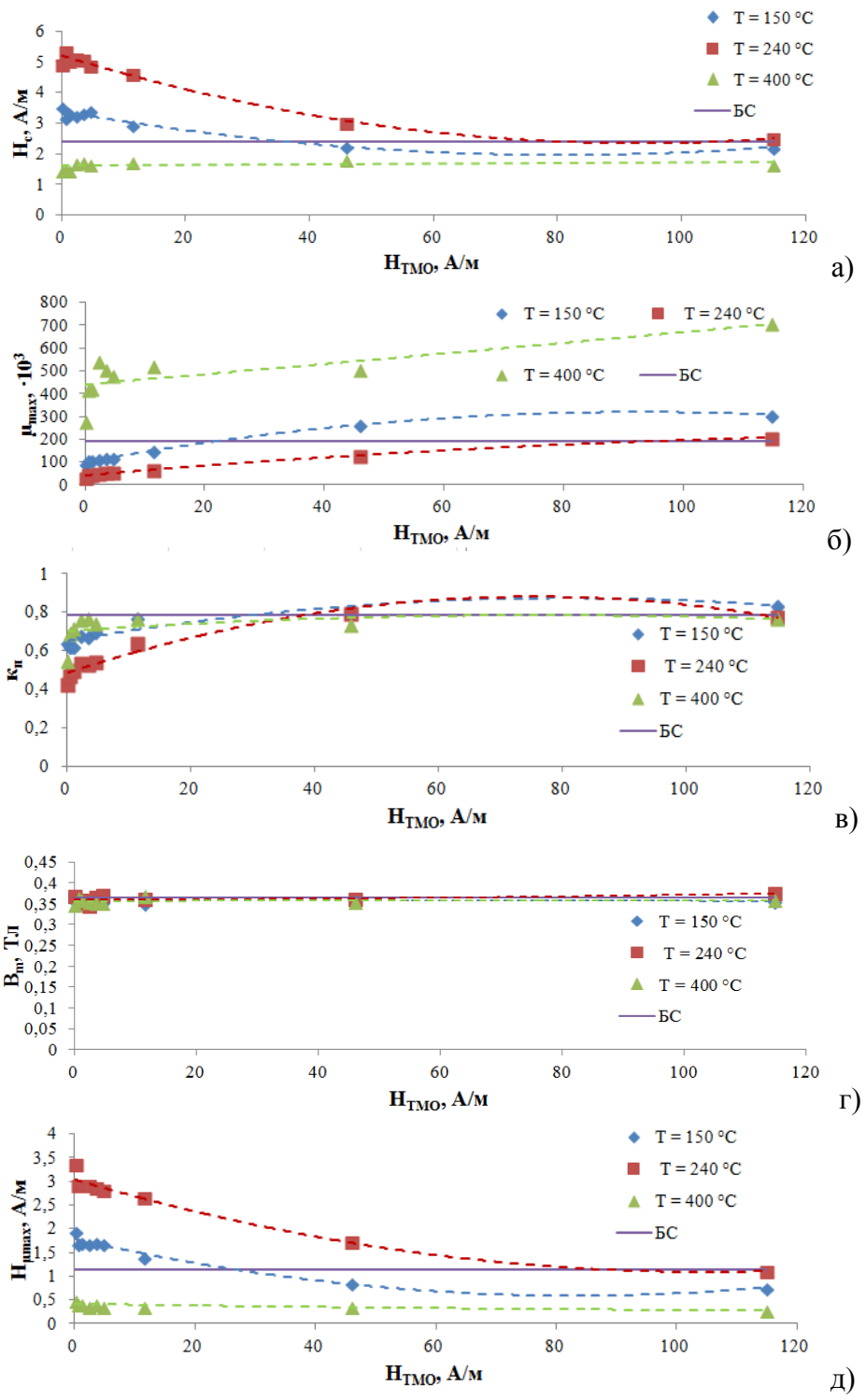
3.2.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co

Закономерности влияния величины прикладываемого магнитного поля при отжиге на магнитные свойства сплава 84КХСР изучались при трех температурах 150, 240 и 400 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 23.

На рисунке 24 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: проницаемость $\mu_{низкопол}$, являющаяся аналогом начальной проницаемости, для образцов после термических обработок при разных температурах фиксировалась в разных полях – для образцов после обработок при 150 °С определялась $\mu_{0,3}$, измеренная в поле 0,3 А/м; для образцов после обработок при 240 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 400 °С определялась $\mu_{0,1}$, измеренная в поле 0,1 А/м; проницаемость μ_5 измерялась в поле 5 А/м.

Для сравнения на рисунках 23 и 24 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС), а также после отжига без магнитного поля.

Следует сразу отметить, что максимальная индукция B_m фактически не зависит от величины поля при ТМО – изменения данного параметра при варьировании напряженности прикладываемого магнитного поля при всех выбранных для исследования температурах обработки составляют не более 3 % по сравнению с быстрозакаленным состоянием.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $К_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 23 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

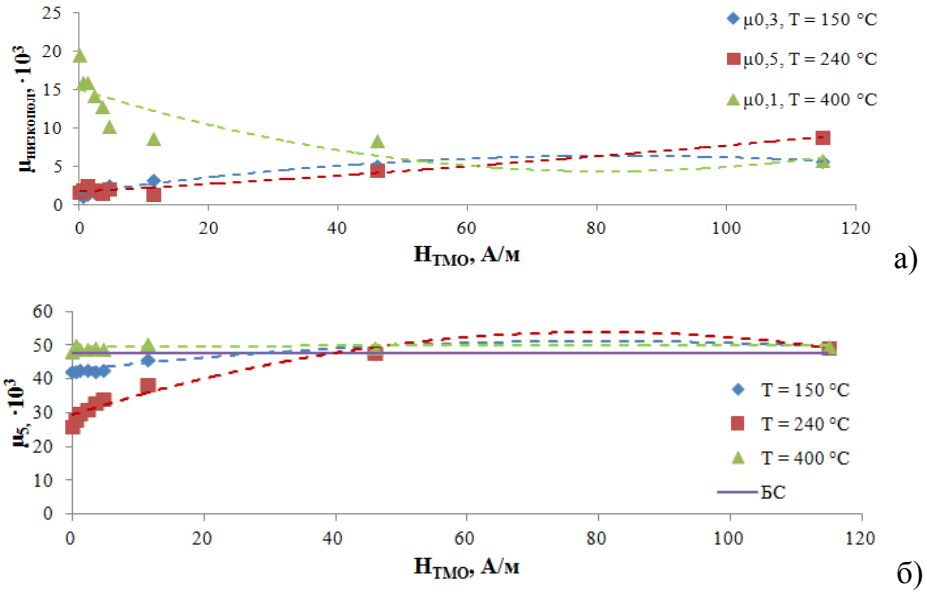


Рисунок 24 – Магнитная проницаемость в малых (а) и средних полях (б) аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

При T = 150 °C отжиг без поля приводит к росту H_c аморфного сплава на 47 %, снижению $\mu_{0,3}$ на 57 %, μ_5 на 10 % и μ_{max} на 50 %, росту $H_{\mu max}$ на 68 % по сравнению с быстрозакаленным состоянием, что связано со стабилизацией границ доменов вследствие направленного упорядочения. Также наблюдаемое уменьшение коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $K_п = B_r/B_m$ (где B_r – остаточная индукция, B_m – максимальная индукция) после отжига без поля до 0,64 является следствием разрушения продольной магнитной текстуры, присутствующей в аморфной ленте после закалки ($K_п$ = 0,79), из-за стабилизации 90-градусных границ доменов вследствие направленного упорядочения. После отжига в магнитном поле интенсивностью 0,6-4,6 А/м наблюдался слегка менее значительный рост H_c и $H_{\mu max}$ по сравнению с состоянием до термической обработки (на 42 % и 48 %, соответственно). Следует отметить, что отжиг в магнитном поле 0,6-4,6 А/м приводил к не слишком драматичным изменениям магнитных свойств: при увеличении поля с 0,6 до 4,6 А/м H_c увеличилась на 7 %, μ_{max} – на 11 %, $\mu_{0,3}$ – на 14 %, $K_п$ – на 13 %, μ_5 и $H_{\mu max}$ – примерно на 1 %. По-видимому, приложения магнитного поля 0,6-4,6 А/м при отжиге недостаточно для дестабилизации границ доменов.

При приложении магнитного поля 11,5-115 А/м при отжиге магнитные свойства значительно улучшаются по сравнению с отжигом без поля: H_c уменьшилась на 18-37 %, $H_{\mu max}$ – в 1,4-2,6 раз, μ_{max} возросла на 61-227 %, $\mu_{0,3}$ – в 2,2-3,8 раза, μ_5 – на 8-16 %.

Следует отметить, что на зависимости H_c от магнитного поля при отжиге наблюдается насыщение (2,2 А/м) в полях более 46 А/м, величина H_c при котором по сути соответствует уровню коэрцитивной силы до термической обработки. В целом, насыщение также наблюдается и для $\mu_{0,3} \approx 5500$, и для $\mu_5 \approx 49500$.

С учетом отсутствия при 150 °С процессов релаксации напряжений (рисунок 20) и изменения магнитострикции насыщения [120] наблюдаемые изменения магнитных свойств можно связать именно со стабилизацией границ доменов вследствие направленного упорядочения. При этом если рост H_c и уменьшение μ_{max}, μ_5 и $\mu_{0,3}$ по сравнению с быстрозакаленным состоянием связаны со стабилизацией 180-градусных границ доменов, то уменьшение $K_п$ обусловлено стабилизацией 90-градусных границ доменов [81].

Таким образом, можно констатировать, что при отжиге в ненасыщающем поле при температуре 150 °С наблюдается улучшение всех рассматриваемых магнитомягких свойств аморфного сплава по сравнению и с отжигом без поля, и с быстрозакаленным состоянием. Приложения магнитного поля величиной более 46 А/м, по-видимому, достаточно для полного подавления процессов стабилизации, в связи с чем, повышение подвижности границ доменов приводит к восстановлению H_c, μ_{max}, $\mu_{0,3}$ и $K_п$. Дополнительное увеличение $K_п$, μ_{max}, μ_5 и $\mu_{0,3}$ после отжига в поле больше 46 А/м по сравнению с быстрозакаленным состоянием может быть связано с созданием продольной магнитной текстуры в той части ферромагнетика, где расположены нестабилизированные, а потому и легкоподвижные границы доменов [127]. Кроме того, так как $\mu_{max} \sim B_r/H_c$, поэтому если отжиг в магнитном поле приводит к снижению H_c, связанному с повышением подвижности границ доменов, и росту B_r вследствие усиления продольной магнитной текстуры (что следует из графика $K_п$ от поля при отжиге), то наблюдаемое увеличение μ_{max} с нарастанием поля при отжиге является закономерным. Еще одним объяснением несколько более высокого комплекса магнитомягких свойств после ТМО при 150 °С по сравнению с исходным состоянием может быть и то, что в процессе длительного хранения аморфных лент после их получения методом быстрой закалки из расплава в них могли при комнатной температуре протекать незначительные процессы стабилизации ГД, которые в процессе ТМО были также подавлены. Кроме того, если температуры в 150 °С достаточно для начала протекания процессов структурной релаксации, одним из которых является наведение локальной магнитной анизотропии вследствие НУ, то при 150 °С также возможно слабое протекание процесса релаксации напряжений, которое невозможно зафиксировать по описанной в соответствующем разделе методике Люборского ввиду его слабого проявления, однако который может

приводить к незначительной гомогенизации аморфной фазы и сопутствующему улучшению магнитомягких свойств сплава.

Таким образом, в случае температуры 150 °С не имеет смысла прикладывать при отжиге продольное магнитное поле напряженностью выше 46 А/м, если не ставится задача получения наиболее высоких значений μ_{max}. Приложение магнитного поля с такой напряженностью позволяет значительно снизить коэрцитивную силу и повысить максимальную и низкополевую проницаемости по сравнению с отжигом без поля. Дальнейшее увеличение поля при отжиге приведет к еще большим затратам электроэнергии без полезного эффекта.

В случае температуры обработки 240 °С также после отжига без поля также наблюдается деградация магнитомягких свойств, причем масштаб ухудшения свойств при отжиге превышает таковой при 150 °С: по сравнению с быстрозакаленным состоянием H_c аморфного сплава возросла более чем в 2 раза, $\mu_{0,3}$, μ_5 и μ_{max} снизились в 7, 1,8 и 6 раз, соответственно, $H_{\mu max}$ увеличилась в 3 раза, $К_п$ уменьшился почти в 2 раза. Подобные изменения свойств подтверждают данные предыдущих работ: при 240 °С константа наведенной магнитной анизотропии K_i выше, чем при 150 °С, степень стабилизации ГД вследствие НУ близка к максимальной, в связи с чем, уровень магнитомягких свойств аморфного сплава после отжига без поля при 240 °С ниже, чем при 150 °С. При этом, если при 150 °С наблюдалась незначительная степень стабилизации 90-градусных ГД, которая привела к снижению $К_п$ до 0,64, что показывает снижение остроты продольной магнитной текстуры, то после отжига без поля при 240 °С $К_п$ составил 0,42, что свидетельствует о преобладании областей с поперечным направлением намагниченности в доменной структуре аморфной ленты и полном разрушении исходной продольной магнитной текстуры.

По аналогии с описанными закономерностями, наблюдающимися после отжига в ненасыщающем магнитном поле при 150 °С, в случае температуры обработки 240 °С при приложении продольного магнитного поля напряженностью 0,6-11,5 А/м H_c аморфного сплава изменяется слабо – на 1-8 % по сравнению с отжигом без поля, что свидетельствует о недостаточности приложения такого поля для значительного повышения подвижности ГД. В то же время, даже приложение поля в 0,6-11,5 А/м способствует постепенному восстановлению исходной продольной магнитной текстуры, о чем свидетельствуют следующие изменения магнитных свойств: по сравнению с отжигом без поля $К_п$ возрастает на 12-52 %, μ_{max} – на 37-109 %, $\mu_{0,5}$ – на 20-51 %. Однако значительное улучшение магнитомягких свойств аморфного сплава после отжига в ненасыщающем магнитном поле по сравнению с отжигом без поля также как и при 150

°С, наблюдается при величине поля 46-115 А/м: максимальное снижение H_c составило 49 %, $H_{\mu max}$ – 67 %, повышение μ_{max} – почти в 6 раз, $\mu_{0,5}$ – в 4 раза, μ_5 – на 90 %. Таким образом, при сравнении эффективности ТМО в ненасыщающем поле при 150 и 240 °С оказалось, что по сравнению с отжигом без поля магнитные свойства аморфного сплава претерпевают большее улучшение при 240 °С, однако в силу крайне высокой степени проявления стабилизации ГД вследствие НУ, негативное влияние от которой на свойства не нивелирует даже начавшаяся релаксация напряжений, магнитные свойства после ТМО в поле 115 А/м при 240 °С оказываются хуже в части более высоких H_c (на 14 %) и $H_{\mu max}$ (на 47 %), более низкой μ_{max} (на 32 %), чем после ТМО в поле 115 А/м при 150 °С. Более высокие значения H_c и $H_{\mu max}$, более низкие μ_{max} и $\mu_{0,5}$ после ТМО при 240 °С в поле 46 А/м по сравнению с быстрозакаленным состоянием и сопоставимый уровень магнитных свойств, наблюдаемый после ТМО в поле 115 А/м, свидетельствует о значительной степени подавления процессов стабилизации при приложении поля напряженностью 115 А/м. По аналогии с обработками при 150 °С, при 240 °С по мере увеличения приложенного магнитного поля с 46 до 115 А/м H_c и μ_5 также изменяются слабо; при этом рост μ_{max} и $\mu_{0,5}$ с увеличением поля ТМО в указанном диапазоне более значителен.

После обработок при температуре 400 °С наблюдается самый высокий комплекс магнитомягких свойств по сравнению с двумя ранее рассмотренными температурами: вследствие практически полностью завершившейся релаксации напряжений наблюдаются самая низкая H_c и самая высокая μ_{max}. В то же время при 400 °С отжиг в ненасыщающем магнитном поле становится менее эффективной обработкой для снижения H_c и повышения низкополевой проницаемости по сравнению с обычным отжигом без поля: с увеличением напряженности продольного поля с 0,6 до 115 А/м H_c также возрастает на 3-25 %; при этом низкополевая проницаемость $\mu_{0,1}$ падает на 19-70 %. Подобные закономерности изменения указанных свойств хорошо описываются в рамках модели двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111], в соответствии с которой для АММС на основе Со характерны изменения коэрцитивной силы и начальной проницаемости в зависимости от степени магнитной текстуры, характеризуемой $К_п$, по кривой с максимумом для начальной проницаемости (в области $К_п \approx 0,2\text{-}0,4$) и с минимумом для H_c (в области $К_п \approx 0,6\text{-}0,7$). Можно предположить, что наблюдаемый рост H_c с сопутствующим падением $\mu_{0,1}$ с увеличением поля ТМО обусловлен высокой степенью остроты продольной магнитной текстуры в аморфной ленте со значениями $К_п$, большими, чем в точке минимума H_c для данного сплава.

Следует отметить, что также как и при более низких температурах приложение ненасыщающего магнитного поля величиной 0,6-115 А/м при отжиге при 400 °С приводит

к монотонному возрастанию μ_{max} в 1,5-2,6 раз. Так, наибольшая максимальная проницаемость среди всех рассматриваемых обработок наблюдается после ТМО при 400 °С и составляет более 700000. В то же время при 400 °С увеличение поля ТМО практически не оказывает влияния на μ_5, которая как после отжига без поля, так и после ТМО в ненасыщающем поле сохраняется на уровне 50000.

Интересным явлением является нарушение прямой зависимости H_c и $H_{\mu max}$, предсказываемой теоретически, в случае обработок аморфного сплава в состоянии, близком к полностью релаксированному: при 150 и 240 °С и H_c, и $H_{\mu max}$ монотонно убывают с ростом поля ТМО, в то время как при 400 °С с ростом поля ТМО и с усилением продольной магнитной текстуры $H_{\mu max}$ также как и при других температурах, снижается, а H_c возрастает. Причины подобного явления будут обсуждены далее.

Таким образом, можно утверждать, что процессы стабилизации ГД вследствие НУ, протекающие при температурах ниже T_c, приводят к деградации всех рассмотренных видов магнитной проницаемости – и низкополевой, и максимальной, и измеренной в большом поле. Направленное упорядочение приводит к разрушению исходной продольной магнитной текстуры, образовавшейся в аморфной ленте в процессе ее спиннингования. Значительное повышение подвижности ГД, происходящее при ТМО в полях больше, чем H_{rs}, приводит к восстановлению исходной продольной текстуры и сильному улучшению уровня всех магнитомягких свойств аморфного сплава (снижению H_c, увеличению $\mu_{низкопол}$, μ_5 и μ_{max}). Увеличение напряженности продольного магнитного поля, прикладываемого к образцу аморфного сплава при отжиге, приводит к восстановлению и/или усилению продольной магнитной текстуры в аморфной ленте. Наибольшая максимальная проницаемость наблюдается после ТМО при температуре, соответствующей практически полностью завершившейся релаксации напряжений. При этом высокая степень продольной магнитной текстуры приводит к снижению удельной площади ГД, что вызывает уменьшение низкополевой проницаемости.

Для обоснования выбора оптимальной интенсивности магнитного поля, необходимого при отжиге для наиболее значительного улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ рассмотрим зависимость B_r от максимального поля измерений H_m (рисунок 25).

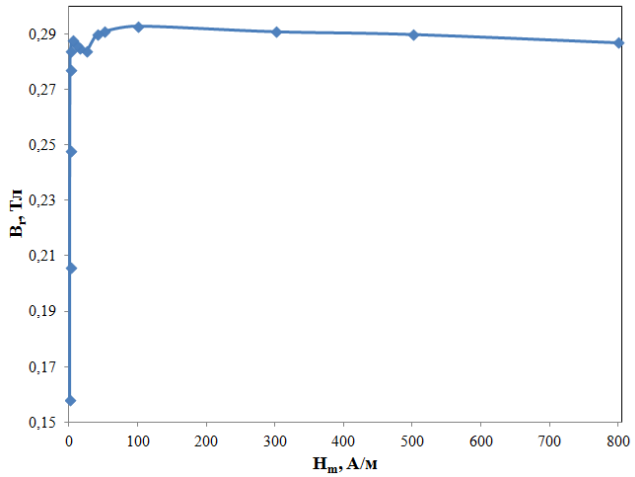


Рисунок 25 – Зависимость $B_r(H_m)$ для аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в быстрозакаленном состоянии

С увеличением H_m в малых полях B_r резко возрастает, достигая промежуточного максимума в поле 5 А/м, после чего в полях 10-25 А/м наблюдается спад B_r, за которым вновь следует рост и выход на насыщение в поле H_{rs} = 40 А/м с последующим незначительным снижением B_r по мере дальнейшего увеличения H_m. Описанный сложный характер полевой зависимости остаточной индукции, вероятно, обусловлен тем, что для исследуемого аморфного сплава присутствуют несколько стадий перемагничивания, связанные с тем, что в образце имеются центры задержки границ доменов, как минимум, двух типов, соответствующих 180-градусным и 90-градусным границам доменов.

На основании рисунка 25 магнитные поля напряженностью более 46 А/м, позволяющие при отжиге добиться значительного улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава, располагаются на участке, соответствующем насыщению на зависимости $B_r(H_m)$, и превышают значение поля H_{rs}. Таким образом, установлено, что для аморфного сплава на основе Co достижение наибольшей эффективности отжига в ненасыщающем магнитном поле достигается при интенсивности этого поля, превышающей поле выхода на насыщение остаточной индукции H_{rs}.

С целью обобщения закономерностей влияния величины поля ТМО на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции напряженности поля ТМО при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 3. Зеленым цветом здесь и в последующих таблицах аналогичного типа выделены значения коэффициента корреляции,

демонстрирующие сильную связь исследуемых параметров, желтым цветом – связь средней силы, красным – слабую или отсутствующую связь.

Таблица 3 – Значение коэффициента корреляции для величины поля ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**$\mu_{низкопол}$**	**μ_5**	**B_m**	**$К_п$**
150	-0,86518	-0,88993	0,942115	0,886956	0,861751	-0,04082	0,82368
240	-0,93573	-0,95053	0,989929	0,980095	0,856515	0,509888	0,810995
400	0,321743	-0,79434	0,756952	-0,72201	0,258577	0,120043	0,314427

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния на магнитные свойства такого фактора, как величина продольного ненасыщающего поля при ТМО, а также в большинстве случаев подтвердили все установленные ранее закономерности влияния напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства АММС на основе кобальта. Так, для B_m характерно отсутствие связи с полем ТМО при 150 и 400 °С, а также прямая зависимость средней силы от поля ТМО при 240 °С. Также отсутствие зависимости от поля ТМО наблюдалось при 400 °С и для проницаемости μ_5. При температурах обработок 150 и 240 °С (ниже T_c) закономерности зависимости свойств от поля ТМО идентичны: у H_c и $H_{\mu max}$ наблюдается сильная отрицательная связь, а у μ_{max}, $\mu_{низкопол}$, μ_5 и $К_п$ – сильная положительная связь с величиной поля ТМО. В случае температуры 400 °С значения коэффициентов корреляции для всех рассматриваемых свойств и напряженности поля ТМО значительно ниже, чем при двух других температурах, что свидетельствует об ослаблении влияния величины поля ТМО на магнитные свойства аморфного сплава при термических обработках выше T_c. При этом направления связи по сравнению с температурами 150 и 240 °С сохранились для $К_п$, μ_{max} и $H_{\mu max}$. Напротив, для H_c при 400 °С наблюдается достаточно слабая прямая связь с полем ТМО, а для $\mu_{низкопол}$ – достаточно сильная обратная зависимость от рассматриваемого фактора, что согласуется с проведенным ранее обсуждением. Полученные закономерности можно трактовать следующим образом – в случае обработок при температуре выше T_c стабилизация ГД, как и создание продольной магнитной текстуры вследствие НУ протекает лишь при охлаждении образцов аморфного сплава в магнитном поле в интервале температур от примерно 100 °С до T_c, которое в зависимости от условий окружающей среды (температура и влажность воздуха в помещении, где расположена печь) может происходить за несколько десятков секунд. Очевидно, что по причине таких

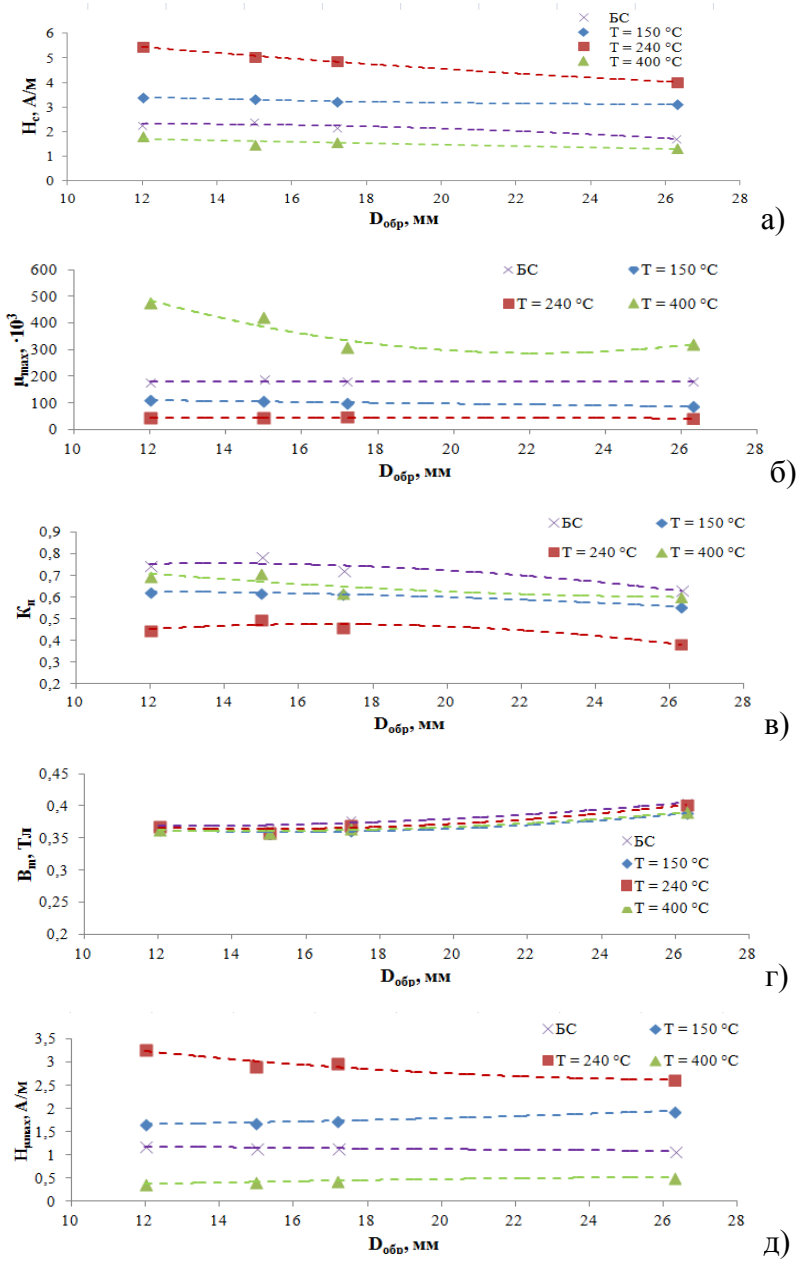
нестационарных условий процессы стабилизации ГД не успевают протекать, что приводит к слабой зависимости H_c от поля ТМО, а продольная магнитная текстура хотя и усиливается с увеличением приложенного при ТМО поля (ее показатели $К_п$, μ_{max} возрастают, а $H_{\mu max}$ убывает), однако для некоторых образцов монотонная зависимость указанных свойств от величины поля ТМО нарушается, что приводит к уменьшению коэффициентов парной корреляции.

3.2.2 Изучение влияния диаметра кольцевого образца на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Со при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

Для выявления закономерностей влияния диаметра кольцевого образца, определяющего уровень изгибных напряжений в аморфной ленте, на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при отжиге в ненасыщающем поле на основании литературных данных [122] были вновь выбраны три температуры обработки: 150, 240 и 400 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от величины диаметра кольцевых образцов, определяющего уровень изгибных напряжений в аморфной ленте, при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунках 26.

На рисунке 27 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: проницаемость $\mu_{низкопол}$ для образцов после термических обработок при разных температурах фиксировалась в разных полях – для образцов после обработок при 150 °С определялась $\mu_{0,3}$, измеренная в поле 0,3 А/м; для образцов после обработок при 240 °С определялась $\mu_{0,9}$, измеренная в поле 0,9 А/м; для образцов после обработок при 400 °С определялась $\mu_{0,2}$, измеренная в поле 0,2 А/м. Также в поле 5 А/м измерялась проницаемость μ_5.

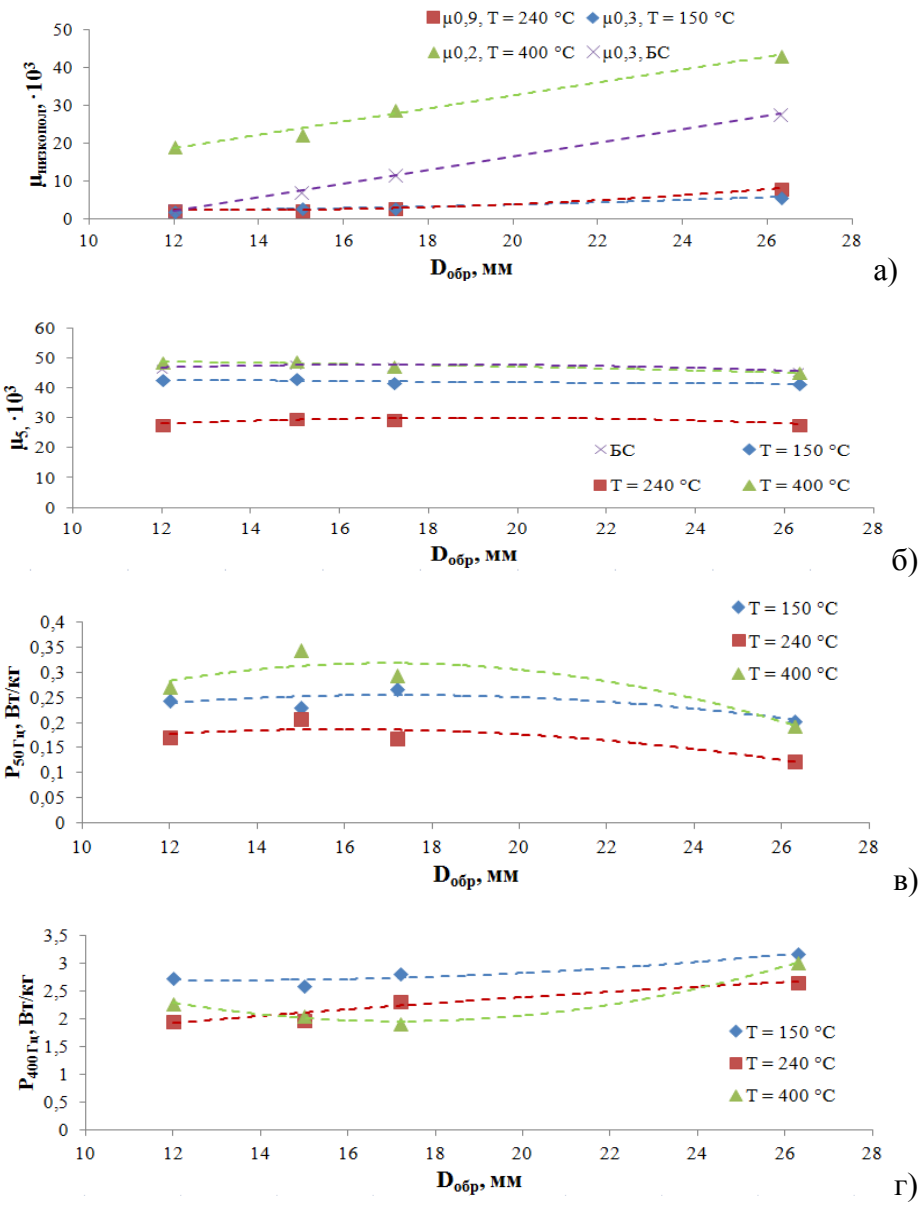
На рисунке 27 также показаны зависимости удельных потерь на перемагничивание при частотах 50 и 400 Гц от диаметра образца. Для сравнения на рисунках 26 и 27 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии в зависимости от диаметра образца.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 26 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины диаметра кольцевого образца до и после отжига в ненасыщающем поле при различных температурах

Следует сразу отметить, что значительная часть тенденций зависимостей различных магнитных свойств от величины диаметра кольцевого образца аморфного сплава на основе Co после отжига в ненасыщающем поле соответствует таковым зависимостям для образцов в быстрозакаленном состоянии. Причем описанное утверждение наблюдается при всех трех выбранных температурах обработки, в том числе, при T = 400 °C, когда процессы релаксации напряжений завершены более чем на 95 %.



а) $\mu_{низкопол}$; б) μ_5; в) $P_{уд}$ (f = 50 Гц; B_m = 0,3 Тл); г) $P_{уд}$ (f = 400 Гц; B_m = 0,3 Тл).

Рисунок 27 – Магнитная проницаемость в малых и средних полях аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ и удельные потери на перемагничивание в зависимости от величины диаметра кольцевого образца до и после отжига в ненасыщающем поле при различных температурах

Так, например, с увеличением диаметра образца и уменьшением величины изгибных напряжений как для лент до, так и после термообработки наблюдается рост низкополевой проницаемости: на основании рисунка 27 очевидно, что в исходном, а также полностью релаксированном состоянии низкополевая проницаемость для образцов со средним и большим диаметром выше, чем для образцов после ТМО при T = 150 и 240 °C, что обусловлено протеканием НУ при данных температурах и затруднением процесса намагничивания, что в целом вызывает деградацию низкополевой проницаемости. Так,

если в быстрозакаленном состоянии, а также после ТМО при 400 °С увеличение диаметра образца с 12 до 26 мм приводит к увеличению $\mu_{низкопол}$ в 13 раз и в 2,3 раза, соответственно, то при Т = 150 и 240 °С наблюдается увеличение $\mu_{низкопол}$ в 2,8 раз и в 3,6 раза, соответственно. Таким образом, в практически полностью релаксированном состоянии зависимость $\mu_{низкопол}$ от радиуса характеризуется наименьшей силой, что закономерно.

Увеличение диаметра кольцевого образца как для лент аморфного сплава в исходном состоянии, так и после отжига в ненасыщающем поле приводит к снижению H_c, μ_{max}, μ_5 и $К_п$, а также к росту B_m. В исходном состоянии с ростом диаметра образца наблюдается снижение H_c на 29 %, $К_п$ на 20 %, μ_{max} на 5 %, μ_5 на 5 % и рост B_m на 11 %. Для ТМО в ненасыщающем поле при 150 °С по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 8 %, $К_п$ на 11 %, μ_{max} на 21 %, μ_5 на 4 % и рост B_m на 9 %. В случае ТМО в ненасыщающем поле при 240 °С по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 27 %, $К_п$ на 23 %, μ_{max} на 9 %, μ_5 на 7 % и рост B_m на 12 %. После ТМО в ненасыщающем поле при 400 °С увеличение диаметра кольцевого образца привело к уменьшению H_c на 27 %, $К_п$ на 15 %, μ_{max} на 35 %, μ_5 на 8 % и рост B_m на 9 %.

Вызывает интерес зависимость $H_{\mu max}$ от величины изгибных напряжений в аморфной ленте, качественный характер которой, в отличие от других магнитных свойств, различен для разных состояний аморфного сплава. В быстрозакаленном состоянии поле максимальной проницаемости почти не изменяется при варьировании диаметра образца, после ТМО в ненасыщающем поле при 240 °С увеличение диаметра вызывает уменьшение $H_{\mu max}$, а после ТМО при 150 и 400 °С – наоборот (при этом после ТМО при 400 °С прямая зависимость более слабая, чем при 150 °С). По сравнению с данными из предыдущих серий обработок, однонаправленное изменение $H_{\mu max}$ и $К_п$ при увеличении диаметра кольцевого образца можно считать необычным явлением. Возможной причиной отличающихся закономерностей зависимости $H_{\mu max}$ от уровня изгибных напряжений после ТМО при 240 °С может быть то, что при данной температуре значение магнитострикции значительно выше, чем в трех других рассматриваемых состояниях [122]. В связи с этим, влияние уровня внутренних напряжений (который при 240 °С значителен) в аморфной ленте на формирование магнитных свойств (в том числе, и $H_{\mu max}$) велико, из-за чего эффект от увеличения диаметра тороидального образца, приводящего как к ослаблению магнитной текстуры, так и к снижению уровня изгибных напряжений, выражается в снижении $H_{\mu max}$ за счет превалирующей роли уменьшения внутренних напряжений. Таким образом, по-видимому, после ТМО при 240 °С механизм формирования $H_{\mu max}$ подобен

механизму формирования H_c – с увеличением диаметра образца уменьшается уровень изгибных напряжений, что приводит к снижению числа центров пиннинга ГД и уменьшению $H_{\mu max}$ и H_c (после ТМО при 150 и 400 °С «нормальная» прямая зависимость H_c и $H_{\mu max}$ нарушается, что еще раз показывает разный физический смысл этих полей и разные механизмы их формирования). В то же время, после ТМО при 150 и 400 °С увеличение диаметра способствует ослаблению продольной магнитной текстуры с сопутствующим снижением $K_п$, что вызывает рост $H_{\mu max}$ (как это наблюдается в других сериях обработок, где более сильная магнитная текстура создается путем приложения поля при ТМО большей напряженности и т.д.).

С точки зрения влияния изгибных напряжений на потери на перемагничивание для образцов после ТМО в ненасыщающем поле при различных температурах можно отметить следующие закономерности: удельные потери на перемагничивание, измеренные при частоте 50 Гц, уменьшаются с увеличением диаметра образца (при 150 °С – на 17 %, при 240 °С – на 41 %, при 400 °С – на 44 %); удельные потери на перемагничивание, измеренные при частоте 400 Гц, увеличиваются с увеличением диаметра образца (при 150 °С – на 22 %, при 240 °С – на 36 %, при 400 °С – на 57 %). Поскольку потери на перемагничивание складываются из потерь на гистерезис и потерь на вихревые токи, то можно предположить, что в случае $P_{уд}$ при f = 50 Гц наибольший вклад в итоговую величину потерь на перемагничивание дают потери на гистерезис, которые с ростом диаметра и уменьшением уровня изгибных напряжений в образце убывают (так как падает и H_c, и B_r). Интересной особенностью является то, что наименьшие P при f = 50 Гц обеспечиваются в условиях наиболее сильной стабилизации ГД (после ТМО при 240 °С). В случае $P_{уд}$ при f = 400 Гц наибольший вклад в итоговую величину потерь на перемагничивание дают потери на вихревые токи, которые с увеличением диаметра и уменьшением уровня изгибных напряжений в образце возрастают (так как, вероятно, по этой причине уменьшается электросопротивление), в результате чего удельные потери на перемагничивание при 400 Гц также растут.

Таким образом, использование при термообработке образцов большого диаметра позволяет значительно улучшить магнитные свойства аморфного сплава: снизить коэрцитивную силу, удельные потери на перемагничивание при частоте 50 Гц и увеличить низкополевую проницаемость и максимальную индукцию. При этом, однако, увеличение диаметра приводит к ослаблению продольной магнитной текстуры, что вызывает снижение μ_{max} и μ_5. Описанные закономерности по влиянию диаметра образца на магнитные свойства после отжига в ненасыщающем поле хорошо согласуются с имеющимися представлениями о влиянии изгибных напряжений на магнитные свойства

быстрозакаленных образцов: снижение упругих напряжений изгиба приводит к уменьшению константы магнитоупругой анизотропии, что приводит к повышению подвижности ГД и облегчению процесса перемагничивания, способствующим снижению H_c и росту $\mu_{низкопол}$. При этом увеличение напряжений изгиба приводит к возникновению эффекта Виллари [128], выражающегося в виде возникновения пересечения кривых намагничивания для образцов с высоким и низким уровнями изгибных напряжений, в результате которого в малых полях, соответствующих области обратимого смещения ГД и выполнения закона Рэлея, при более низком уровне изгибных напряжений (для большого диаметра образца) наблюдается более высокая проницаемость (начальная и низкополевая) [111], а в средних полях, где намагничивание осуществляется большими скачками Баркгаузена, ситуация противоположная – более высокая проницаемость (в том числе и максимальная) характерна для образцов с меньшим диаметром [129]. Изгиб, по-видимому, приводит к образованию 90-градусных границ доменов, располагающихся между преимущественно продольно намагниченными доменами в растянутом слое ленты (для сплава с положительной магнитострикцией) и доменами с поперечной или перпендикулярной ориентацией намагниченности в сжатом слое ленты. Формирующиеся при изгибе 90-градусные границы доменов должны быть более подвижными, чем в прямой ленте, поскольку располагаются в области посередине толщины ленты с близкой к нулю магнитоупругой анизотропией (там, где напряжения изгиба меняют знак). Именно это обстоятельство может служить объяснением повышения магнитной проницаемости в средних полях при изгибе (уменьшении диаметра тороида) и уменьшения максимальной проницаемости при увеличении диаметра тороида, как это показано в данной работе. Поскольку снижение уровня изгибных напряжений приводит к уменьшению как μ_{max}, так и μ_5 (хотя и менее значительному), то можно говорить о том, что для проницаемости, измеренной в поле 5 А/м, механизм формирования подобен таковому для максимальной проницаемости, что также наблюдалось и в серии обработок с варьированием поля ТМО, однако при варьировании диаметра образца изменения как μ_{max}, так и μ_5 количественно гораздо менее значительные, чем при варьировании напряженности поля при ТМО.

Важно отметить, что сплав 84КХСР обладает низкой магнитострикцией насыщения, в связи с чем, ожидалась достаточно слабая зависимость магнитных свойств данного сплава от уровня изгибных напряжений. Однако в настоящем исследовании показано, что в разных состояниях аморфного сплава (разном соотношении констант магнитоупругой и наведенной магнитной анизотропии) изменение диаметра образца может приводить к изменению различных магнитных свойств на десятки процентов. При этом, на основании рисунка 28, где представлена зависимость параметра релаксации γ от

величины диаметра образца после ТМО при разных температурах, можно говорить также и о достаточно сильной зависимости степени релаксации напряжений при заданной температуре от величины изгибных напряжений даже для низкомагнитострикционного сплава 84КХСР.

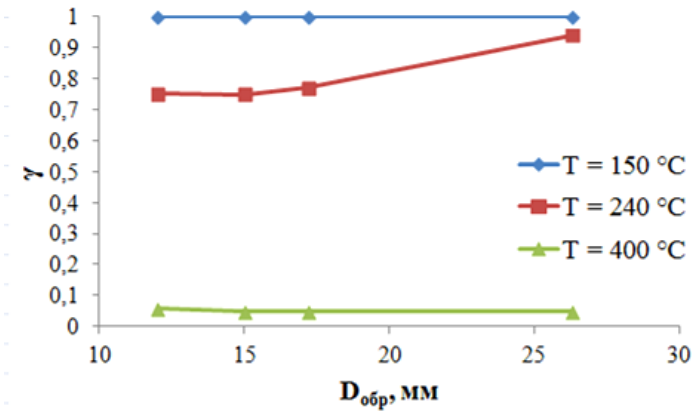


Рисунок 28 – Зависимость параметра релаксации γ от величины диаметра образца после ТМО при различных температурах

При температуре обработок 240 °С наблюдается резкое снижение степени релаксации напряжений (на 25 %) для образца с большим диаметром (26 мм) по сравнению с образцами с маленьким (12 мм) и средним диаметрами (15 и 17 мм), что связано с возросшей при нагреве магнитострикцией сплава. При этом, при 400 °С, напротив, более сильная релаксация напряжений характерна для образцов с меньшим исходным уровнем изгибных напряжений (на 16 %), что может быть связано с изменением знака магнитострикции, которая на основании предыдущих работ [122] протекает в данном сплаве при температуре ≈ 350 °С. Однако, смена направления зависимости диаметра образца и степени релаксации напряжений никак не отразилась на характере зависимостей магнитных свойств от величины изгибных напряжений, который одинаков при всех трех рассматриваемых температурах обработки. Подобная тенденция может свидетельствовать о том, что процесс релаксации напряжений оказывает не столь значимое влияние на формирование магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР, как, например, процесс направленного упорядочения или процесс перестройки доменной структуры, вызванный снижением или возрастанием уровня напряжений изгиба (то есть, процесс релаксации напряжений и процесс изменения уровня и распределения внутренних напряжений под действием изгиба по-разному влияют на константу магнитоупругой анизотропии аморфного сплава).

При этом также интересно, что среди всех рассматриваемых магнитных свойств характер их зависимости от диаметра тороида в состоянии с повышенной магнитострикцией насыщения (после ТМО 240 °С) по сравнению с состояниями с низкой λ_s поменялся исключительно для поля максимальной проницаемости. Это говорит о том, что данный параметр определяется в значительной (и, вероятно, даже в равной) степени как магнитной текстурой образца, так и уровнем внутренних напряжений в аморфной ленте, что нехарактерно для других магнитных свойств.

Сохраняющиеся по сравнению с быстрозакаленным состоянием зависимости магнитных свойств от величины изгибных напряжений даже после практически полного окончания релаксации напряжений могут быть связаны с самим механизмом релаксации изгибных напряжений в аморфной ленте, который приводит к тому, что снятие упругих напряжений происходит в тех областях ленты, где уровень напряжений велик и достиг предела текучести данного сплава (это, в первую очередь, контактная и свободная поверхности ленты и области, к ним примыкающие, где высок уровень растягивающих или сжимающих напряжений). При этом в областях в толще ленты, где напряжения ниже, даже после завершения релаксации напряжений, фиксируемого по величине изгиба ее внутренней и внешней сторон, могут оставаться участки с несрелаксировавшими напряжениями, которые будут приводить к сохранению тех же самых зависимостей магнитных свойств аморфного сплава от уровня изгибных напряжений, которые наблюдались в состояниях после быстрой закалки из расплава или после частичной релаксации напряжений. Таким образом, зависимость магнитных свойств от диаметра образца, наблюдающаяся даже после ТМО при 400 °С, может быть связана с лишь частичным охватом объема аморфной ленты процессом релаксации напряжений. По этой же причине, после ТМО при 240 °С наименьшая H_c характерна для образца большого диаметра с самой слабой степенью релаксации напряжений (γ = 0,94): можно предположить, что для образца с наибольшим уровнем изгибных напряжений описанный выше процесс частичного охвата объема аморфной ленты процессом релаксации напряжений будет сильнее влиять на магнитные свойства, чем для образца с низким уровнем изгибных напряжений, в связи с чем, даже несмотря на более сильную релаксацию напряжений, в образце малого диаметра более сильный начальный уровень изгибных напряжений приводит к более низкому уровню магнитных свойств (более высокая H_c, более низкая $\mu_{низкопол}$), чем на образце большого диаметра.

С целью обобщения закономерностей влияния диаметра образца на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа

с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции диаметра кольцевого образца при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С, а также до обработки и различных магнитных свойств приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Значение коэффициента корреляции для величины диаметра кольцевого образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**$\mu_{низкопол}$**	**μ_5**	**B_m**	**$К_п$**	**$P_{уд}$ (f = 50 Гц)**	**$P_{уд}$ (f = 400 Гц)**
Быстрозакаленное состояние	-0,933	-0,964	-0,108	0,999	-0,674	0,952	-0,897	–	–
150	-0,959	0,991	-0,980	0,979	-0,768	0,905	-0,982	-0,669	0,906
240	-0,996	-0,947	-0,570	0,960	-0,251	0,911	-0,775	-0,792	0,956
400	-0,870	0,984	-0,754	0,994	-0,949	0,928	-0,807	-0,751	0,791

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния такого фактора, как величина диаметра кольцевого образца, на магнитные свойства при отжиге в ненасыщающем поле, а также в большинстве случаев подтвердили все установленные ранее закономерности влияния размера образца при ТМО на магнитные свойства АММС на основе кобальта. Также установлено, что большинство корреляций магнитных свойств и величины диаметра образца после ТМО аналогичны таковым для образцов до термообработки. Так, для B_m и $\mu_{низкопол}$ характерна сильная прямая зависимость от диаметра образца, для H_c – сильная обратная зависимость при всех выбранных для исследования температурах. Как μ_{max} и $К_п$, так и μ_5 обратно зависят от диаметра образца (причем наиболее слабые связи наблюдаются после ТМО при 240 °С). Для $H_{\mu max}$ всегда характерна сильная связь с величиной диаметра образца, однако, как и обсуждалось ранее, знак этой связи при 240 °С отличен от такового при 150 и 400 °С (из-за более высокой магнитострикции и, как следствие, более сильного влияния уровня внутренних напряжений в аморфной ленте на формирование $H_{\mu max}$ после ТМО при 240 °С по сравнению с двумя другими температурами). Также подтверждены достаточно сильная положительная зависимость удельных потерь на перемагничивание при частоте 400 Гц и отрицательная связь средней силы диаметра образца и удельных потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц. Более сильная связь $P_{уд}$ при f = 400 Гц по сравнению с $P_{уд}$ при f = 50 Гц может быть обусловлена более однозначным влиянием величины диаметра образца на потери на вихревые токи, нежели на динамическую коэрцитивную силу.

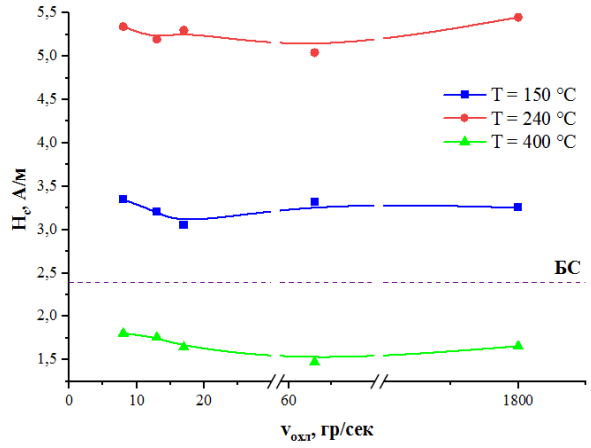
3.2.3 Изучение влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

Для выявления закономерностей влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при отжиге в ненасыщающем поле на основании литературных данных [122] были вновь выбраны три температуры обработки: 150, 240 и 400 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 29.

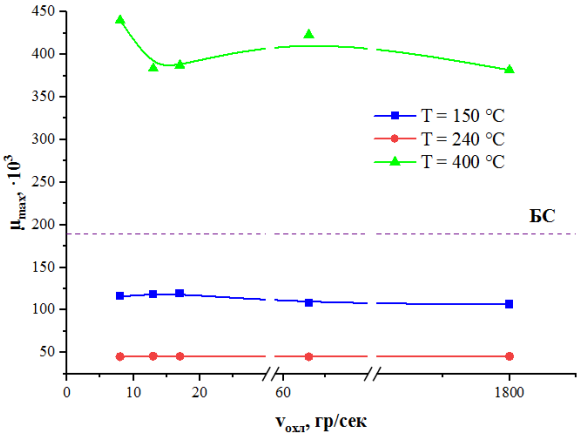
На рисунке 30 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: проницаемость $\mu_{\text{низкопол}}$ для образцов после термических обработок при разных температурах фиксировалась в разных полях – для образцов после обработок при 150 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 240 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 400 °С определялась $\mu_{0,2}$, измеренная в поле 0,2 А/м. В поле 5 А/м также измерялась проницаемость μ_5.

Для сравнения на рисунках 29 и 30 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС).

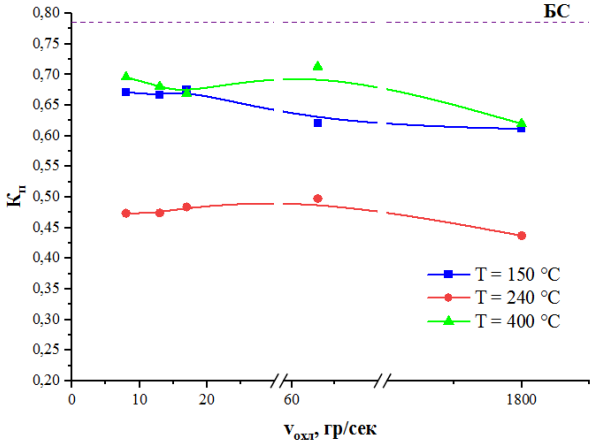
Стоит сразу же отметить, что по сравнению с двумя рассмотренными ранее факторами изменение скорости охлаждения после ТМО в ненасыщающем поле влияет на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР гораздо слабее. Предполагается, что увеличение скорости охлаждения должно способствовать подавлению процесса направленного упорядочения и его следствия в виде стабилизации ГД [130-131], что должно приводить к улучшению магнитомягких свойств при ускоренном охлаждении по сравнению с более низкими скоростями.



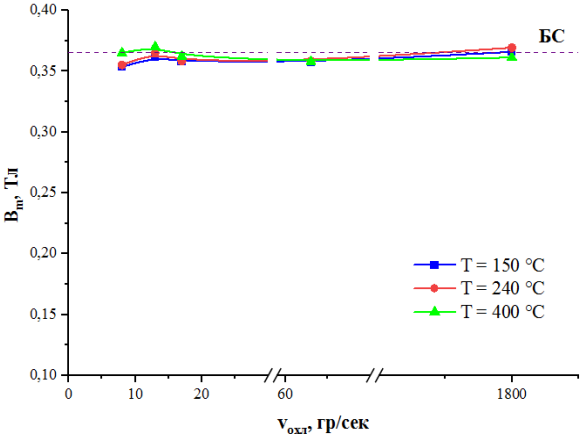
а)



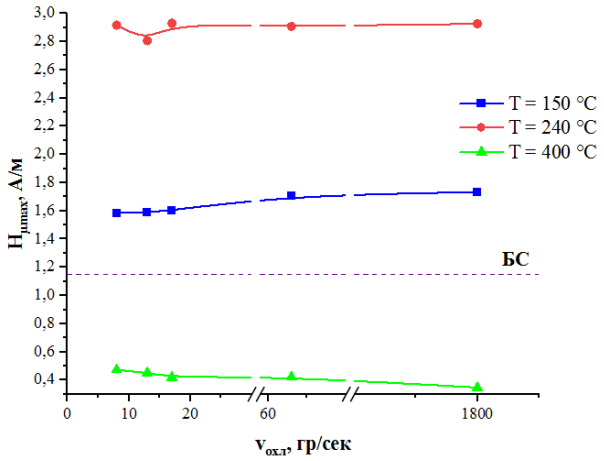
б)



в)



г)



д)

а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 29 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

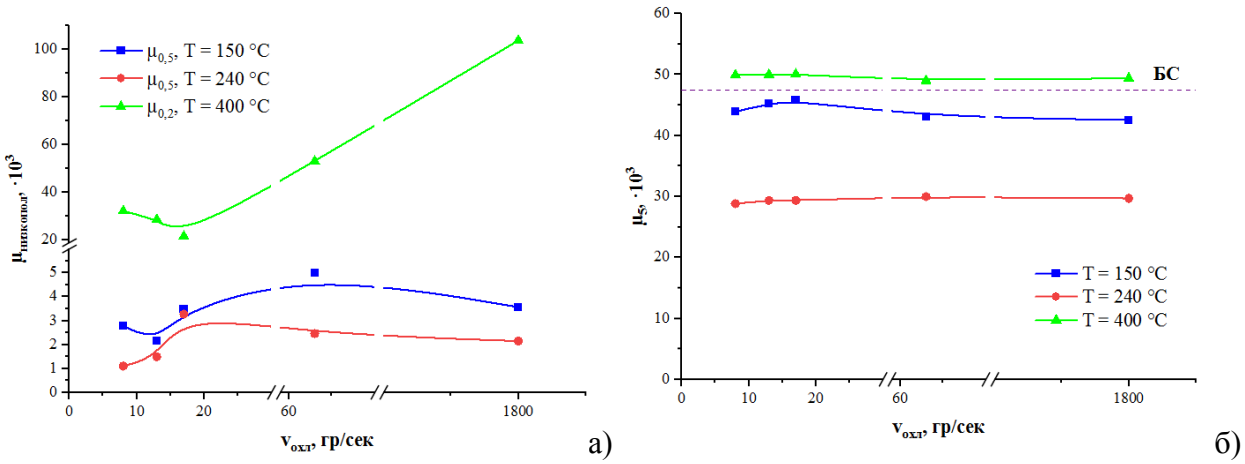


Рисунок 30 – Магнитная проницаемость в малых (а) и средних (б) полях аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

Максимальная индукция B_m фактически не зависит от скорости охлаждения при ТМО – изменения данного параметра при увеличении скорости охлаждения с 10 до 1800 °С/мин при всех выбранных для исследования температурах обработки составляют не более 4 %.

В случае коэрцитивной силы при Т = 150 °С наименьшая H_c наблюдалась после ТМО в ненасыщающем поле с охлаждением со средней скоростью 17 °С/мин, при Т = 240 и 400 °С – со скоростью 63 °С/мин. При этом наиболее высокие значения H_c были получены для образцов после ТМО при Т = 150 °С с охлаждением с низкой скоростью 8 °С/мин, при Т = 240 °С – с самой высокой скоростью 1800 °С/мин и самой низкой скоростью 8 °С/мин, при Т = 400 °С – с низкими скоростями 8 и 13 °С/мин. При этом разница между наибольшей и наименьшей коэрцитивной силой, наблюдаемой для образцов, охлажденных с разными скоростями, составила 8-18 %. Наибольший эффект по H_c от варьирования скорости охлаждения был достигнут при Т = 400 °С.

По аналогии с H_c, наибольшие значения низкополевой проницаемости были также достигнуты при умеренных скоростях охлаждения (в случае температур 150 и 240 °С). При этом в случае обработок при Т = 400 °С наблюдается значительное увеличение $\mu_{0,2}$ при ускоренном охлаждении на воздухе или в воде (в 2,5-4,8 раза по сравнению с более низкими скоростями охлаждения).

Наибольшая максимальная проницаемость, а также проницаемость в поле 5 А/м при всех трех температурах ТМО наблюдались в случае низких или умеренных скоростей охлаждения (положительный эффект по сравнению с более высокими скоростями составил 2-13 % для μ_{max} и 2-8 % для μ_5 при разных температурах обработки). Высокие

значения максимальной проницаемости, а также проницаемости в больших полях ассоциируются с высокой степенью остроты продольной магнитной текстуры. Если не рассматривать процесс направленного упорядочения как источник разрушения или снижения остроты продольной текстуры, то для обработок при температуре ниже T_c продольная текстура, создающаяся при нагреве, выдержке и охлаждении образца, будет тем более острой, чем дольше образец аморфного сплава находится в магнитном поле при повышенной температуре. При этом очевидно, что высокая скорость охлаждения приводит к уменьшению времени нахождения образца в магнитном поле, что должно приводить к снижению μ_{max} и $К_п$ (при условии, что скорость нагрева постоянна). Таким образом, в данной работе наблюдается логичная закономерность, заключающаяся в том, что после ТМО с охлаждением образца в воде максимальная проницаемость всегда ниже, чем при более низких скоростях охлаждения. Отсутствие монотонных зависимостей проницаемости и других магнитных свойств от скорости охлаждения при скоростях 8-63 °С/мин может быть обусловлено случайным непостоянством скорости нагрева образцов, по причине которого при фиксированной скорости охлаждения выдержка в магнитном поле при температурах, достаточных для диффузии атомов в сплаве, имеет разную длительность. Вероятно, для серий обработок с варьированием других параметров (диаметра образца, поля ТМО, времени выдержки), определяющих магнитные свойства при ТМО в ненасыщающем поле, данный фактор был не столь значим, поскольку количественно варьирование указанных параметров приводило к гораздо более существенным изменениям различных магнитных свойств, т.е. данные параметры в большей степени определяют магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР, чем скорость охлаждения.

Несмотря на описанные выше обстоятельства, можно выделить следующие закономерности влияния скорости охлаждения после ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства сплава 84КХСР: наилучший комплекс магнитных свойств (низкая H_c, высокие $\mu_{низкопол}$ и μ_{max}) при температурах обработки 150 и 240 °С получен при средних скоростях охлаждения (15-63 °С/мин). Более низкие скорости охлаждения образцов после ТМО приводят к более полному развитию процесса направленного упорядочения в объеме аморфной ленты, что приводит к снижению подвижности ГД и ухудшению магнитомягких свойств аморфного сплава (снижению $\mu_{низкопол}$ и повышению H_c).

При температуре ТМО 400 °С наименьшая H_c также наблюдается при умеренной скорости охлаждения (на воздухе). Отличные от описанных закономерности для ТМО при 400 °С в части наибольшей максимальной проницаемости, наблюдаемой при скорости 8 °С/мин, а также наибольшей низкополевой проницаемости, наблюдаемой при скорости

1800 °С/мин, можно связать с тем, что из трех рассматриваемых температур лишь 400 °С находится выше T_c, в связи с чем формирование магнитных свойств по причине наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения, приводящего как к стабилизации ГД, так и к созданию продольной магнитной текстуры, определяется именно на этапе охлаждения образца в магнитном поле по достижении температуры T_c и ниже (в частности, именно поэтому наибольшая максимальная проницаемость наблюдается при самом медленном охлаждении в магнитном поле). Поэтому более высокая скорость охлаждения способствует, во-первых, ослаблению стабилизации вследствие НУ новых ГД, образовавшихся при переходе в ферромагнитное состояние, однако препятствует созданию сильной магнитной текстуры, что в совокупности обеспечивает высокую низкополевую проницаемость, но низкую максимальную проницаемость аморфного сплава. Ускоренное охлаждение в условиях подавления стабилизации ГД не приводит к снижению H_c, поскольку оно также может приводить к повышению внутренних напряжений в аморфной ленте. По-видимому, именно коэрцитивная сила очень чувствительна к уровню внутренних напряжений, в связи с чем при всех трех температурах обработки охлаждение после ТМО со скоростью 1800 °С/мин не приводило к ожидаемо низким значениям H_c.

Из полученных результатов следует, что для обработок при температурах выше T_c существует возможность значительного улучшения магнитных свойств аморфного сплава (уменьшения коэрцитивной силы, повышения низкополевой проницаемости) с применением ускоренного охлаждения в магнитном поле (в воде или на воздухе). В случае охлаждения на воздухе ТМО при 400 °С позволяет получить также и достаточно высокую максимальную проницаемость – лишь на 4 % ниже, чем после медленного охлаждения с печью, которая в совокупности с наиболее низкой H_c и достаточно высокой $\mu_{низкопол}$ позволяет сделать вывод об оптимальности использования такой охлаждающей среды после ТМО даже при температурах выше T_c.

По-видимому, при температурах ниже T_c значительная часть доменных стенок стабилизируется уже на этапах нагрева или выдержки, в связи с чем, ускоренное охлаждение образцов в воде не приводит к ожидаемому улучшению магнитных свойств, однако повышает уровень внутренних напряжений в аморфной ленте, что приводит к более низкому уровню магнитомягких свойств сплава после ТМО, что также наблюдалось в работах [130, 132].

С целью обобщения закономерностей влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа

с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции скорости охлаждения при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Значение коэффициента корреляции для величины скорости охлаждения образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**$\mu_{низкопол}$**	**μ_5**	**B_m**	**$К_п$**
150	0,099758	0,726016	-0,6877	0,119799	-0,65562	0,801194	-0,71316
240	0,6453	0,322417	0,185697	0,045956	0,34505	0,780401	-0,88973
400	-0,0711	-0,89125	-0,44268	0,944763	-0,35701	-0,2615	-0,87262

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили достаточно слабую степень влияния такого фактора, как величина скорости охлаждения, на магнитные свойства при отжиге в ненасыщающем поле. Достаточно сильная отрицательная связь со скоростью охлаждения характерна только для коэффициента прямоугольности петли гистерезиса, что в совокупности с, в целом, отрицательной связью рассматриваемого параметра с μ_{max} и μ_5 может свидетельствовать об ослаблении наведенной продольной магнитной анизотропии при повышении скорости охлаждения. Достаточно сильная прямая зависимость максимальной индукции от скорости охлаждения после ТМО при 150 и 240 °С свидетельствует об облегчении процесса перемагничивания при увеличении скорости охлаждения. Для низкополевой проницаемости при всех температурах наблюдается положительная связь со скоростью охлаждения при ТМО, однако при 150 и 240 °С эта связь крайне слабая, а при 400 °С – сильная, что согласуется с приведенной ранее интерпретацией. Несмотря на то, что в случае H_c изменения скорости охлаждения при двух из трех рассматриваемых температур не имеют корреляций с данным свойством, для $H_{\mu max}$ при 150 и 240 °С присутствует средняя положительная связь со скоростью охлаждения, а при 400 °С – сильная отрицательная связь. При этом направление связей $H_{\mu max}$ и H_c со скоростью охлаждения при всех температурах совпадают (различаются лишь силы этих связей). Сопутствующей причиной отличающихся при 400 °С корреляций магнитных свойств и скорости охлаждения от таковых при 150 и 240 °С может быть и смена знака магнитострикции, протекающая в сплаве 84КХСР при 350-375 °С [122].

Отсутствие зависимости μ_{max} и скорости охлаждения, а также слабая положительная связь μ_5 со скоростью охлаждения в случае обработок при 240 °С может быть следствием наиболее ярко выраженных процессов стабилизации ГД при данной

температуре на основании работы [122], которые с ростом скорости охлаждения должны всё сильнее подавляться, что приводит к восстановлению проницаемости аморфного сплава (и объясняет положительную связь со скоростью охлаждения для μ_{max}, $\mu_{низкопол}$ и μ_5). При этом положительная связь средней силы рассматриваемого фактора с H_c, наблюдаемая только после ТМО при 240 °С, демонстрирует более сильную зависимость коэрцитивной силы при данной температуре от уровня внутренних напряжений (который с ростом скорости охлаждения растет, увеличивая H_c), нежели от подавления стабилизации ГД вследствие НУ, что связано с повышенной при данной температуре λ_s. Повышение уровня внутренних напряжений конкурирует с другими процессами, протекающими в сплаве при охлаждении (стабилизация ГД, создание продольной магнитной текстуры, релаксация напряжений), и должно влиять на все рассматриваемые магнитные свойства, однако степень этого влияния может быть различна в зависимости от самого свойства и механизма его формирования.

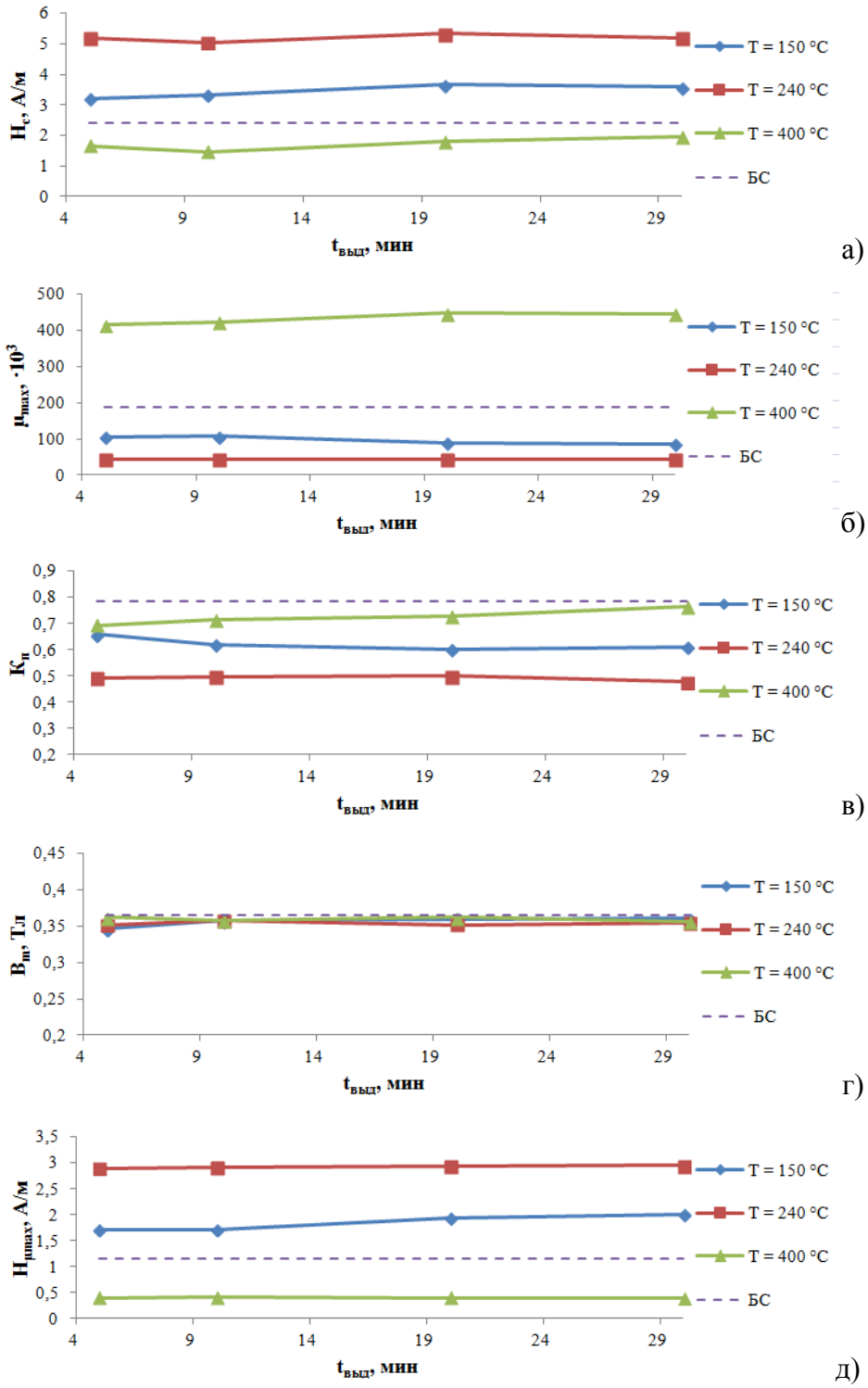
Таким образом, для получения наиболее благоприятного комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР после отжига в ненасыщающем поле целесообразно применять умеренные скорости охлаждения.

3.2.4 Изучение влияния времени выдержки при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Со

Для выявления закономерностей влияния времени выдержки на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при отжиге в ненасыщающем поле на основании литературных данных [122] были вновь выбраны три температуры обработки: 150, 240 и 400 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от времени выдержки при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах представлены на рисунке 31.

На рисунке 32 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: проницаемость $\mu_{низкопол}$ для образцов после термических обработок при разных температурах фиксировалась в разных полях – для образцов после обработок при 150 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 240 °С определялась $\mu_{0,9}$, измеренная в поле 0,9 А/м; для образцов после обработок при 400 °С определялась $\mu_{0,2}$, измеренная в поле 0,2 А/м. Также в поле 5 А/м измерялась проницаемость μ_5.

Для сравнения на рисунках 31 и 32 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 31 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

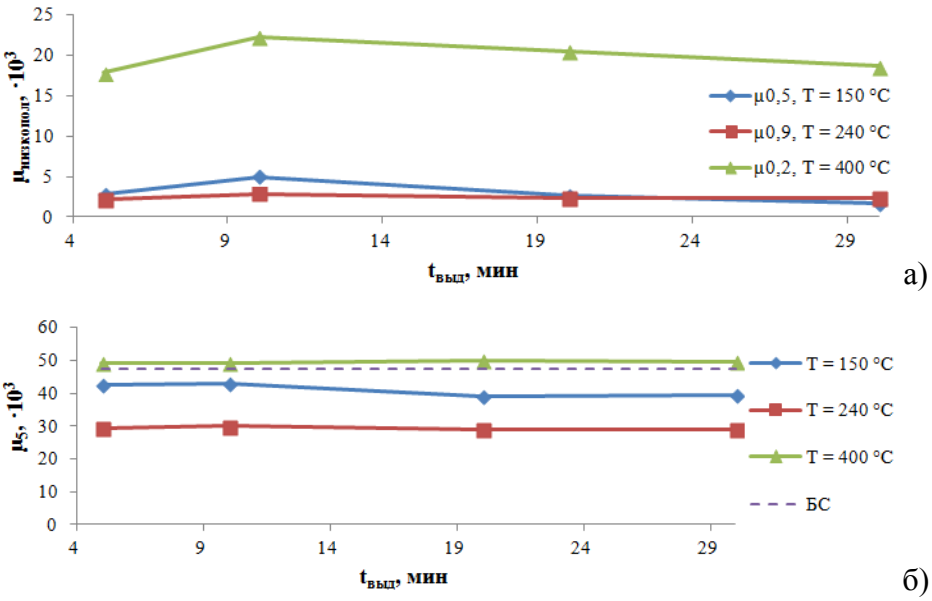


Рисунок 32 – Магнитная проницаемость в малых (а) и средних (б) полях аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины выдержки при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

Максимальная индукция B_m фактически не зависит от времени выдержки при ТМО – изменения данного параметра при увеличении длительности выдержки с 5 до 30 мин при всех выбранных для исследования температурах обработки составляют не более 4 %.

Практически для всех рассматриваемых магнитных свойств характерна немонотонность их зависимостей от времени выдержки. При этом, в целом, варьирование времени выдержки при ТМО приводит к достаточно слабым изменениям магнитных свойств сплава 84КХСР по сравнению с такими параметрами ТМО, как прикладываемое поле или температура.

В части коэрцитивной силы при температуре отжига в ненасыщающем поле 150 °С с увеличением времени выдержки с 5 до 30 мин с наблюдается рост H_c на 4-14 %. Наименьшая H_c после ТМО при 150 °С была получена при выдержке 5 мин. В случае температуры 240 °С изменение длительности выдержки в диапазоне 5-30 мин привело к изменениям коэрцитивной силы на 3-6 %, при этом наименьшая H_c наблюдается при выдержке в 10 мин. После ТМО при 400 °С изменение длительности выдержки в диапазоне 5-30 мин привело к изменениям коэрцитивной силы на 13-34 %, при этом наименьшая H_c наблюдается после обработки при выдержке в 10 мин.

Для максимальной проницаемости сплава после ТМО при 150 и 240 °С наблюдается уменьшение μ_{max} на 2-20 %. Также при указанных температурах при росте времени выдержки установлено снижение коэффициента прямоугольности петли

гистерезиса на 5-9 %, проницаемости μ_5 на 4-10 % с сопутствующим ростом $H_{\mu max}$. Таким образом, в случае, если температура ТМО проводится при температуре ниже T_c, увеличение времени выдержки в магнитном поле при отжиге способствует повышению константы наведенной анизотропии K_i и усилению стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения (при условии, что из результатов предыдущих серий обработок следует, что поля величиной 1,2 А/м при ТМО недостаточно для дестабилизации ГД, длительное приложение поля такой напряженности способствует еще большей стабилизации малоподвижных ГД), вследствие чего происходит более значительное разрушение исходной продольной магнитной текстуры, которая образовалась в аморфной ленте при быстрой закалке, в результате чего снижаются μ_{max}, μ_5 и $K_п$, а также растут H_c и $H_{\mu max}$. Уменьшение числа подвижных границ доменов из-за их стабилизации привело также и к снижению низкополевой проницаемости на 20-67 %.

Наибольшие значения проницаемостей μ_{max}, $\mu_{низкопол}$ и μ_5 после ТМО при 150 и 240 °С наблюдаются в случае времени выдержки 10 мин.

Немонотонность изменения магнитных свойств в зависимости от времени выдержки при ТМО может быть обусловлена конкуренцией двух процессов: при малых выдержках (5 и 10 мин) увеличение времени выдержки приводит к более значительному снижению уровня внутренних напряжений в ленте вследствие их релаксации (рисунок 33), приводящей к повышению подвижности ГД и улучшению магнитомягких свойств (при 150 °С выдержка в течение 10 мин способствует повышению $\mu_{0,5}$ на 76 %, а при 240 °С – повышению $\mu_{0,9}$ на 36 % по сравнению с ТМО с выдержкой в 5 мин). При этом в случае времени выдержки 5 и 10 мин относительно небольшая часть ГД стабилизирована вследствие НУ. Последующее увеличение длительности выдержки (до 20-30 мин) приводит к значительному повышению K_i и усилению пиннинга ГД, по причине которого магнитные свойства аморфного сплава ухудшаются, что не компенсируется усиливающейся с ростом времени выдержки релаксацией напряжений.

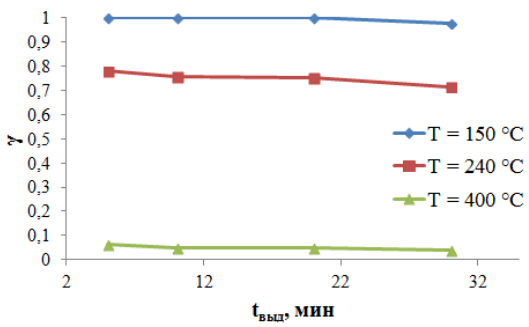


Рисунок 33 – Зависимость параметра релаксации γ от времени выдержки ТМО при различных температурах

При 400 °С немонотонные зависимости H_c и $\mu_{0,2}$ от времени выдержки при ТМО могут быть связаны также как и при более низких температурах, с конкурирующими процессами релаксации напряжений (определяет свойства при выдержке 5-10 мин), а также восстановления исходной продольной магнитной текстуры (определяет свойства при более длительных выдержках 20-30 мин). Как уже отмечалось ранее, первый процесс способствовал снижению H_c на 11 % и повышению $\mu_{0,2}$ на 25 %. В соответствии с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111] второй процесс при значительной степени остроты продольной магнитной текстуры должен приводить к увеличению H_c и снижению $\mu_{0,2}$, что и наблюдалось в настоящей работе: по мере увеличения выдержки с 10 до 30 мин H_c возросла на 34 %, а $\mu_{0,2}$ уменьшилась на 16 %. Увеличение времени выдержки ТМО при 400 °С практически не влияло на проницаемость в поле 5 А/м, которая изменялась при варьировании выдержки не более чем на 2 %. При этом максимальная проницаемость увеличилась на 8 % (с сопутствующим повышением $К_п$ с 0,69 до 0,77). Показательным также является и снижение $H_{\mu max}$ с ростом времени выдержки, что свидетельствует об отсутствии значимого влияния процессов стабилизации ГД вследствие НУ при ТМО при 400 °С на магнитные свойства аморфного сплава. После ТМО при 400 °С наибольшие значения проницаемости в разных полях были получены при разных временах выдержки: $\mu_{0,2}$ – при 10 мин, μ_5 и μ_{max} – при 20 мин. Подобные различия в закономерностях по сравнению с Т = 150 и 240 °С можно связать с тем, что Т = 400 °С – это температура значительно выше T_c, при которой процессы стабилизации ГД практически не оказывают влияние на формирование магнитных свойств аморфного сплава, поэтому более длительная выдержка при ТМО в условиях достаточной завершенности релаксации напряжений увеличивает степень продольной магнитной текстуры (чем больше время выдержки при температуре выше T_c, тем меньше доля несрелаксировавших напряжений в ленте, тем проще создается или восстанавливается магнитная текстура на этапе охлаждения образца в магнитном поле по мере достижения им температур ниже T_c, как это было показано в предыдущих подразделах) со всеми вытекающими из этого последствиями (рост H_c, снижение $\mu_{0,2}$ и $H_{\mu max}$, рост μ_5 и μ_{max}). При этом с точки зрения оптимального сочетания низкой H_c и высокой $\mu_{0,2}$ выдержка 10 мин при ТМО в ненасыщающем поле остается наиболее предпочтительной даже в случае Т = 400 °С. Еще одной причиной повышения H_c и снижения $\mu_{0,2}$ при выдержке 20-30 мин по сравнению с кратковременными выдержками 5 и 10 мин может служить более сильное развитие процесса кластеринга, создающего условия для пиннинга ГД.

Таким образом, на основании результатов изучения влияния времени выдержки при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С можно утверждать о предпочтительности

кратковременных выдержек (в частности, 10 мин) при обработке с точки зрения достижения оптимального сочетания наиболее высоких максимальной и низкополевой проницаемостей, а также наиболее низкой коэрцитивной силы. Подобный комплекс свойств обеспечивается за счет наиболее благоприятного соотношения констант магнитоупругой анизотропии и наведенной магнитной анизотропии, достигаемого при такой длительности выдержки. Кратковременная выдержка в 10 мин способствует достаточной степени протекания процесса релаксации напряжений (вследствие чего снижается константа магнитоупругой анизотропии), однако при этом процессы стабилизации границ доменов, а также наведения продольной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения развиваются в относительно малых масштабах (поскольку константа наведенной магнитной анизотропии при кратковременной выдержке ниже T_c будет меньше, чем в случае более длительных выдержек). Неполное завершение релаксации изгибных напряжений (примерно на 95 %) при высоких температурах выше T_c, достигаемое за счет кратковременной выдержки при ТМО (рисунок 11), приводит к созданию при охлаждении в магнитном поле продольной магнитной текстуры средней остроты, что обеспечивает оптимальное сочетание низкой H_c и высокой $\mu_{0,2}$, а также достаточно высоких (но не предельных при данной температуре) μ_5 и μ_{max}.

С целью обобщения закономерностей влияния времени выдержки на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции длительности выдержки при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Значение коэффициента корреляции для величины выдержки образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**$\mu_{низкопол}$**	**μ_5**	**B_m**	**$К_п$**
150	0,860129	0,96958	-0,93018	-0,65127	-0,86497	0,822791	-0,77698
240	0,373114	0,980725	-0,9546	-0,12765	-0,73594	0,049673	-0,59326
400	0,849899	-0,51573	0,91471	-0,09187	0,619423	-0,46683	0,985097

Несмотря на то, что ранее было показано количественно достаточно слабое влияние такого параметра ТМО в ненасыщающем поле, как время выдержки, на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР, однако результаты парного

корреляционного анализа показывают достаточно прочные корреляции величины выдержки при ТМО и разных магнитных свойств. Для магнитных свойств, определяющихся, в основном, степенью магнитной текстуры в аморфной ленте (μ_{max}, μ_5, $К_п$, $H_{\mu max}$), в случае температур ТМО 150 и 240 °С характерно такое направление связи со временем выдержки, которое демонстрирует разрушение текстуры с ростом длительности выдержки вследствие НУ, вследствие чего $К_п$, μ_{max} и μ_5 снижаются (для них характерна достаточно сильная обратная связь со временем выдержки), а $H_{\mu max}$ растет (наблюдается прямая зависимость от длительности выдержки). При температуре 400 °С увеличение времени выдержки вследствие усиления степени завершенности процесса релаксации напряжений, напротив, приводит к более полному восстановлению исходной продольной магнитной текстуры, в связи с чем подтверждена положительная связь времени выдержки с μ_{max}, μ_5, и $К_п$, а также обратная связь с $H_{\mu max}$.

Интересно также отметить нарушение прямой корреляции H_c и $H_{\mu max}$ после ТМО при 400 °С (для коэрцитивной силы характерна прямая зависимость от времени выдержки, а для поля максимальной проницаемости – обратная).

Как для коэрцитивной силы, так и для низкополевой проницаемости характерно единое направление связи данных свойств с длительностью выдержки при всех трех рассматриваемых температурах обработки (прямая связь для H_c и обратная связь для $\mu_{низкопол}$). Однако, как уже обсуждалось ранее, природа отрицательной зависимости $\mu_{низкопол}$ и положительной зависимости H_c от времени выдержки при температурах ТМО 150 и 240 °С отлична от таковой при 400 °С: при температурах обработки ниже T_c увеличение выдержки приводит к усилению стабилизации ГД вследствие НУ, а при температурах выше T_c – к усилению продольной магнитной текстуры. Оба указанных процесса могут приводить к повышению H_c и снижению $\mu_{низкопол}$. При этом для низкополевой проницаемости характерна слабая отрицательная связь с длительностью выдержки при 240 и 400 °С, что связано со значительной немонотонностью изменений $\mu_{низкопол}$ под действием монотонного варьирования указанного фактора ТМО. Достаточно слабая связь H_c со временем выдержки при ТМО, наблюдаемая при 240 °С, может быть обусловлена повышенным вкладом в формирование коэрцитивной силы процесса релаксации напряжений при данной температуре (который усиливается с ростом времени выдержки, приводя к облегчению перемагничивания) за счет более высокой λ_s при 240 °С по сравнению с двумя другими рассматриваемыми температурами. Конкуренция процессов стабилизации ГД вследствие НУ, которая усиливается с ростом времени выдержки при ТМО, а также снятия внутренних напряжений, усиливающегося при увеличении длительности выдержки, которые разнонаправленно влияют на коэрцитивную

силу, приводит к значительному ослаблению прямой связи H_c и времени выдержки при 240 °С по сравнению с температурами 150 и 400 °С.

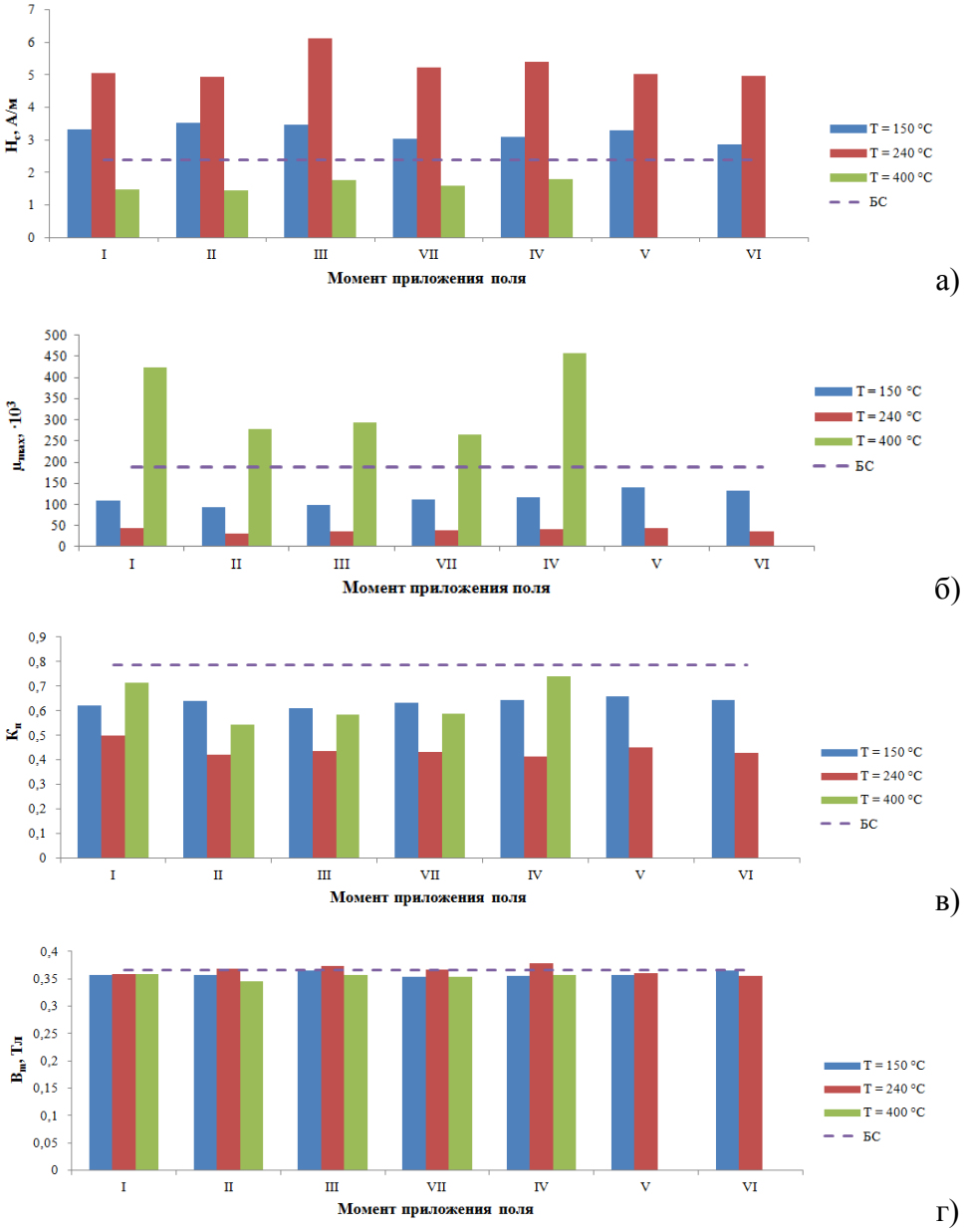
3.2.5 Изучение влияния момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Со

Для выявления закономерностей влияния момента приложения поля на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при отжиге в ненасыщающем поле на основании литературных данных [122] были вновь выбраны три температуры обработки: 150, 240 и 400 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от момента приложения поля при отжиге в ненасыщающем поле с выдержкой в 10 мин при выбранных температурах представлены на рисунке 34.

На рисунке 35 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: проницаемость $\mu_{низкопол}$ для образцов после термических обработок при разных температурах фиксировалась в разных полях – для образцов после обработок при 150 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 240 °С определялась $\mu_{0,5}$, измеренная в поле 0,5 А/м; для образцов после обработок при 400 °С определялась $\mu_{0,2}$, измеренная в поле 0,2 А/м. Также в поле 5 А/м измерялась проницаемость μ_5.

Для сравнения на рисунках 34 и 35 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС), а также после отжига без магнитного поля (II).

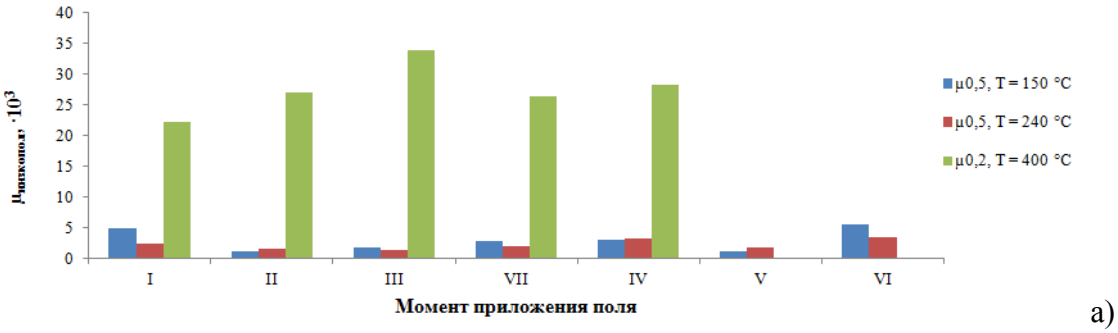
Максимальная индукция B_m фактически не зависит от момента приложения магнитного поля при ТМО – изменения данного параметра при всех выбранных для исследования температурах обработки составляют 4-7 %.



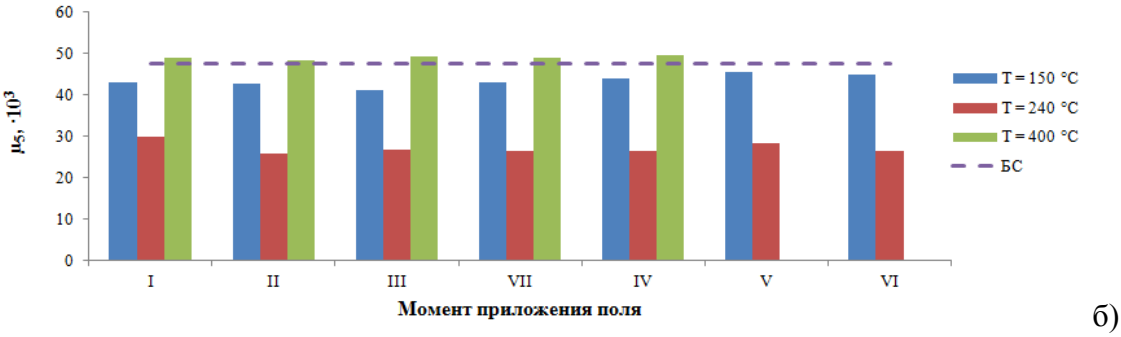
а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m.

Рисунок 34 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от момента приложения поля при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

Варьирование момента приложения поля при ТМО при 150 °С приводит к изменению H_c аморфного сплава на 6-19 %, при этом μ_{max} изменяется более значительно – на 4-48 %, $\mu_{0,5}$ – на 2-330 %, μ_5 – на 1-13 %. Приложение магнитного поля на разных этапах ТМО при 240 °С приводит к изменению H_c аморфного сплава на 1-24 %, μ_{max} – на 15-44 %, $\mu_{0,5}$ – на 13-149 %, μ_5 – на 2-16 %. В случае температуры 400 °С изменение момента приложения поля при ТМО способствовало изменению H_c аморфного сплава на 1-24 %, μ_{max} – на 4-72 %, $\mu_{0,2}$ – на 19-52 %, μ_5 – на 1-2 %.



а)



б)

Рисунок 35 – Магнитная проницаемость в малых (а) и средних (б) полях аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от момента приложения поля при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

Наименьшая коэрцитивная сила и наибольшая низкополевая проницаемость наблюдаются после ТМО при 150 и 240 °С с приложением магнитного поля только при охлаждении образца. При этом самые высокие значения максимальной проницаемости и проницаемости в поле 5 А/м получены для образцов после ТМО при 150 °С с приложением магнитного поля только при нагреве, а при 240 °С – с приложением поля на протяжении всей ТМО.

В случае ТМО при 400 °С наименьшая коэрцитивная сила для образцов сплава была получена при отсутствии магнитного поля на протяжении всей обработки (отжиг), а наибольшая низкополевая проницаемость – при приложении поля при нагреве и выдержке образца. Значительные различия наблюдаются в случае μ_{max}: все варианты момента приложения магнитного поля при ТМО выше T_c можно условно разделить на 2 группы – к первой можно отнести обработки, при которых магнитное поле не прикладывается к образцу при температуре ниже T_c на этапе охлаждения и, в связи с этим, не должно оказывать влияния на формирование продольной магнитной текстуры в аморфной ленте (к этой группе относятся обработки с приложением поля при нагреве и выдержке, только при выдержке, а также в отсутствие магнитного поля на протяжении всей обработки); ко второй группе относятся обработки, в процессе которых магнитное поле обязательно присутствует при охлаждении образца, в том числе, при температурах ниже перехода в

ферромагнитное состояние, в связи с чем, должно приводить к наведению продольной магнитной анизотропии (ТМО с приложением поля на протяжении всей обработки и с приложением магнитного поля только при выдержке и охлаждении образца). Можно ожидать повышенные значения максимальной проницаемости для образцов сплава 84КСХР после обработок из 2-ой группы, и более низкие – после обработок из 1-ой группы, что согласуется с экспериментом: μ_{max} для обработок из второй группы в 1,5-1,7 раз выше, чем из первой. Вывод о значимом влиянии момента приложения магнитного поля при ТМО выше T_c в части более или менее полного формирования продольной магнитной текстуры также подтверждается и тем, что $K_п$ для образцов после ТМО из 1-ой группы составлял лишь 0,54-0,58, в то время как для 2-ой группы – 0,71-0,74, что свидетельствует о значительной роли даже малого по величине магнитного поля (лишь 1,2 А/м), действующего на ферромагнитную ленту в течение нескольких десятков секунд, в наведении магнитной анизотропии. Изменение момента приложения поля при ТМО при 400 °С практически не влияло на проницаемость в поле 5 А/м, которая изменялась при варьировании выдержки не более чем на 2 %, однако наименьшая μ_{max} была получена после отжига без поля.

В то же время, более высокая степень остроты продольной магнитной текстуры, достигаемая в результате ТМО при 400 °С в присутствии ненасыщающего магнитного поля при охлаждении образца, приводит к пониженным значениям низкополевой проницаемости аморфного сплава: по причине более низкой удельной площади ГД для образцов после ТМО с приложением поля при выдержке и охлаждении, а также на протяжении всей обработки $\mu_{0,2}$ оказалась на 5-34 % ниже, чем после обработок, где магнитное поле при охлаждении отсутствовало. При этом наименьшая низкополевая проницаемость была получена после ТМО с приложением поля на протяжении всей обработки.

Таким образом, можно отметить, что наибольшее влияние параметр момента приложения поля при ТМО оказывает именно на проницаемости аморфного сплава, измеренные в разных полях (максимальную и низкополевую). Для обработок при температурах ниже T_c в условиях протекания стабилизации ГД вследствие НУ приложение магнитного поля при охлаждении важно для получения низкой коэрцитивной силы и высокой низкополевой проницаемости. При этом для получения высоких значений максимальной проницаемости предпочтительно дополнительно прикладывать магнитное поле и на стадиях как нагрева образца, так и его выдержки, что способствует созданию более острой продольной магнитной текстуры.

В случае обработок при температурах выше T_c присутствие магнитного поля при охлаждении образца крайне значимо для получения высокой μ_{max}, поскольку при ТМО выше T_c возможность получения магнитно-анизотропного состояния присутствует только на этапе охлаждения образца после его возвращения в ферромагнитное состояние, однако это также приводит к снижению низкополевой проницаемости в соответствии с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111]. Таким образом, в случае ТМО при температурах выше T_c целесообразно для получения высокой максимальной проницаемости прикладывать магнитное поле только при охлаждении, что дает дополнительную возможность повышения энергоэффективности ТМО в ненасыщающем поле.

В то же время, приложение ненасыщающего продольного магнитного поля на протяжении всей ТМО в большинстве случаев позволяет получить достаточно неплохой комплекс магнитных свойств (особенно в части максимальной проницаемости): по сравнению с обработками с другим моментом приложения поля после ТМО со всегда включенным полем при T = 400 °C наблюдаются малая H_c и высокая μ_{max}; после ТМО при T = 240 °C получены малая H_c, наиболее высокая μ_{max} и достаточно высокая $\mu_{0,5}$; после ТМО при T = 150 °C получены промежуточные значения H_c и μ_{max} и высокая $\mu_{0,5}$.

3.2.6 Изучение влияния магнитной подготовки на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

Для выявления закономерностей влияния магнитной подготовки на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР при отжиге в ненасыщающем поле на основании предыдущих результатов экспериментов была выбрана температура 150 °C, при которой была показана высокая эффективность ТМО в ненасыщающем поле в части улучшения всего комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от разновидностей магнитной подготовки при отжиге в ненасыщающем поле с выдержкой в 10 мин при выбранной температуре представлены на рисунке 36.



а)



б)



в)



г)



д)



е)

а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $\mu_{низкопол}$; е) μ_5.

Рисунок 36 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от типа магнитной подготовки при отжиге в ненасыщающем поле при T = 150 °C

На рисунке 36 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: низкополевая проницаемость $\mu_{0,1}$, являющаяся аналогом начальной проницаемости, измеренная в поле 0,1 А/м, а также проницаемость μ_5, измеренная в поле 5 А/м.

Для того чтобы понять, почему различные магнитные состояния, создаваемые разными типами магнитной подготовки, могут влиять на итоговые свойства после ТМО рассмотрим 3 случая:

1 Исходное состояние – состояние остаточной индукции, $+B_r$ (знак «+» означает, что поле при ТМО прикладывается в том же направлении, что и при создании исходного магнитного состояния – по нисходящей ветви петли гистерезиса). Приложение малого магнитного поля при ТМО может существенно не менять доменную структуру, области, перемагничивающиеся обычно смещением границ доменов, уже намагничены до насыщения. Намагничивание при ТМО идёт обратимо, без смещения ГД (так как их нет). В этом случае эффекта от ТМО быть не должно, или он связан с ростом $К_п$.

2 Исходное состояние – состояние остаточной индукции (намагниченности), $-B_r$ (знак «-» означает, что поле при ТМО прикладывается в противоположном направлении, что и при создании исходного магнитного состояния). Приложение поля $H_{rs} > H_{ТМО} > H_c$ приводит к частичной перестройке доменной структуры, т.е. ГД есть (они образуются, появляются «свежие» границы), и ТМО в малом поле может даже ухудшать магнитомягкие свойства (повышать H_c и снижать $\mu_{низкопол}$ из-за стабилизации «свежих» ГД).

3 Исходное состояние – размагниченное, B = 0. Также как и в п. 2 есть перестройка доменной структуры при наложении магнитного поля при ТМО. Отличия от п. 2 возможны, если существующие в размагниченном состоянии ГД стабилизированы вследствие направленного упорядочения («старые» границы). Их нужно уничтожить приложением при проведении ТМО достаточно большого поля (примерно равного полю насыщения остаточной индукции H_{rs}), что должно приводить к дополнительному снижению H_c по сравнению с неразмагниченным состоянием.

Сравним попарно следующие состояния аморфного сплава – с и без размагничивания, а также $+B_r$ и $-B_r$. Отличие первых двух состояний от состояний $+B_r$ и $-B_r$ заключается в том, что последние создавались путем приложения в разных направлениях магнитного поля величиной 46 А/м (без предварительных магнитных измерений), в то время как максимальное поле измерений в размагниченном и неразмагниченном состояниях составляло 800 А/м. После магнитной подготовки оба типа образцов были подвергнуты одинаковой ТМО в поле 46 А/м, в связи с чем, можно

ожидать, что свойства образцов в состояниях $+B_r$ и $-B_r$ будут отличаться таковых для образцов после магнитных измерений с или без использования операции размагничивания. Для состояний без и с размагничиванием после измерений большая H_c и меньшая $\mu_{низкопол}$ наблюдаются в неразмагниченном состоянии (на 7 % выше и на 70 % ниже, соответственно, по сравнению с размагниченным состоянием). Для состояний $+B_r$ и $-B_r$ более высокая H_c и более низкая $\mu_{0,1}$ характерны для состояния $-B_r$ (на 12 % выше и на 23 % ниже, соответственно, по сравнению с состоянием $+B_r$).

Итого, среди всех рассмотренных типов магнитной подготовки наименьшая коэрцитивная сила получена для размагниченного образца, а также для приведенного в состояние остаточной индукции $+B_r$. При этом наибольшая низкополевая проницаемость наблюдалась для размагниченного образца.

Таким образом, полученные результаты исследования влияния различной магнитной подготовки перед ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного сплава, в целом, согласуются с теорией, приведенной ранее. Возможное влияние размагничивания на магнитные свойства, полученные в результате ТМО в ненасыщающем поле может быть связано с различием той части ленты, в которой при ТМО нет доменных границ – эта часть зависит от величины магнитного поля при размагничивании после магнитных измерений (как оно соотносилось с максимальным полем измерений H_m), от величины магнитного поля при создании состояния $+/-B_r$, от последовательности измерений магнитных свойств перед ТМО (вначале измерялась частная или предельная ПГ, снималась ли КН, проводилось ли размагничивание между последовательными магнитными измерениями и т.д.).

3.2.7 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co

По результатам анализа влияния различных факторов на магнитные свойства сплава 84КХСР при ТМО в ненасыщающем поле было установлено их оптимальное сочетание – в процессе отжига необходимо прикладывать поле величиной не менее H_{rs} (выбрана напряженность 46 А/м); в качестве длительности выдержки при обработке следует выбирать 10 мин (такого времени достаточно для достаточно полной степени протекания релаксации напряжений при данной температуре, а также при таком времени выдержки снижается подвижность не слишком большого количества ГД, так как направленное упорядочение успевает протекать лишь в части объема ферромагнетика);

для достижения более высоких значений максимальной проницаемости и более полного подавления стабилизации ГД прикладывать поле к образцу нужно на протяжении всей обработки; охлаждение образцов после выдержки требуется проводить на воздухе; после предшествующих термообработке измерений исходных магнитных свойств обязательно проводить размагничивание образца в поле, соответствующем максимальному полю измерений.

После определения оптимального сочетания всех параметров при термической обработке, при различных температурах была проведена серия ТМО в ненасыщающем магнитном поле, а также отжигов без поля для оценки эффективности предлагаемой в данном исследовании обработки (для возможности корректного сравнения магнитных свойств параметры отжига без поля полностью соответствовали таковым для ТМО в ненасыщающем поле за исключением приложения магнитного поля при обработке).

Рисунок 37, демонстрирующий зависимость коэрцитивной силы H_c, измеренной в поле 800 А/м (H_{c800}), от температуры отжига без поля и в ненасыщающем магнитном поле, показывает, что приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге по-разному влияет на коэрцитивную силу при разных температурах обработки.

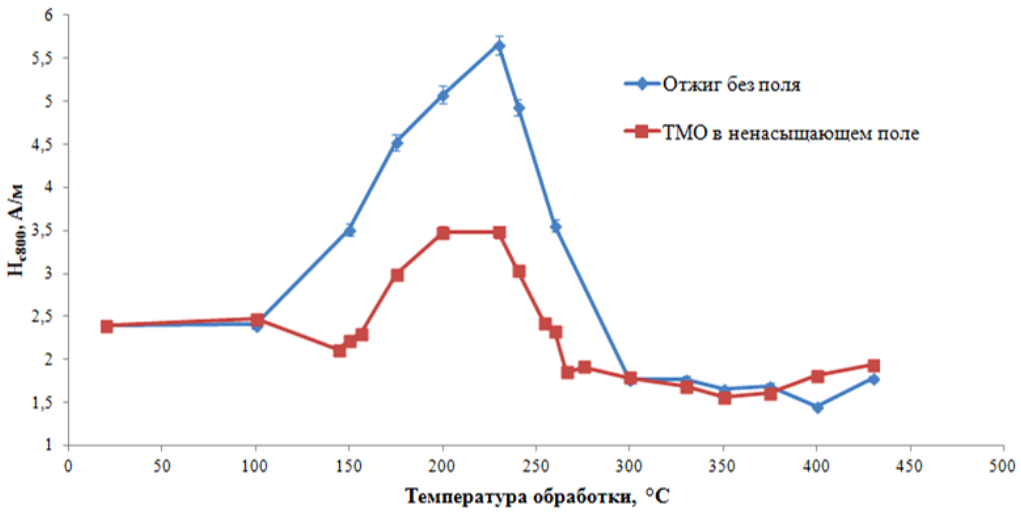


Рисунок 37 – Зависимость H_c (H_m = 800 А/м) аморфного сплава от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

При температуре 100 °С, в отсутствие диффузионных процессов в аморфной ленте, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге не влияет на коэрцитивную силу. При температурах от 150 до 260 °С, которые ниже T_c для данного сплава, отжиг без поля приводит к значительному росту H_c на 47-136 % по сравнению с быстрозакаленным состоянием. Причем, H_c изменяется по кривой с максимумом при T = 230 °С.

Присутствие максимума на зависимости H_c от температуры обработки для свидетельствует о том, что при температурах вблизи T_c, при которых константа наведенной магнитной анизотропии проходит через максимум, а процессы направленного упорядочения наиболее развиты [122].

В то же время после отжига в ненасыщающем поле H_c лишь выше 175 °С становится больше, чем в быстрозакаленном состоянии (в районе 150 °С на зависимости $H_c(T)$ для ТМО наблюдается незначительный спад H_c, возможная природа возникновения которого обсуждалась в подразделе 3.2.1). Далее при 150 °С < T < T_c H_c от температуры отжига в ненасыщающем поле также изменяется по кривой с максимумом, однако высота этого максимума на 39 % меньше по сравнению с отжигом без поля. Наличие максимума на зависимости H_c от температуры ТМО свидетельствует о том, что приложения при отжиге магнитного поля напряженностью 46 А/м достаточно лишь для частичного подавления стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения. По сравнению с быстрозакаленным состоянием увеличение H_c после отжига в ненасыщающем поле составило не более 46 %.

Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге при температурах 300-375 °С практически не влияет на H_c: после отжига в поле и отжига без поля этот параметр различается не более чем на 5 %. При этом с увеличением температуры обработки в этом диапазоне H_c уменьшается из-за интенсивно протекающей релаксации напряжений [133-134]. Однако в случае обработок при температуре 400 и 430 °С, в состоянии практически полного окончания релаксации напряжений, отжиг в ненасыщающем магнитном поле становится неэффективным в части снижения коэрцитивной силы по сравнению с отжигом без поля. Причиной такого эффекта может служить минимум H_c, наблюдаемый после ТМО при T = 350-375 °С, после которого в случае ТМО наблюдается рост H_c (который, в итоге, и становится причиной неэффективности данной обработки при высоких температурах), в то время как после отжига без поля ярко выраженный минимум H_c проявляется только при 400 °С. На основании данных, представленных в работе [120], при температуре около 350 °С в исследуемом сплаве протекает смена знака константы магнитострикции насыщения, которая на зависимости H_c должна проявляться в виде минимума данного параметра, однако в этой же работе отмечается его отсутствие после отжига без поля по причине более сильного влияния релаксации напряжений на коэрцитивную силу. В то же время, рост H_c при температуре выше 400 °С, наличие которого установлено и в настоящем исследовании, в работе [57] объясняется формированием высокотемпературных кластеров, которое вызывает снижение подвижности доменных стенок. Вероятно, в случае ТМО в ненасыщающем поле эти два

фактора (смена знака магнитострикции и кластерообразование) накладываются друг на друга, что вызывает более значительный рост H_c при высоких температурах, чем в случае отжига без поля и приводит к неэффективности отжига в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения H_c, наблюдаемой при температурах 400 °C и выше. Это также возможно, что неэффективность отжига в продольном ненасыщающем поле может вызывать уменьшение продольной магнитострикции [106], в связи с чем, при отжиге в ненасыщающем поле смена знака магнитострикции насыщения, которой сопутствует минимум H_c с последующим ее ростом, происходит при более низкой температуре, чем при отжиге без поля.

На рисунке 38 представлена зависимость H_c, измеренной в поле 5 А/м (H_{c5}), от температуры ТМО и отжига.

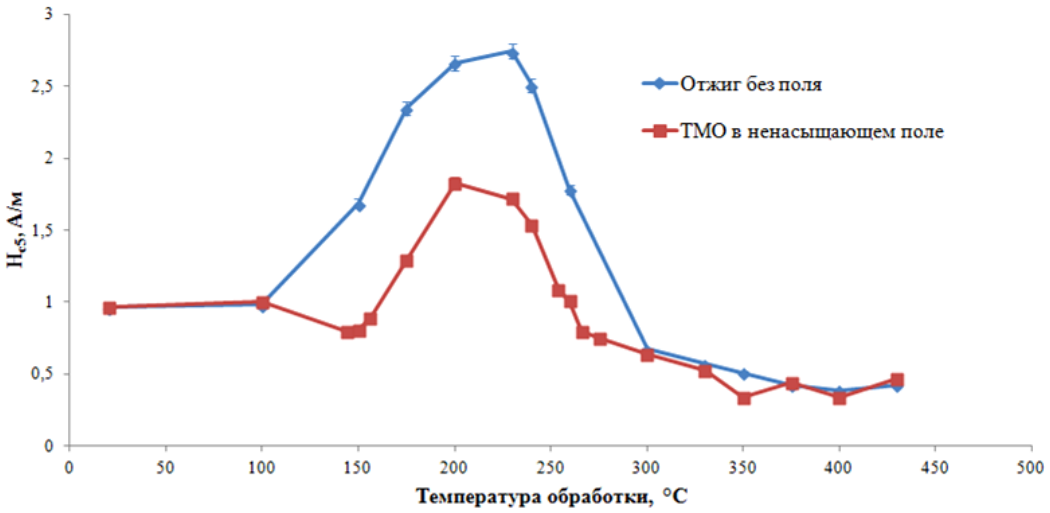


Рисунок 38 – Зависимость H_c (H_m = 5 А/м) аморфного сплава от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

Качественно графики H_{c800} и H_{c5} идентичны как для ТМО, так и для отжига – после ТМО при низких температурах сначала наблюдается незначительный спад H_c, за которым следует рост рассматриваемого параметра с прохождением через максимум при 200 °C. При этом, разница в значениях H_{c5} образцов после ТМО и отжига без поля при температурах 150-175 °C, а также 240-260 °C больше (оба обозначенных температурных диапазона относятся к состоянию с относительно низким K_i и средней или слабой степенью проявления пиннинга ГД вследствие наведения локальной анизотропии), чем в значениях H_{c800}: если по H_{c800} положительный эффект от ТМО составил 33-39 %, то по H_{c5} – 39-52 %. Кроме того, важные особенности наблюдаются на зависимостях для образцов после обработок при температурах 300 и более °C, когда что отжиг, что ТМО в

ненасыщающем поле приводят к постепенному снижению H_{c5} без каких-либо артефактов в виде минимума H_c вследствие смены знака магнитострикции, который наблюдался после ТМО для H_{c800}. В результате, H_{c5} во всем рассматриваемом температурном диапазоне 100-430 °С после ТМО в ненасыщающем поле либо значительно ниже, чем после отжига (на десятки процентов), либо на 2-3 % выше, что находится в пределах погрешности определения коэрцитивной силы. Т.е. в части снижения H_c, измеренной в малых полях, ТМО при любой температуре обработки либо большей, либо схожей эффективностью с отжигом без поля.

На рисунке 39 представлена зависимость $H_{\mu max}$ от температуры ТМО и отжига.

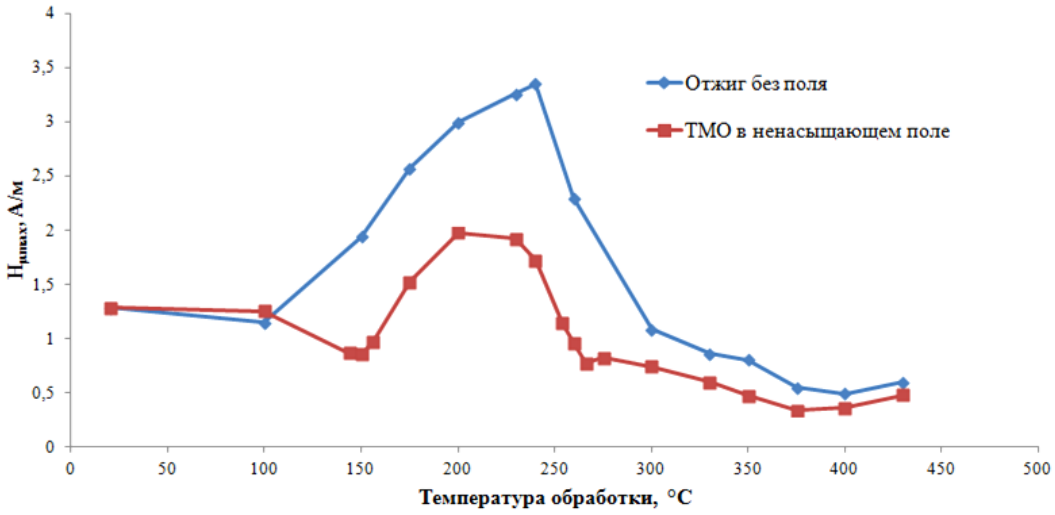


Рисунок 39 – Зависимость поля максимальной проницаемости $H_{\mu max}$ аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Зависимость $H_{\mu max}$ качественно совпадает с зависимостями H_{c800} и H_{c5} как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем магнитном поле. При температуре порядка 375 °С, при которой предположительно происходит смена знака магнитострикции насыщения, наблюдается минимум $H_{\mu max}$, причем как после ТМО, так и после отжига (чего не наблюдалось для H_c). Важным отличием в зависимости данных характеристик от температуры обработки является их поведение при температурах 300-430 °С: если для снижения H_{c800} ТМО не эффективно при температурах выше 375 °С, а в случае H_{c5} ТМО и отжиг без поля при этих температурах дают по сути одинаковые значения данного свойства, то $H_{\mu max}$ в диапазоне температур от 300-430 °С после ТМО в ненасыщающем поле всегда ниже, чем после отжига без поля. Таким образом, на основании рисунка 39 в целом можно констатировать, что ТМО при любых температурах выше 100 °С приводит к более низким значениям $H_{\mu max}$, чем отжиг. Важно также отметить, что как в исходном

состоянии, так и после любых термических обработок (и отжига, и ТМО) поле максимальной проницаемости всегда ниже, чем коэрцитивная сила.

На рисунке 40 представлен коэффициент прямоугольности петли гистерезиса аморфного сплава в зависимости от температуры отжига в магнитном поле и без поля.

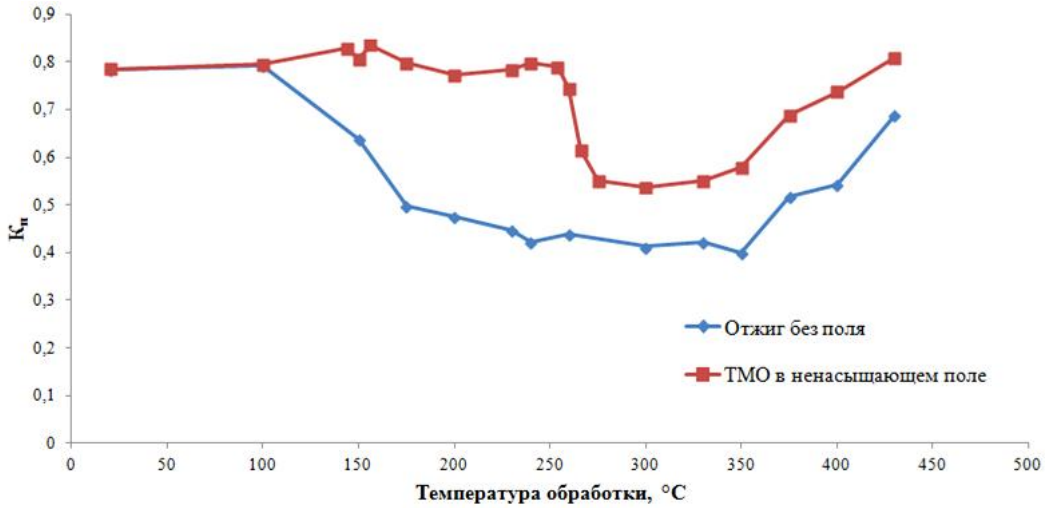


Рисунок 40 – Зависимость коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $К_п$ аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

После отжига в ненасыщающем поле значения $К_п$ во всем рассматриваемом диапазоне температур обработки выше на 17-89 % по сравнению с отжигом без поля. При этом после отжига в ненасыщающем поле при любой температуре в доменной структуре превалируют домены с продольным направлением намагниченности ($К_п > 0,5$), процессы намагничивания в аморфной ленте осуществляются, в основном, за счет смещения границ доменов. На зависимости $К_п$ от температуры после отжига без поля наблюдается спад при температурах 150-350 °С, обусловленный наложением двух эффектов: изменения величины магнитострикции насыщения [120], а также стабилизации 90-градусных границ доменов вследствие направленного упорядочения (при перемагничивании эти границы смещаются обратимо, что вызывает уменьшение $В_r$ и, как следствие, $К_п$), приводящей к разрушению продольной магнитной текстуры (с $К_п \approx 0,45$), присутствующей в сплаве после закалки из расплава, и смене преимущественного механизма намагничивания со смещения ГД на вращение намагниченности. На зависимости $К_п$ от температуры отжига в ненасыщающем поле наблюдаются два провала, разделенные температурой $Т_с$, которые также связаны с описанными ранее эффектами. При этом провал $К_п$, вызванный стабилизацией 90-градусных границ доменов (при $Т < Т_с$), гораздо менее заметный (снижение $К_п$ составляет не более 8 %, в аморфном сплаве сохраняется ярко выраженная

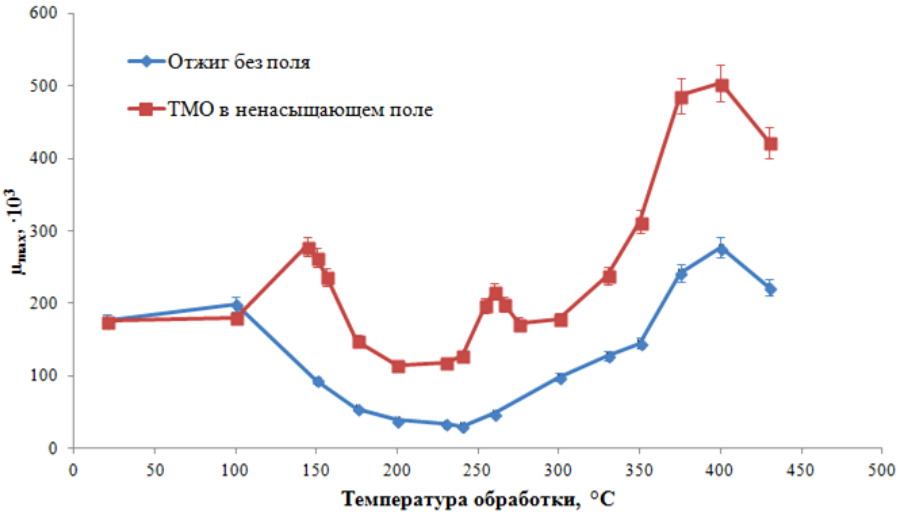
продольная магнитная текстура с $К_п \approx 0,8$), что свидетельствует о практически полном подавлении стабилизации 90-градусных границ доменов в процессе отжига в ненасыщающем поле.

В температурном интервале 350-375 °С наблюдается резкое увеличение $К_п$ как при отжиге в поле, так и отжиге без поля. При этом в случае отжига без поля $К_п$ переходит через значение 0,5, соответствующее магнитно-изотропному состоянию. По мере приближения к полностью релаксированному состоянию после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле при температурах 375-430 °С наблюдается увеличение $К_п$, связанное с восстановлением исходной продольной магнитной текстуры.

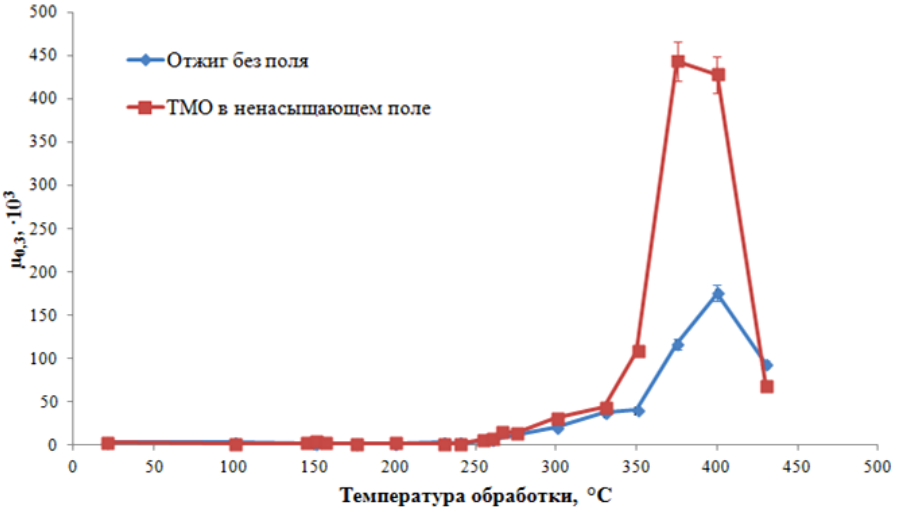
На рисунке 41 показаны зависимости максимальной и низкополевой проницаемости $\mu_{0,3}$ (измеренной в поле 0,3 А/м), а также проницаемости в поле 5 А/м μ_5 аморфного сплава от температуры отжига в магнитном поле и без поля.

По аналогии с $Н_с$, при температуре 100 °С, в отсутствие диффузионных процессов в аморфной ленте, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге практически не влияет на μ_{max} и $\mu_{0,3}$.

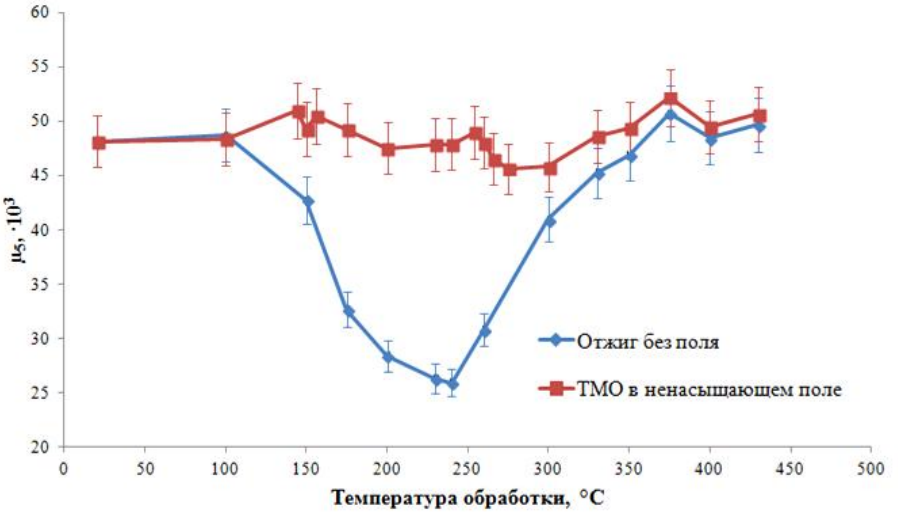
В то же время, также как и для $К_п$ на зависимости μ_{max} от температуры отжига без поля наблюдается провал при температурах от 150 до 350 °С, являющийся при температурах ниже $Т_с$ следствием пиннинга доменных стенок, а при температурах выше $Т_с$ – следствием прохождения константы магнитострикции насыщения через максимум [120]. На зависимости μ_{max} от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле также наблюдаются провалы при 175-240 °С (что подтверждает вывод о недостаточности приложения поле 46 А/м при отжиге для полной дестабилизации границ доменов) и при 275-300 °С, однако в данном случае, в отличие от отжига без поля, путем анализа μ_{max} после отжига в ненасыщающем поле температурные интервалы проявления двух разных физических эффектов, ставших причинами спада максимальной проницаемости, могут быть разделены. Восстановление μ_{max} после повторного спада после отжига в поле при температурах 300 °С и более, вероятно, связано с уменьшением константы магнитострикции.



а)



б)



в)

Рисунок 41 – Зависимость максимальной проницаемости μ_{max} (а), низкополевой проницаемости $\mu_{0,3}$ (б) и проницаемости в большом поле μ_5 (в) аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Рассуждая о механизмах формирования различных магнитных свойств, можно отметить следующее: как на рисунке 41а, так и на рисунке 40 после отжига в ненасыщающем поле наблюдается два смежных провала μ_{max} и $K_п$. Первый провал вызван стабилизацией границ доменов вследствие направленного упорядочения, а второй – с прохождением магнитострикции через максимум. При этом если для $K_п$ провал вследствие роста магнитострикции гораздо более значительный, чем вследствие снижения ГД, то для μ_{max} ситуация обратная, что свидетельствует о том, что на формирование данных свойств в большей степени оказывают влияние разные физические процессы.

Практически при любой температуре (за исключением 100 °С) отжиг в ненасыщающем поле приводит к значительно более высоким значениям μ_{max} по сравнению с отжигом без поля (в 1,8-4,5 раз) за счет более острой продольной магнитной текстурой, по-видимому, формирующейся даже при обработках с выдержкой при температуре выше T_c (в процессе охлаждения аморфного сплава в магнитном поле). Наибольшее преимущество отжига в поле по сравнению с отжигом без поля в части повышения μ_{max} наблюдалось при температуре 260 °С, равной T_c для данного сплава. Меньшие значения $H_{\mu max}$ аморфного сплава после ТМО по сравнению с отжигом, наблюдающиеся практически во всём рассматриваемом интервале температур, наряду с более высокими значениями μ_{max} и $K_п$ после ТМО, могут, также как и последние, быть следствием более высокой степени продольной магнитной текстуры, всегда наблюдаемой после отжига в ненасыщающем поле.

В случае низкополевой проницаемости как после отжига в ненасыщающем поле, так и после отжига без поля при температурах обработок ниже T_c значения $\mu_{0,3}$ почти неизменны и остаются на уровне быстрозакаленного состояния. При температурах выше T_c наблюдается рост $\mu_{0,3}$ с увеличением температуры обработки. Наибольшая эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле в части повышения $\mu_{0,3}$ наблюдается при 375 °С (в 3,8 раз по сравнению с отжигом без поля), что наряду с резким ростом $\mu_{0,3}$ после отжига в ненасыщающем поле при 330 °С и выше связано со сменой знака магнитострикции насыщения, приводящей к перестройке доменной структуры с образованием нестабилизированных границ доменов: косвенными доказательствами смены знака магнитострикции в соответствии с [135] при некоторой температуре являются значение $K_п = 0,5$, максимум начальной проницаемости и минимум коэрцитивной силы. В данной работе на зависимостях магнитных свойств аморфного сплава после термической обработки при 350-375 °С мы, действительно, наблюдали минимум H_c, максимум $\mu_{0,3}$, а также прохождение $K_п$ через значение 0,5, что может

считаться подтверждением смены знака магнитострикции, протекающей в аморфном сплаве в рассматриваемом диапазоне температур в соответствии с [120].

Наибольшие значения μ_{max} и $\mu_{0,3}$ как после отжига в поле, так и после отжига без поля наблюдаются в случае температур ≈ 400 °С, соответствующих практически полному завершению процесса релаксации напряжений. Отсюда следует, что создание наиболее острой магнитной текстуры возможно лишь на полностью релаксированных образцах аморфных сплавов.

Рост $H_{c\ и}$ $H_{\mu max}$, уменьшение μ_{max} и $\mu_{0,3}$ как после отжига в поле, так и после отжига без поля при 430 °С может быть связано с процессами кластерообразования, создающими условия для пиннинга границ доменов [120].

В случае проницаемости μ_5 при любой температуре обработки выше 100 °С рассматриваемый параметр выше после отжига в поле по сравнению с отжигом без поля. Графики μ_5 от температуры для ТМО и отжига качественно повторяют зависимость $К_п(Т)$, однако наблюдаются некоторые различия в интервалах температур, где наблюдается тот или иной тренд изменения μ_5. В частности, провал μ_5 после ТМО, вызванный изменением величины и знака магнитострикции заканчивается при 375 °С (после отжига имеется единый общий провал μ_5: при более низких температурах наблюдается значительное снижение данного свойства, которое продолжается до 260 °С, далее, по мере увеличения температуры отжига, наблюдается постепенное восстановление μ_5 до уровня быстрозакаленного состояния). При температурах выше 375 °С как после отжига, так и после ТМО наблюдается незначительный спад μ_5. Подобные различия в закономерностях для $К_п$ и μ_5 можно связать с тем, что помимо степени магнитной текстуры в формировании μ_5 участвуют в значительной степени и другие процессы. Наибольшая $\mu_5 \approx 52000$ наблюдается при 375 °С, однако при 144 °С μ_5 после ТМО лишь на 5 % ниже, чем при 375 °С. Таким образом, в части проницаемости в большом поле с применением отжига в ненасыщающем поле появляется возможность, во-первых, практически полного устранения деградации данного свойства на рассматриваемом сплаве в результате процессов стабилизации ГД вследствие НУ, протекающих при температурах ниже $Т_с$, а также изменения величины и знака магнитострикции при Т выше $Т_с$. Во-вторых, становится возможным получение высокого уровня μ_5 после ТМО при 144 °С, когда, в отличие от 375 °С, охрупчивание аморфной ленты по причине выхода избыточного свободного объема не происходит.

На рисунке 42 приведена зависимость различных видов проницаемости (максимальная, низкополевая в полях 0,3, 0,5 и 1 А/м, проницаемость в большом поле 5 А/м) от температуры отжига в ненасыщающем поле.

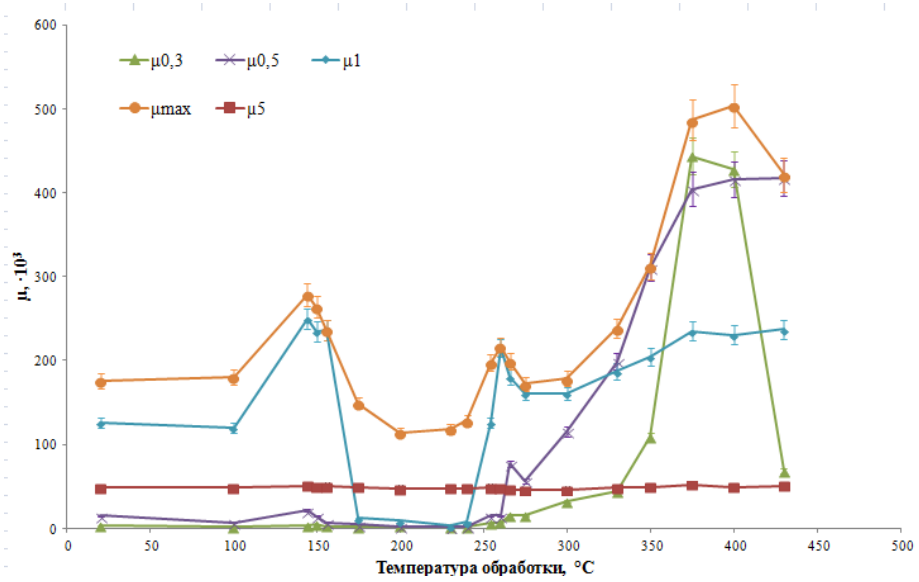


Рисунок 42 – Зависимости различных видов магнитной проницаемости от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле

На представленных графиках можно особо выделить три температуры обработки, при которых на зависимостях всех рассматриваемых видов магнитной проницаемости наблюдаются ярко выраженные максимумы: 150 °С (состояние, в котором начало процесса релаксации напряжений не зафиксировано, но уже наблюдается наведение локальной магнитной анизотропии вследствие НУ), 260 °С (значение T_c для исследуемого сплава, при котором стабилизация ГД полностью подавляется), а также 375 °С (приблизительная температура смены знака магнитострикции насыщения, приводящей к перестройке доменной структуры с образованием нестабилизированных границ доменов). Эффективность влияния ТМО в ненасыщающем поле на магнитную проницаемость аморфного сплава 84КХСР зависит от поля измерений: наибольший эффект для проницаемости в поле 0,3 А/м составляет 280 % (при Т = 375 °С), для проницаемости в поле 0,5 А/м – 888 % (при Т = 150 °С) и для максимальной проницаемости 346 % (при Т = 260 °С). Наибольший эффект (более 4000 %) наблюдается для проницаемости, измеренной в поле 1 А/м (при Т = 150 °С). Наименьший эффект при этом характерен для проницаемости в поле 5 А/м (85 % при Т = 240 °С).

Таким образом, можно констатировать, что температуры отжига в ненасыщающем поле, соответствующие наиболее значительному улучшению различных магнитомягких свойств (проницаемости в разных полях, коэрцитивной силы) по сравнению с отжигом без поля, различны, что говорит о том, что на формирование указанных магнитных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы. Для получения наибольших значений μ_1 и μ_5 достаточно полного подавления стабилизации ГД и не

требуется значительной степени завершенности процесса релаксации напряжений. В то же время, наибольших μ_{max}, $\mu_{0,3}$ и $\mu_{0,5}$ можно достичь только в полностью релаксированном состоянии.

Интересной закономерностью является также то, что при ТМО в ненасыщающем поле в наименьшей степени процессы стабилизации/дестабилизации ГД, изменения величины и смены знака магнитострикции оказывают влияние на проницаемость в большом поле μ_5, которая на фоне зависимостей проницаемости, измеренной в других полях, а также μ_{max} с ростом температуры обработки практически не изменяется (изменения по сравнению с быстрозакаленным состоянием не более чем на 5 %).

На рисунке 43 показана зависимость максимальной индукции от температуры термических обработок (отжига и ТМО).

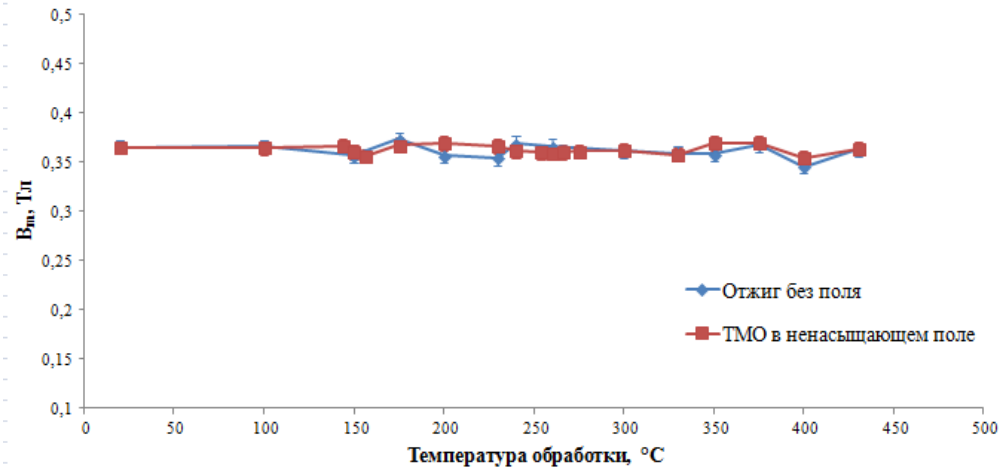


Рисунок 43 – Зависимость максимальной индукции B_m аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Как и в других сериях исследований влияния различных факторов на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР, увеличение температуры не приводит к изменению максимальной индукции ни при отжиге, ни при ТМО в ненасыщающем поле: максимальное изменения B_m составило всего 3 %.

На рисунке 44 показана зависимость удельных потерь на перемагничивание при индукции 0,5 Тл, измеренных при частоте 50 Гц, от температуры термических обработок (отжига и ТМО). Дополнительно на график нанесены отдельные точки, полученные для образцов после ТМО с приложением напряженностью 1,2 А/м.

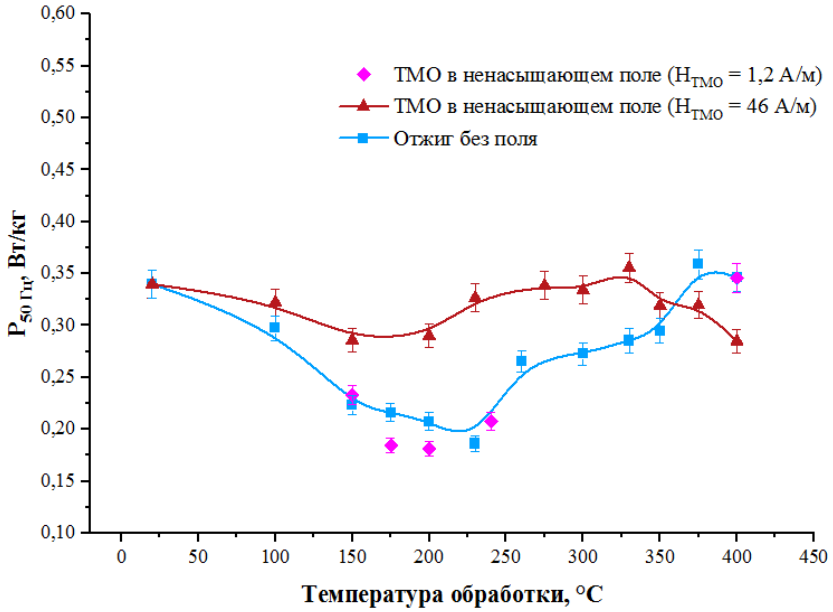


Рисунок 44 – Зависимость удельных потерь на перемагничивание P при частоте f = 50 Гц аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля (B_m = 0,3 Тл)

При температурах обработки до 350 °С потери на перемагничивание после ТМО в поле 46 А/м на 8-76 % больше, чем после отжига без поля. При температурах свыше 350 °С, когда на основании ранее полученных результатов, протекает смена знака магнитострикции, ТМО приводит к получению более низких потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц, чем отжиг (положительный эффект составил 11-18 %). В то же время, после ТМО в поле 1,2 А/м удельные потери на перемагничивание либо примерно одинаковые с таковыми после отжига, либо несколько меньше (при температурах 175 и 200 °С на 13-15 %). Полученные результаты согласуются с данными, представленными в работах [106], и могут быть объяснены следующим образом: после отжига в ненасыщающем поле в аморфной ленте присутствует продольная магнитную текстура с легкой осью, направленной вдоль окружности тороидального образца, в связи с чем, процесс намагничивания, в основном, осуществляется за счет смещения доменных стенок. При этом после отжига без поля на основании данных рисунка 40 вплоть до температур 350-375 °С в аморфной ленте преобладают поперечно намагниченные области. Переход магнитной анизотропии от продольной к поперечной легкой оси приводит к увеличению вклада вращения в процесс продольного намагничивания, что становится причиной возрастания гистерезисных потерь [109]. Кроме того, по сравнению с отжигом без поля отжиг в продольном приводит к значительному увеличению остаточной индукции – чем выше остаточная намагниченность, тем больше потери на

гистерезис [136] (в случае, если рост остаточной индукции не компенсируется значительным снижением коэрцитивной силы, что также приводит к снижению потерь на гистерезис). С учетом того, что ТМО в указанных работах проводилась в полях в десятки-сотни раз более сильных, чем в настоящей работе, можно сделать вывод о том, что отжиг в продольном магнитном поле не приводит к росту потерь на перемагничивание только в случае, если это поле крайне невелико – для сплава 84КХСР продольное ТМО эффективна для снижения удельных потерь на перемагничивание при условии, что напряженность поля при ТМО составляет лишь 1,2 А/м.

3.2.8 Заключение

Показано, что на формирование магнитных свойств аморфного сплава на основе Co при отжиге в ненасыщающем магнитном поле оказывают влияние все рассмотренные факторы (температура обработки, напряженность прикладываемого поля, диаметр кольцевого образца, время выдержки, скорость охлаждения, момент приложения магнитного поля, магнитная подготовка). При этом наиболее сильное влияние на магнитные свойства оказывают величина поля при ТМО, температура и диаметр образца.

Для обеспечения высокой эффективности ТМО в ненасыщающем поле и получения благоприятного комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР (высокой низкополевой и максимальной проницаемости, низкой коэрцитивной силы) целесообразно проводить обработку с постоянным приложением малого продольного магнитного поля, по величине превышающего поле насыщения остаточной индукции сплава в быстрозакаленном состоянии, на образцах большого диаметра с кратковременной выдержкой длительностью 10 мин при температуре ниже T_c и последующим охлаждением с умеренной скоростью (на воздухе). Для дополнительного снижения коэрцитивной силы и повышения низкополевой проницаемости полезно проводить размагничивание образца перед обработкой.

Обсуждены физические процессы, протекающие в сплаве, приводящие к эффективности ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля.

Наибольшая эффективность ТМО в малом поле в части снижения коэрцитивной силы наблюдалась при температурах ниже T_c, а в части повышения максимальной и низкополевой проницаемостей – при температурах выше T_c, соответствующих практически полному снятию внутренних напряжений, в связи с чем невозможно определить единственный режим ТМО, обеспечивающий ее максимальную эффективность в части улучшения сразу всех магнитомягких свойств аморфного сплава.

Однако выявлены режимы ТМО, при которых возможно одновременное снижение H_c и повышение $\mu_{низкопол}$ и μ_{max} по сравнению с отжигом без поля.

Приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге приводит к уменьшению величины поля максимальной проницаемости АММС на основе Co, которая по сравнению с отжигом без поля тем меньше, чем больше напряженность прикладываемого поля, в связи с чем могут возникать нарушения «классического» соотношения $H_{\mu max} / H_c \approx 1{,}4\text{-}1{,}6$.

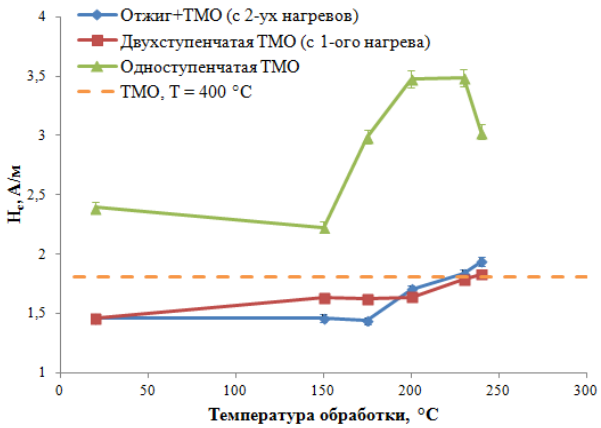
3.3 Изучение влияния комбинированных обработок в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Co

Для выявления закономерностей влияния комбинированных обработок в ненасыщающем магнитном поле в качестве температуры первой ступени обработки была выбрана температура отжига без поля 400 °С, при которой в соответствии с рисунком 20 достигается практически полное завершение процесса релаксации напряжений. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от температуры ТМО в поле 46 А/м с выдержкой в 5 мин от температуры второй ступени обработки (от 150 до 240 °С, что всегда ниже T_c) (с повторного нагрева (ТМО с предварительным отжигом) или с подстуживанием (двухступенчатая ТМО)) после предварительного высокотемпературного отжига при 400 °С с выдержкой 10 мин представлены на рисунках 45-46.

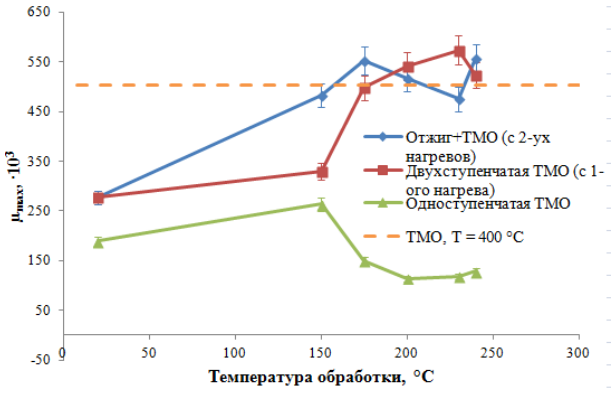
На рисунке 46 дополнительно показаны зависимости удельных потерь на перемагничивание при частотах 50 и 400 Гц, а также магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: низкополевая проницаемость $\mu_{0,16}$, измеренная в поле 0,16 А/м, а также проницаемость μ_5, измеренная в поле 5 А/м.

Проведение предварительного высокотемпературного отжига перед ТМО в ненасыщающем поле не влияет на максимальную индукцию, изменения которой при варьировании температуры последующей ТМО составили не более 3 %.

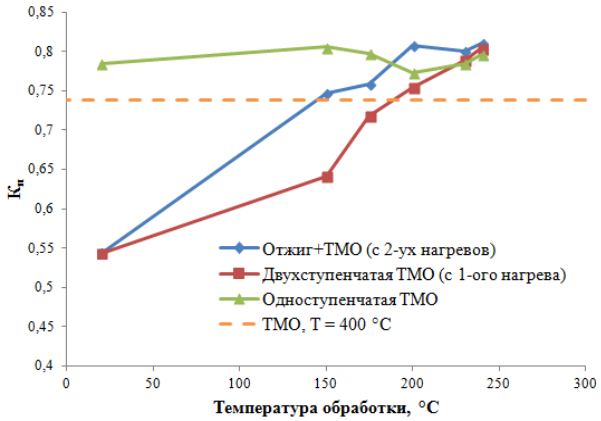
За счет предварительного отжига при высокой температуре, приведшего к почти полному снятию внутренних напряжений в аморфной ленте, уровень магнитомягких свойств после последующей ТМО при температурах ниже T_c в ненасыщающем поле напряженностью 46 А/м значительно выше, чем после ТМО при Т ниже T_c без предварительного отжига. Так, например, в зависимости от температуры ТМО удалось достичь снижения H_c на 34-52 %, уменьшения $P_{уд}$ (f = 50 Гц; B_m = 0,3 Тл) – на 5-36 % и $P_{уд}$ (f = 400 Гц; B_m = 0,3 Тл) – на 6-25 %, повышения μ_{max} в 0,8-3,5 раза, $\mu_{0,16}$ – в 9-22 раза.



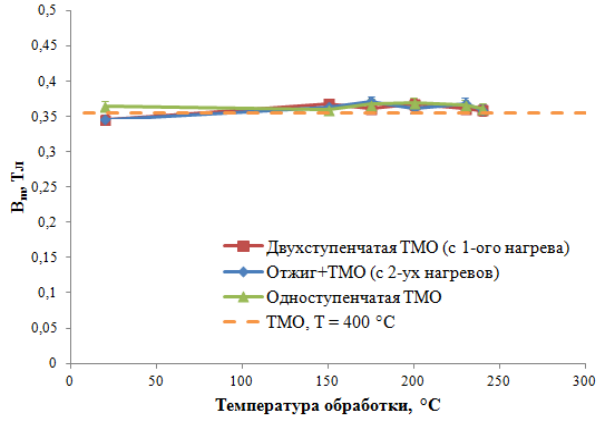
а)



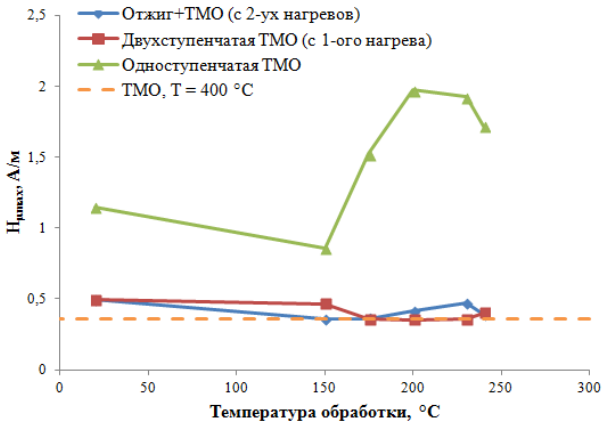
б)



в)



г)

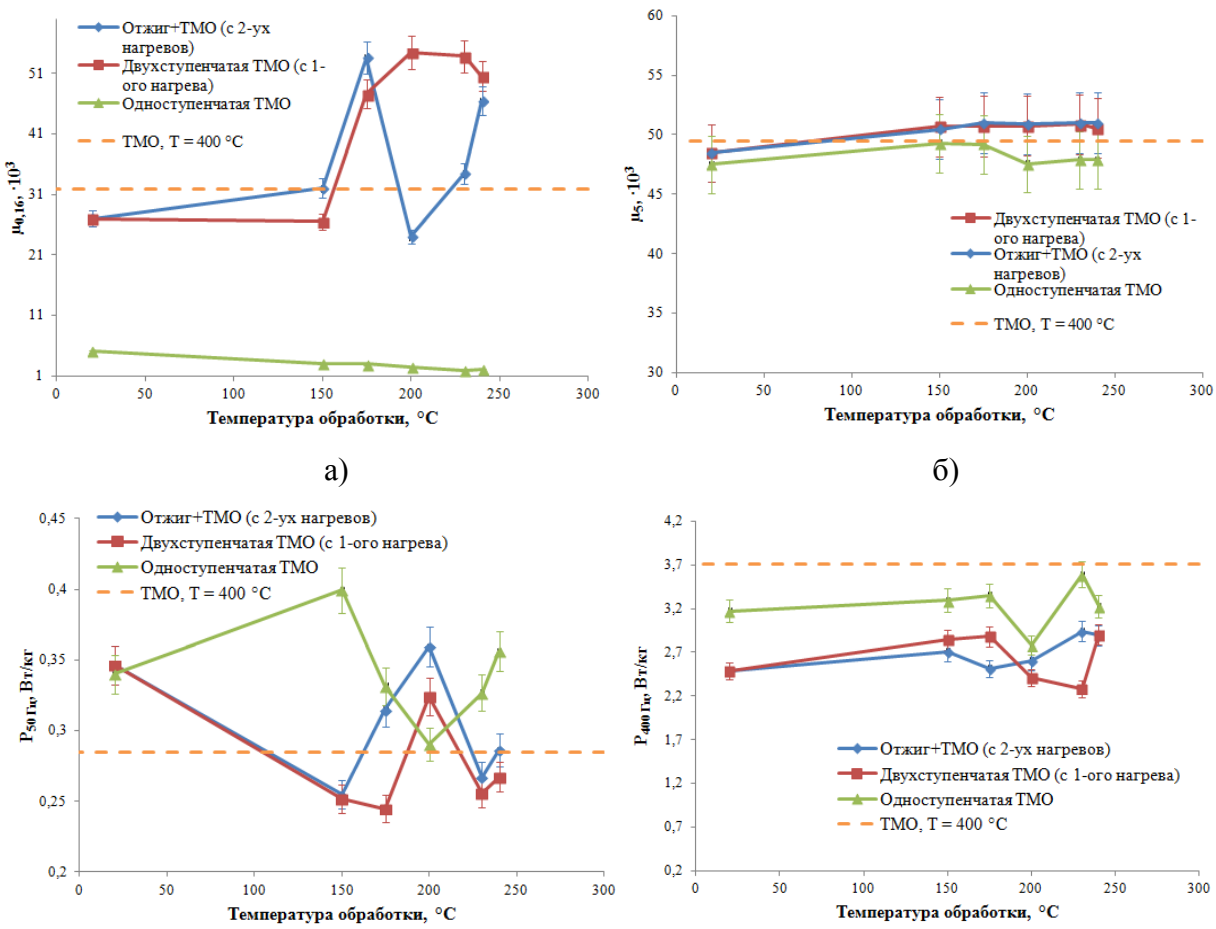


д)

а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 45 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от температуры второй ступени ТМО в ненасыщающем поле (ТМО при 400+X °С с 1-ого нагрева)

(для сравнения на графиках также приведены зависимости магнитных параметров от температуры ТМО в ненасыщающем поле после предварительного высокотемпературного отжига (ТМО при 400+X °С с 2-ух нагревов), а также одноступенчатой ТМО)



а) $\mu_{0,16}$; б) μ_5; в) $P_{уд}$ (f = 50 Гц; B_m = 0,3 Тл); г) $P_{уд}$ (f = 400 Гц; B_m = 0,3 Тл).

Рисунок 46 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от температуры второй ступени ТМО в ненасыщающем поле (ТМО при 400+X °С с 1-ого нагрева)

(для сравнения на графиках также приведены зависимости магнитных параметров от температуры ТМО в ненасыщающем поле после предварительного высокотемпературного отжига (ТМО при 400+X °С с 2 нагревов), а также одноступенчатой ТМО)

Также наблюдалось и увеличение μ_5 на 2-7 %. При этом на зависимостях разных магнитных свойств после ТМО с предварительным отжигом всё же присутствуют артефакты, связанные со снижением подвижности доменных стенок вследствие направленного упорядочения: по мере увеличения температуры ТМО в ненасыщающем поле после отжига со 150 до 240 °С за счет роста константы наведенной магнитной анизотропии прослеживается рост H_c на 18-34 %, снижение μ_{max} на 7-15 % и $\mu_{0,16}$ – на 13-55 %. При этом если по относительной величине коэрцитивная сила деградирует значительно, то по абсолютной увеличение H_c составило не более 0,5 А/м, что меньше по сравнению с ростом Нс в результате ТМО без отжига (1,3 А/м) и может свидетельствовать

о замедлении процесса направленного упорядочения и вызванной им стабилизации ГД при ТМО при температуре ниже T_c после предварительного высокотемпературного отжига, который приводит к уменьшению константы наведенной магнитной анизотропии со всеми вытекающими из этого последствиями. Стоит также отметить и сдвиг по температуре начала процессов стабилизации ГД в сторону больших температур: если после ТМО без отжига деградация магнитных свойств наблюдалась при температурах выше 150 °С, то в случае ТМО с предварительным отжигом ухудшение свойств заметно лишь при температурах выше 175 °С.

Об относительно слабом проявлении процесса направленного упорядочения при ТМО после отжига может также говорить и достаточно незначительный рост $H_{\mu max}$ на 2-32 % с увеличением температуры ТМО со 150 до 240 °С (для сравнения после ТМО без отжига $H_{\mu max}$ могло вырасти на 130 %), а также отсутствие спада $K_п$, который с ростом $T_{ТМО}$ монотонно увеличивался (что свидетельствует об отсутствии стабилизации 90-градусных ГД после ТМО в ненасыщающем поле с предварительным отжигом). Спад также отсутствует и на μ_5, что достаточно необычно – в предыдущих сериях обработок наблюдалось одинаковое поведение максимальной проницаемости и проницаемости, измеренной в поле 5 А/м, на основании чего делался вывод о схожести механизмов формирования данных параметров. Однако ТМО при температурах ниже T_c с предварительным отжигом вследствие частичной стабилизации ГД лишь на μ_{max} наблюдался провал, откуда можно сделать вывод, что после предварительного отжига процессы стабилизации ГД при последующей обработке не приводят к деградации μ_5.

Также стоит отметить, что как после ТМО с предварительным отжигом, так и без отжига в образцах аморфного сплава присутствует ярко выраженная продольная магнитная текстура, однако степень происхождения ее различна – после ТМО без отжига сохраняется текстура, образовавшаяся непосредственно при сверхбыстрой закалке из расплава ($K_п$ = 0,8), в то время как при высокотемпературном отжиге перед ТМО произошли рост и смена знака магнитострикции насыщения, вследствие чего исходная продольная магнитная текстура была полностью разрушена и далее, по мере увеличения температуры отжига выше 375 °С и проведении низкотемпературной ТМО, восстанавливалась. Именно поэтому, например, вследствие малой K_i после ТМО при 150 и 175 °С после предварительного отжига значение $K_п$ несколько ниже (около 0,75), чем после ТМО при этих температурах, которой не предшествовал высокотемпературный отжиг.

Улучшение свойств при ТМО в ненасыщающем поле при 175 °С по сравнению со 150 °С можно объяснить тем, что на этапе охлаждения при температурах ниже T_c при

отжиге в сплаве в некоторой степени всё же протекали процессы стабилизации ГД, которые далее при ТМО при низких температурах 150-175 °С, в условиях слабой стабилизации, были подавлены приложением ненасыщающего магнитного поля. Однако степень релаксации напряжений после предварительного отжига и ТМО при 175 °С несколько выше (примерно на 10 %), чем после ТМО при 150 °С, в связи с чем в первом случае более низкая константа магнитоупругой анизотропии обеспечивает большую подвижность ГД и большую склонность сплава к наведению анизотропии, что приводит к повышенным значениям μ_{max} и $\mu_{0,16}$.

Интересным явлением является практически зеркальный характер зависимости от температуры обработки потерь на перемагничивание при частоте 50 Гц после ТМО с предварительным отжигом по сравнению с таковым после ТМО без отжига. Как уже обсуждалось ранее, наблюдаемый минимум $P_{уд}$ при f = 50 Гц при температуре 200 °С, когда степень стабилизации ГД вследствие НУ значительна, достаточно нетипичен, поскольку стабилизация ГД должна приводить к росту гистерезисных потерь, которые при низкой частоте перемагничивания дают больший вклад в общие потери на перемагничивание, чем потери на вихревые токи. Именно такая «классическая» закономерность наблюдалась на образцах после ТМО с предварительным отжигом – максимальные $P_{уд}$ при f = 50 Гц характерны для сплава после ТМО при 200 °С. Предварительный высокотемпературный отжиг перед ТМО также привел к более низким $P_{уд}$ при f = 400 Гц при любой температуре ТМО по сравнению с ТМО без отжига. Подобные закономерности могут быть связаны со сменой знака магнитострикции насыщения, которая произошла в аморфном сплаве в процессе отжига, в результате чего, по-видимому, дисперсность доменной структуры увеличилась (при этом также могло измениться и распределение продольных доменов в ленте), что привело к снижению скорости движения доменных стенок при перемагничивании и снижению потерь на перемагничивание за счет снижения их вихретоковой составляющей.

Таким образом, предварительный отжиг без поля перед отжигом в ненасыщающем магнитном поле приводит к значительному улучшению магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР по сравнению с состоянием после ТМО без отжига (это выражается в пониженных значениях коэрцитивной силы и удельных потерь на перемагничивание, а также в повышенных значениях максимальной, низкополевой проницаемости и проницаемости в поле 5 А/м). Подобные изменения свойств связаны с пониженными значениями констант магнитоупругой и наведенной магнитной анизотропии, а также с изменением знака магнитострикции насыщения в результате высокотемпературного отжига перед ТМО.

Далее рассмотрим влияние на свойства двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле. Предположение о ее возможной эффективности было сделано на основании работы [137], где было показано улучшение магнитных свойств аморфного сплава на основе кобальта путем проведения ступенчатой ТМО в поперечном насыщающем поле – первая высокотемпературная ступень приводила к релаксации внутренних напряжений и гомогенизации аморфной фазы, вторая, в поперечном магнитном поле при температуре ниже T_c, обеспечивала формирование требуемой магнитной анизотропии. При этом достигалось практически трехкратное сокращение времени на термообработку.

Для оценки эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле требуется провести сравнение магнитных свойств аморфного сплава после данной обработки со свойствами, во-первых, после одноступенчатой ТМО (низкотемпературной (при $T < T_c$), а также при температуре первой ступени 400 °С), а также после ТМО с предварительным отжигом (результаты обсуждались в подразделе 3.3.1). На графики на рисунках 45-46 также нанесены точки при $T = 20$ °С, соответствующие проведению только высокотемпературного отжига при 400 °С без последующей ТМО.

По сравнению с отжигом при 400 °С без последующей ТМО после двухступенчатой ТМО наблюдается увеличение максимальной индукции на 4-7 % (аналогичное увеличение B_m также характерно и после ТМО с предварительным отжигом). По сравнению с одноступенчатой ТМО при 400 °С наибольшее увеличение B_m после двухступенчатой ТМО составило не более 4 %.

После двухступенчатой ТМО при любой рассматриваемой температуре второй ступени коэрцитивная сила на 27-53 % ниже, чем после одноступенчатой ТМО при данной температуре. По сравнению с одноступенчатой высокотемпературной ТМО при 400 °С за счет применения двухступенчатой ТМО возможно дополнительное снижение H_c на 2-10 %. По сравнению с отжигом без поля при 400 °С двухступенчатая ТМО при любой температуре второй ступени приводит к увеличению H_c на 12-16 %. По сравнению с ТМО в ненасыщающем поле с предварительным отжигом с отдельного нагрева двухступенчатая ТМО при низких температурах второй ступени 150 и 175 °С приводит к более высоким значениям H_c (на 12-13 %), а при высоких температурах 200-240 °С – к более низкой коэрцитивной силе (на 3-5 %).

В части максимальной проницаемости двухступенчатая ТМО позволяет получить гораздо более высокие значения данного параметра, во-первых, по сравнению с одноступенчатой ТМО при низкой температуре, и, во-вторых, по сравнению с высокотемпературным отжигом без поля при 400 °С (положительный эффект составил 25-384 % и 19-107 %, соответственно). По сравнению с одноступенчатой ТМО при 400 °С

дополнительное увеличение μ_{max} составило 4-14 % (при этом двухступенчатая ТМО эффективна при высоких температурах второй ступени). Также как и для коэрцитивной силы, на зависимостях максимальной проницаемости от $T_{ТМО}$ наблюдается пересечение кривых после ТМО при 400+X °С с 1-ого и 2-ух нагревов при температуре 175-200 °С. В результате, по сравнению с ТМО в ненасыщающем поле с предварительным отжигом с отдельного нагрева двухступенчатая ТМО с одного нагрева при низких температурах второй ступени 150 и 175 °С приводит к более низким значениям μ_{max} (на 10-32 %), а при высоких температурах 200-240 °С – к более высокой максимальной проницаемости (на 5-21 %). Наибольшая μ_{max} сплава 84КХСР среди всех рассматриваемых в данной главе обработок наблюдалась после двухступенчатой ТМО при температуре второй ступени 230 °С.

Характер зависимости низкополевой проницаемости от температуры ТМО качественно повторяет характер изменения максимальной проницаемости; после двухступенчатой обработки при любой из рассматриваемых температуре второй ступени $\mu_{0,16}$ выше в 9-29 раз, чем после одноступенчатой низкотемпературной ТМО, а также на 76-102 % выше, чем после высокотемпературного отжига при 400 °С. Значительное повышение $\mu_{0,16}$ в результате проведения двухступенчатой ТМО также получено и по сравнению с одноступенчатой высокотемпературной ТМО при 400 °С (на 50-71 %). Чуть более низкая эффективность в части повышения низкополевой проницаемости характерна для двухступенчатой ТМО по сравнению с ТМО с предварительным отжигом: при низких температурах второй ступени 150 и 175 °С получена более низкая $\mu_{0,16}$ (на 11-17 %), а при высоких температурах 200-240 °С – к более высокой низкополевой проницаемости (на 9-127 %). Наибольшая $\mu_{0,16}$ сплава 84КХСР среди всех рассматриваемых в данной главе обработок наблюдалась после двухступенчатой ТМО при температуре второй ступени 230 °С.

В части проницаемости в поле 5 А/м по сравнению с одноступенчатой высокотемпературной ТМО при 400 °С, а также с ТМО с предварительным отжигом двухступенчатая ТМО не приводила к значимым изменениям μ_5 (положительный эффект составил не более 3 %). В то же время по сравнению с отжигом без поля при 400 °С повышение μ_5 составило до 5 %, а по сравнению с одноступенчатой ТМО при $T < T_c$ – до 7 %.

Полученные изменения магнитных свойств в результате двухступенчатой ТМО можно интерпретировать следующим образом: из сравнения магнитных свойств после одно- и двухступенчатой ТМО (при $T < T_c$) следует, что практически завершившаяся релаксация внутренних напряжений, а также слабовыраженные процессы стабилизации

границ доменов вследствие направленного упорядочения при двухступенчатой ТМО обеспечивают гораздо более высокий комплекс магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР, чем одноступенчатая низкотемпературная ТМО. По-видимому, как и после ТМО с предварительным отжигом с двух нагревов двухступенчатая ТМО с подстуживанием приводит к значительному снижению константы наведенной магнитной анизотропии и, как следствие, менее выраженному снижению подвижности ГД при ее росте при последующей низкотемпературной выдержке в ненасыщающем магнитном поле при $T < T_c$. Это приводит к повышению максимальной и низкополевой проницаемости, а также снижению коэрцитивной силы.

Важно отметить, что признаки деградации магнитных свойств вследствие НУ после двухступенчатой ТМО проявляются только в виде роста H_c при температурах второй ступени выше 200 °С, т.е. процесс НУ не приводит к снижению максимальной и низкополевой проницаемостей, что, например, наблюдалось для образцов после ТМО с предварительным отжигом с отдельного нагрева. В то же время, как уже было отмечено ранее, при низких температурах 150-175 °С проведение ТМО с предварительным отжигом более рационально, чем проведение двухступенчатой ТМО, так как приводит к более низким значениям коэрцитивной силы и более высокой проницаемости в разных полях. Можно предположить следующее: в случае двухступенчатой ТМО с подстуживанием до низких температур (разность T_c-$T_{ТМО}$ велика) охлаждение образца ниже T_c происходит достаточно длительное время без приложения магнитного поля (поле включалось только по достижении температуры выдержки), при этом скорость охлаждения невелика (охлаждение с печью), в результате чего можно ожидать заметного ухудшения магнитомягких свойств аморфного сплава из-за пиннинга доменных границ, особо выраженного именно при тех температурах (200-240 °С), соответствующих наиболее высокой K_i, когда к образцу не прикладывалось магнитное поле для подавления этой стабилизации. При этом в случае ТМО с предварительным отжигом охлаждение после релаксационного отжига без поля было с достаточно большей скоростью (на воздухе, что как было ранее показано, приводит к значительному подавлению стабилизации ГД), а последующая ТМО при низкой температуре в виду низкой K_i не приводила к сильному развитию стабилизационных процессов, в результате чего, ненасыщающего магнитного поля напряженностью 46 А/м было достаточно для их подавления.

Напротив, в случае двухступенчатой ТМО с подстуживанием до более высоких температур (разность T_c-$T_{ТМО}$ мала) охлаждение образца без приложения магнитного поля ниже T_c происходит за малое время, новые ГД, образовавшиеся в результате перехода образца в ферромагнитное состояние, не претерпевают значительной стабилизации

вследствие НУ (к тому же, стабилизация подавляется приложением ненасыщающего поля), в связи с чем ухудшения магнитомягких свойств после такой обработки происходить не должно. При этом ровно противоположная ситуация характерна для образцов после ТМО и отжига с двух нагревов, когда в диапазоне температур с наиболее сильным проявлением процесса направленного упорядочения эти образцы находятся достаточно длительное время (в процессе нагрева, выдержки и охлаждения), а поля в 46 А/м, как было показано в подразделе 3.2.1, недостаточно для полной дестабилизации ГД. Как итог, при высоких температурах обработки магнитомягкие свойства после ТМО с предварительным отжигом деградируют сильнее, чем после двухступенчатой ТМО. Описанные процессы никак не сказались на величине проницаемости, измеренной в поле 5 А/м, которая вне зависимости от температуры ТМО (двухступенчатой или с предварительным отжигом) оставалась на уровне 51000. Таким образом, одним из показателей эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле может служить разность T_c-$T_{ТМО}$: если она мала, то для обеспечения высокого комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава целесообразно применять именно двухступенчатую ТМО с одного нагрева; напротив, если эта разность велика, то более эффективной становится ТМО с предварительным отжигом с двух нагревов.

О степени протекания процесса направленного упорядочения можно судить по изменениям $H_{\mu max}$ в процессе обработки, которое, например, значительно выше после одноступенчатой ТМО при $T < T_c$ по сравнению как с двухступенчатой ТМО с 1-ого нагрева, так и с ТМО с предварительным отжигом с 2-ух нагревов. Так, после двухступенчатой ТМО при 150 °С поле максимальной проницаемости выше, чем после ТМО при этой температуре с предварительным отжигом, что подтверждает теорию о более сильной стабилизации ГД при двухступенчатых обработках с большой разницей T_c-$T_{ТМО}$. В случае температуры 175 °С значения поля максимальной проницаемости для обработок с 1-ого и 2-ух нагревов идентичны, а при более высоких температурах $H_{\mu max}$ после двухступенчатой ТМО ниже, чем после ТМО с релаксационным отжигом, что свидетельствует о менее выраженных процессах уменьшения подвижности ГД вследствие НУ.

По сравнению с высокотемпературным отжигом без поля при 400 °С проведение ступенчатой ТМО при 400+Х °С приводит к снижению поля максимальной проницаемости за счет увеличения доли продольно намагниченных областей в доменной структуре, что коррелирует с монотонным увеличением $К_п$ с 0,54 до 0,8 с ростом температуры второй ступени ТМО с 20 до 240 °С. Интересно также, что после двухступенчатой ТМО коэффициент прямоугольности ПГ всегда ниже, чем после ТМО с

предварительным отжигом. При этом при относительно высоких температурах второй ступени (200-240 °С) после двухступенчатой ТМО не наблюдался спад $К_п$, который был зафиксирован, например, после одноступенчатой ТМО при $Т < Т_с$, что свидетельствует об отсутствии стабилизации 90-градусных ДС при двухступенчатой ТМО.

В части эффекта двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле на удельные потери на перемагничивание при различных частотах можно отметить следующие закономерности: по сравнению с одноступенчатой ТМО при $Т < Т_с$ двухступенчатая ТМО при всех рассматриваемых температурах второй ступени приводит к более низким удельным потерям при частоте перемагничивания 400 Гц (положительный эффект составил 10-37 %), а также к более низким потерям при 50 Гц (в случае температур 150, 175, 230 и 240 °С положительный эффект составил 22-37 %). По сравнению с высокотемпературной одноступенчатой ТМО при 400 °С двухступенчатая ТМО приводит к снижению $Р_{уд}$ при f = 50 Гц на 6-14 % (при этом меньшие потери наблюдаются при всех температурах второй ступени, кроме 200 °С), а также к уменьшению $Р_{уд}$ при f = 400 Гц на 22-39 % (положительный эффект наблюдается при любой температуре второй ступени ТМО). По сравнению с высокотемпературным отжигом при 400 °С без последующей ТМО двухступенчатая обработка при всех рассматриваемых температурах второй ступени способствует пониженным удельным потерям при частоте перемагничивания 50 Гц (на 6-29 %), а также в случае температур второй ступени 200 и 230 °С – пониженным потерям при f = 400 Гц (на 3-8 %). По сравнению с ТМО после предварительного отжига двухступенчатая ТМО при любой температуре низкотемпературной ступени приводит к дополнительному уменьшению потерь, измеренных при частоте перемагничивания 50 Гц, на величину до 22 %; положительный эффект от двухступенчатой ТМО с 1-ого нагрева также наблюдается и для потерь при частоте 400 Гц – также на величину более 20 % (при температурах второй ступени 200 и 230 °С). Уменьшение потерь при 50 Гц в результате двухступенчатой ТМО (особо значимое при температурах 175 и 200 °С) можно объяснить более слабым развитием стабилизации ГД, что приводит к пониженным гистерезисным потерям. Снижение потерь при 400 Гц по сравнению с ТМО после предварительным отжигом можно объяснить, проанализировав кривые релаксации напряжений для образцов после этих обработок (рисунок 47).

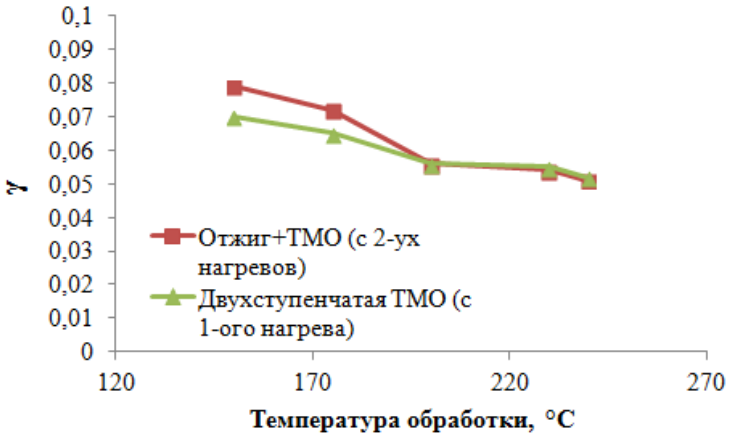


Рисунок 47 – Зависимость степени релаксации изгибных напряжений γ от температуры ТМО после предварительного высокотемпературного отжига (двукратный нагрева) и двухступенчатой ТМО (однократный нагрев)

При низких температурах ТМО степень релаксации после обработок с двукратным нагревом меньше, чем после обработок с однократного нагрева. Таким образом, при температурах 150 и 175 °С уровень внутренних напряжений в ленте после ТМО с предварительным отжигом выше, чем после двухступенчатой ТМО, что должно приводить к более низким потерям на вихревые токи (из-за повышенного электросопротивления) в образцах, которые при частоте перемагничивания 400 Гц играют решающую роль в формировании суммарных потерь на перемагничивание, в результате чего, после обработок с двукратным нагревом $P_{уд}$ ниже, чем после обработок с однократным нагревом. При более высоких температурах второй ступени ТМО (200 и 230 °С) степень завершенности процесса релаксации напряжений одинакова для обработок с однократного и двукратного нагрева (т.е. вихретоковые потери также одинаковы), однако за счет более слабой стабилизации ГД вследствие НУ, потери на гистерезис в случае двухступенчатой ТМО будут ниже, чем в случае ТМО с предварительным отжигом, по причине чего при указанных температурах $P_{уд}$ при f = 400 Гц также будут более низкими.

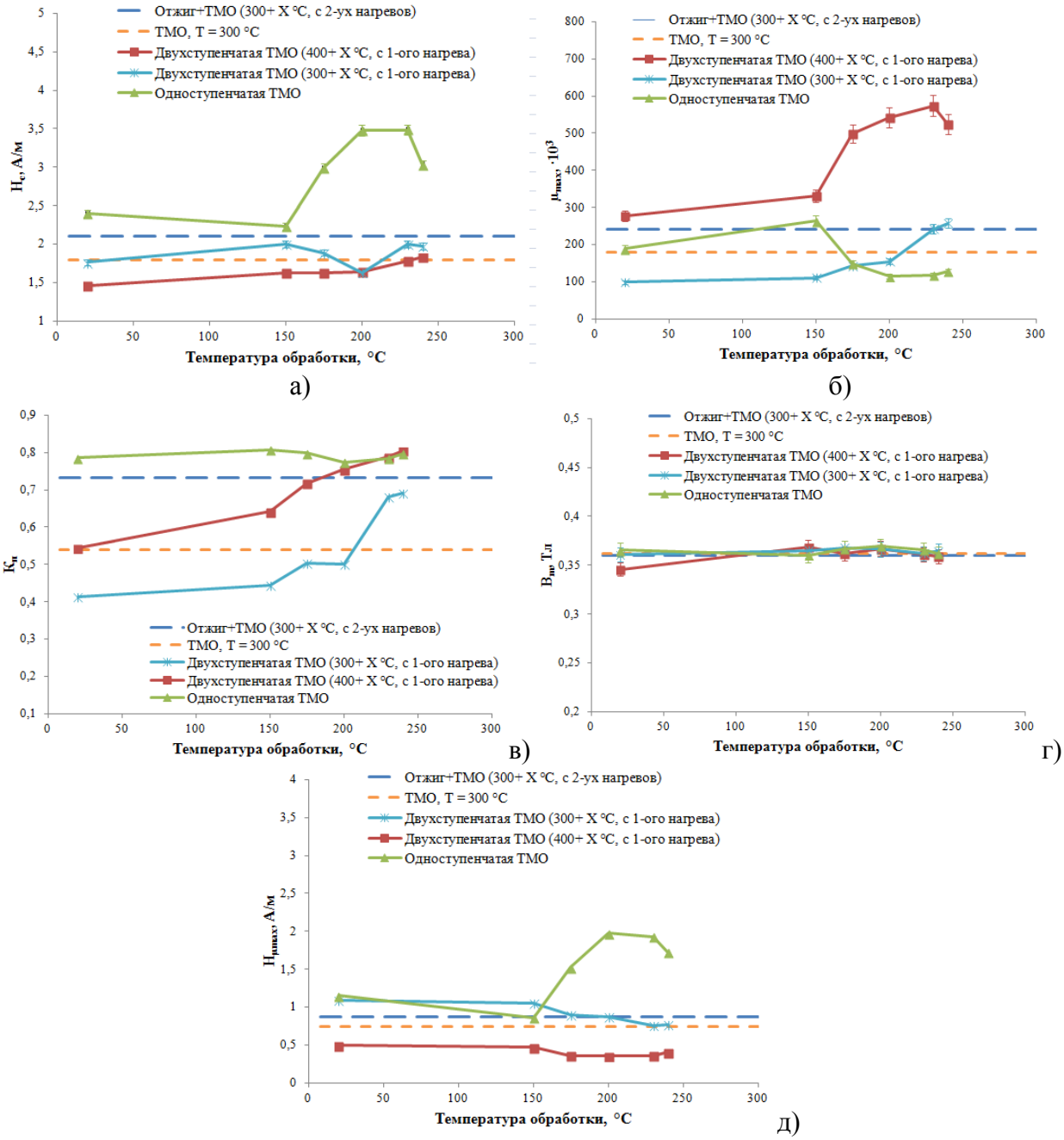
Качественно характер зависимостей $P_{уд}$ при f = 50 и 400 Гц от температуры ТМО для образцов после обработок с 1-ого и 2-ух нагревов одинаков – в случае потерь при частоте 50 Гц наблюдается сначала уменьшение потерь, за которым следует их увеличение и прохождение через максимум при 200 °С. Как уже было отмечено ранее, в подразделе 3.3.1, такая зависимость противоположна наблюдаемой после одноступенчатой низкотемпературной ТМО, что может быть связано со сменой знака магнитострикции насыщения и сопутствующей перестройкой доменной структуры с образованием новых легкоподвижных ДС. В случае потерь при частоте 400 Гц как после

ТМО с 1-ого и 2-ух нагревов, так и после одноступенчатой ТМО при $T < T_c$ при низких температурах наблюдается рост $P_{уд}$, который при температурах выше 150-175 °С сменяется уменьшением потерь с прохождением их через минимум. Подобную закономерность можно объяснить увеличением магнитострикции насыщения, что приводит к усилению влияния внутренних напряжений на магнитные свойства и снижению потерь на вихревые токи.

Наиболее низкие удельные потери на перемагничивание при частоте 50 Гц наблюдаются для образца после двухступенчатой ТМО при температуре второй ступени 175 °С, а при частоте 400 Гц – также после двухступенчатой ТМО, но при температуре второй ступени 230 °С.

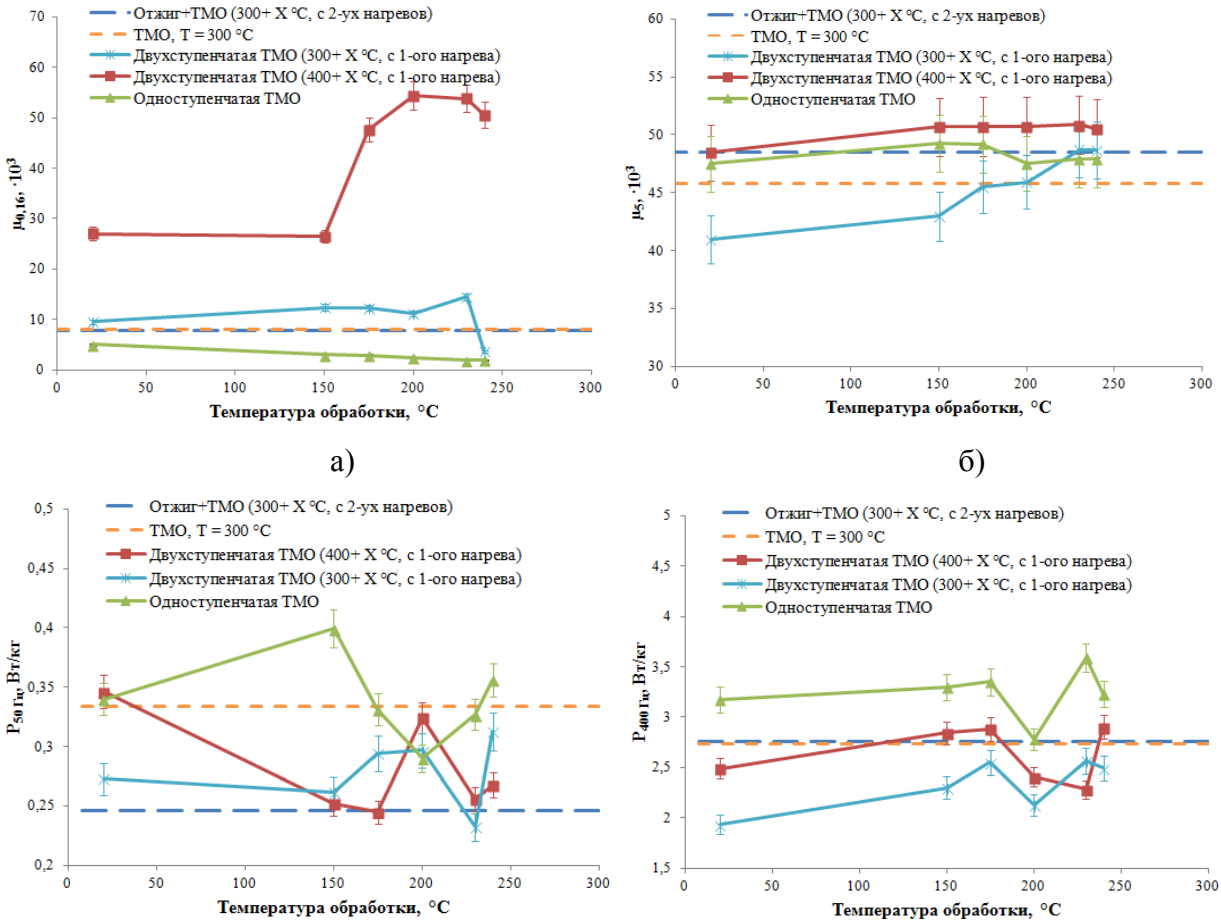
Дополнительно были проведены исследования влияния температуры второй ступени двухступенчатой ТМО с температурой первой ступени в 300 °С. Температура первой ступени выбиралась так, чтобы не привести к охрупчиванию аморфной ленты в соответствии с рисунком 21. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от температуры второй ступени ТМО с выдержкой 10 мин без поля при 300 °С и последующей выдержкой 5 мин в магнитном поле интенсивностью 46 А/м при разных температурах ниже T_c представлены на рисунке 48. На рисунке 49 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: низкополевая проницаемость $\mu_{0,16}$, измеренная в поле 0,16 А/м, проницаемость μ_5, измеренная в поле 5 А/м, а также зависимости удельных потерь на перемагничивание при частотах 50 и 400 Гц.

Для оценки эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле требуется провести сравнение магнитных свойств аморфного сплава после данной обработки со свойствами, во-первых, после одноступенчатой ТМО (низкотемпературной (при $T < T_c$), а также при температуре первой ступени 300 °С), а также после двухступенчатой ТМО при температурах 400+X °С. На графики также нанесены точки при T = 20 °С, соответствующие проведению только высокотемпературного отжига при 300 °С без последующей ТМО.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) $H_{\mu max}$.

Рисунок 48 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от температуры второй ступени ТМО в ненасыщающем поле (ТМО при 300+X °C с 1-ого нагрева) (для сравнения на графиках также приведены зависимости магнитных параметров от температуры ТМО в ненасыщающем поле после предварительного высокотемпературного отжига (ТМО при 400+X °C с 1-ого нагрева), а также одноступенчатой ТМО)



а) $\mu_{0,16}$; б) μ_5; в) $P_{уд}$ (f = 50 Гц; B_m = 0,3 Тл); г) $P_{уд}$ (f = 400 Гц; B_m = 0,3 Тл).

Рисунок 49 – Магнитные свойства аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от температуры второй ступени ТМО в ненасыщающем поле (ТМО при 300+X °C с 1-ого нагрева)

(для сравнения на графиках также приведены зависимости магнитных параметров от температуры ТМО в ненасыщающем поле после предварительного высокотемпературного отжига (ТМО при 400+X °C с 1-ого нагрева), а также одноступенчатой ТМО)

Вследствие того, что при температуре первой ступени ТМО, равной 300 °C, наблюдался максимум магнитострикции насыщения в соответствии с [122], а также так как степень релаксации после обработки при такой температуре значительно ниже, чем после двухступенчатой ТМО с первой ступенью при 400 °C (рисунок 50), поэтому вполне ожидаемыми являются результаты, показывающие, что образцы после двухступенчатой ТМО 300+X °C характеризуются более низким уровнем статических магнитомягких свойств, чем образцы после ТМО 400+X °C: более низкими максимальной и низкополевой проницаемостями, более высокой коэрцитивной силой.

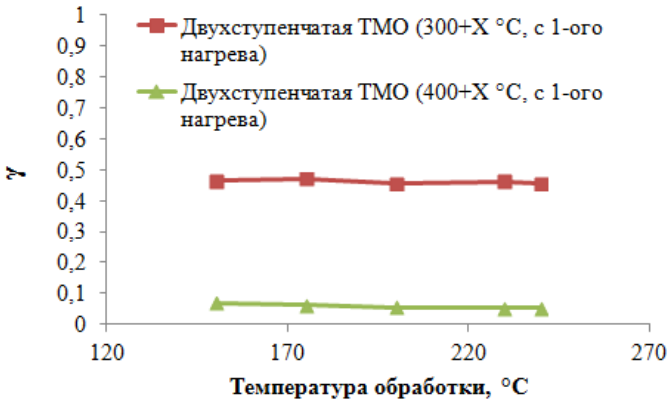


Рисунок 50 – Зависимость степени релаксации изгибных напряжений γ от температуры второй ступени двухступенчатой ТМО с температурами первой ступени 300 и 400 °С

В то же время, в случае температуры второй ступени в магнитном поле 200 °С значения коэрцитивной силы после обработок при 400+Х °С и 300+Х °С различаются менее, чем на 1 %. Кроме того, после ТМО при температуре второй ступени 200-230 °С были получены более низкие по сравнению с двухступенчатой ТМО при 400+Х °С удельные потери на перемагничивание при частоте 50 Гц (примерно на 9 %). После обработок с первой ступенью при более низкой температуре также наблюдаются низкие $P_{уд}$ при f = 400 Гц – на 12-19 % ниже, чем после двухступенчатой ТМО при 400+Х °С.

Проведем сравнение магнитных свойств сплава 84КХСР после двухступенчатой ТМО при температурах 300+Х °С и после одноступенчатых ТМО при температурах 150-240 °С, а также 300 °С: крайне наглядными являются значительно более низкие значения H_c после двухступенчатой обработки по сравнению с одноступенчатой при $T < T_c$ (на 10-53 % ниже, в зависимости от температуры второй ступени). Примечательной также является и высокая эффективность двухступенчатой ТМО без охрупчивания в части повышения максимальной проницаемости, которая наблюдается при температурах 200-240 °С (положительный эффект составил 35-104 %), а также низкополевой проницаемости, которая выше после двухступенчатой ТМО в 2-8 раз по сравнению с одноступенчатой низкотемпературной ТМО. Проницаемость в поле 5 А/м после двухступенчатой ТМО при температурах второй ступени 150-200 °С ниже, чем после одноступенчатой обработки при соответствующих температурах; при Т = 230-240 °С значения μ_5 после одноступенчатой и двухступенчатой обработок идентичны. По сравнению с одноступенчатой ТМО при температуре ниже T_c двухступенчатая ТМО при 300+Х °С также позволяет получить более низкие удельные потери на перемагничивание при частотах 50 Гц (на 11-35 % ниже) и 400 Гц (на 23-30 % ниже).

По результатам сравнения магнитных свойств аморфного сплава после двухступенчатой ТМО при температурах 300+Х °С и после одноступенчатой ТМО в ненасыщающем поле при 300 °С можно отметить следующее: при всех рассматриваемых температурах второй ступени ТМО, кроме 200 °С, H_c после одноступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле ниже, чем после двухступенчатого (при этом положительный эффект по H_c от двухступенчатой ТМО при температурах 300+200 °С составил 9 %). Двухступенчатая ТМО без охрупчивания позволяет дополнительно повысить μ_{max} на 36-44 % и μ_5 на 1-6 % (в случае, если температура второй ступени обработки составляет 230 или 240 °С), а также $\mu_{0,16}$ на 39-80 % (при температуре второй ступени 150-230 °С). При любой из рассматриваемых температуре второй ступени ТМО $P_{уд}$ при f = 50 и 400 Гц после двухступенчатой обработки ниже на 7-30 % и 6-22 %, соответственно, по сравнению с одноступенчатой ТМО при 300 °С.

По сравнению с отжигом без поля при 300 °С двухступенчатая ТМО при температурах 300+200 °С позволяет на 7 % снизить коэрцитивную силу. Проницаемости μ_{max}, μ_5 и $\mu_{0,16}$ после ТМО при 300+Х °С всегда выше (на 12-160 %, 5-19 % и 17-51 %, соответственно), чем после отжига без поля. Повышенные μ_{max} и μ_5 связаны с большей долей продольных доменов в доменной структуре после ТМО и коррелирует с более высокими значениями $К_п$ и более низкими $H_{\mu max}$. Имеется возможность снижения $P_{уд}$ при f = 50 Гц в результате двухступенчатой ТМО на величину до 15 %, при этом потери на перемагничивание при частоте 400 Гц после отжига без поля при 300 °С всегда ниже, чем после двухступенчатой ТМО при 300+Х °С.

Двухступенчатая ТМО при температурах 300+240 °С (с 1-ого нагрева) позволяет получить более низкую коэрцитивную силу и $P_{уд}$ при f = 400 Гц, а также более высокие значения проницаемостей μ_{max}, μ_5 и $\mu_{0,16}$, чем после ТМО с предварительным отжигом при 300+240 °С (с двукратного нагрева), что связано с более полным протеканием процессов стабилизации ГД вследствие НУ в результате ТМО с предварительным отжигом (поскольку разница T_c-$T_{ТМО}$ мала) и согласуется с объяснением, предложенным для интерпретации результатов влияния на свойства ТМО с однократным и двукратным нагревом при температурах 400+Х °С.

Таким образом, двухступенчатая ТМО при температуре первой ступени 300 °С, не приводящая к охрупчиванию аморфной ленты, в зависимости от температуры второй ступени в магнитном поле позволяет получить достаточно высокий уровень магнитных свойств – более низкую коэрцитивную силу и потери на перемагничивание при 50 Гц и более высокую низкополевую проницаемость (за счет снижения влияния стабилизационных процессов), чем после отжига без поля при 300 °С или

одноступенчатой ТМО при 300 °С, а также после одноступенчатой ТМО при $T < T_c$; более высокую максимальную проницаемость, чем после отжига без поля при 300 °С или одноступенчатой ТМО при 300 °С, чем после одноступенчатой ТМО при $T < T_c$; более низкие удельные потери на перемагничивание при частоте 400 Гц, чем после одноступенчатой ТМО при 300 °С и при $T < T_c$ (из-за более высокой магнитострикции, вероятно, приводящей к росту электросопротивления и снижению потерь на вихревые токи).

В заключении данного раздела рассмотрим возможный эффект от двухступенчатой ТМО с точки зрения энергосбережения. В среднем, одна термическая обработка с выдержкой 10 мин занимает 35 мин. Соответственно, для проведения ТМО с предварительным отжигом (с двукратным нагревом и двумя выдержками 10 и 5 мин) требуется 65 мин. Проведение двухступенчатой ТМО с однократным нагревом требует 45-50 мин (в зависимости от температуры второй, низкотемпературной, ступени). Таким образом, положительный эффект от сокращения времени обработки составляет 23-31 %, что в совокупности с крайне благоприятным комплексом магнитных свойств, получаемым за счет применения двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле, а также возможностью получения достаточно хороших магнитомягких свойств без охрупчивания аморфной ленты, говорит о перспективности применения на практике рассматриваемой обработки.

3.3.1 Заключение

Комбинированные обработки с приложением ненасыщающего магнитного поля, включающие в себя предварительную высокотемпературную ступень без поля для снятия напряжений и низкотемпературную ступень (с подстуживанием или с отдельного нагрева до температур ниже T_c) для создания нужного типа магнитной анизотропии, позволяют значительно улучшить магнитомягкие свойства аморфного сплава 84КХСР по сравнению с состояниями после отжига без поля или после ТМО без отжига, что выражается в пониженных значениях коэрцитивной силы и удельных потерь на перемагничивание, а также в повышенных значениях максимальной, низкополевой проницаемости и проницаемости в поле 5 А/м.

В случае проведения второй ступени комбинированной обработки при температурах, близких к T_c, двухступенчатая ТМО (с 1-ого нагрева) приводит к получению более благоприятного комплекса магнитомягких свойств АММС на основе Со, чем ТМО с предварительным отжигом (с 2-ух нагревов).

Двухступенчатая ТМО при температуре первой ступени 300 °С, не приводящая к охрупчиванию аморфной ленты, позволяет обеспечить достаточно высокий уровень магнитных свойств сплава 84КХСР. В зависимости от температуры низкотемпературной ступени в магнитном поле существует возможность получения более низкой коэрцитивной силы и потерь на перемагничивание при 50 Гц, а также более высокой низкополевой и максимальной проницаемостей по сравнению с отжигом без поля или одноступенчатой ТМО при 300 °С, а также после одноступенчатой ТМО при $T < T_c$.

Положительный эффект от сокращения времени обработки при реализации двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле составляет 23-31 % (по сравнению со временем, затрачиваемым на ТМО с предварительным отжигом), что в совокупности с крайне благоприятным комплексом магнитных свойств, обеспечиваемым за счет ее применения, а также возможностью получения достаточно хороших магнитомягких свойств без охрупчивания аморфной ленты, говорит о перспективности использования на практике рассмотренной обработки.

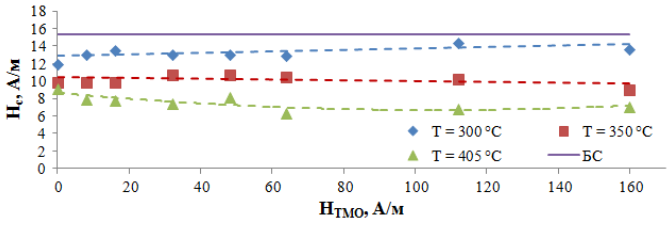
3.4 Изучение влияния различных факторов на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

3.4.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe

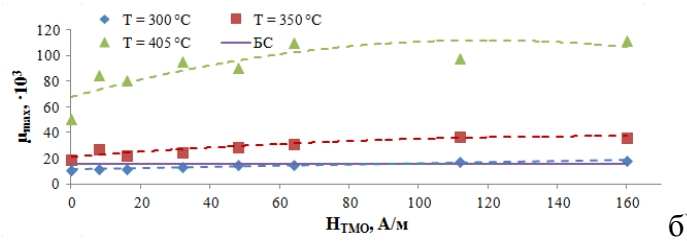
Для выявления закономерностей влияния величины магнитного поля при отжиге на основании кривой релаксации напряжений (рисунок 20) для дальнейшего изучения влияния интенсивности ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства были выбраны три температуры обработки: 300, 350 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 51. На рисунке 51 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях: низкополевая проницаемость $\mu_{низкопол}$, являющаяся аналогом начальной проницаемости, измерялась в поле 2 А/м; проницаемость μ_{30} измерялась в поле 30 А/м.

Для сравнения на рисунке 51 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС), а также после отжига без магнитного поля (при нулевой интенсивности поля).

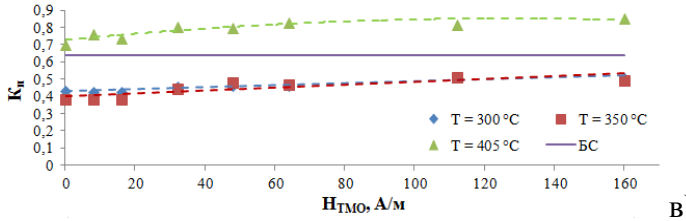
Отжиг в ненасыщающем поле приводит к достаточно значимым, но не монотонным изменениям максимальной индукции B_m сплава 2НСР: после ТМО при 300 °С B_m в зависимости от приложенного при обработке поля различалась на 1-11 %, после ТМО при 350 °С – на 2-12 %, после ТМО при 350 °С – на 1-4 %. При этом наибольшие значения максимальной индукции получены в полях ТМО со значительно различающейся напряженностью – 64 А/м ($T_{ТМО}$ = 300 °С), 16 А/м ($T_{ТМО}$ = 350 °С), 8 А/м ($T_{ТМО}$ = 405 °С). Таким образом, выявить закономерности влияния поля ТМО на B_m не представляется возможным, а различия данного параметра для образцов после разных обработок, вероятно, обусловлено несколько различающимся их исходным состоянием в части неоднородности химического состава плавки сплава по длине ленты и т.д.



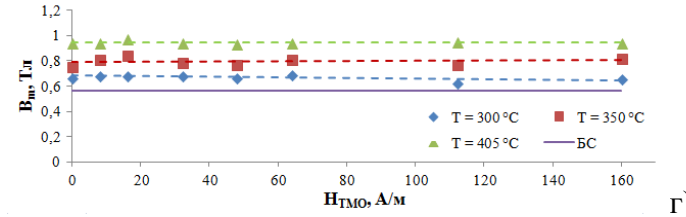
а)



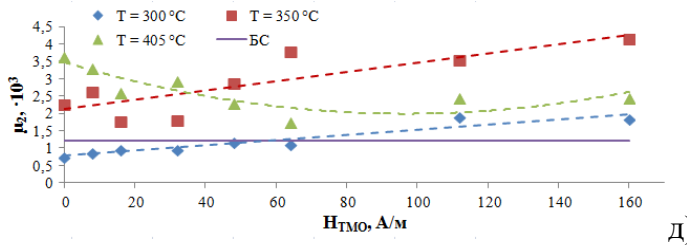
б)



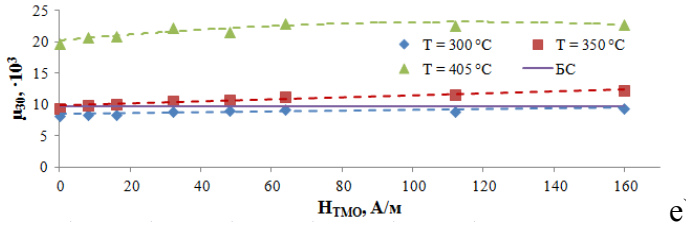
в)



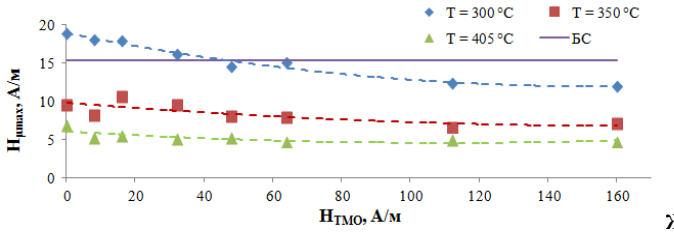
г)



д)



е)



ж)

а) H_c; б) μ_{max}; в) $К_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 51 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

По сравнению с быстрозакаленным состоянием ТМО при любой из трех рассматриваемых температур привела к снижению H_c аморфного сплава на 6-58 % вследствие интенсивного развития релаксации напряжений, играющей для сплава 2HCP с высокой константой магнитоупругой анизотропии наиболее значительную роль в формировании магнитных свойств. Наименьшая H_c после обработок при 300 °С получена на образце после отжига без поля, в результате чего на зависимости H_c от поля ТМО при 300 °С с ростом $H_{ТМО}$ наблюдается слабый восходящий тренд. Стоит отметить, что пониженное значение коэрцитивной силы после отжига по сравнению с ТМО может быть обусловлено наличием значительной перетянутости ПГ для образца после отжига (искажения проявляются уже в первом квадранте) такого типа, в результате которого для образца с некоторой промежуточной степенью стабилизации ГД вследствие НУ коэрцитивная сила будет ниже, чем для образца, характеризующегося большей подвижностью ГД (как после ТМО в ненасыщающем поле, в результате которой перетянутость ПГ была устранена) (типы 1 и 3 на рисунке 52).

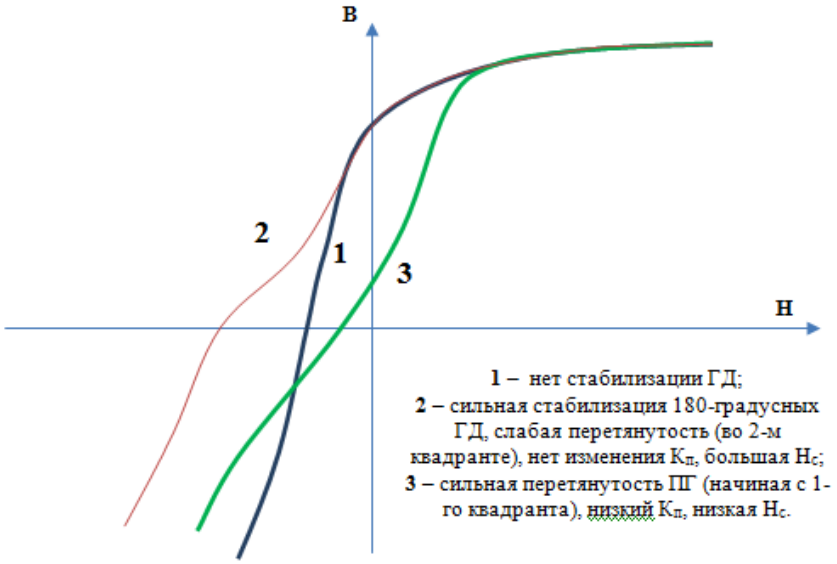


Рисунок 52 – Схематичные изображения нисходящей ветви ПГ, демонстрирующие различные типы ее искажений в зависимости от степени стабилизации ГД в образце

При этом отсутствие эффекта от ТМО при 300 °С в ненасыщающем поле в части снижения H_c может быть также связано с тем, что при относительно низкой степени релаксации внутренних напряжений в аморфной ленте, дестабилизация ГД не приводит к улучшению коэрцитивной силы сплава, поскольку уровень внутренних напряжений, как было видно из результатов экспериментов в других разделах, очень часто оказывает определяющее влияние на формирование H_c. Аналогичная ситуация наблюдается и после

ТМО при 350 °С: наблюдается очень слабый убывающий тренд на зависимости H_c от $H_{ТМО}$, т.е. дестабилизация ГД практически не приводит к снижению H_c, однако при этом для обработок при 350 °С наименьшая H_c была получена после ТМО в поле 160 А/м, а после отжига без поля, напротив, наблюдалась достаточно высокая коэрцитивная сила, так как, в отличие от обработок при 300 °С, перетянутость ПГ, связанная со стабилизацией доменов вблизи 90-градусных ГД и увеличением вклада обратимого смещения 90-градусных ГД, не проявлялась.

Следует отметить, что низкополевая проницаемость для образцов аморфного сплава после обработок при 300 и 350 °С оказалась более чувствительна к дестабилизации границ доменов, чем коэрцитивная сила: так, в случае температуры обработки 300 °С наблюдался монотонный рост μ_2 при увеличении поля ТМО, наименьшая μ_2 получена для образца после отжига без поля, а наибольшая – после ТМО в поле 112 А/м (положительный эффект от ТМО составил 156 %); в случае температуры обработки 350 °С также наблюдается тенденция роста μ_2 с увеличением поля ТМО, а наибольшая низкополевая проницаемость была получена после ТМО в поле 160 А/м (на 83 % выше, чем после отжига без поля).

В практически полностью релаксированном состоянии, после ТМО при 405 °С, наблюдалось уменьшение H_c с ростом поля ТМО связанное, во-первых, с дестабилизацией ГД, а, во-вторых, с тем, что в участках образца с дестабилизированными, а потому и легкоподвижными доменными стенками происходило наведение продольной магнитной анизотропии, что способствовало упрощению доменной структуры, снижению количества центров пиннинга ГД и, как следствие, облегчение перемагничивания и снижение коэрцитивной силы на 11-30 %. При этом наименьшая H_c была получена после ТМО в поле 64 А/м; при более высокой напряженности прикладываемого при ТМО поля произошел рост коэрцитивной силы на 11 % по сравнению с минимальным при данной температуре ее значением. В то же время, усиление продольной магнитной текстуры в результате ТМО при 405 °С приводит к значительному снижению удельной площади ГД, что приводит к снижению μ_2 на 9-52 % (в зависимости от поля при ТМО). Интересно, что снижение низкополевой проницаемости с ростом поля ТМО наблюдалось лишь при $T_{ТМО}$ = 405 °С; можно предположить, что при более низких температурах эффект от дестабилизации ГД, способствующий повышению μ_2, перевешивает эффект от восстановления продольной магнитной текстуры, присутствовавшей в аморфной ленте после быстрой закалки (в исходном состоянии $K_п$ = 0,64), приводящий к снижению μ_2; при высокой температуре 405 °С в условиях пониженной K_i (и, как следствие, слабой стабилизации ГД) и малой доли несрелаксировавших изгибных напряжений в ленте

определяющим фактором в формировании низкополевой проницаемости становится именно степень продольной магнитной текстуры, которая чем больше, тем ниже μ_2. Закономерности изменения низкополевой проницаемости для разных температур обработки также согласуются с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111], в соответствии с которой начальная проницаемость изменяется по кривой с максимумом, соответствующим значению $К_п < 0,5$, при котором наблюдается наибольшая дисперсность ДС и, как следствие, высокая удельная площадь ГД. В результате, следует ожидать более высокие значения начальной (и низкополевой) проницаемости в результате обработок при 300 и 350 °С по сравнению с 405 °С. В соответствии с упомянутой моделью можно также ожидать рост коэрцитивной силы с усилением продольной магнитной текстуры, что и наблюдалось при увеличении поля ТМО с 64 до 160 А/м при $Т_{ТМО}$ = 405 °С, что связано с увеличением удельной энергии 180-градусных ГД и ее производных по координате.

Факт увеличения доли областей с продольной намагниченностью в доменной структуре образцов с ростом поля ТМО со всеми вытекающими из этого следствиями имел место при всех рассматриваемых температурах обработки: во-первых, при всех рассматриваемых температурах обработки $Н_{μmax}$ монотонно убывало с ростом поля ТМО; при 300 °С увеличение поля ТМО с 0 до 160 А/м также привело к росту μ_{max} на 62 %, μ_{30} на 15 %, $К_п$ с 0,43 до 0,51; при 350 °С увеличение поля ТМО способствовало росту μ_{max} на 90 %, μ_{30} на 32 %, $К_п$ с 0,39 до 0,51; при 405 °С вследствие увеличения поля ТМО проницаемости μ_{max} и μ_{30} выросли на 118 % и 16 %, соответственно, а $К_п$ увеличился с 0,7 до 0,86. Отсюда следует, что наибольший рост как $К_п$, так и μ_{max} в результате приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге наблюдался именно при температуре обработок 405 °С. Кроме того, наиболее высокие значения $К_п$ и проницаемостей μ_{max} и μ_{30} также наблюдались в результате ТМО при 405 °С, что подтверждает вывод, сделанный на основании данных в других разделах настоящей работы, о необходимости высокой степени завершенности релаксационных процессов для обеспечения высокой степени остроты продольной магнитной текстуры, обеспечивающей получение высоких значений максимальной проницаемости, а также проницаемости в больших полях.

Проведем анализ величины поля при ТМО, необходимого для наиболее значительного улучшения разных магнитомягких свойств аморфного сплава 2НСР: при $Т_{ТМО}$ = 300 °С наибольшая максимальная проницаемость и проницаемость в большом поле получены после ТМО в поле 160 А/м, низкополевая проницаемость – при поле ТМО 112 А/м, наименьшая коэрцитивная сила – при поле ТМО 64 А/м (с учетом, что еще более низкая коэрцитивная сила получена после отжига без поля в результате возникновения

перетянутости ПГ); при $T_{ТМО}$ = 350 °С наибольшая максимальная проницаемость получена после ТМО в поле 112 А/м, низкополевая проницаемость и проницаемость в большом поле – при поле ТМО 160 А/м, наименьшая коэрцитивная сила – при поле ТМО 160 А/м; при $T_{ТМО}$ = 405 °С наибольшая максимальная проницаемость получена после ТМО в поле 160 А/м, наименьшая коэрцитивная сила и наибольшая проницаемость μ_{30} – при поле ТМО 64 А/м (по причине значительного негативного влияния наведенной продольной магнитной анизотропии на формирование низкополевой проницаемости в результате ТМО при 405 °С определить оптимальное поле ТМО для получения наибольшей μ_2 не представляется возможным, однако очевидно, что это поле, при необходимости его приложения, должно быть минимальным, чтобы не допустить значительного усиления продольной магнитной текстуры).

Для обоснования выбора оптимальной интенсивности магнитного поля, необходимого при отжиге для наиболее значительного улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ рассмотрим зависимость B_r от максимального поля измерений H_m (рисунок 53).

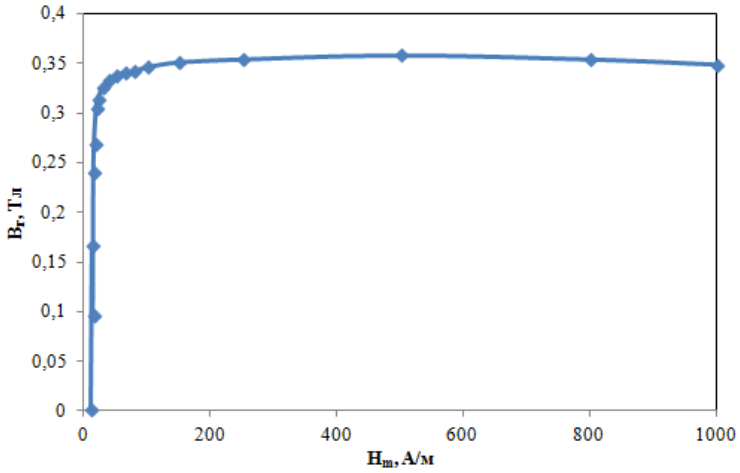


Рисунок 53 – Зависимость $B_r(H_m)$ для аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в быстрозакаленном состоянии

С увеличением H_m в малых полях B_r резко возрастает, достигая промежуточного насыщения ($B_r \approx 0{,}34$ Тл) в поле H_{rs1} = 65 А/м, за которым следует дополнительное повышение остаточной индукции до 0,35 Тл в поле H_{rs2} = 150 А/м с последующим незначительным снижением B_r по мере дальнейшего увеличения H_m. Таким образом, достижение насыщения остаточной индукции с ростом поля измерений происходит двухступенчато, что может быть связано с тем, что для исследуемого аморфного сплава присутствуют несколько стадий перемагничивания, связанные с тем, что в образце

имеются центры задержки границ доменов, как минимум, двух типов, соответствующих 180-градусным и 90-градусным границам доменов.

На основании рисунка 53 магнитные поля напряженностью 64-160 А/м, позволяющие при отжиге добиться значительного улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава при разных температурах ТМО, располагаются на участке, соответствующем насыщению на зависимости $B_r(H_m)$, и превышают значение полей H_{rs1} или H_{rs2}. Таким образом, установлено, что для аморфного сплава на основе Fe достижение наибольшей эффективности отжига в ненасыщающем магнитном поле также как и для кобальтового АММС достигается при интенсивности этого поля, превышающей поле выхода на насыщение остаточной индукции H_{rs}.

Таким образом, можно утверждать, что в АММС на основе Fe (также как и для кобальтовых сплавов) процессы стабилизации ГД вследствие НУ, протекающие при температурах ниже T_c, приводят к деградации всех рассмотренных видов магнитной проницаемости – и низкополевой, и максимальной, и измеренной в большом поле. Направленное упорядочение приводит к разрушению исходной продольной магнитной текстуры, образовавшейся в аморфной ленте в процессе ее спиннингования. При этом повышения коэрцитивной силы из-за стабилизации ГД по сравнению с быстрозакаленным состоянием не происходит, что, вероятно, обусловлено более сильным влиянием магнитоупругой анизотропии на формирование H_c нежели наведенной магнитной анизотропии. В условиях достаточно высокой доли несрелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте дестабилизация ГД при ТМО в ненасыщающем поле (также как и стабилизационные процессы) не вызывает практически никаких однонаправленных изменений коэрцитивной силы. Повышение подвижности ГД, происходящее при ТМО в полях больше, чем H_{rs}, приводит к увеличению доли продольно намагниченных областей в доменной структуре образца и восстановлению исходной продольной текстуры, а также сильному улучшению уровня всех магнитомягких свойств аморфного сплава (снижению H_c (в случае малой доли несрелаксировавших напряжений), увеличению $\mu_{низкопол}$, μ_5 и μ_{max}). Наибольшая максимальная проницаемость наблюдается после ТМО при температуре, соответствующей практически полностью завершившейся релаксации напряжений. При этом высокая степень продольной магнитной текстуры, достигаемая на полностью срелаксировавших лентах, приводит к снижению удельной площади ГД, что вызывает уменьшение низкополевой проницаемости.

С целью обобщения закономерностей влияния величины поля ТМО на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента

корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции напряженности поля ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Значение коэффициента корреляции для величины поля ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**μ_{30}**	**B_m**	**$К_п$**
300	0,641058	-0,94776	0,970386	0,948029	0,828423	-0,61336	0,937387
350	-0,42115	-0,77465	0,902999	0,832825	0,961884	0,118996	0,852865
405	-0,6316	-0,63084	0,73916	-0,54967	0,788691	-0,17901	0,831605

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния на магнитные свойства такого фактора, как величина продольного ненасыщающего поля при ТМО, а также в преимущественном большинстве случаев подтвердили все установленные ранее закономерности влияния напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства АММС на основе железа. Так, для B_m характерно отсутствие связи с полем ТМО при 350 и 405 °С, а также обратная зависимость средней силы от поля ТМО при 300 °С. Положительная связь средней силы для H_c и $H_{ТМО}$ при 300 °С вызвана заниженным значением данного параметра в состоянии после отжига без поля вследствие перетянутости ПГ; при двух других температурах наблюдалась обратная связь коэрцитивной силы с величиной приложенного при ТМО поля, связанная с эффектом от повышения подвижности ГД при приложении всё большего поля при обработке, а также с увеличением доли продольно намагниченных областей в ДС и упрощением ДС с сопутствующим снижением центров пиннинга ГД. Для низкополевой проницаемости при 300 и 350 °С наблюдалась сильная прямая связь с полем ТМО, а при 405 °С – отрицательная связь средней силы, что согласуется с описанными и интерпретированными ранее закономерностями. Для магнитных свойств, в значительной степени определяющихся степенью и типом магнитной текстуры в образце (μ_{max}, $К_п$, μ_{30}) характерна прямая достаточно сильная зависимость от напряженности магнитного поля при ТМО при всех рассматриваемых температурах, а для $H_{\mu max}$ – обратная.

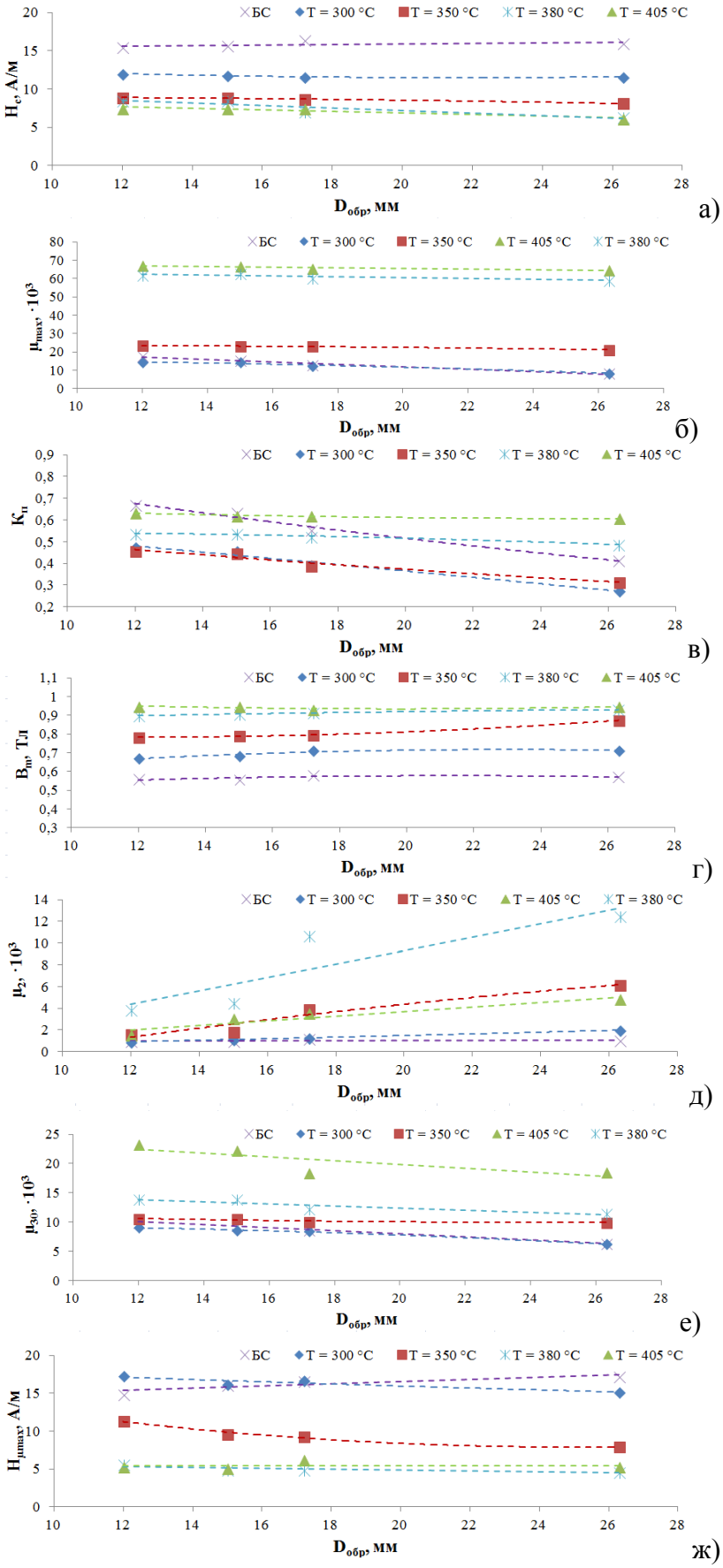
3.4.2 Изучение влияния диаметра кольцевого образца при отжиге в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe

Для выявления закономерностей влияния диаметра кольцевого образца, определяющего уровень изгибных напряжений в аморфной ленте, на магнитные свойства сплава 2НСР при ТМО на основании кривой релаксации напряжений (рисунок 20) для дальнейшего изучения были выбраны четыре температуры обработки: 300, 350, 380 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от диаметра кольцевого образца при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 54. На рисунке 54 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях: низкополевая проницаемость μ_2 и проницаемость μ_{30}.

Для сравнения на рисунке 54 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС) в зависимости от диаметра образца.

Следует сразу отметить, что некоторая часть тенденций зависимостей различных магнитных свойств от величины диаметра кольцевого образца аморфного сплава на основе Fe после отжига в ненасыщающем поле соответствует таковым зависимостям для образцов в быстрозакаленном состоянии. Причем данное утверждение выполняется при всех трех выбранных температурах обработки, в том числе, при $T_{ТМО}$ = 405 °С, когда процессы релаксации напряжений завершены более чем на 95 %. Так, например, с увеличением диаметра наблюдается уменьшение проницаемостей μ_{max} и μ_{30}, а также $К_п$ вне зависимости от того, был ли образец подвергнут термообработке.

С увеличением диаметра образца и уменьшением величины изгибных напряжений как для лент после термообработки наблюдается рост низкополевой проницаемости: наименее интенсивный рост μ_2 с уменьшением изгибных напряжений в аморфной ленте происходил после ТМО при 300 °С относительное увеличение μ_2 на образце диаметром 26 мм по сравнению с образцом диаметром 12 мм составляло от 114 % , после ТМО при 350 °С – 289 %, после ТМО при 380 °С – 226 % и, наконец, после ТМО при 405 °С – 218 %.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $К_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 54 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от диаметра кольцевого образца при отжиге при различных температурах

Таким образом, за счет высокой константы магнитоупругой анизотропии, характерной для сплава в быстрозакаленном состоянии, а также при слабой степени релаксации напряжений, уменьшение напряжений изгиба способствует меньшим изменениям низкополевой проницаемости, чем в малой доли несрелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте.

Наиболее высокий уровень μ_2 обеспечивается при проведении ТМО при 380 °С (для образца большого диаметра увеличение μ_2 по сравнению с тремя другими температурами составило 103-529 %). После ТМО при 300 °С наблюдалась наименьшая низкополевая проницаемость, что связано с одновременно высокими значениями констант наведенной магнитной анизотропии и магнитоупругой анизотропии. Пониженные значения μ_2 после ТМО при 405 °С по сравнению с ТМО при 380 °С обусловлены наиболее высокой степенью продольной магнитной текстуры в образцах в результате ТМО при Т = 405 °С ($К_п$ = 0,6-0,67) (что также подтверждается наибольшими значениями μ_{max} и μ_{30} при любом диаметре образца) среди всех четырех рассматриваемых температур обработки, которая приводит к малой удельной площади ГД и снижению μ_2.

Увеличение диаметра образца приводит к повышению B_m, причем большее повышению максимальной индукции наблюдалось при промежуточных значениях константы магнитоупругой анизотропии (при $Т_{ТМО}$ = 300 и 350 °С): в результате ТМО при 300 °С рост B_m составил 6 %, при 350 °С – 12 %, при 380 °С – 4 %, при 405 °С – всего 1 %. В быстрозакаленном состоянии ($К_\sigma$ высока) увеличение B_m для образца большого диаметра также было небольшим – 2 % по сравнению с образцом малого диаметра.

Помимо увеличения низкополевой проницаемости, после ТМО в ненасыщающем поле увеличение диаметра кольцевого образца как для лент аморфного сплава в исходном состоянии, так и после отжига в ненасыщающем поле приводит к снижению H_c, μ_{max}, μ_5 и $К_п$. После ТМО в ненасыщающем поле при 300 °С по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 3 %, $К_п$ на 42 %, μ_{max} на 41 % и μ_{30} на 32 %. В случае ТМО в ненасыщающем поле при 350 °С по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 9 %, $К_п$ на 31 %, μ_{max} на 10 % и μ_{30} на 5 %. В случае ТМО в ненасыщающем поле при 380 °С по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 26 %, $К_п$ на 10 %, μ_{max} на 5 % и μ_{30} на 18 %. После ТМО в ненасыщающем поле при 405 °С увеличение диаметра кольцевого образца привело к уменьшению H_c на 19 %, $К_п$ на 5 %, μ_{max} на 4 % и μ_{30} на 20 %. При этом в быстрозакаленном состоянии по сравнению с образцом диаметром 12 мм для образца диаметром 26 мм наблюдается уменьшение H_c на 4 %, $К_п$ на 38 %, μ_{max} на 37 %, μ_{30} на

32 %. Таким образом, чем меньше константа магнитоупругой анизотропии сплава при ТМО, тем к менее значительному снижению максимальной проницаемости и коэффициента прямоугольности ПГ приводит увеличение диаметра кольцевого образца. Наиболее сильное уменьшение H_c в результате снижения уровня изгибных напряжений в образце также как и наибольшее повышение μ_2 наблюдалось при $T_{ТМО}$ = 380 °С, соответствующей промежуточным значениям K_i и K_σ.

С учетом того, что применение при ТМО образцов большого диаметра приводит к снижению коэрцитивной силы и повышению низкополевой проницаемости, наименьшая H_c, достигнутая путем варьирования диаметра образца при ТМО, получена для образцов после ТМО при 405 °С (при этом H_c после ТМО при 380 °С выше всего на 3 %), наибольшая низкополевая проницаемость, как уже ранее отмечалось, после ТМО при 380 °С, наиболее высокие максимальная проницаемость и проницаемость в большом поле – после ТМО при 405 °С (для образца диаметром 12 мм). В части проницаемости μ_{30}, в отличие от μ_{max}, наблюдается значительная разница между значениями данного параметра после ТМО при 380 и 405 °С: μ_{30} на 67 % выше после ТМО 405 °С.

В отличие от сплава 84КХСР для 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле при температурах 300, 350 и 380 °С наблюдалось уменьшение $H_{\mu max}$ при уменьшении уровня изгибных напряжений (увеличении диаметра образца). Так, для АММС 84КХСР обратная зависимость $H_{\mu max}$ от диаметра была получена только после ТМО, приводящей к повышению λ_s ($T_{ТМО}$ = 240 °С). Для сплава 2НСР характерно монотонное уменьшение величины поля максимальной проницаемости, в значительной степени формирующейся под действием как K_i, так и K_σ (как было показано в предыдущих сериях экспериментов), при уменьшении доли продольно намагниченных областей в ферромагнетике и увеличении обратимого вклада от вращения намагниченности. При этом при температуре ТМО 405 °С, при малой доли несрелаксировавших внутренних напряжений в образце, отсутствует монотонная зависимость $H_{\mu max}$ от величины диаметра кольцевого образца. Подобное поведение $H_{\mu max}$ может быть обусловлено тем, что для сплава 2НСР вне зависимости от обработки λ_s сохраняется высокой, в результате чего влияние K_σ на разные магнитные свойства, в том числе, на $H_{\mu max}$ превалирует над влиянием K_i. Как итог, больший диаметр образца, приводящий к снижению уровня изгибных напряжений и K_σ, позволяет получить пониженное $H_{\mu max}$ при пониженном значении $K_п$, даже несмотря на наблюдавшуюся ранее сильную связь $H_{\mu max}$ и $K_п$ (более высокому $K_п$ чаще всего соответствует более низкое $H_{\mu max}$). В результате, в данной серии обработок не наблюдалось нарушений прямой связи между $H_{\mu max}$ и H_c: поскольку оба параметра формировались преимущественно под воздействием уровня внутренних напряжений в

аморфной ленте, в связи с этим, с увеличением диаметра образца при ТМО повышалась подвижность ГД, из-за чего уменьшалась и H_c, и $H_{\mu max}$.

Таким образом, также как и на сплаве 84КХСР использование при термообработке образцов из сплава 2НСР большого диаметра позволяет значительно улучшить магнитные свойства аморфного сплава: снизить коэрцитивную силу, увеличить низкополевую проницаемость и максимальную индукцию. При этом, однако, увеличение диаметра приводит к уменьшению доли продольно намагниченных областей в ДС, что вызывает снижение μ_{max} и μ_{30}. ТМО в ненасыщающем поле при 380 °С на образце диаметром 26 мм позволяет получить наиболее высокую μ_2 и низкую H_c при достаточно высокой μ_{max} (с учетом отсутствия значительного снижения μ_{max} при уменьшении напряжений изгиба при данной температуре).

Поскольку снижение уровня изгибных напряжений приводит к уменьшению как μ_{max}, так и μ_{30} (хотя количественные различия велики – при высокой K_σ μ_{max} и μ_{30} изменяются на сопоставимую относительную величину при варьировании диаметра образца; а при промежуточной K_σ изменения μ_{max} гораздо меньше, чем μ_{30}), то можно говорить о том, что для проницаемости, измеренной в поле 30 А/м, механизм формирования подобен таковому для максимальной проницаемости, однако при варьировании диаметра образца количественные изменения μ_{max} и μ_{30} значительно различаются.

На рисунке 55 представлена зависимость параметра релаксации γ от величины диаметра образца после ТМО при разных температурах, на основании которой можно говорить о достаточно сильной зависимости степени релаксации напряжений при заданной температуре от величины изгибных напряжений для высокомагнитострикционного сплава 2НСР.

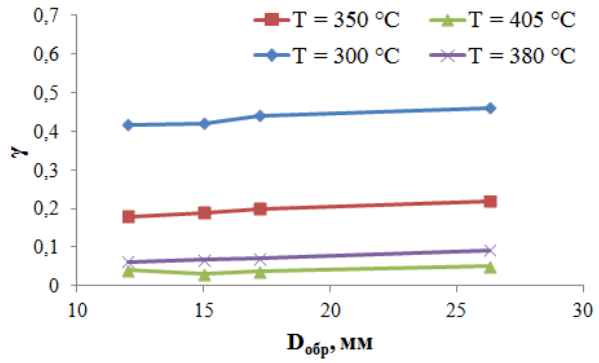


Рисунок 55 – Зависимость параметра релаксации γ от величины диаметра образца после ТМО при различных температурах

Уменьшение уровня изгибных напряжений при данной температуре ТМО путем увеличения диаметра образца приводит к более слабой степени завершенности процесса релаксации напряжений. При этом по абсолютной величине параметр γ слабее меняется при варьировании диаметра образца в случае состояний сплава с малой долей несрелаксировавших напряжений (после ТМО при 380 и 405 °С). Интересно, что более слабая степень релаксации напряжений, характерная для образцов диаметром 26 мм, никак не отразилась на характере зависимостей магнитных свойств от величины изгибных напряжений (даже при более слабой релаксации коэрцитивная сила тем ниже, а низкополевая проницаемость тем выше, чем больше диаметр кольцевого образца). Подобная тенденция может свидетельствовать о том, что процесс релаксации напряжений оказывает менее значимое влияние на формирование магнитных свойств аморфного сплава 2НСР, чем, например, процесс перестройки доменной структуры, вызванный снижением или возрастанием уровня напряжений изгиба (то есть, процесс релаксации напряжений и процесс изменения уровня и распределения внутренних напряжений под действием изгиба по-разному влияют на константу магнитоупругой анизотропии аморфного сплава), что также наблюдалось и для сплава 84КХСР.

Сохраняющиеся по сравнению с быстрозакаленным состоянием зависимости магнитных свойств от величины изгибных напряжений даже после практически полного окончания релаксации напряжений могут быть связаны с самим механизмом релаксации изгибных напряжений в аморфной ленте, который приводит к тому, что снятие упругих напряжений происходит в тех областях ленты, где уровень напряжений велик и достиг предела текучести данного сплава (это, в первую очередь, контактная и свободная поверхности ленты и области, к ним примыкающие, где высок уровень растягивающих или сжимающих напряжений). При этом в областях в толще ленты, где напряжения ниже, даже после завершения релаксации напряжений, фиксируемого по величине изгиба ее внутренней и внешней сторон, могут оставаться участки с несрелаксировавшими напряжениями, которые будут приводить к сохранению тех же самых зависимостей магнитных свойств аморфного сплава от уровня изгибных напряжений, которые наблюдались в состояниях после быстрой закалки из расплава или после частичной релаксации напряжений. Таким образом, зависимость магнитных свойств от диаметра образца, наблюдающаяся даже после ТМО при 405 °С, может быть связана с лишь частичным охватом объема аморфной ленты процессом релаксации напряжений. По этой же причине, после ТМО при 300, 350 и 380 °С наименьшая H_c характерна для образцов большого диаметра с самой слабой степенью релаксации напряжений (γ = 0,46, 0,22 и 0,092, соответственно): можно предположить, что для образца с наибольшим уровнем

изгибных напряжений описанный выше процесс частичного охвата объема аморфной ленты процессом релаксации напряжений будет сильнее влиять на магнитные свойства, чем для образца с низким уровнем изгибных напряжений, в связи с чем, даже несмотря на более сильную релаксацию напряжений, в образце малого диаметра более сильный начальный уровень изгибных напряжений приводит к более низкому уровню магнитных свойств (более высокая H_c, более низкая $\mu_{низкопол}$), чем на образце большого диаметра.

С целью обобщения закономерностей влияния диаметра образца на магнитные свойства аморфного сплава 2HCP при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции диаметра кольцевого образца при ТМО при температурах 300, 350, 380 и 405 °С, а также до обработки и различных магнитных свойств приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Значение коэффициента корреляции для величины диаметра кольцевого образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 2HCP после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**μ_{30}**	**B_m**	**$К_п$**
Быстрозакаленное состояние	0,478658	0,882326	-0,98847	0,138667	-0,99727	0,495413	-0,98968
300	-0,69865	-0,92275	-0,97412	0,99832	-0,99067	0,815597	-0,98717
350	-0,98311	-0,92742	-0,98924	0,962522	-0,80994	0,969299	-0,97765
380	-0,913444	-0,833117	-0,8587	0,8749929	-0,908268	0,9928764	-0,982934
405	-0,93999	0,042128	-0,96069	0,947267	-0,77328	-0,02289	-0,93199

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния такого фактора, как величина диаметра кольцевого образца, на магнитные свойства при отжиге в ненасыщающем поле, а также в большинстве случаев подтвердили все установленные ранее закономерности влияния размера образца при ТМО на магнитные свойства АММС на основе железа 2HCP. Также установлено, что корреляции μ_{max}, $К_п$ и μ_{30} и величины диаметра образца после ТМО аналогичны таковым для образцов до термообработки. Для H_c и $H_{\mu max}$ направление связи с величиной диаметра образца в нетермообработанном состоянии противоположно таковому после ТМО. Так, для μ_2 характерна сильная прямая зависимость от диаметра образца после ТМО при всех рассматриваемых температурах, а для μ_{max}, $К_п$ и μ_{30} – сильная обратная зависимость. При этом в быстрозакаленном состоянии у μ_2 отсутствовала связь с диаметром кольцевого образца. Для H_c после ТМО всегда характерна сильная отрицательная связь с диаметром

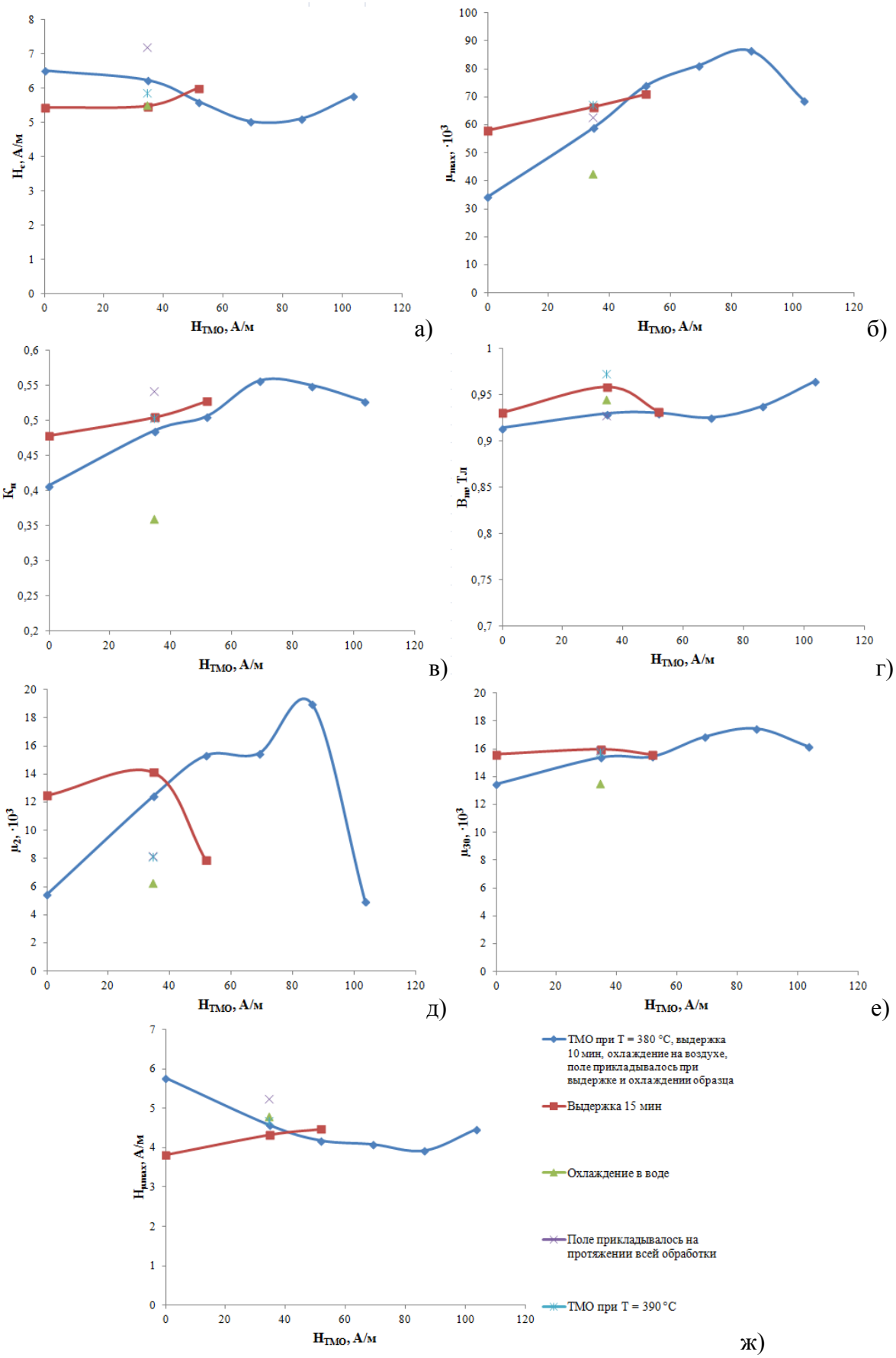
образца; при этом для $H_{\mu max}$ сильная обратная связь наблюдается после ТМО при 300 и 350 °С, а после ТМО при 405 °С связь с диаметром образца отсутствовала. Аналогичное поведение также установлено для зависимости B_m от диаметра, однако направление связи противоположное – после ТМО при 300 и 350 °С наблюдалась сильная положительная зависимости максимальной индукции от диаметра образца, в то время как после ТМО при после ТМО при 405 °С связь отсутствовала. В случае B_m отсутствие зависимости от уровня изгибных напряжений при 405 °С может быть связано с тем, что в результате почти завершившейся релаксации напряжений максимальная индукция достигла предельного значения в поле 800 А/м, равного около 0,95 Тл. Отличия корреляций H_c и $H_{\mu max}$ с диаметром образца в быстрозакаленном состоянии по сравнению с термообработанным может быть связано со значительно различающейся доменной структурой для нетермообработанных образцов диаметрами 12 и 26 мм: это проявляется в сильно различающемся $К_п$, равном 0,31 для большого образца и 0,67 для маленького; таким образом, если в образце малого диаметра ярко выражена продольная магнитная текстура, то в образце большого диаметра наблюдается значительное преобладание областей с поперечным направлением намагниченности. В соответствии с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111] начальная (а, значит, и низкополевая) проницаемость в зависимости от $К_п$ должна изменяться по кривой с максимумом в районе $К_п < 0,5$, а коэрцитивная сила – по кривой с минимумом в районе $К_п = 0,5\text{-}0,6$. Можно предположить, что поскольку изменение уровня изгибных напряжений в образце сплава 2НСР в быстрозакаленном состоянии привело к настолько радикальному перестроению доменной структуры, то это могло способствовать тому, что на корреляции H_c и $H_{\mu max}$ с величиной диаметра кольцевого образца оказывало значительное влияние состояние с промежуточным $К_п$ левее минимума H_c в соответствии с моделью [111], в связи с чем, ослабление изгибных напряжений, приводящее к уменьшению доли продольно намагниченных областей в ДС, вызывало рост H_c и $H_{\mu max}$. После ТМО при всех четырех рассматриваемых температурах смена типа доменной структуры с преимущественно продольной на поперечную наблюдалась лишь при температуре 380 °С, что могло проявиться в виде небольшого ослабления связи с величиной диаметра образца H_c, $H_{\mu max}$ и μ_2, однако даже после обработок при этой температуре $К_п$ по абсолютному значению для образцов диаметрами 12 и 26 мм различался не более, чем на 0,05, т.е. изменение величины изгибных напряжений в аморфной ленте при ТМО при 380 °С не приводило к значительной перестройке ДС, как это наблюдалось исключительно в быстрозакаленном состоянии.

О возможности получения высокой низкополевой проницаемости для сплава 2НСР с помощью отжига в ненасыщающем магнитном поле

Как было показано ранее на примере аморфных сплавов на основе железа и кобальта, увеличение диаметра тороидального образца, способствующее уменьшению изгибных напряжений в аморфной ленте, приводит к значительному повышению низкополевой проницаемости и снижению коэрцитивной силы за счет повышения подвижности ГД. В связи с этим, было решено провести исследование по оптимизации режима ТМО на образцах большого диаметра (26 мм) для получения оптимального комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава 2НСР – в первую очередь, высокой $\mu_{низкопол}$, а также низкой H_c. На основании рисунка 54 температура 380 °С была выбрана в качестве реперной, позволяющей достичь наиболее высоких значений низкополевой проницаемости.

При оптимизации режима ТМО варьировались следующие параметры: температура, напряженность магнитного поля, время выдержки, скорость охлаждения, а также момент приложения магнитного поля при обработке. На рисунке 56 показаны зависимости различных магнитных свойств от величины поля ТМО; отдельными точками нанесены значения свойств с варьированием других параметров ТМО при фиксированной напряженности $H_{ТМО}$.

Как видно из рисунка 56, при малой напряженности магнитного поля при отжиге, равной 35 А/м, а также в случае отжига без поля увеличение времени выдержки с 10 до 15 мин приводит к улучшению магнитомягких свойств аморфного сплава 2НСР: наблюдаются пониженные значения коэрцитивной силы (на 12-17 %) и поля максимальной проницаемости (на 5-34 %), повышенные значения максимальной индукции (на 2-3 %), низкополевой проницаемости (на 14-127 %), проницаемости в поле 30 А/м (на 4-16 %) и максимальной проницаемости (на 13-68 %), что в первую очередь связано с большей полнотой протекания процесса релаксации внутренних напряжений при более длительной выдержке при высокой температуре. Однако дальнейшее повышение напряженности ненасыщающего магнитного поля при ТМО до 52 А/м со временем выдержки 15 мин привело к деградации магнитных свойств: падению μ_2 почти в 2 раза, небольшому снижению μ_{30} и B_m, а также росту H_c на 10 %. Подобные результаты можно интерпретировать в рамках модели [111], из которой следует, что усиление продольной магнитной текстуры может приводить к росту коэрцитивной силы и снижению низкополевой проницаемости. Также наблюдаемый эффект может быть обусловлен тем, что при такой ТМО происходит стабилизация 90-градусных ГД.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 56 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после ТМО в ненасыщающем поле по разным режимам на кольцевых образцов диаметром 26 мм

Напротив, для ТМО в ненасыщающем поле с выдержкой 10 мин увеличение поля ТМО не приводило к деградации магнитных свойств, вместо чего наблюдалось их монотонное улучшение: с ростом прикладываемого при отжиге поля с 35 до 86 А/м H_c снизилась на 10-19 %, проницаемости μ_2, μ_{max} и μ_{30} увеличились на 23-52 %, 25-47 % и 1-14 %, соответственно. В результате, после ТМО при температуре 380 °С с выдержкой 10 мин и приложением поля напряженностью 86 А/м при выдержке и охлаждении образца была достигнута наиболее высокая низкополевая проницаемость, составившая почти 19000, что более чем в 4 раза выше, чем μ_2 после ТМО при этой же температуре на образце диаметром 15 мм, а также в 3,5 раза выше, чем после отжига без поля на образце диаметром 26 мм при 380 °С. Также по сравнению с отжигом без поля коэрцитивная сила на образце после ТМО по указанному режиму сократилась на 22 %, максимальная проницаемость выросла на 151 %, а проницаемость в поле 30 А/м увеличилась на 30 %. Полученный уровень свойств сплава 2НСР на образце большого диаметра в части максимальной проницаемости практически идентичен таковому на образце диаметром 15 мм после ТМО в поле 112 А/м, но при этом характеризуется более низкой H_c (на 28 %) и значительно более высокой μ_2 (в 2,3 раза).

Полученный положительный эффект от ТМО можно связать с протеканием сразу нескольких процессов: во-первых, применение образца большого диаметра приводит к снижению уровня изгибных напряжений в аморфном сплаве и уменьшению константы магнитоупругой анизотропии, что облегчает процесс перемагничивания (и уже заведомо позволяет получить низкую H_c и высокую μ_2); во-вторых, приложение ненасыщающего магнитного поля величиной больше, чем поле насыщения остаточной индукции (для образца диаметром 26 мм в быстрозакаленном состоянии оно составило 80 А/м), приводит к дестабилизации ГД с последующим увеличением доли продольном намагниченных областей в ДС, перемагничивающихся путем смещения легкоподвижных 180-градусных доменных стенок (что подтверждается монотонным снижением $H_{\mu max}$ и монотонным возрастанием $K_п$ и способствует дополнительному повышению μ_2 и снижению H_c); наконец, выбранная температура ТМО также обеспечивает определенное (достаточно низкое) соотношение констант K_i и K_σ, при котором за счет снятия значительной доли внутренних напряжений в ленте уже возможно достижение высокого комплекса магнитомягких свойств, однако создание ярко выраженной продольной магнитной текстуры с низкой удельной площадью ГД при завершившейся лишь на 90 % релаксация напряжений (в соответствии с рисунком 55) не реализуется, что позволяет сохранить высокую низкополевую проницаемость.

Дальнейшее увеличение поля ТМО с выдержкой 10 мин до 103 А/м приводит к тем же результатам, что и повышение поля ТМО с 35 до 52 А/м при выдержке 15 мин: наблюдается очень сильное падение низкополевой проницаемости (почти в 4 раза) при сопутствующем росте коэрцитивной силы и снижении как максимальной проницаемости, так и проницаемости в поле 30 А/м. В обоих случаях ухудшение магнитомягких свойств при приложении поля при отжиге слишком большой напряженности ассоциировано с повышением поля максимальной проницаемости, что может подтверждать гипотезу об ухудшении эффекта от ТМО из-за усиления стабилизационных процессов.

Стоит отметить, что варьирование таких параметров ТМО как момент приложения поля, скорость охлаждения и температура не дало того положительного эффекта, который ожидался. Так, приложение ненасыщающего поля на протяжении всей обработки привело к повышению H_c на 32 % и снижению μ_2 на 42 % по сравнению с ТМО с приложением поля только при выдержке образца и его охлаждении на воздухе. Быстрое охлаждение в воду после ТМО привело к еще более сильной деградации низкополевой проницаемости – на 56 % по сравнению с охлаждением на воздухе, чему также сопутствовало снижение максимальной проницаемости на 36 % за счет преобладающей доли областей с поперечной намагниченностью в ДС образца после ТМО с водяным охлаждением ($К_п$ составил всего 0,36). Повышение температуры ТМО до 390 °С привело к пониженной H_c и повышенной μ_{max}, однако не позволило достичь желаемого повышения μ_2, которая оказалась на 35 % ниже, чем после ТМО при 380 °С.

Таким образом, применение при ТМО в ненасыщающем поле образцов большого диаметра на аморфном сплаве 2НСР обеспечивает одновременное получение наиболее низкой коэрцитивной силы и наиболее высокой низкополевой проницаемости среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО, что в сочетании с достаточно высокими значениями максимальной проницаемости, а также проницаемости в большом поле демонстрирует высокую эффективность предлагаемого технологического приема.

3.4.3 Изучение влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

Для выявления закономерностей влияния скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства на основании кривой релаксации напряжений (рисунок 20) для дальнейшего изучения были выбраны три температуры

обработки: 300, 350 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 57. На рисунке 57 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях: низкополевая проницаемость μ_2 и проницаемость μ_{30}.

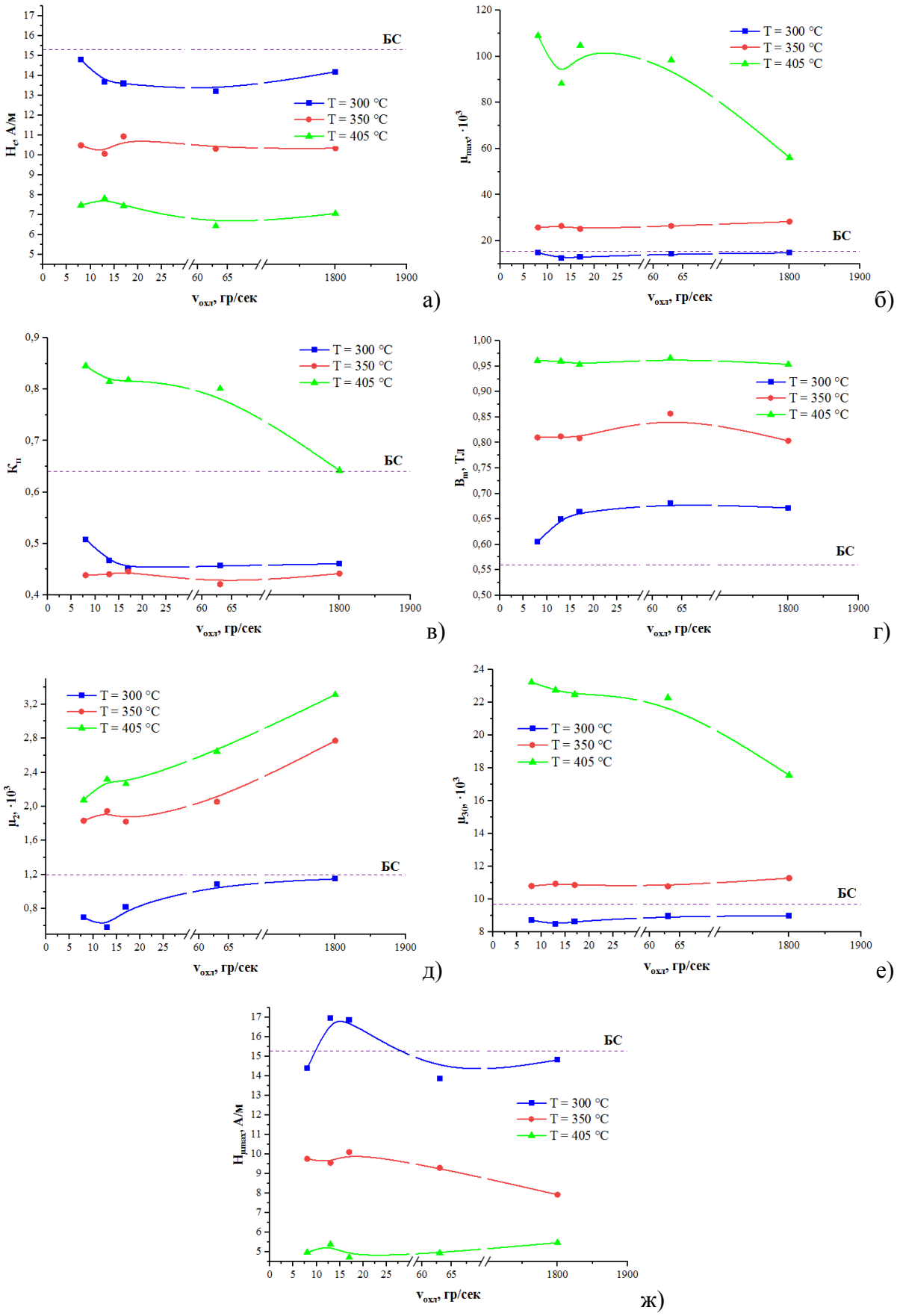
Для сравнения на рисунке 57 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС).

Предполагается, что увеличение скорости охлаждения должно способствовать подавлению процесса направленного упорядочения и его следствия в виде стабилизации ГД [130-131], что должно приводить к улучшению магнитомягких свойств при ускоренном охлаждении по сравнению с более низкими скоростями.

Максимальная индукция B_m немонотонно зависит от скорости охлаждения при ТМО – при разных ее температурах изменения данного параметра при увеличении скорости охлаждения с 8 до 1800 °С/мин составляют от 1 до 13 %, причем к наибольшим изменениям B_m приводит варьирование скорости охлаждения при ТМО при 300 °С. Стоит также отметить, что при данной температуре ТМО, в целом, наблюдается увеличение максимальной индукции с ростом скорости охлаждения, что может быть связано с облегчением процесса намагничивания образцов за счет подавления стабилизации ГД при ускоренном охлаждении образцов.

В случае коэрцитивной силы при $T_{ТМО}$ = 300 и 405 °С наименьшая H_c наблюдалась после ТМО в ненасыщающем поле с охлаждением со средней скоростью 63 °С/мин (на воздухе), при Т = 350 °С – со скоростью 13 °С/мин. При этом наиболее высокие значения H_c были получены для образцов после ТМО при Т = 300 и 350 °С с охлаждением с низкой скоростью 8 °С/мин, а при $T_{ТМО}$ = 405 °С – со скоростью 13 °С/мин. При этом разница между наибольшей и наименьшей коэрцитивной силой, наблюдаемой для образцов, охлажденных с разными скоростями, составила 12-22 %. Наибольший эффект по H_c от варьирования скорости охлаждения был достигнут при ТМО при Т = 405 °С.

В отличие от H_c, наибольшие значения низкополевой проницаемости были также достигнуты при высоких скоростях охлаждения для всех трех рассматриваемых температур ТМО. Повышение μ_2 за счет применения ускоренного охлаждения в воду после ТМО при разных температурах составило 52-97 %.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 57 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

Повышение скорости охлаждения при обработке приводит к конкурированию двух факторов – подавлению стабилизации ГД, приводящему к повышению их подвижности, и повышению уровня внутренних напряжений в ленте за счет быстрого охлаждения с высоких температур, приводящего к созданию дополнительных центров пиннинга ГД. Указанные факторы противоположно влияют на магнитные свойства, откуда можно сделать вывод, что на формирование коэрцитивной силы для высокомагнитострикционного сплава на основе железа при значительном повышении скорости охлаждения в большей степени оказывает влияние высокий уровень внутренних напряжений (в связи с чем, охлаждение в воду после ТМО не приводит к снижению H_c), а на формирование низкополевой проницаемости – подавление стабилизации ГД (из-за чего водяное охлаждение после ТМО позволяет значительно повысить μ_2).

Наибольшая максимальная проницаемость, а также проницаемость в поле 30 А/м при $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С получены либо при медленном охлаждении, обеспечивающем наиболее сильное повышение $K_п$, соответствующее увеличению доли продольно намагниченных областей в ДС, либо при наиболее быстром охлаждении в воду, обеспечивающем подавление стабилизации ГД и повышение всех видов магнитной проницаемости. Таким образом, при указанных температурах ТМО оба этих фактора в значительной степени ответственны за формирование проницаемостей μ_{max} и μ_{30}, а также поля максимальной проницаемости, которое по тем же причинам имеет наименьшую величину либо при самом медленном охлаждении вместе с печью, либо при ускоренном охлаждении на воздухе или в воде. Охлаждение в воду после ТМО при 405 °С приводит к крайне низким значениям μ_{max} и μ_{30} по сравнению с более низкими скоростями охлаждения. По-видимому, при такой температуре обработок, в условиях достаточно низкой K_i и практически полностью завершившейся релаксации напряжений высокая скорость охлаждения приводит к наиболее сильному влиянию сокращения времени нахождения образца в магнитном поле, что приводит к снижению μ_{max}, μ_{30} и $K_п$ (поскольку именно при такой ТТМО за счет оптимального соотношения констант K_i и K_σ могут быть достигнуты наибольшие значения максимальной проницаемости). Эти же обстоятельства привели к более высоким значениям $H_{\mu max}$ после ТМО с водяным охлаждением при 405 °С.

Таким образом, по сравнению со сплавом 84КХСР для сплава 2НСР характерны некоторые отличия в закономерностях формирования магнитных свойств при повышении скорости охлаждения при ТМО: во-первых, увеличение скорости охлаждения при всех температурах ТМО приводит к росту низкополевой проницаемости; кроме того, наибольшие значения максимальной проницаемости могут быть получены для данного

сплава не только при относительно медленном охлаждении, приводящем к наиболее высокому $К_п$, но и при быстром охлаждении в воду за счет подавления стабилизационных процессов. При этом для обоих сплавов характерно отсутствие положительного эффекта от быстрого водяного охлаждения при ТМО в части снижения коэрцитивной силы.

При этом охлаждение после ТМО с промежуточной скоростью (на воздухе) при любой из трех рассмотренных температур позволяет получить низкую коэрцитивную силу и промежуточные по величине (но достаточно высокие) низкополевую проницаемость, максимальную проницаемость, а также проницаемость в большом поле за счет оптимального сочетания степени эффектов от подавления стабилизации ГД, увеличения доли продольных доменов и повышения уровня внутренних напряжений, регулируемых, в том числе, скоростью охлаждения после термообработки. Более низкие скорости охлаждения образцов после ТМО приводят к более полному развитию процесса направленного упорядочения в объеме аморфной ленты, что приводит к снижению подвижности ГД и ухудшению магнитомягких свойств аморфного сплава (снижению $\mu_{низкопол}$ и повышению H_c). Таким образом, также как и для сплава 84КХСР, для получения наиболее благоприятного комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава 2НСР после отжига в ненасыщающем поле целесообразно применять умеренные скорости охлаждения.

По-видимому, при температурах ниже T_c значительная часть доменных стенок стабилизируется уже на этапах нагрева или выдержки, в связи с чем, ускоренное охлаждение образцов в воде не приводит к ожидаемому улучшению магнитных свойств (в первую очередь, коэрцитивной силы), однако повышает уровень внутренних напряжений в аморфной ленте, что приводит к более низкому уровню магнитомягких свойств сплава после ТМО, что также наблюдалось в работах [130, 132].

С целью обобщения закономерностей влияния скорости охлаждения на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции скорости охлаждения при ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 9.

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили отсутствие монотонной зависимости коэрцитивной силы от скорости охлаждения при отжиге в ненасыщающем поле при всех рассматриваемых температурах. Таким образом, нельзя говорить о том, что повышение скорости охлаждения однозначно приводит к снижению H_c, однако, исходя из присутствующей отрицательной, но крайне слабой данного параметра со скоростью

охлаждения при ТМО при 350 и 405 °С ускоренное охлаждение при правильно выбранной скорости всё же может приводить к улучшению коэрцитивной силы сплава 2НСР.

Таблица 9 – Значение коэффициента корреляции для величины скорости охлаждения образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**μ_{30}**	**B_m**	**$К_п$**
300	0,252397	-0,23336	0,467277	0,666389	0,576185	0,346952	-0,21056
350	-0,25898	-0,94295	0,589107	0,975461	0,585712	-0,40146	0,001314
405	-0,21759	0,649392	-0,93024	0,915852	-0,99062	-0,52713	-0,98343

Достаточно сильная положительная связь со скоростью охлаждения после ТМО при всех $T_{ТМО}$ характерна только для низкополевой проницаемости. В случае максимальной проницаемости и проницаемости в большом поле сильная отрицательная связь со скоростью охлаждения наблюдается только после ТМО при 405 °С за счет значительного уменьшения доли продольно намагниченных областей при ускоренном охлаждении, что также коррелирует с полученной сильной отрицательной связью $К_п$ и прямой связью средней силы $H_{\mu max}$ со скоростью охлаждения. В то же время, при $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С для проницаемостей μ_{max} и μ_{30} установлено наличие прямой связи средней силы с величиной скорости охлаждения образца при ТМО, что согласуется с закономерностями, обсужденными ранее и связано с эффектом от подавления стабилизации ГД при быстром охлаждении, что также привело к возникновению отрицательной связи поля максимальной проницаемости со скоростью охлаждения при ТМО при таких температурах. Достаточно сильная прямая зависимость максимальной индукции от скорости охлаждения после ТМО при 300 °С, в условиях значительного проявления стабилизационных процессов, свидетельствует об облегчении процесса перемагничивания при увеличении скорости охлаждения, что также наблюдалось на сплаве 84КХСР. При более высоких $T_{ТМО}$, по-видимому, за счет более сильного повышения уровня внутренних напряжений в аморфной ленте при охлаждении с больших температурах наблюдается обратная связь B_m с величиной скорости охлаждения.

3.4.4 Изучение влияния времени выдержки при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe

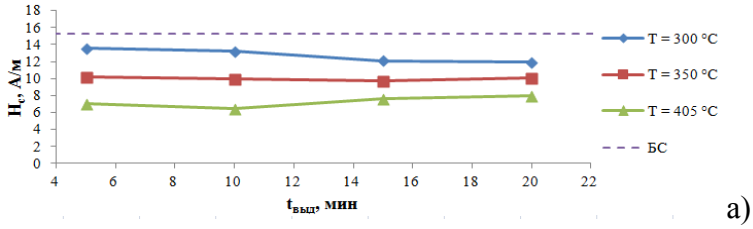
Для выявления закономерностей влияния времени выдержки при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на магнитные свойства на основании кривой релаксации напряжений (рисунок 20) для дальнейшего изучения были выбраны три температуры обработки: 300, 350 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от длительности выдержки при отжиге в ненасыщающем поле при выбранных температурах представлены на рисунке 58.

На рисунке 58 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях: низкополевая проницаемость μ_2 и проницаемость μ_{30}. Для сравнения на рисунке 58 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС).

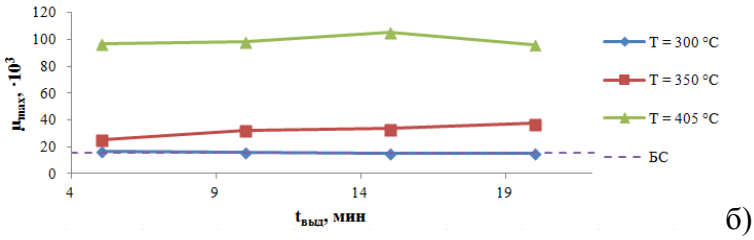
При температурах ТМО 300 и 350 °С с увеличением выдержки наблюдается увеличение максимальной индукции за счет усиления релаксации напряжений, облегчающей намагничивание. При этом более интенсивный рост B_m (на 6-10 %) произошел в результате ТМО при 300 °С, чем при ТМО при 350 °С (на 3-5 %). После ТМО при 405 °С зависимость B_m от времени выдержки при ТМО немонотонная, наибольшая максимальная индукция получена при ТМО с выдержкой 10 мин, при этом в зависимости от длительности выдержки B_m изменялась не более чем на 1 %.

Для некоторых рассматриваемых магнитных свойств характерна немонотонность их зависимостей от времени выдержки, что говорит о конкурирующем влиянии сразу нескольких факторов на формирование этих параметров.

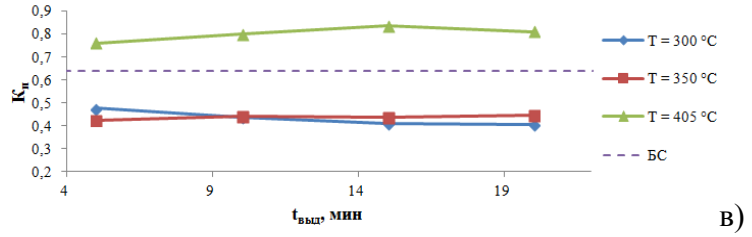
В части коэрцитивной силы при температуре отжига в ненасыщающем поле 300 °С с увеличением времени выдержки с 5 до 20 мин с наблюдается монотонное уменьшение H_c на 3-13 % из-за усиления процесса релаксации напряжений при более длительной выдержке при высокой температуре (рисунок 59). В случае температуры 350 °С изменение длительности выдержки в диапазоне 5-20 мин также привело к снижению коэрцитивной силы на 2-5 %, при этом наименьшая H_c наблюдается при выдержке в 15 мин. После ТМО при 405 °С изменение длительности выдержки в диапазоне 5-20 мин вызвало немонотонные изменения коэрцитивной силы на 8-15 %, при этом наименьшая H_c наблюдается после обработки при выдержке в 10 мин.



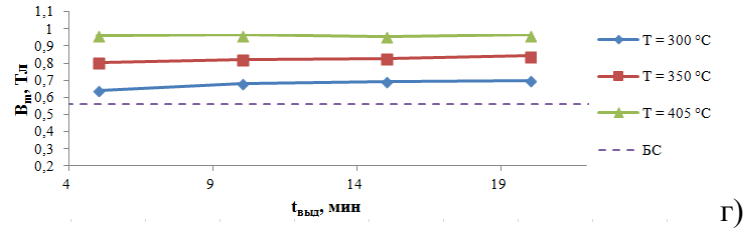
а)



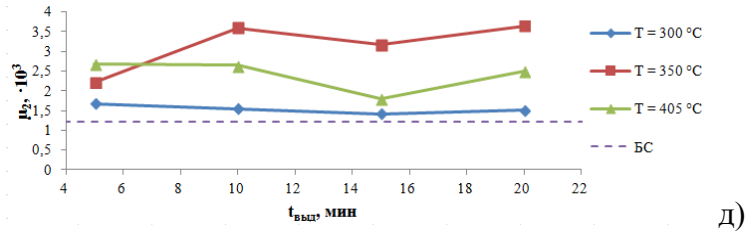
б)



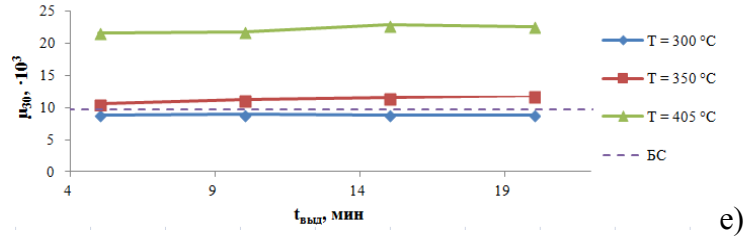
в)



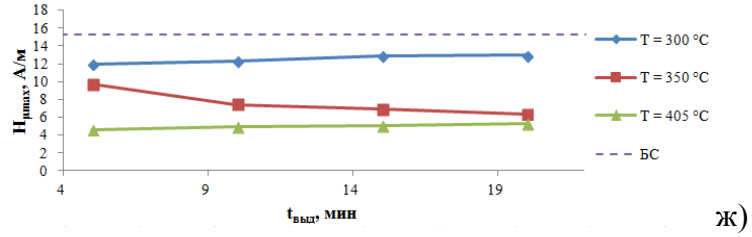
г)



д)



е)



ж)

а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 58 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от длительности выдержки при отжиге в ненасыщающем поле при различных температурах

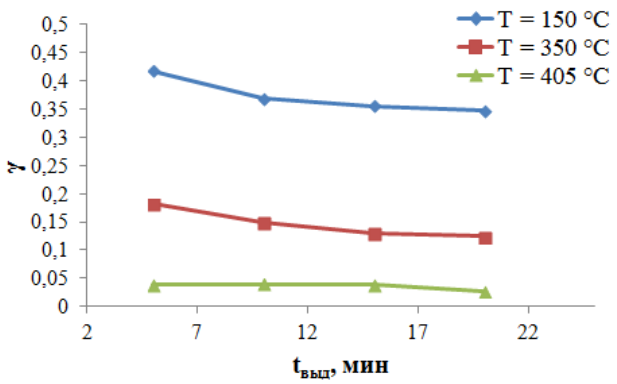


Рисунок 59 – Зависимость параметра релаксации γ от времени выдержки ТМО при различных температурах

Для максимальной проницаемости сплава после ТМО при 300 °С наблюдается монотонное уменьшение μ_{max} на 7-13 %. Также при указанной температуре обработки при росте времени выдержки установлено снижение коэффициента прямоугольности петли гистерезиса с 0,48 до 0,41 с сопутствующим ростом $H_{\mu max}$. При этом проницаемость μ_{30} изменялась не более чем на 1,5 % (наибольшая μ_{30} получена при выдержке 10 мин). Таким образом, в случае, если температура ТМО для сплава 2НСР соответствует температуре наиболее сильного проявления стабилизации ГД вследствие НУ, увеличение времени выдержки в магнитном поле при отжиге способствует повышению константы наведенной анизотропии K_i и усилению стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения (при условии, что из результатов предыдущих серий обработок следует, что поля величиной 32 А/м при ТМО недостаточно для дестабилизации ГД, длительное приложение поля такой напряженности способствует еще большей стабилизации малоподвижных ГД), вследствие чего происходит более значительное разрушение исходной продольной магнитной текстуры, которая образовалась в аморфной ленте при быстрой закалке, в результате чего снижаются μ_{max} и $К_п$, а также растут H_c и $H_{\mu max}$. Уменьшение числа подвижных границ доменов из-за их стабилизации привело также и к снижению низкополевой проницаемости на 7-15 %. При ТМО при 350 °С, напротив, установлено монотонное увеличение μ_{max} на 28-49 % с ростом выдержки с 5 до 20 мин с сопутствующим незначительным ростом $К_п$ с 0,43 до 0,45 и снижением $H_{\mu max}$, вызванное достижением при такой температуре обработки определенного соотношения K_i и K_σ, приводящем к более значительному влиянию снижения уровня внутренних напряжений в аморфной ленте с ростом времени выдержки (в соответствии с рисунком 57), чем стабилизации ГД вследствие НУ, т.е. в данном случае увеличение длительности выдержки приводит к повышению к подвижности ГД с сопутствующим улучшением всех

магнитомягких свойств сплава 2HCP (включая низкополевую проницаемость, увеличение которой составило 43-65 %).

В случае ТМО при 405 °С, также как и H_c, μ_{max}, $К_п$ и μ_{30} изменялись немонотонно на 1-10 %, 5-10 % и 1-6 %, соответственно. При выдержке 5-15 мин наблюдалось усиление продольной магнитной текстуры, ассоциированное с ростом μ_{max}, $К_п$ и μ_{30}. При этом наибольшие значения указанных параметров были получены при ТМО при 405 °С с выдержкой 15 мин. В то же время, значительное усиление продольной магнитной текстуры приводит к снижению удельной площади ГД с сопутствующим снижением μ_2, что согласуется с моделью [111]. При выдержке 20 мин при ТМО по сравнению с выдержкой 15 мин наблюдалось уменьшение μ_{max}, $К_п$ и μ_{30}, а также рост μ_2.

Немонотонность изменения магнитных свойств в зависимости от времени выдержки при ТМО при 300 и 350 °С может быть обусловлена конкуренцией двух процессов: увеличение времени выдержки одновременно приводит к более значительному снижению уровня внутренних напряжений в ленте вследствие их релаксации (рисунок 59), а также к усилению стабилизации ГД вследствие НУ. При этом в случае ТМО при 300 °С в формировании магнитных свойств с увеличением времени выдержки превалирует усиление стабилизационных процессов, приводящее к ухудшению магнитомягких свойств сплава 2HCP, а в случае ТМО при 350 °С – усиление релаксации напряжений, способствующее улучшению магнитомягких свойств.

В случае ТМО при 405 °С, в условиях практически полностью завершившихся релаксационных процессов и малой K_i, на формирование магнитных свойств при росте выдержки с 5 до 20 мин, по-видимому, все еще влияет усиление релаксационных процессов (при кратковременной выдержке 5-15 мин), а также возможное развитие при длительной выдержке в 20 мин процессов кластерообразования или поверхностной кристаллизации, которые создают условия для пиннинга границ доменов, но не могут быть зафиксированы рентгенографическим методом, что отмечалось для сплава 2HCP в предыдущих работах [81]. При этом в случае времени выдержки 5-15 мин процессы кластеринга развиты в слабой степени, в связи с чем, они не приводят к снижению подвижности ГД. Последующее увеличение длительности выдержки (до 20 мин) приводит к значительному усилению кластеринга и усилению пиннинга ГД, по причине которого магнитные свойства аморфного сплава ухудшаются, что не компенсируется усиливающейся с ростом времени выдержки релаксацией напряжений.

Таким образом, на основании результатов изучения влияния времени выдержки при ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С можно утверждать о предпочтительности кратковременных выдержек (в частности, 10 мин) при обработке с точки зрения

достижения оптимального сочетания наиболее высоких максимальной и низкополевой проницаемостей, а также наиболее низкой коэрцитивной силы сплава 2НСР, что также было установлено и для сплава 84КХСР. Подобный комплекс свойств обеспечивается за счет наиболее благоприятного соотношения констант магнитоупругой анизотропии и наведенной магнитной анизотропии, достигаемого при такой длительности выдержки. Кратковременная выдержка в 10 мин способствует достаточной степени протекания процесса релаксации напряжений (вследствие чего снижается константа магнитоупругой анизотропии), однако при этом снижение подвижности ГД вследствие НУ или кластерообразования, а также наведение продольной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения развиваются в относительно малых масштабах. Неполное завершение релаксации изгибных напряжений (примерно на 95 %) при высоких температурах выше T_c, достигаемое за счет кратковременной выдержки при ТМО (рисунок 59), приводит к созданию при охлаждении в магнитном поле продольной магнитной текстуры средней остроты, что обеспечивает оптимальное сочетание низкой H_c и высокой μ_2, а также достаточно высоких (но не предельных при данной температуре) μ_{30} и μ_{max}.

С целью обобщения закономерностей влияния времени выдержки на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР при ТМО в ненасыщающем поле также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции длительности выдержки при ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 10.

Таблица 10 – Значение коэффициента корреляции для величины выдержки образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле

Температура обработки, °С	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**μ_{30}**	**B_m**	**$К_п$**
300	-0,96771	0,960775	-0,93915	-0,77662	0,233161	0,934562	-0,95662
350	-0,46097	-0,92766	0,961661	0,754045	0,978467	0,970151	0,882204
405	0,780521	0,983441	0,180222	-0,42468	0,856944	0,038718	0,758018

Результаты парного корреляционного анализа показывают достаточно прочные корреляции величины выдержки при ТМО и магнитных свойств сплава 2НСР. Для максимальной индукции характерна сильная прямая связь с длительностью выдержки в случае $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С, а также фактически отсутствие зависимости от

рассматриваемого фактора ТМО при 405 °С, что связано со значительным облегчением процесса намагничивания при более длительной выдержке при 300 и 350 °С, приводящей к снижению доли несрелаксировавших изгибных напряжений в аморфной ленте. В результате ТМО при 405 °С процесс релаксации напряжений практически завершен, вследствие чего его усиление при более продолжительной выдержке при высокой температуре не приводит к повышению B_m. Кроме того, значение $B_m \approx 0{,}96$, достигаемое при ТМО при 405 °С фактически соответствует максимально возможному значению среди всех полученных для сплава 2НСР в поле измерений 800 А/м.

Как и обсуждалось ранее, для магнитных свойств, определяющихся, в основном, степенью магнитной текстуры в аморфной ленте (μ_{max}, $К_п$, $H_{\mu max}$), в случае температуры ТМО 300 °С характерно такое направление связи со временем выдержки, которое демонстрирует разрушение текстуры с ростом длительности выдержки вследствие НУ (константа K_i высока), вследствие чего $К_п$ и μ_{max} снижаются (для них характерна сильная обратная связь со временем выдержки), а $H_{\mu max}$ растет (наблюдается сильная прямая зависимость от длительности выдержки). Усиливающиеся стабилизационные процессы при большей длительности выдержки при обработке при $T_{ТМО}$ = 300 °С также привели к возникновению достаточно сильной обратной зависимости низкополевой проницаемости от времени выдержки. При этом для коэрцитивной силы наблюдается сильная отрицательная связь с длительностью выдержки при ТМО, которая сигнализирует об отсутствии деградации данного параметра под действием протекающих при 300 °С стабилизационных процессов, усиливающихся с увеличением длительности выдержки при ТМО, в связи с чем происходит нарушение прямой корреляции H_c и $H_{\mu max}$ после ТМО при 300 °С (для коэрцитивной силы характерна сильная отрицательная связь со временем выдержки, а для поля максимальной проницаемости – сильная положительная).

После ТМО при 350 °С, при более низкой K_i, чем при 300 °С, как для H_c, так и для $H_{\mu max}$ наблюдалась обратная зависимость от времени выдержки, связанная с положительным влиянием на данные свойства усиливающейся при более длительной выдержке при ТМО релаксации напряжений. Повышением подвижности ГД вследствие более полного снятия внутренних напряжений в аморфной ленте можно объяснить и достаточно сильную положительную связь низкополевой проницаемости со временем выдержки, что в совокупности с восстановлением исходной продольной магнитной текстуры при увеличении выдержки в ненасыщающем поле привело к возникновению сильной положительной зависимости μ_{max}, μ_{30} и $К_п$ от длительности выдержки на образцах после ТМО при 350 °С (в данном случае, повышение доли продольных доменов в доменной структуре не привело к смене ее типа (ДС осталась преимущественно

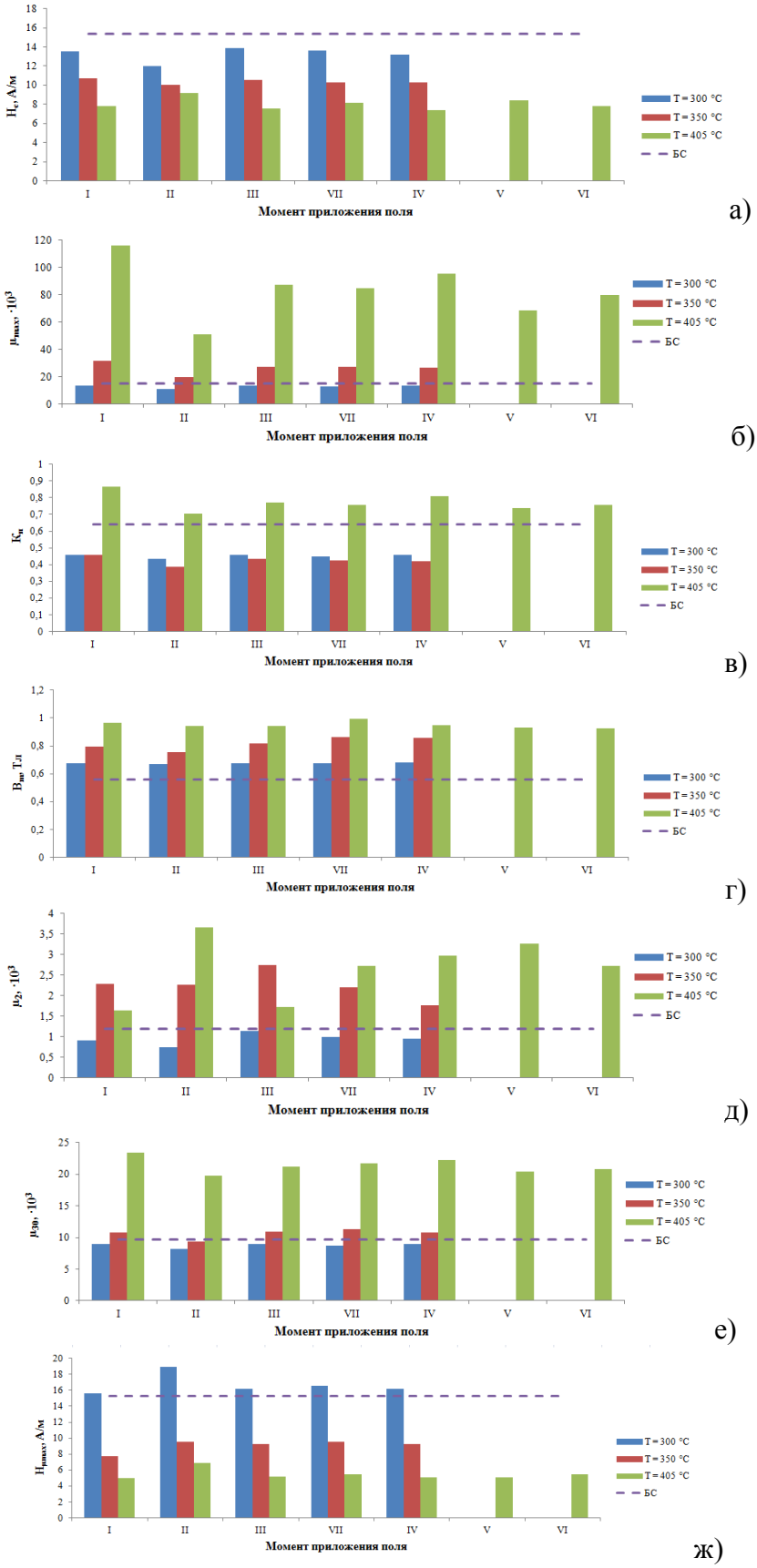
поперечной), в связи с чем, незначительное увеличение доли продольно намагниченных областей не привело к снижению μ_2).

При $T_{ТМО}$ = 405 °С для H_c и $H_{\mu max}$ характерна достаточно сильная прямая связь со временем выдержки, что говорит о значительном влиянии на данные параметры процессов кластеринга, вероятно протекающих в сплаве 2НСР при длительных выдержках при высоких температурах и приводящих к снижению подвижности ГД, что также могло вызвать уменьшение силы положительной связи $К_п$ и времени выдержки, а также μ_{max} и времени выдержки. Процессы кластерообразования в совокупности с усилением продольной магнитной текстуры привели к возникновению обратной зависимости μ_2 и длительности выдержки при ТМО при 405 °С.

3.4.5 Изучение влияния момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe

Для выявления закономерностей влияния момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге на магнитные свойства АММС 2НСР на основании кривой релаксации напряжений (рисунок 20) для дальнейшего изучения были выбраны три температуры обработки: 300, 350 и 405 °С, которые обеспечивают разные состояния аморфного сплава 2НСР в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости магнитных свойств аморфного сплава 2НСР от момента приложения поля при отжиге в ненасыщающем пол при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 60. На рисунке 60 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях: низкополевая проницаемость μ_2 и проницаемость μ_{30}. Для сравнения на рисунке 62 также приведены магнитные свойства аморфного сплава в быстрозакаленном состоянии (БС), а также после отжига без магнитного поля (II).

Максимальная индукция B_m после ТМО при 300 и 405 °С слабо зависела от момента приложения магнитного поля при ТМО – изменения данного параметра при всех выбранных для исследования температурах обработки составляют 2-7 %. При этом в случае ТМО при 350 °С при варьировании момента приложения поля при ТМО B_m изменялась на 5-14 %. Наибольшие значения максимальной индукции после ТМО при 350 и 405 °С были получены в результате ТМО с приложением магнитного поля напряженностью 32 А/м только при выдержке образца, а после ТМО при 300 °С – при выдержке и последующем охлаждении образца.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}; ж) $H_{\mu max}$.

Рисунок 60 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от момента приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге при различных температурах

Варьирование момента приложения поля при ТМО при 300 °С приводит к изменению H_c аморфного сплава на 10-16 %, при этом μ_{max} изменяется более значительно – на 18-23 %, μ_2 – на 24-54 %, μ_{30} – на 6-9 %. Приложение магнитного поля на разных этапах ТМО при 350 °С приводит к изменению H_c аморфного сплава на 2-7 %, μ_{max} – на 35-63 %, μ_2 – на 24-54 %, μ_{30} – на 16-21 %. В случае температуры 405 °С изменение момента приложения поля при ТМО способствовало изменению H_c аморфного сплава на 1-23 %, μ_{max} – на 34-126 %, μ_2 – на 7-124 %, μ_{30} – на 3-19 %.

Как было показано в подразделе 3.4.1, в случае $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С приложение ненасыщающего поля при ТМО, во-первых, приводит к устранению перетянутости ПГ (при 300 °С), а также, в целом, практически не влияет на коэрцитивную силу сплава 2НСР (за исключением эффекта от устранения искажения ПГ, приводящего к росту H_c). В связи с этим, ожидаемо, что варьирование момента приложения поля при ТМО при 300 °С не приводит к получению более низкой коэрцитивной силы, чем после отжига без поля. Среди обработок в присутствии ненасыщающего поля минимальная H_c при 300 °С наблюдалась для ТМО с приложением поля при выдержке и охлаждении образца. Кроме того, наименьшая H_c среди образцов после обработок при 350 °С была также получена после отжига без поля, однако, как уже было отмечено, разница в H_c для образцов, подвергнутых обработкам при указанной температуре с варьированием момента приложения поля была крайне мала, т.е. в случае $T_{ТМО}$ = 350 °С варьирование момента приложения поля при ТМО в принципе оказывает слабое влияние на коэрцитивную силу. В случае обработок при 405 °С, когда, как было показано ранее в подразделе 3.4.1, ТМО эффективнее отжига без поля в части снижения H_c, наименьшее значение указанного свойства получено после ТМО с приложением поля только при выдержке и охлаждении образца (а наибольшее, соответственно, после отжига без приложения магнитного поля).

В отличие от коэрцитивной силы наименьшая низкополевая проницаемость после обработок при 300 °С наблюдалась для отжига без поля из-за ярко выраженной стабилизации ГД вследствие НУ; при этом проведение ТМО с приложением магнитного поля при нагреве и выдержке образца привело к наиболее значительному улучшению μ_2. Среди ТМО при 350 °С наибольшая μ_2 также получена после обработки с приложением поля на этапах нагрева и выдержки образцов. После обработок при 405 °С наиболее высокое значение низкополевой проницаемости обнаружено после отжига без поля; среди ТМО в ненасыщающем поле наибольшая низкополевая проницаемость зафиксирована для образца после ТМО с приложением поля только при нагреве образца (на 10 % ниже, чем после отжига без поля).

При всех трех рассматриваемых температурах обработки наиболее высокое значение $К_п$, характеризующее долю продольно намагниченных областей в ферромагнетике, было получено в результате ТМО с приложением поля на протяжении всей обработки, а наименьший $К_п$ – в отсутствие поля при обработке (отжиг без поля). В связи с этим, наибольшие значения μ_{max} и μ_{30} и наименьшее $Н_{\mu max}$ были также получены в результате ТМО с приложением поля при нагреве, выдержке и охлаждении образца, а наименьшие – после отжига без поля. Таким образом, момент приложения магнитного поля при ТМО на сплаве 2НСР в значительной степени определяет именно те магнитные свойства, которые формируются под действием присутствующей в образце магнитной текстуры.

При этом в случае термообработок при 405 °С, в условиях малой доли несрелаксировавших изгибных напряжений в аморфной ленте и слабого проявления стабилизационных процессов, полученные закономерности в части различных видов магнитной проницаемости сплава 2НСР согласуются с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111], в соответствии с которой повышение доли продольных доменов в ДС в случае их превалирования в ней ($К_п > 0,5$) дожно приводить к снижению низкополевой проницаемости (в данной серии обработок образец после ТМО с приложением поля на протяжении всей обработки с наибольшими $К_п$ и μ_{max} также характеризуется самой малой μ_2, а для образца после отжига без поля с наименьшими $К_п$ и μ_{max} наблюдается наиболее высокая μ_2).

Таким образом, можно отметить, что наибольшее влияние параметр момента приложения поля при ТМО оказывает именно на проницаемости аморфного сплава, измеренные в разных полях (максимальную и низкополевую), однако при $Т_{ТМО}$ = 300 и 405 °С варьирование момента приложения магнитного поля при обработке также приводит и к заметным изменениям коэрцитивной силы. При этом на основании полученных при эксперименте результатов не представляется возможным однозначно выбрать оптимальный момент приложения поля при обработке для получения одновременно низкой $Н_с$ и высоких μ_2, μ_{max} и μ_{30} при всех трех рассматриваемых температурах, однако можно отметить, что повышенные значения низкополевой проницаемости могут быть достигнуты за счет присутствия ненасыщающего поля при нагреве образца, а пониженная $Н_с$ – при приложении поля на этапе охлаждения. Для получения высоких значений максимальной проницаемости, а также проницаемости в большом поле предпочтительно прикладывать магнитное поле на стадиях нагрева, выдержки и охлаждения образца, что способствует созданию более острой продольной магнитной текстуры.

3.4.6 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава 2НСР

По результатам анализа влияния различных факторов на эффективность ТМО в ненасыщающем поле было установлено их оптимальное сочетание – в процессе отжига необходимо прикладывать поле величиной не менее H_{rs} (выбрана напряженность 112 А/м); в качестве длительности выдержки при обработке следует выбирать 10 мин (такого времени достаточно для достаточно полной степени протекания релаксации напряжений при данной температуре, а также при таком времени выдержки снижается подвижность не слишком большого количества ГД, так как направленное упорядочение успевает протекать лишь в части объема ферромагнетика); для достижения более высоких значений максимальной проницаемости и более полного подавления стабилизации ГД прикладывать поле к образцу нужно на протяжении всей обработки; охлаждение образцов после выдержки требуется проводить на воздухе; после предшествующих термообработке измерений исходных магнитных свойств обязательно проводить размагничивание образца в поле, соответствующем максимальному полю измерений.

После определения оптимального сочетания всех параметров при термической обработке, при различных температурах была проведена серия ТМО в ненасыщающем магнитном поле, а также отжигов без поля для оценки эффективности предлагаемой в данном исследовании обработки (для возможности корректного сравнения магнитных свойств параметры отжига без поля полностью соответствовали таковым для ТМО в ненасыщающем поле за исключением приложения магнитного поля при обработке).

Рисунок 61, демонстрирующий зависимость коэрцитивной силы H_c от температуры отжига без поля и в ненасыщающем магнитном поле, показывает, что приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге по-разному влияет на коэрцитивную силу при разных температурах обработки.

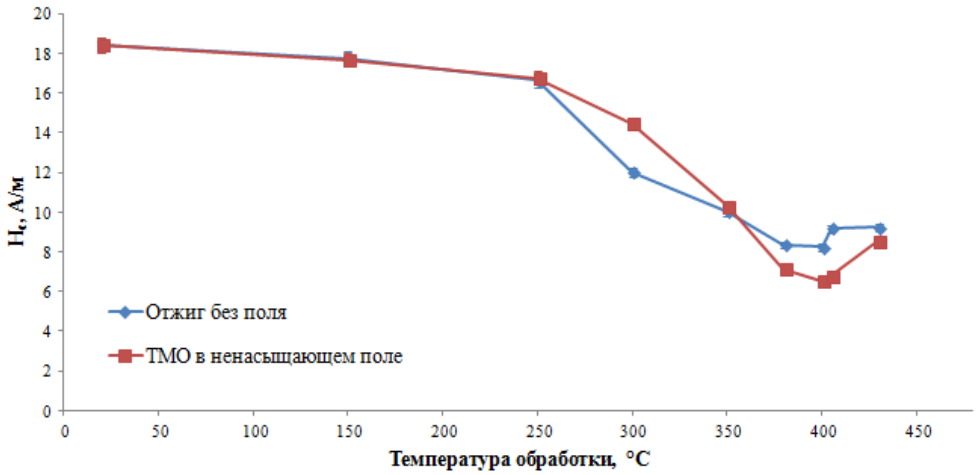


Рисунок 61 – Зависимость H_c аморфного сплава 2НСР от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

При низкой температуре 150 °С, в практически полном отсутствии диффузионных процессов в аморфной ленте, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге не влияет на коэрцитивную силу. При этом при температурах 150-400 °С как после отжига в поле, так и после отжига без поля вследствие интенсивной релаксации напряжений наблюдается монотонное снижение коэрцитивной силы на 55-65 %. При температурах от 250 до 350 °С, когда образцы находятся в частично релаксированном состоянии, отжиг без поля сильнее снижает коэрцитивную силу, чем отжиг в ненасыщающем поле – разница в значениях H_c между отжигом в магнитном поле и без поля при разных температурах из указанного диапазона составила от 1 до 21 %. Другими словами, при таких температурах обработки приложение магнитного поля при отжиге снижает эффективность термической обработки. Значительно более высокое значение H_c после ТМО при 300 °С по сравнению с отжигом обусловлено сильными искажениями ветвей ПГ после отжига без поля, как это уже обсуждалось в подразделе 3.4.1 (рисунок 52). При температурах 250 и 350 °С негативный эффект от ТМО в виде повышения коэрцитивной силы крайне мал (не более 3 %) и может быть связан с небольшими различиями исходного состояния образцов для обработок (разный химический состав по длине ленты, разный уровень изгибных напряжений при навивке аморфной ленты на оправку и т.д.).

При температурах обработки от 380 до 430 °С эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле в части снижения коэрцитивной силы образцов аморфного сплава оказалась выше, чем отжига без поля – на 8-26 % при разных температурах. Наибольший эффект от отжига в ненасыщающем магнитном поле был достигнут при температуре 405 °С, в практически полностью релаксированном состоянии аморфной ленты (не срелаксировало менее 3 % от исходного уровня изгибных

напряжений в ленте). Положительное влияния приложение продольного ненасыщающего поля при отжиге на коэрцитивную силу сплава 2НСР можно объяснить в терминах дестабилизации ГД, а также повышения подвижности ГД за счет последующего создания продольной магнитной текстуры с высокой степенью остроты (что будет показано далее), приводящего к упрощению ДС и снижению H_c.

В целом, можно констатировать, что положительный эффект от ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения коэрцитивной силы для сплава 2НСР наблюдается лишь при значительной доле срелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте (при $\gamma < 0{,}1$). На рисунке 62 представлена зависимость от параметра релаксации напряжений γ величины $(H_{c\ отжиг} - H_{c\ ТМО}) / H_{c\ отжиг}$ при некоторой температуре термообработки, характеризующей эффект от ТМО по сравнению с отжигом в части снижения H_c. Т.е., если при некотором γ данная величина положительна, то ТМО при данной степени релаксации эффективнее отжига без поля.

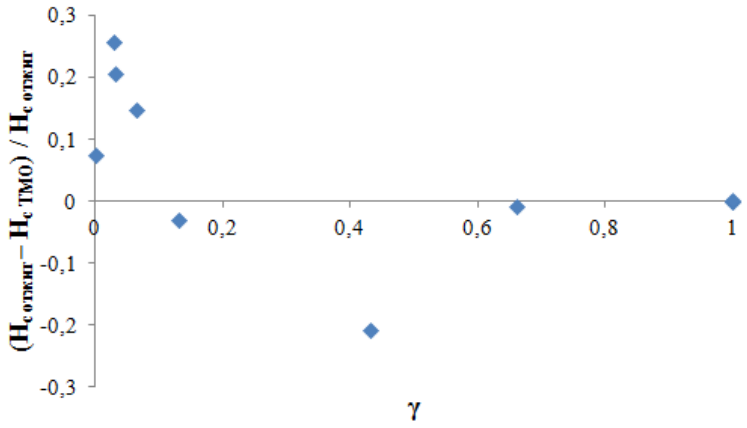


Рисунок 62 – Зависимость эффективности ТМО в ненасыщающем поле в части снижения H_c от параметра релаксации напряжений γ для аморфного сплава 2НСР

На рисунке 63 представлена зависимость $H_{\mu max}$ от температуры ТМО и отжига.

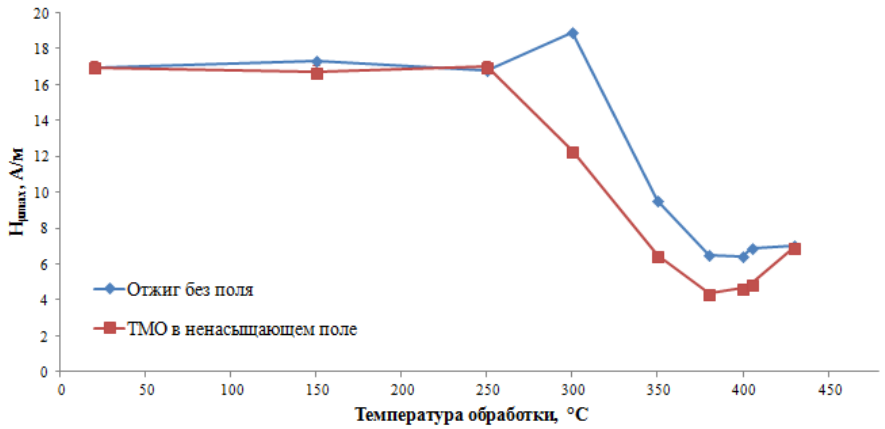


Рисунок 63 – Зависимость поля максимальной проницаемости $H_{\mu max}$ аморфного сплава 2НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Зависимость $H_{\mu max}$, в целом, качественно совпадает с зависимостью H_c как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем магнитном поле. Важным отличием в зависимостях данных характеристик от температуры обработки является их поведение при температуре 300 °С, когда для $H_{\mu max}$ наблюдается прохождение через максимум после отжига без поля, в то время как после ТМО наблюдается монотонное снижение данного параметра в диапазоне температур 250-380 °С; при этом поведение H_c после обработок при данной температуре не различается (прохождения коэрцитивной силы через экстремум после отжига без поля не наблюдалось). Также важно отметить, что если для коэрцитивной силы есть определенный интервал температур ТМО, в котором отжиг без поля более эффективен в части снижения H_c, то для поля максимальной проницаемости при любой из рассматриваемых температуре обработки $H_{\mu max}$ после ТМО меньше или равно значениям данного параметра после отжига без поля. Важно также отметить, что в исходном состоянии, а также после практически всех термических обработок как с приложением поля, так и без поля нарушалось классическое соотношение $H_c < H_{\mu max}$: поле максимальной проницаемости было ниже, чем поле коэрцитивной силы (за исключением состояний после ТМО и отжига при 250 °С, отжига при 300 °С). Максимум $H_{\mu max}$ после отжига без поля при 300 °С может являться маркером протекания процессов стабилизации ГД вследствие НУ, поскольку именно при данной температуре наблюдалось возникновение сильной перетянутости ПГ, обусловленной стабилизацией доменов вблизи 90-градусных ГД и увеличением вклада обратимого смещения 90-градусных ГД. Поскольку поля, прикладываемого при ТМО, должно быть достаточно, как минимум, для частичной дестабилизации ГД, в связи с этим, процессы стабилизации в образце после ТМО развиты гораздо более слабо, перетянутость ПГ после ТМО при 300 °С не наблюдалась, а значение поля $H_{\mu max}$ было гораздо ниже, чем после отжига без поля. Таким

образом, в отличие от H_c, поле $H_{\mu max}$ для аморфных сплавов на основе железа может быть показателем протекания стабилизационных процессов, а также демонстрировать дестабилизацию ГД, которая имеет место при ТМО. Вероятно, в данной серии обработок, как и во многих других сериях, в том числе, и на сплаве 84КХСР, на формирование коэрцитивной силы оказывает влияние, в первую очередь, магнитоупругая анизотропия, в связи с чем, процессы стабилизации не приводят к смене типа зависимости H_c от $T_{ТМО}$. В то же время, поле максимальной проницаемости формируется в значительной степени как под действием процесса релаксации напряжений, так и под действием наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения, в результате чего на зависимости $H_{\mu max}$ от $T_{ТМО}$ также наблюдается снижение этого параметра по мере уменьшения доли несрелаксировавших напряжений и K_σ, но при этом также проявляется и эффект от роста K_i в виде максимума на графике $H_{\mu max}(T_{ТМО})$.

На рисунке 64 представлен коэффициент прямоугольности петли гистерезиса аморфного сплава в зависимости от температуры отжига в магнитном поле и без поля.

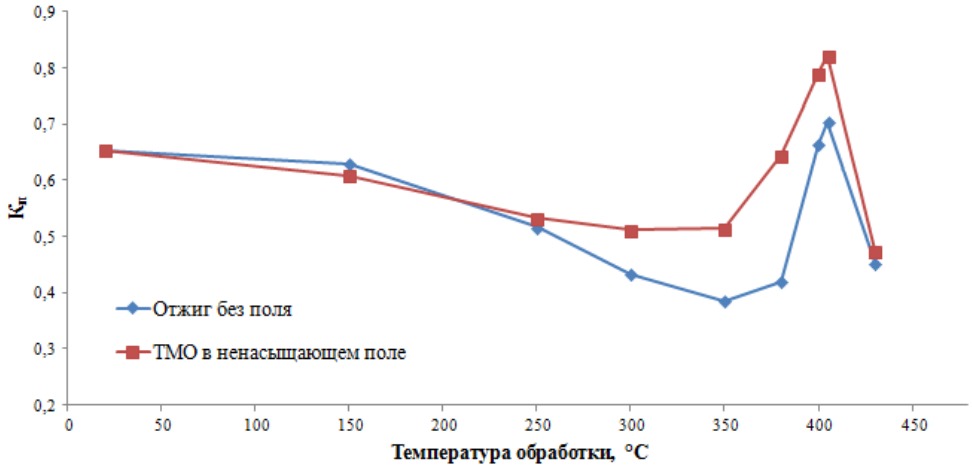


Рисунок 64 – Зависимость коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $K_п$ аморфного сплава 2НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Также как и для сплава 84КХСР, в образцах сплава 2НСР в быстрозакаленном состоянии присутствовала продольная магнитная текстура ($K_п$ = 0,65), которая вследствие стабилизации 90-градусных ГД постепенно разрушалась по мере роста температуры обработки до 350 °С. После отжига в ненасыщающем поле значения $K_п$ во всем рассматриваемом диапазоне температур обработки выше на 3-53 % по сравнению с отжигом без поля, в связи с чем, если при отжиге без поля стабилизационные процессы приводили к формированию доменной структуры с преобладающей в ней долей

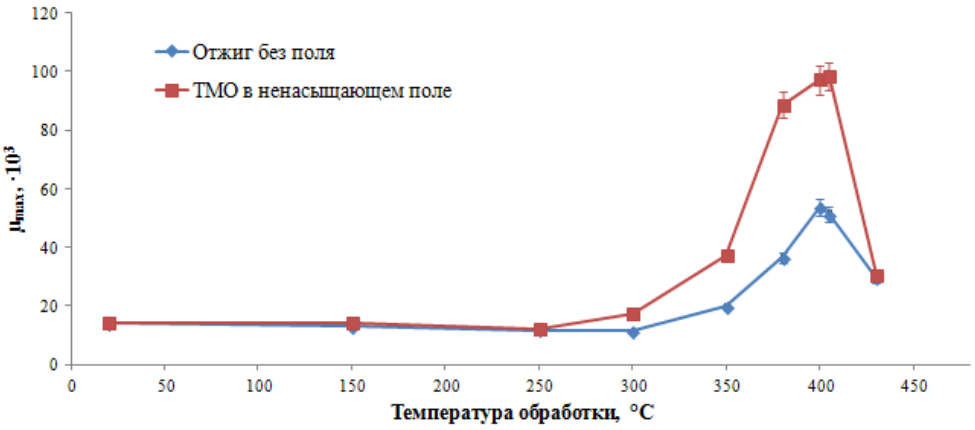
поперечно намагниченных областей ($К_п \approx 0,4$), то после ТМО в ненасыщающем поле вне зависимости от $Т_{ТМО}$ в ДС образцов либо преобладали продольные домены ($К_п > 0,5$), либо наблюдалось практически магнитно-изотропное состояние (как после ТМО при 250-350 и 430 °С).

По мере приближения к полностью релаксированному состоянию после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле при температурах 380-405 °С и 350-405 °С, соответственно, наблюдается увеличение $К_п$, связанное с восстановлением исходной продольной магнитной текстуры и ее дополнительным усилением. Примечательно, что магнитно-анизотропное состояние с преобладанием в ДС продольно намагниченных областей тем более ярко выражено, чем выше температура обработки и меньше доля несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте (наибольший $К_п$ после ТМО достигнут при Т = 405 °С), что согласуется с результатами исследований на сплаве 84КХСР.

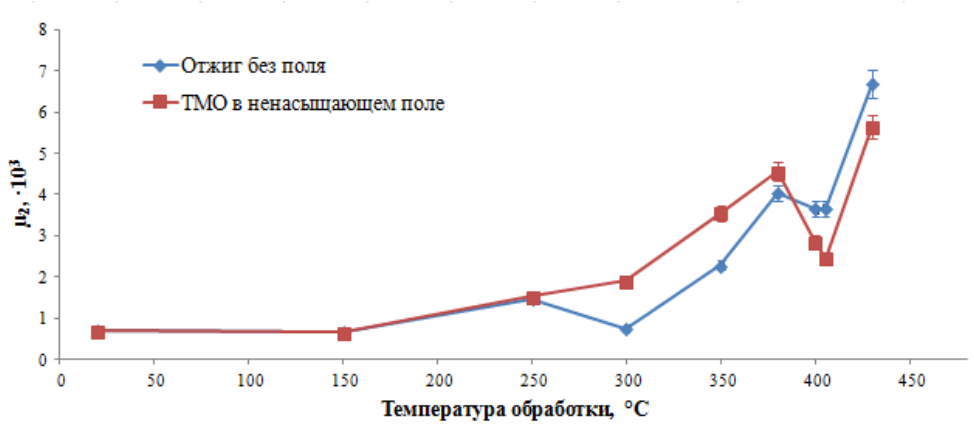
На рисунке 65 показаны зависимости максимальной и низкополевой проницаемости μ_2, а также проницаемости в большом поле μ_{30} аморфного сплава от температуры отжига в магнитном поле и без поля.

Качественно характер зависимости проницаемостей μ_{max} и μ_{30} от температуры обработки после термообработки схож с таковым для $К_п$. Вплоть до температуры обработки 300 °С приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге практически не влияет на μ_{max}, μ_2 и μ_{30}. При этом, как после отжига без поля, так и после ТМО в ненасыщающем поле при обработках при температурах 150-300 °С на графиках μ_{max} и μ_{30} наблюдается провал по сравнению с быстрозакаленным состоянием (на 1-19 % для μ_{max} и на 5-15 % для μ_{30}), который коррелирует со спадом $К_п$ на зависимости от температуры обработки и связан со стабилизацией ГД вследствие НУ. Провал при температуре отжига без поля 300 °С вследствие стабилизационных процессов также наблюдался и на зависимости μ_2 (на 49 % по сравнению со значением данного параметра после отжига при 250 °С).

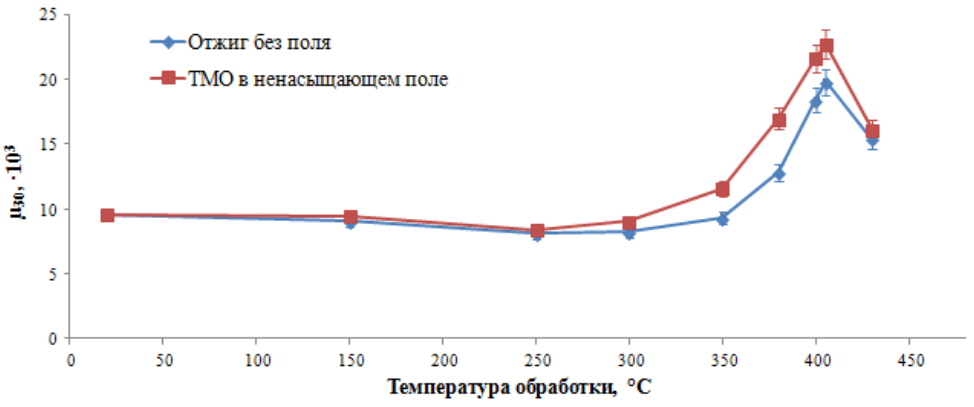
При дальнейшем росте температуры термической обработки до 405 °С происходило увеличение μ_{max} и μ_{30}, при этом разница в максимальной проницаемости для образцов после отжига в поле и без поля также увеличивалась (наибольший эффект от ТМО в части повышения μ_{max} и μ_{30} был достигнут при 380 °С). При температурах термообработки 300 °С и выше максимальная проницаемость и проницаемость в большом поле после ТМО выше на 3-142 % и 5-32 %, соответственно, чем после отжига без поля. Таким образом, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге более слабо влияет на μ_{30}, чем на μ_{max}.



а)



б)



в)

Рисунок 65 – Зависимость максимальной проницаемости μ_{max} (а), низкополевой проницаемости μ_2 (б) и проницаемости в большом поле μ_{30} (в) аморфного сплава 2НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Подобное поведение максимальной проницаемости, проницаемости в большом поле, а также коэффициента прямоугольности ПГ при отжиге в магнитном поле может быть обусловлено частичным наведением одноосной продольной магнитной анизотропии в той части ферромагнетика, которая перемагничивается смещением 180-градусных границ доменов [23, 127, 138]. Меньшие значения $H_{\mu max}$ аморфного сплава после ТМО по

сравнению с отжигом, наблюдающиеся практически во всём рассматриваемом интервале температур, наряду с более высокими значениями μ_{max} и $К_п$ после ТМО, могут, также как и последние, быть следствием более высокой степени продольной магнитной текстуры, практически всегда наблюдаемой после отжига в ненасыщающем поле (как на сплаве 2НСР, так и на 84КХСР). Как и в предыдущих сериях обработок, результаты данной серии также показали, что получение наиболее высоких значений максимальной проницаемости возможно только в состоянии, близком к полностью релаксированному.

Частично наведенная продольная магнитная анизотропия также может быть причиной пониженных значений низкополевой проницаемости после отжига в магнитном поле при температурах 400-430 °С [139]. Так, вплоть до $Т_{ТМО}$ = 250 °С μ_2 после отжига и ТМО аналогична; при дальнейшем повышении температуры ТМО до 380 °С наблюдаются повышенные значения низкополевой проницаемости по сравнению с отжигом без поля (на 4-157 %) за счет повышения подвижности ГД. При этом наибольший эффект от ТМО в ненасыщающем поле в части повышения μ_2 достигнут в случае температуры 300 °С, соответствующей максимуму $Н_{\mu max}$ и минимуму μ_2 после отжига без поля, что свидетельствует о наиболее сильном развитии процессов стабилизации ГД вследствие НУ при данной температуре, которые подавляются при ТМО. При отжиге при 380 °С наблюдался локальный максимум низкополевой проницаемости, что свидетельствует о достижении при такой обработке оптимальной дисперсности ДС с $К_п$ = 0,42, обеспечивающей высокую удельную площадь ГД и повышенную μ_2, даже несмотря на продолжающие протекать стабилизационные процессы (что следует из пониженной прямоугольности ПГ после отжига). По-видимому, в случае ТМО на это состояние накладывается положительный эффект от дестабилизации ГД, что приводит к дополнительному повышению низкополевой проницаемости по сравнению с отжигом без поля и также наблюдаемому локальному максимуму μ_2 при $Т_{ТМО}$ = 380 °С.

Как уже было отмечено, эффективность ТМО в ненасыщающем поле в части улучшения магнитомягких свойств АММС на основе Fe зависит от степени релаксации напряжений, что следует из рисунка 64. В то же время, можно говорить о различающейся эффективности ТМО при температуре 380 °С для образцов диаметрами 26 мм (подраздел 3.4.2, рисунок 56) и 15 мм (рисунки 61, 65): по сравнению с отжигом без поля отжиг в ненасыщающем магнитном поле, проведенный на образце большого диаметра, привел к снижению $Н_с$ на 23 % и повышению μ_{max} и μ_2 на 151 и 245 %, соответственно. При этом ТМО на образце диаметром 15 мм по сравнению с отжигом способствовала снижению $Н_с$ на 15 % и повышению μ_{max} и μ_2 на 142 и 25 %, соответственно. Таким образом, эффективность ТМО в ненасыщающем поле для сплавов на основе Fe с высокой

магнитострикцией определяется не только уровнем внутренних напряжений в аморфной ленте при данной температуре, но и характером их распределения, определяющимся, в том числе, диаметром кольцевого образца.

При температуре 405 °С на кривой низкополевой проницаемости μ_2 от температуры как отжига в поле, так и без поля наблюдается минимум. Кроме того, отжиг без поля при такой температуре привел к росту коэрцитивной силы по сравнению с ее минимальным значением, достигнутым при температуре 400 °С. При этом, как уже отмечалось ранее, значения μ_2 после ТМО при 400-430 °С на 16-33 % ниже, чем после отжига без поля при этих температурах. Подобное поведение магнитных свойств можно интерпретировать в рамках модели двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111], в соответствии с которой за счет повышения удельной энергии 180-градусных ГД и ее производных по координате слишком большая доля объема ферромагнетика с продольно намагниченными областями (и высоким $К_п$) может приводить к росту коэрцитивной силы и снижению низкополевой проницаемости (из-за уменьшения удельной площади ГД в условиях ярко выраженной одноосной анизотропии). По-видимому, при 405 °С это обстоятельство перевешивает положительный эффект от дестабилизации ГД, которая при такой высокой температуре, близкой к T_c, уже не приводит к драматичному улучшению свойств.

Также, как и для сплава 84КХСР, для 2НСР можно констатировать, что температуры отжига в ненасыщающем поле, соответствующие наиболее значительному улучшению различных магнитомягких свойств (проницаемости в разных полях, коэрцитивной силы) по сравнению с отжигом без поля, различны, что говорит о том, что на формирование указанных магнитных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы.

На зависимостях всех рассмотренных магнитных свойств после обработок при температуре 430 °С наблюдалась смена направления зависимости данного параметра от $T_{обр}$ (рост H_c, $H_{\mu max}$ и μ_2, а также уменьшение $К_п$, μ_{max} и μ_{30}), что может быть связано, во-первых, с тем, что данная температура расположена выше T_c в отличие от всех других рассматриваемых температур, а также с возможным развитием процессов кластерообразования или поверхностной кристаллизации, которые создают условия для пиннинга границ доменов, но не могут быть зафиксированы рентгенографическим методом, что отмечалось для сплава 2НСР в предыдущих работах [81].

На рисунке 66 показана зависимость максимальной индукции от температуры термических обработок (отжига и ТМО).

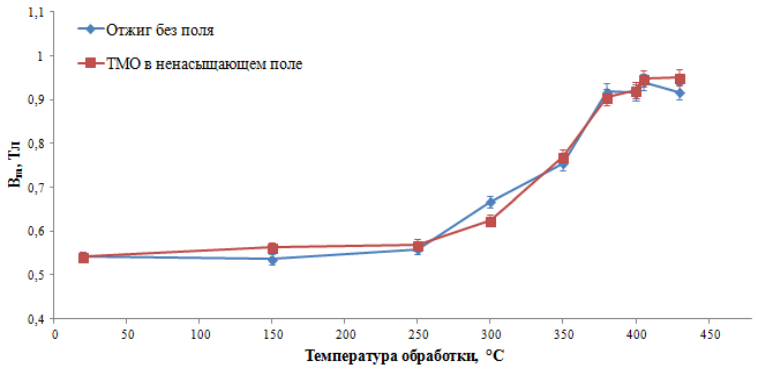


Рисунок 66 – Зависимость максимальной индукции B_m аморфного сплава 2НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Увеличение температуры обработки, способствующее усилению релаксационных процессов, приводило к облегчению намагничивания и повышению максимальной индукции с выходом на насыщение при температурах в районе 400 °С. При этом значения максимальной индукции после отжига без поля и ТМО при разных температурах обработки различались не более чем на 7 %. Таким образом, приложение магнитного поля при отжиге, в целом, оказывает слабое влияние на B_m.

На рисунке 67 показана зависимость удельных потерь на перемагничивание, измеренных в поле 470 А/м при частоте 50 Гц, от температуры термических обработок (отжига и ТМО). Дополнительно на график нанесены отдельные точки, полученные для образцов после ТМО с приложением напряженностью 16 А/м.

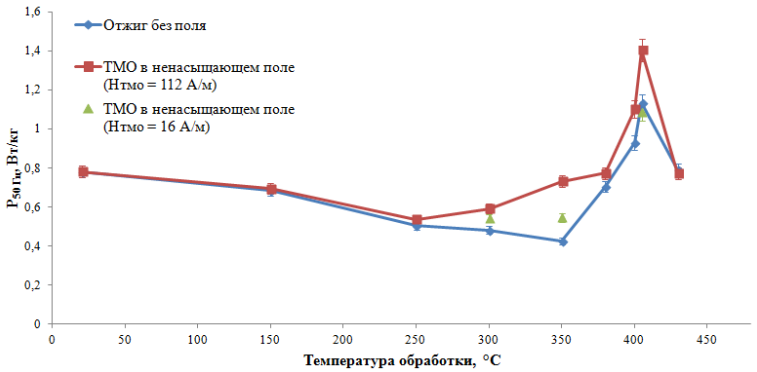


Рисунок 67 – Зависимость удельных потерь на перемагничивание P при частоте f = 50 Гц аморфного сплава 2НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Качественно зависимость $P_{уд}$ от $T_{обр}$ напоминает графики для $K_п$, μ_{max} и μ_{30}, которые уже обсуждались. При температурах обработки 150 и 250 °С потери после отжига и ТМО не различаются. При температурах 300-400 °С для ТМО в поле 112 А/м характерна

гораздо меньшая эффективность в части снижения удельных потерь на перемагничивание, чем для отжига без поля (потери после ТМО на 10-72 % выше, чем после отжига). Наименьшее повышение потерь при ТМО наблюдается при температуре 380 °С (менее 10 %). При этом ТМО в поле 16 А/м позволяет получить потери на перемагничивание более низкие, чем после ТМО в поле 112 А/м и несколько более близкие по величине к отжигу без поля (разница не более 29 %). Также как и для сплава 84КХСР, для 2НСР наименьшие $P_{уд}$ получены после отжига без поля при температуре 350 °С, соответствующей достаточно высоким K_σ и K_i (т.е. обеспечивающей пониженный уровень статических магнитных свойств), что может быть связано с формированием в результате таких обработок поперечной магнитной текстуры с большей удельной площадью ГД, чем после ТМО в относительно большом продольном поле.

Полученные результаты согласуются с данными, представленными в работах [106], и могут быть объяснены следующим образом: после отжига в ненасыщающем поле в аморфной ленте присутствует продольная магнитную текстура с легкой осью, направленной вдоль окружности тороидального образца, в связи с чем, процесс намагничивания, в основном, осуществляется за счет смещения доменных стенок. При этом после отжига без поля на основании данных рисунка 62 вплоть до температур 300-380 °С в аморфной ленте преобладают поперечно намагниченные области. Переход магнитной анизотропии от продольной к поперечной легкой оси приводит к увеличению вклада вращения в процесс продольного намагничивания, что становится причиной возрастания гистерезисных потерь для образцов после ТМО [109]. Кроме того, по сравнению с отжигом без поля отжиг в продольном приводит к значительному увеличению остаточной индукции – чем выше остаточная намагниченность, тем больше потери на гистерезис [136] (в случае, если рост остаточной индукции не компенсируется значительным снижением коэрцитивной силы, что также приводит к снижению потерь на гистерезис). Повышение ширины доменов, неизбежно возникающее в условиях сильной магнитной текстуры, приводит к устранению клиновидных доменов, являющихся зародышами перемагничивания, вследствие чего повышается скорость движения границ доменов и возрастают потери на перемагничивание в материале.

Таким образом, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге при температуре 380 °С, обеспечивающей определенное соотношение констант анизотропии K_i и K_σ (при котором за счет снятия значительной доли внутренних напряжений в ленте уже возможно достижение высокого комплекса магнитомягких свойств, однако создание ярко выраженной продольной магнитной текстуры с низкой удельной площадью ГД при завершившейся лишь на 90 % релаксация напряжений не реализуется, что позволяет

сохранить высокую низкополевую проницаемость), позволяет одновременно снизить коэрцитивную силу и повысить максимальную проницаемость, а также проницаемости в малых и больших полях. При этой температуре также минимален негативный эффект от влияния ТМО на удельные потери на перемагничивание при частоте 50 Гц.

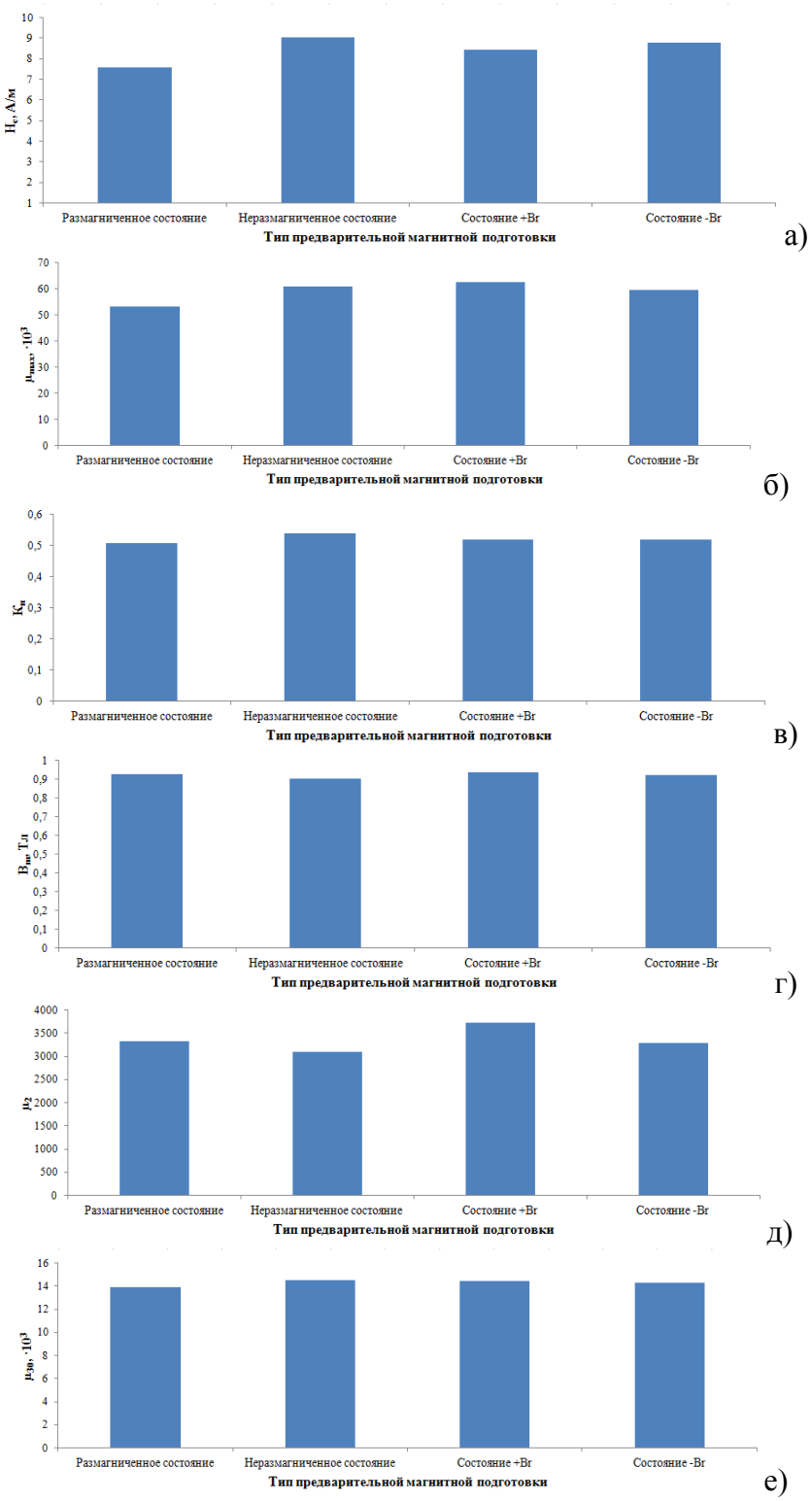
3.4.7 Другие факторы, влияющие на магнитные свойства аморфного магнитно-мягкого сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле

В данном подразделе рассмотрено влияние на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР после отжига в ненасыщающем поле таких факторов, как проведение предварительной магнитной подготовки перед отжигом в ненасыщающем магнитном поле, проведение предварительного отжига без поля перед ТМО, а также проанализирована возможность эффективности двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле на примере сплава на основе Fe.

Проведение предварительной магнитной подготовки

Закономерности влияния предварительной магнитной подготовки на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР при отжиге в ненасыщающем поле изучались на образцах, далее подвергнутых ТМО при 375 °С с приложением поля величиной 32 А/м и выдержкой 10 мин. По аналогии с подразделом 3.2.6, перед ТМО образцы приводились в следующие состояния: после предварительных магнитных измерений с размагничиванием в поле 800 А/м, после предварительных измерений без размагничивания, состояние остаточной индукции $+B_r$ без предварительных измерений, состояние остаточной индукции $-B_r$ без предварительных измерений. Состояния остаточной индукции различного знака создавались предварительным приложением к образцу поля напряженностью 160 А/м.

Зависимости магнитных свойств аморфного сплава от разновидностей магнитной подготовки при отжиге в ненасыщающем поле с выдержкой в 10 мин при выбранной температуре представлены на рисунке 68.



а)H_c; б) μ_{max}; в) $K_п$; г) B_m; д) μ_2; е) μ_{30}.

Рисунок 68 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от типа магнитной подготовки при отжиге в ненасыщающем поле при T = 375 °C

На рисунке 68 дополнительно показаны зависимости магнитной проницаемости, измеренной в разных полях с достаточно малой напряженностью: низкополевая проницаемость μ_2 и проницаемость μ_{30}.

Магнитная подготовка, заключающаяся в создании определенной доменной структуры в образце перед ТМО в ненасыщающем поле, в целом, оказывает влияние практически на все рассматриваемые магнитные свойства, однако это влияние по сравнению с другими рассмотренными факторами ТМО достаточно слабое. Максимальная индукция B_m, а также проницаемость μ_{30} практически не зависят от типа магнитной подготовки перед ТМО – изменения данных параметров после обработок при выбранной температуре составляют не более 4 %.

Магнитные свойства, в наибольшей степени определяющиеся наведением одноосной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения, в зависимости от типа магнитной подготовки перед ТМО изменялись следующим образом: μ_{max} – на 12-18 %, $К_п$ – на 2-6 %.

При этом проведение перед ТМО магнитной подготовки разного типа приводит к следующим количественным изменениям низкополевой проницаемости и коэрцитивной силы: μ_2 – на 6-21 %, H_c – на 11-19 %. В результате, наибольшее влияние магнитная подготовка перед ТМО оказывает на H_c и $\mu_{низкопол}$, а также на μ_{max}.

Сравним попарно следующие состояния аморфного сплава – с и без размагничивания, а также $+B_r$ и $-B_r$. Отличие первых двух состояний от состояний $+B_r$ и $-B_r$ заключается в том, что последние создавались путем приложения в разных направлениях магнитного поля величиной 160 А/м (без предварительных магнитных измерений), в то время как максимальное поле измерений в размагниченном и неразмагниченном состояниях составляло 800 А/м. После магнитной подготовки оба типа образцов были подвергнуты одинаковой ТМО в поле 32 А/м, в связи с чем, можно ожидать, что свойства образцов в состояниях $+B_r$ и $-B_r$ будут отличаться таковых для образцов после магнитных измерений с или без использования операции размагничивания. Для состояний без и с размагничиванием после измерений большая H_c и меньшая $\mu_{низкопол}$ наблюдаются в неразмагниченном состоянии (на 19 % выше и на 7 % ниже, соответственно, по сравнению с размагниченным состоянием). Для состояний $+B_r$ и $-B_r$ более высокая H_c и более низкая μ_2 характерны для состояния $-B_r$ (на 4 % выше и на 12 % ниже, соответственно, по сравнению с состоянием $+B_r$). Кроме того, в неразмагниченном состоянии, а также в состоянии $+B_r$ наблюдались на 15 и 5 %, соответственно, более высокие значения μ_{max} по сравнению с состояниями после размагничивания и $-B_r$. С учетом того, что качественно неразмагниченное состояние должно соответствовать состоянию $+B_r$ (да и количественно как приложение поля 160 А/м, так и поля 800 А/м должно приводить к завершению необратимых процессов смещения ГД, поскольку они оба в соответствии с рисунком 55 превышают поле H_{rs}),

такое поведение максимальной проницаемости ожидаемо, поскольку в обоих случаях намагничивание при ТМО идёт обратимо, без смещения ГД, а эффект от ТМО должен быть связан с усилением продольной магнитной текстуры, как это было описано в подразделе 3.2.6.

Среди всех рассмотренных типов магнитной подготовки наименьшая коэрцитивная сила получена для размагниченного образца. При этом наибольшая низкополевая проницаемость наблюдалась для образца в состоянии остаточной индукции $+B_r$.

Таким образом, полученные результаты исследования влияния различной магнитной подготовки перед ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфного сплава 2НСР, в целом, согласуются с теорией, приведенной ранее при обсуждении результатов для сплава 84КХСР. Возможное влияние размагничивания на магнитные свойства, полученные в результате ТМО в ненасыщающем поле может быть связано с различием той части ленты, в которой при ТМО нет доменных границ – эта часть зависит от величины магнитного поля при размагничивании после магнитных измерений (как оно соотносилось с максимальным полем измерений H_m), от величины магнитного поля при создании состояния $+/-B_r$, от последовательности измерений магнитных свойств перед ТМО (вначале измерялась частная или предельная ПГ, снималась ли КН, проводилось ли размагничивание между последовательными магнитными измерениями и т.д.).

Таким образом, поскольку исходное магнитное состояние влияет на получаемые после ТМО свойства (что было показано на примере сплавов 2НСР и 84КХСР), то это также может объяснить, почему схожие ТМО могут приводить к разным результатам. В связи с этим, с методической точки зрения перед отжигом в ненасыщающем поле крайне важно фиксировать, например, в какой последовательности проводились магнитные измерения образцов в быстрозакаленном состоянии (в части величины напряженности магнитного поля измерений), проводилось ли размагничивание (и если проводилось, то при какой величине размагничивающего поля), в каком направлении прикладывалось магнитное поле при ТМО по сравнению с направлением поля при проведении предварительных магнитных измерений и т.д. Для получения более высокого уровня магнитомягких свойств требуется, во-первых, после магнитных измерений проводить размагничивание в поле не менее поля H_m, во-вторых, не менять направление приложения поля при ТМО по сравнению с направлением приложения поля при измерении исходных магнитных свойств (это значимо, если $H_{ТМО} < H_m$).

Проведение предварительного отжига без поля. Оценка целесообразности проведения двухступенчатой ТМО в ненасыщающем поле на аморфных сплавах на основе Fe

В таблице 11 приведены магнитные свойства аморфного сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле при 375 °С с предварительным отжигом при 410 °С без поля с выдержкой 10 мин, а также после двухступенчатой ТМО при температурах ступеней 410 и 375 °С. В таблице для сравнения также показаны свойства сплава после ТМО при 410 °С, а также после ТМО при 375 °С. Температура 410 °С была выбрана как соответствующая температуре окончания релаксации напряжений, а температура 375 °С на основании предыдущих результатов в других сериях должна обеспечивать промежуточное значение константы наведенной анизотропии и, как следствие, высокую степень продольной магнитной текстуры (со всеми сопутствующими этому изменениями магнитных свойств) при отсутствии деградации свойств вследствие стабилизационных процессов.

Таблица 11 – Магнитные свойства аморфного сплава 2НСР в разных состояниях

Обработка	H_c, А/м	B_m, Тл	$K_п$	μ_2	μ_{max}	μ_{30}	$H_{\mu max}$, А/м
ТМО с предварительным отжигом, 410+375 °С	5,985	0,9875	0,749055	2019,1	92177,7	21191,0	5,195
Одноступенчатая ТМО, 375 °С	6,134	0,9466	0,565715	2957,8	66540,2	15890,6	5,254
Двухступенчатая ТМО, 410+375 °С	5,511	0,9672	0,736224	2312,8	89828,2	20543,6	5,118
Одноступенчатая ТМО, 410 °С	5,063	0,9713	0,734274	2457,2	103929,4	20963,1	4,409

Проанализировав данные таблицы 11, можно сделать вывод о том, что как ТМО с предварительным отжигом, так и двухступенчатая ТМО позволяют получить несколько более высокий уровень магнитомягких свойств аморфного сплава 2НСР по сравнению с одноступенчатой ТМО в ненасыщающем поле при 375 °С, за исключением пониженной низкополевой проницаемости: в случае ТМО с предварительным отжигом улучшение свойств составило 3 % для H_c, 4 % для B_m, 39 % для μ_{max}, 33 % для μ_{30}, а снижение μ_2 равнялось 32 %; в случае двухступенчатой ТМО улучшение свойств составило 10 % для H_c, 2 % для B_m, 35 % для μ_{max}, 29 % для μ_{30}, а снижение μ_2 равнялось 22 %. Улучшение свойств после ТМО с предварительным отжигом без поля, а также после двухступенчатой ТМО можно связать с тем, что в процессе высокотемпературного отжига при 410 °С (или в процессе высокотемпературной выдержки на первой ступени ТМО) процессы релаксации напряжений протекают в значительно большей степени, стремясь к своему

завершению в соответствии с рисунком 20, что обуславливает облегчение процессов намагничивания и перемагничивания и способствует повышению максимальной индукции, максимальной проницаемости и проницаемости в больших полях, а также снижению коэрцитивной силы и поля максимальной проницаемости. В то же время, значительная степень остроты продольной магнитной текстуры с $К_п$ более 0,7, наблюдаемая после ТМО с предварительным отжигом и двухступенчатой ТМО, в соответствии с моделью двухосного магнитно-анизотропного состояния аморфных лент [111] приводит к значительному снижению удельной площади границ доменов, что вызывает уменьшение низкополевой проницаемости.

Стоит отметить, что после ТМО с предварительным отжигом были получены несколько более высокое значение H_c (на 9 %) и низкое значение μ_2 (на 13 %), чем после двухступенчатой ТМО. В то же время, последняя обработка обеспечивала пониженные значения μ_{max} и μ_{30} (в среднем, на 3 %). С учетом того, что проведение предварительного отжига с отдельного нагрева обеспечивает более полное снятие внутренних напряжений в аморфной ленте, в связи с этим, усиление продольной магнитной анизотропии при приложении поля при последующей ТМО должно происходить легче, чем в образце с меньшей степенью релаксации напряжений (после двухступенчатой ТМО). В результате, можно ожидать повышенные $К_п$ и μ_{max} для образца после ТМО с предварительным отжигом, что и наблюдается в данной работе. Однако при этом в процессе дополнительного нагрева без приложения магнитного поля (который отсутствует в случае двухступенчатой ТМО) в некоторой степени всё же могут протекать процессы стабилизации ГД вследствие НУ (особо сказывающиеся на магнитных свойствах в диапазоне температур 300-350 °С, что было показано ранее). Поэтому уменьшение низкополевой проницаемости и повышение коэрцитивной силы в результате ТМО с предварительным отжигом по сравнению с двухступенчатой ТМО может быть связано именно со снижением подвижности доменных стенок из-за процесса направленного упорядочения при повторном нагреве образца для проведения ТМО.

Важным экспериментальным фактом с точки зрения оценки эффективности ступенчатой ТМО, а также ТМО после предварительного отжига на сплаве 2НСР является то, что после обеих указанных обработок был получен более низкий уровень магнитных свойств, чем после одноступенчатой ТМО при температуре 410 °С: наблюдалась более высокая H_c (на 9-18 %), более низкие μ_{max} (на 11-14 %) и μ_2 (на 6-18 %), что может быть обусловлено протеканием стабилизационных процессов при низкотемпературной выдержке (а в случае ТМО с предварительным отжигом – еще и при дополнительном

нагреве, как обсуждалось ранее), соответствующей более высокому значению K_i, чем таковое при 410 °С.

Можно сделать вывод, что для сплава 2НСР проведение ступенчатого отжига, по-видимому, нецелесообразно, т.к. сама идея двухступенчатой обработки основана на возможности разделения этапов ТО по температурам, при которых протекают процессы релаксации напряжений и направленного упорядочения. За счет низкой K_i и, как следствие, T_c для сплава 84КХСР наибольший эффект от направленного упорядочения наблюдается при температурах более чем на 150 °С ниже, чем температура окончания релаксации напряжений, в связи с чем можно подобрать такую комбинацию температур для ступеней ТМО, при которой будет обеспечено определенное сочетание констант наведенной магнитной анизотропии и магнитоупругой анизотропии, и получен уникальный комплекс магнитомягких свойств, который недостижим в результате одноступенчатой ТМО в ненасыщающем поле. Для сплава 2НСР с высокими K_i и T_c, практически равной температуре окончания релаксации напряжений, невозможно разделить температурные интервалы протекания направленного упорядочения и релаксации напряжений, в связи с чем, подобрать режим эффективной ступенчатой ТМО (как и режим предварительного отжига перед ТМО с отдельного нагрева) вряд ли возможно.

3.4.8 Заключение

Показано, что на формирование магнитных свойств аморфного сплава на основе Fe при отжиге в ненасыщающем магнитном поле оказывают влияние все рассмотренные факторы (температура обработки, напряженность прикладываемого поля, диаметр кольцевого образца, время выдержки, скорость охлаждения, момент приложения магнитного поля, магнитная подготовка). При этом наиболее сильное влияние на магнитные свойства сплава 2НСР оказывают величина поля при ТМО, температура и диаметр образца.

Определенное для АММС на основе Со оптимальное сочетание факторов ТМО для обеспечения высокой ее эффективности и получения благоприятного комплекса магнитомягких свойств аморфного сплава, в целом, аналогично таковому для сплава на основе Fe, за исключением несколько более высокой напряженности прикладываемого при отжиге поля. Обсуждены физические процессы, протекающие в сплаве, приводящие к эффективности ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля.

Показано, что для аморфных сплавов на основе Fe с высокой магнитострикцией эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле определяется уровнем и характером распределения внутренних напряжений в аморфной ленте. Высокая эффективность ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения коэрцитивной силы возможна лишь при малой доле несрелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте (при слабой магнитоупругой анизотропии). В то же время, магнитно-анизотропное состояние с преобладанием в доменной структуре продольно намагниченных областей тем более ярко выражено, чем выше температура обработки и меньше доля несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте, что приводит к значительному повышению максимальной проницаемости, однако также может вызвать снижение низкополевой проницаемости. В результате, для обеспечения одновременной эффективности ТМО в части повышения низкополевой и максимальной проницаемостей, а также снижения коэрцитивной силы сплава 2НСР необходимо выбирать такую температуру обработки, при которой обеспечивается определенное соотношение констант K_σ и K_i ($K_\sigma \approx K_i$) при достаточной малой их величине. Однако также как и для сплава 84КХСР максимально возможная эффективность ТМО в части улучшения разных магнитомягких свойств наблюдалась после обработок по разным режимам.

Поле $H_{\mu max}$ для аморфных сплавов на основе железа может быть показателем наиболее сильного развития протекание процессов стабилизации ГД, а также демонстрировать эффект от дестабилизации ГД, которая имеет место при ТМО в ненасыщающем поле. Приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге также приводит к уменьшению величины поля максимальной проницаемости АММС на основе Fe, которое по сравнению с отжигом без поля тем сильнее, чем больше напряженность прикладываемого поля, в связи с чем вновь наблюдались нарушения «классического» соотношения $H_{\mu max} / H_c \approx 1,4\text{-}1,6$.

В то же время, эффект от ТМО в ненасыщающем поле в виде снижения $H_{\mu max}$ в совокупности с применением при обработке кольцевых образцов большого диаметра, способствующих уменьшению магнитоупругой анизотропии, позволил одновременно получить наиболее низкую коэрцитивную силу и наиболее высокую низкополевую проницаемость аморфного сплава 2НСР среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО, что в сочетании с достаточно высокими значениями максимальной проницаемости, а также проницаемости в большом поле демонстрирует высокую эффективность предлагаемого технологического приема.

3.5 Изучение влияния содержания никеля в аморфных магнитомягких сплавах на основе железа на эффективность отжига в ненасыщающем поле в части улучшения магнитных свойств

Сравненение эффективности ТМО в ненасыщающем поле проводилось на двух магнитомягких сплавах (2НСР и 10НСР), с различным содержанием никеля. Известно, что частичная замена железа на никель в системе Fe-Ni-Si-B приводит к снижению T_c, λ_s и намагниченности насыщения, а также к повышению магнитной проницаемости [33, 140-141]. Кроме того, повышенное содержание Ni в АММС на основе Fe способствует росту константы магнитной анизотропии аморфного сплава [142].

Таким образом, можно ожидать, что для сплава в быстрозакаленном состоянии 10НСР характерен более высокий уровень магнитных свойств за исключением пониженной максимальной индукции по сравнению со сплавом 2НСР. Также можно предположить, что за счет более высокой константы магнитной анизотропии процессы стабилизации ГД вследствие НУ будут приводить к более сильной деградации магнитомягких свойств аморфного сплава 10НСР, чем 2НСР, в связи с чем, правильно подобранный режим ТМО в ненасыщающем поле, направленной на подавление стабилизационных процессов, может обеспечить более высокую эффективность предлагаемой в данной работе обработки именно для сплава 10НСР по сравнению со сплавом 2НСР.

3.5.1 Изучение влияния температуры отжига в ненасыщающем поле на его эффективность в части улучшения магнитных свойств аморфного магнитно-мягкого сплава 10НСР

Для начала, по аналогии с ранее проведенными исследованиями на сплавах 2НСР и 84КХСР, необходимо провести оценку эффективности ТМО в ненасыщающем поле для сплава 10НСР при разных температурах на основе сравнения его магнитных свойств после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле. Поскольку ранее было установлено, что для обеспечения высокой эффективности ТМО требуется прикладывать к образцу в процессе обработки ненасыщающее поле величиной не менее H_{rs}, то на основании зависимости $B_r(H_m)$ для сплава 10НСР (рисунок 69) было выбрано поле напряженностью 101 А/м.

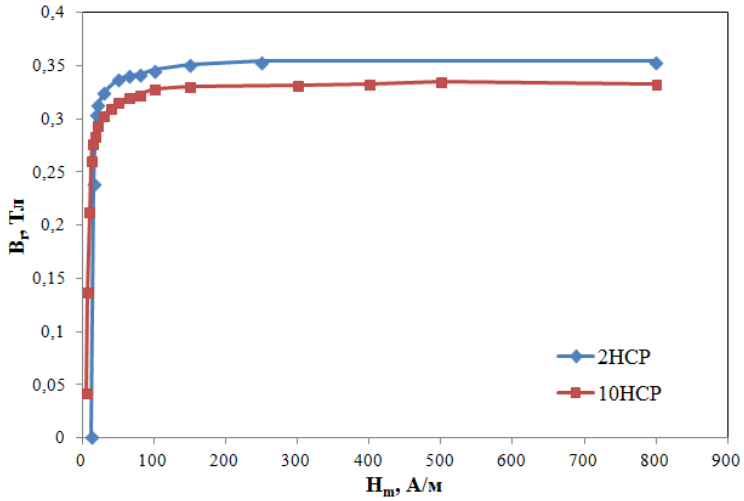


Рисунок 69 – Зависимости $B_r(H_m)$ для аморфных сплавов $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ (10HCP) и $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ (2HCP) в быстрозакаленном состоянии

Для сравнения на рисунке 69 также приведена полевая зависимость остаточной индукции для сплава 2HCP, исходя из которой для АММС 2HCP можно отметить повышенные значения B_r в полях после достижения насыщения. Для сплава 10HCP с увеличением H_m в малых полях B_r резко возрастает, достигая промежуточного насыщения ($B_r \approx 0{,}32$ Тл) в поле H_{rs1} = 65 А/м, за которым следует дополнительное повышение остаточной индукции до 0,33 Тл в поле H_{rs2} = 100 А/м с последующим незначительным снижением B_r по мере дальнейшего увеличения H_m. Таким образом, достижение насыщения остаточной индукции с ростом поля измерений происходит двухступенчато, что может быть связано с тем, что для исследуемого аморфного сплава присутствуют несколько стадий перемагничивания, связанные с тем, что в образце имеются центры задержки границ доменов, как минимум, двух типов, соответствующих 180-градусным и 90-градусным границам доменов. Кроме того, можно отметить, что интенсивный рост остаточной индукции, связанный с перемагничиванием необратимым смещением ГД, для сплава 10HCP начинается в полях меньших, чем для сплава 2HCP.

В результате, для сплава 10HCP оценивалась эффективность ТМО в ненасыщающем поле напряженностью 101 А/м, которое прикладывалось к предварительно размагниченному образцу на протяжении всей обработки с выдержкой 10 мин и охлаждением на воздухе. Была проведена серия ТМО с такими параметрами при разных температурах, а также серия отжигов без поля для оценки эффективности предлагаемой в данном исследовании обработки (для возможности корректного сравнения магнитных свойств параметры отжига без поля полностью соответствовали таковым для ТМО в ненасыщающем поле за исключением приложения магнитного поля при обработке).

Рисунок 70, демонстрирующий зависимость коэрцитивной силы H_c от температуры отжига без поля и в ненасыщающем магнитном поле для сплава 10HCP, показывает, что приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге по-разному влияет на коэрцитивную силу при разных температурах обработки.

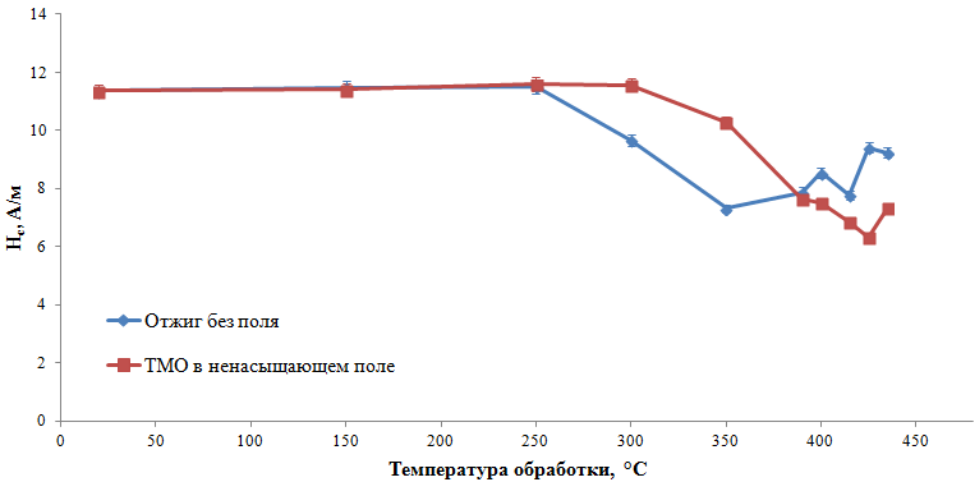


Рисунок 70 – Зависимость H_c аморфного сплава 10HCP от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля

При температурах обработок 150 и 250 °C наблюдаются небольшие различия в коэрцитивной силе сплава 10HCP после ТМО и отжига (на 6-9 %), обусловленные несколько отличающимся исходным состоянием образцов в части химического состава и уровня изгибных напряжений, возникших в результате навивки ленты на оправку. При температурах 300 °C и выше происходит постепенное уменьшение H_c после ТМО и отжига в связи с интенсивной гомогенизацией аморфной фазы. При этом при температурах от 300 до 350 °C, когда образцы находятся в частично релаксированном состоянии, отжиг без поля сильнее снижает коэрцитивную силу, чем отжиг в ненасыщающем поле – разница в значениях H_c между отжигом в магнитном поле и без поля при разных температурах из указанного диапазона составила от 20 до 41 %. Другими словами, при таких температурах обработки приложение магнитного поля при отжиге снижает эффективность термической обработки. Значительно более высокое значение H_c после ТМО при указанных температурах по сравнению с отжигом обусловлено сильными искажениями ветвей ПГ после отжига без поля, как это уже обсуждалось в подразделе 3.4.1 (рисунок 52). При этом, типы перетянутости ПГ после отжига при 300 и 350 °C были различны – при 300 °C вследствие сильной стабилизации 180-градусных ГД искажения нисходящей ветви ПГ наблюдались лишь во 2-ом квадранте, в связи с чем коэрцитивная

сила была выше, чем после отжига при 350 °С, когда степень развития стабилизационных процессов была более слабой, а перетянутость ПГ – более сильной, что вызвало искажения ПГ уже в 1-ом квадранте и привело к пониженным значениям H_c. После ТМО при этих температурах перетянутость ПГ не наблюдалась (однако присутствовало смещение ПГ по горизонтальной оси Н), в связи с чем, ТМО приводила к более высоким значениям H_c, чем отжиг без поля. Интересно, что для сплава 10НСР искаженные петли гистерезиса наблюдались сразу при двух температурах в отличие от сплава 2НСР, что может свидетельствовать о более сильном влиянии стабилизационных процессов на формирование магнитных свойств данного сплава за счет повышенного содержания никеля и, как следствие, более высокой K_i, чем для сплава 2НСР. Это также следует и из слабо выраженного локального максимума H_c после отжига без поля при 300 °С для сплава 10НСР, который для 2НСР отсутствовал.

При температурах обработки от 380 до 435 °С эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле в части снижения коэрцитивной силы образцов аморфного сплава оказалась выше, чем отжига без поля – на 3-33 % при разных температурах. Наибольший эффект от отжига в ненасыщающем магнитном поле был достигнут при температуре 425 °С, в практически полностью релаксированном состоянии аморфной ленты (не срелаксировало 3 % от исходного уровня изгибных напряжений в ленте). Положительное влияния приложение продольного ненасыщающего поля при отжиге на коэрцитивную силу сплава 2НСР можно объяснить в терминах дестабилизации ГД, а также повышения подвижности ГД за счет последующего создания продольной магнитной текстуры с высокой степенью остроты (что будет показано далее), возможного лишь при малой доле несрелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте и приводящего к упрощению ДС и снижению H_c.

В целом, можно констатировать, что положительный эффект от ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения коэрцитивной силы для сплава 10НСР, также как и для 2НСР, наблюдается лишь при значительной доли срелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте (при $\gamma < 0{,}1$). На рисунке 71 представлена зависимость от параметра релаксации напряжений γ величины $(H_{c\ отжиг} - H_{c\ ТМО}) / H_{c\ отжиг}$ при некоторой температуре термообработки, характеризующей эффект от ТМО по сравнению с отжигом в части снижения H_c.

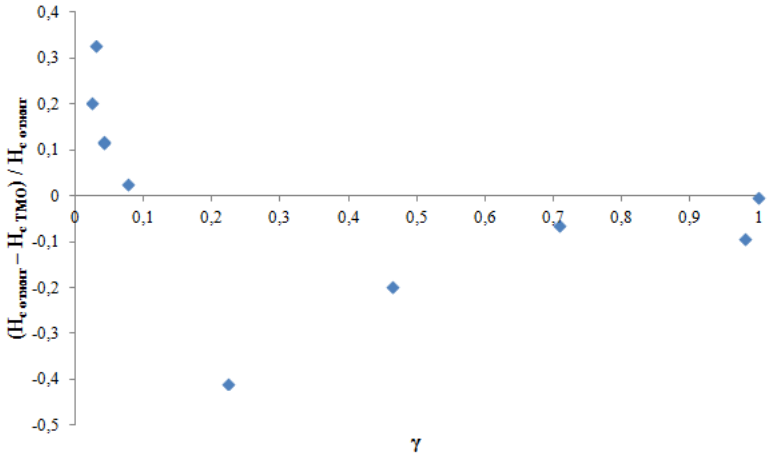


Рисунок 71 – Зависимость эффективности ТМО в ненасыщающем поле в части снижения H_c от параметра релаксации напряжений γ для сплава 10НСР

На рисунке 72 представлена зависимость $H_{\mu max}$ от температуры ТМО и отжига.

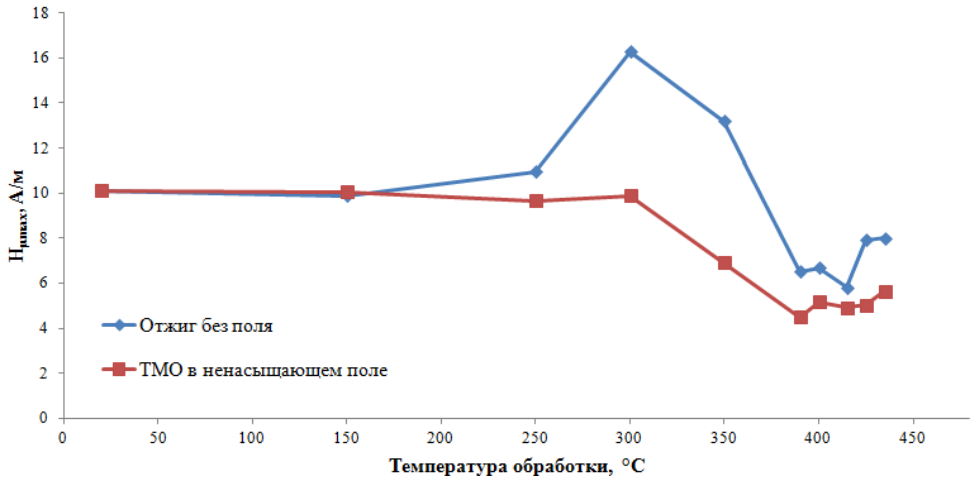


Рисунок 72 – Зависимость поля максимальной проницаемости $H_{\mu max}$ аморфного сплава 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Зависимость $H_{\mu max}$, в целом, качественно совпадает с зависимостью H_c как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем магнитном поле. Важным отличием в зависимостях данных характеристик от температуры обработки является их поведение при температурах 250-350 °С, когда для $H_{\mu max}$ наблюдается рост с прохождением через максимум после отжига без поля, в то время как после ТМО наблюдается лишь небольшой локальный максимум при 300 °С (с сопутствующим ростом $H_{\mu max}$ на 2 %) , за которым следует монотонное снижение данного параметра в диапазоне температур 300-390 °С; при этом поведение H_c после обработок при данной температуре не различается (прохождения коэрцитивной силы через экстремум после отжига без поля не

наблюдалось). Также важно отметить, что если для коэрцитивной силы есть определенный интервал температур ТМО, в котором отжиг без поля более эффективен в части снижения H_c, то для поля максимальной проницаемости при любой из рассматриваемых температуре обработки $H_{\mu max}$ после ТМО меньше или равно значениям данного параметра после отжига без поля. Также важно, что в исходном состоянии, а также после практически всех термических обработок как с приложением поля, так и без поля нарушалось классическое соотношение $H_c < H_{\mu max}$: поле максимальной проницаемости было ниже, чем поле коэрцитивной силы (за исключением состояний после отжига при 300 и 350 °С). Как уже обсуждалось для сплава 2НСР, максимум $H_{\mu max}$ после отжига без поля при 300 и 350 °С может являться маркером протекания процессов стабилизации ГД вследствие НУ, поскольку именно при данной температуре наблюдалось возникновение сильной перетянутости ПГ, обусловленной стабилизацией доменов вблизи 90-градусных ГД и увеличением вклада обратимого смещения 90-градусных ГД. О силе развития стабилизационных процессов при отжиге без поля, по-видимому, можно судить не только по типу перетянутости ПГ, как обсуждалось ранее, но и по величине $H_{\mu max}$ – после отжига при 350 °С данный параметр ниже, чем после отжига при 300 °С, что коррелирует с влиянием силы стабилизационных процессов при некоторой температуре на тип перетянутости ПГ и подтверждает, что при 350 °С стабилизационные процессы слабее, чем при 300 °С. Поскольку поля, прикладываемого при ТМО, должно быть достаточно, как минимум, для частичной дестабилизации ГД, в связи с этим, процессы стабилизации в образце после ТМО развиты гораздо более слабо, перетянутость ПГ после ТМО при 300 и 350 °С не наблюдалась, а значение поля $H_{\mu max}$ было гораздо ниже, чем после отжига без поля.

На рисунке 73 представлен коэффициент прямоугольности петли гистерезиса аморфного сплава в зависимости от температуры отжига в магнитном поле и без поля.

Также как и для сплавов 84КХСР и 2НСР, в образцах сплава 10НСР в быстрозакаленном состоянии присутствовала продольная магнитная текстура ($К_п$ = 0,66), которая при отжиге без поля вследствие стабилизации 90-градусных ГД постепенно разрушалась по мере роста температуры обработки от 250 до 350 °С. После отжига в ненасыщающем поле значения $К_п$ во всем рассматриваемом диапазоне температур обработки выше на 1-53 % по сравнению с отжигом без поля, в связи с чем, если при отжиге без поля стабилизационные процессы приводили к формированию доменной структуры с практически равными долями областей с поперечным и продольным направлениями намагниченности ($К_п$ = 0,46-0,54), то после ТМО в ненасыщающем поле

вне зависимости от $T_{ТМО}$ в ДС образцов преобладали домены с продольной намагниченностью ($К_п$ > 0,6).

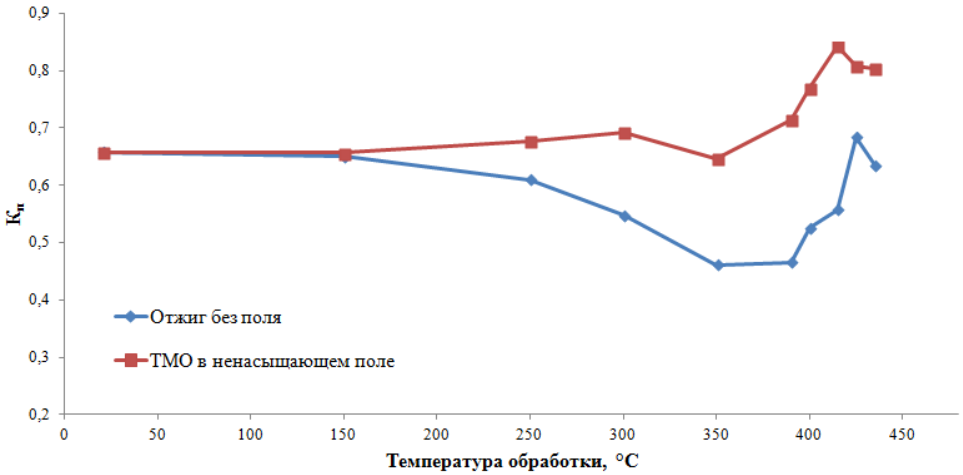
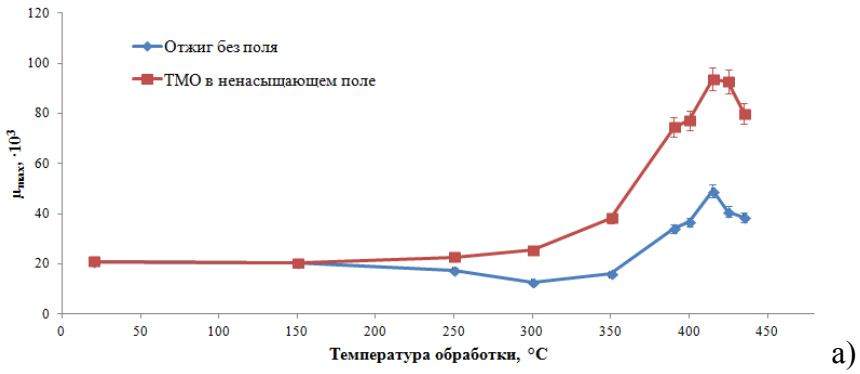


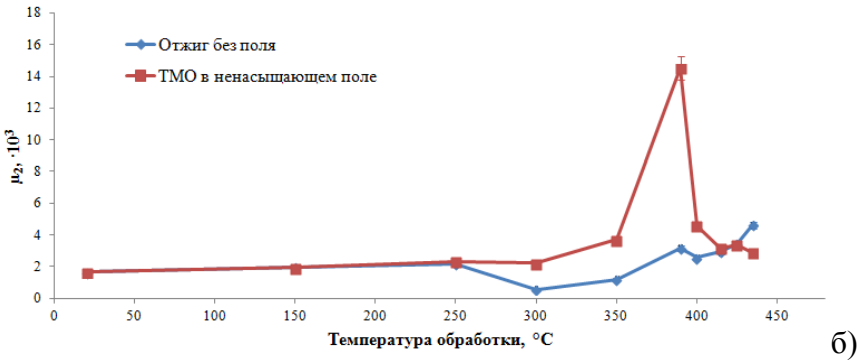
Рисунок 73 – Зависимость коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $К_п$ аморфного сплава 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

По мере приближения к полностью релаксированному состоянию после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле при температурах 350-425 °С и 350-415 °С, соответственно, наблюдается увеличение $К_п$, связанное с восстановлением исходной продольной магнитной текстуры и ее дополнительным усилением. Также как и для сплавов 2НСР и 84КХСР, после разрушения исходной продольной магнитной текстуры и её постепенного восстановления магнитно-анизотропное состояние с преобладанием в ДС продольно намагниченных областей тем более ярко выражено, чем выше температура обработки и меньше доля несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте (наибольший $К_п$ после ТМО достигнут при Т = 415 °С).

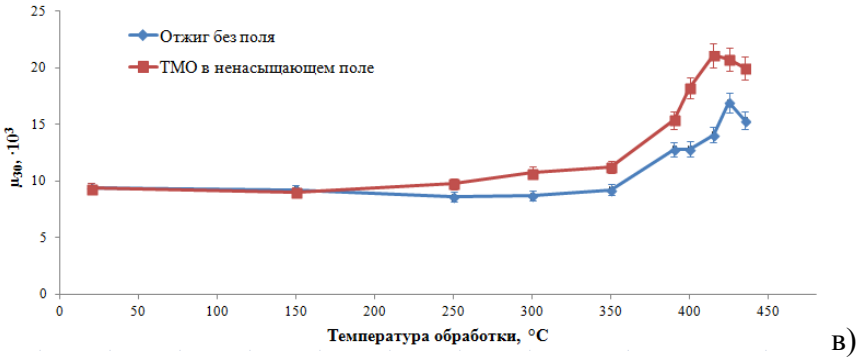
На рисунке 74 показаны зависимости максимальной и низкополевой проницаемости μ_2, а также проницаемости в большом поле μ_{30} аморфного сплава от температуры отжига в магнитном поле и без поля.



а)



б)



в)

Рисунок 74 – Зависимость максимальной проницаемости μ_{max} (а), низкополевой проницаемости μ_2 (б) и проницаемости в большом поле μ_{30} (в) аморфного сплава 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Качественно характер зависимости проницаемостей μ_{max} и μ_{30} от температуры обработки после термообработки схож с таковым для $К_п$. Вплоть до температуры обработки 250 °С приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге практически не влияет на μ_{max} и μ_{30}. При этом, после отжига без поля при температурах 150-350 °С на графиках μ_{max} и μ_{30} наблюдается провал по сравнению с быстрозакаленным состоянием (на 4-40 % для μ_{max} и на 1-8 % для μ_{30}), который коррелирует со спадом $К_п$ на зависимости от температуры обработки и связан со стабилизацией ГД вследствие НУ. Провал при температурах отжига без поля 300-350 °С вследствие стабилизационных процессов также наблюдался и на зависимости μ_2 (на 45-74 % по сравнению со значением данного параметра после отжига при 250 °С). Более значительный спад максимальной и

низкополевой проницаемости после отжига без поля, наблюдаемый для сплава 10НСР по сравнению со сплавом 2НСР, дополнительно подтверждает повышенное влияние на формирование магнитных свойств наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения за счет повышенной для данного сплава K_i.

При дальнейшем росте температуры термической обработки до 415-425 °С за счет частичного наведения одноосной продольной магнитной анизотропии в той части ферромагнетика, которая перемагничивается смещением 180-градусных границ доменов, наряду с ростом $K_п$ и снижением $H_{μmax}$ происходило увеличение $μ_{max}$ и $μ_{30}$, при этом разница в максимальной проницаемости для образцов после отжига в поле и без поля также увеличивалась (наибольший эффект от ТМО в части повышения $μ_{max}$ и $μ_{30}$ был достигнут при 350 и 415 °С, соответственно). При температурах термообработки 250 °С и выше максимальная проницаемость и проницаемость в большом поле после ТМО выше на 31-139 % и 13-50 %, соответственно, чем после отжига без поля. Таким образом, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге слабее влияет на $μ_{30}$, чем на $μ_{max}$. Как и в предыдущих сериях обработок, результаты данной серии также показали, что получение наиболее высоких значений максимальной проницаемости возможно только в состоянии, близком к полностью релаксированному.

Частично наведенная продольная магнитная анизотропия, приводящая к снижению удельной площади ГД, также может быть причиной пониженных по сравнению с отжигом без поля значений низкополевой проницаемости после отжига в магнитном поле при температурах 425-435 °С [139]. При этом, вплоть до $T_{ТМО}$ = 250 °С $μ_2$ после отжига и ТМО аналогична; при дальнейшем повышении температуры ТМО до 390 °С наблюдаются повышенные значения низкополевой проницаемости по сравнению с отжигом без поля (на 7-359 %) за счет повышения подвижности ГД. При этом наибольший эффект от ТМО в ненасыщающем поле в части повышения $μ_2$ достигнут в случае температуры 390 °С, соответствующей максимуму $μ_2$ после отжига и ТМО (также как и для сплава 2НСР, наблюдаемый максимум низкополевой проницаемости после отжига при данной температуре при промежуточном значении K_i свидетельствует о достижении при обработке оптимальной дисперсности ДС с $K_п$ = 0,46, обеспечивающей высокую удельную площадь ГД и повышенную $μ_2$, даже несмотря на продолжающееся протекание стабилизационных процессов, что следует из пониженной прямоугольности ПГ при данной температуре; по-видимому, в случае ТМО на это состояние накладывается положительный эффект от дестабилизации ГД, что приводит к дополнительному повышению низкополевой проницаемости по сравнению с отжигом без поля). Важно отметить, что максимальный положительный эффект от ТМО в ненасыщающем поле в

части повышения низкополевой проницаемости, наблюдаемый на сплаве 10НСР, значительно больше, чем на сплаве 2НСР (359 и 156 %, соответственно). При температурах ТМО выше 390 °С эффект от крайне высокой степени остроты продольной магнитной текстуры ($К_п \approx 0,8$) с сопутствующей низкой удельной площадью ГД перевешивает положительный эффект от дестабилизации ГД, которая при такой высокой температуре, близкой к T_c, уже не приводит к драматичному улучшению μ_2, вследствие чего при $T_{ТМО}$ = 400-435 °С после ТМО наблюдается спад низкополевой проницаемости.

На зависимостях практически всех рассмотренных магнитных свойств после обработок при температурах 415-425 °С наблюдалась смена направления зависимости данного параметра от $T_{обр}$ (рост H_c, $H_{\mu max}$ и μ_2, а также уменьшение $К_п$, μ_{max} и μ_{30}), что может быть связано, во-первых, с тем, что данная температура расположена выше T_c в отличие от всех других рассматриваемых температур, а также с возможным развитием процессов кластерообразования или поверхностной кристаллизации, которые создают условия для пиннинга границ доменов, но не могут быть зафиксированы рентгенографическим методом.

На рисунке 75 показана зависимость максимальной индукции от температуры термических обработок (отжига и ТМО).

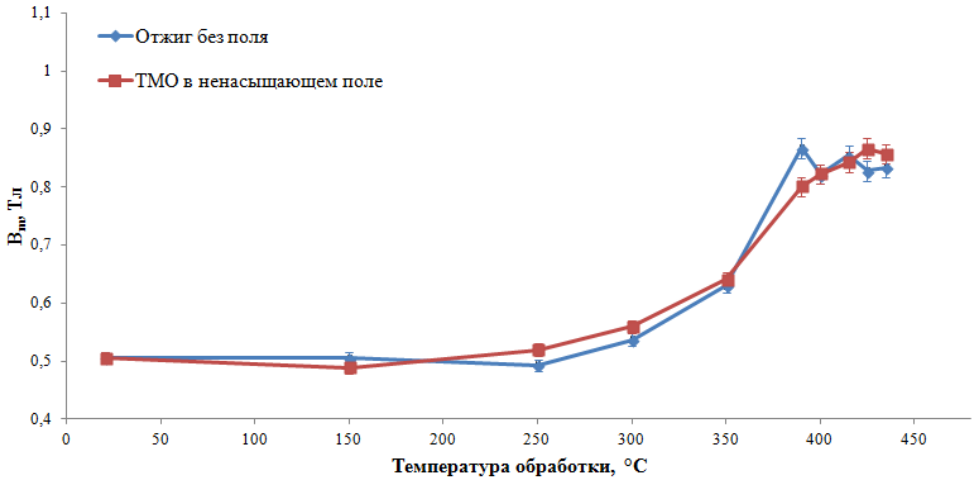


Рисунок 75 – Зависимость максимальной индукции B_m аморфного сплава 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Увеличение температуры обработки, способствующее усилению релаксационных процессов, приводило к облегчению намагничивания и повышению максимальной индукции с выходом на насыщение при температурах в районе 400 °С. При этом значения максимальной индукции после отжига без поля и ТМО при разных температурах

обработки различались не более чем на 8 %. Таким образом, приложение магнитного поля при отжиге, в целом, оказывает слабое влияние на B_m.

На рисунке 76 показана зависимость удельных потерь на перемагничивание, измеренных в поле 470 А/м при частоте 50 Гц, от температуры термических обработок (отжига и ТМО).

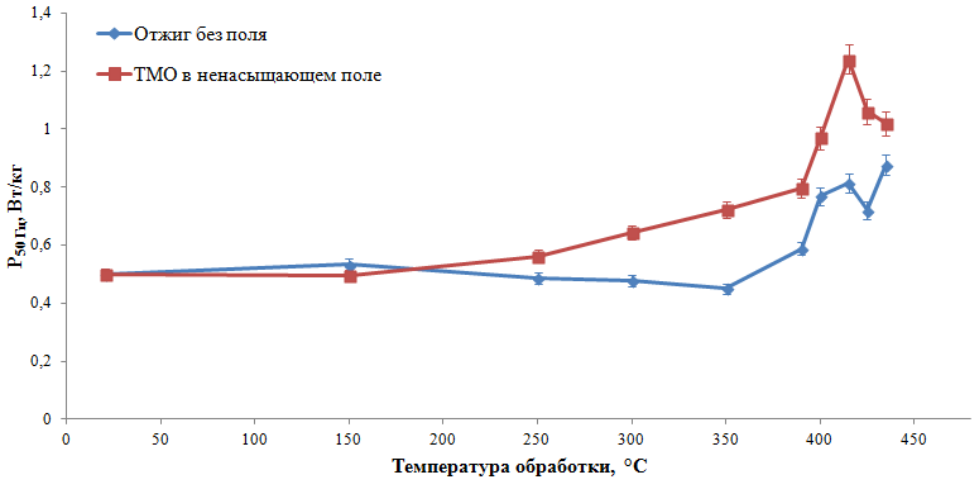


Рисунок 76 – Зависимость удельных потерь на перемагничивание P при частоте f = 50 Гц аморфного сплава 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля

Качественно зависимость $P_{уд}$ от $T_{обр}$ напоминает графики для $K_п$, μ_{max} и μ_{30}, которые уже обсуждались. При температуре обработки 150 °С потери после отжига и ТМО не различаются. При температурах 250-435 °С для ТМО в поле 101 А/м характерна гораздо меньшая эффективность в части снижения удельных потерь на перемагничивание, чем для отжига без поля (потери после ТМО на 16-60 % выше, чем после отжига). Наименьшее повышение потерь при ТМО по сравнению с отжигом без поля наблюдается при температурах 250 и 435 °С.

Таким образом, также как и для сплавов 2НСР и 84КХСР, ТМО в ненасыщающем поле продемонстрировала высокую эффективность в части улучшения магнитомягких свойств аморфного сплава 10НСР. Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге при температуре 400 °С, обеспечивающей определенное соотношение констант анизотропии K_i и K_σ (при котором за счет снятия значительной доли внутренних напряжений в ленте уже возможно достижение высокого комплекса магнитомягких свойств, однако создание ярко выраженной продольной магнитной текстуры с низкой удельной площадью ГД при завершившейся лишь на 90 % релаксация напряжений не

реализуется, что позволяет сохранить высокую низкополевую проницаемость), позволяет одновременно снизить коэрцитивную силу на 12 % и повысить максимальную проницаемость на 111 %, а также увеличить проницаемости в малых и больших полях (на 80 и 42 %, соответственно). При этом также, как и для двух других рассмотренных сплавов, для сплава 10НСР температуры отжига в ненасыщающем поле, соответствующие наиболее значительному улучшению различных магнитомягких свойств (проницаемости в разных полях, коэрцитивной силы) по сравнению с отжигом без поля, различны, что говорит о том, что на формирование указанных магнитных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы.

Подводя итог, полученные на сплавах 84КХСР, 2НСР и 10НСР результаты влияния ТМО в ненасыщающем поле на удельные потери на перемагничивание при разных частотах показали, что ТМО может быть эффективной обработкой для их снижения только в случае крайне малой напряженности прикладываемого при обработке магнитного поля (как было показано для сплава 84КХСР). Однако из полученных закономерностей также следует, что такого малого поля будет недостаточно для обеспечения высокой эффективности отжига в ненасыщающем поле в части улучшения статических магнитомягких свойств аморфных сплавов (H_c, $\mu_{низкопол}$, μ_{max}), т.е. не представляется возможным подобрать такой режим ТМО в ненасыщающем поле, который обеспечил бы одновременное улучшение всех магнитомягких свойств аморфного сплава. Выбор режима ТМО необходимо проводить с учетом конкретных требований к магнитным свойствам материала в определенном изделии.

3.5.2 Сравнение эффективности ТМО в ненасыщающем поле и магнитных свойств аморфных магнитомягких сплавов 2НСР и 10НСР в различных состояниях

На рисунке 77 показаны зависимости коэрцитивной силы сплавов 2НСР и 10НСР от $T_{ТМО}$.

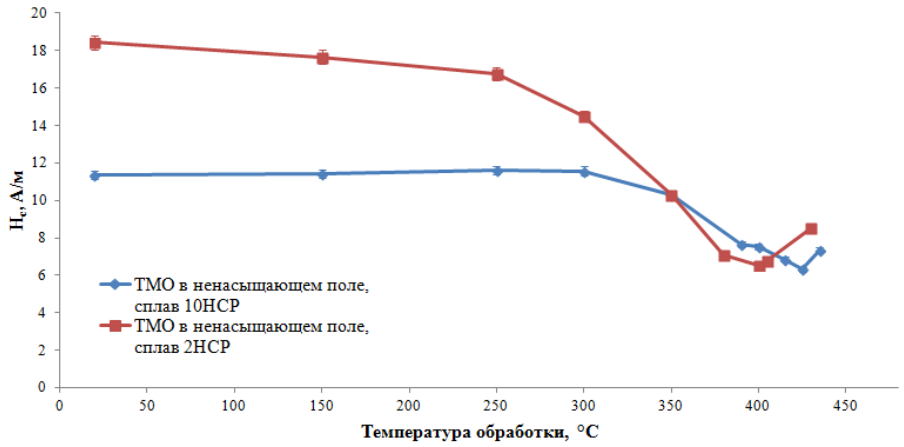


Рисунок 77 – Зависимость H_c аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры ТМО в ненасыщающем магнитном поле

Как и ожидалось, в быстрозакаленном состоянии коэрцитивная сила сплава 10НСР почти на 40 % ниже, чем у 2НСР. По мере увеличения температуры ТМО в ненасыщающем поле за счет снижения константы магнитоупругой анизотропии для обоих сплавов характерно монотонное уменьшение H_c вплоть до температур свыше 400 °С. Как для сплава 2НСР, так и для сплава 10НСР в отличие от 84КХСР на зависимости коэрцитивной силы от $T_{ТМО}$ отсутствуют какие-либо артефакты в виде ожидаемого значительного увеличения данного параметра за счет процессов стабилизации ГД вследствие НУ (за исключением более широкого для сплава 10НСР интервала температур, в котором релаксация напряжений не приводила к уменьшению H_c), что говорит о более слабом влиянии константы K_i на формирование именно H_c аморфных сплавов на основе железа. Интересно отметить, что вследствие значительного снижения константы K_σ при ТМО для сплава 2НСР получено большее относительное уменьшение H_c, чем для сплава 10НСР (на 65 и 44 %, соответственно). При этом в полностью релаксированном состоянии H_c обоих сплавов практически совпадают (хотя, даже несмотря на это, большая эффективность от ТМО в ненасыщающем поле в части уменьшения H_c, проявляющаяся для обоих сплавов при малой доле остаточных несрелаксировавших внутренних напряжений, наблюдается для сплава 10НСР, чем для 2НСР – 33 и 26 %, соответственно). Причины такого эффекта будут обсуждены далее.

Стоит отметить, что на обоих сплавах на железной основе отжиг в ненасыщающем поле неэффективен при температурах, соответствующих наиболее сильной стабилизации ГД, приводящей к возникновению перетянутости ПГ при отжиге без поля, которая устраняется в результате ТМО, однако не приводит к снижению коэрцитивной силы аморфных сплавов. При этом и на сплаве 2НСР, и на 10НСР высокая эффективность ТМО

в части снижения H_c обеспечивается при совместном действии сразу двух факторов – практически полностью завершившейся релаксации напряжений, а также наведении продольной магнитной анизотропии вследствие НУ, приводящей к упрощению доменной структуры, что приводит к дополнительному повышению подвижности доменных стенок после их дестабилизации при приложении поля при ТМО.

На рисунке 78 представлена зависимость $H_{\mu max}$ от температуры ТМО для сплавов 2НСР и 10НСР.

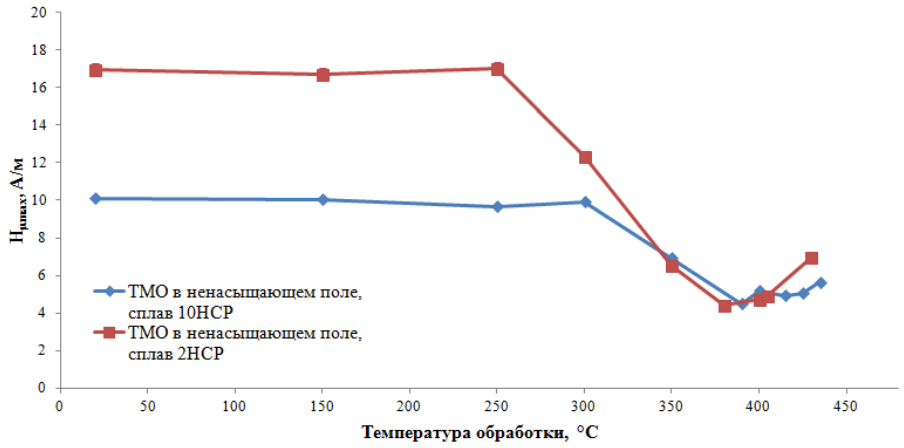


Рисунок 78 – Зависимость поля максимальной проницаемости $H_{\mu max}$ аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле

Величина поля максимальной проницаемости в нетермообработанном состоянии для сплава 10НСР ниже, чем для 2НСР. При этом снижение $H_{\mu max}$, также как и H_c, вследствие интенсивного уменьшения K_σ для сплава 10НСР наблюдалось после ТМО при более высоких температурах, чем для 2НСР (более того, относительное снижение $H_{\mu max}$ с ростом $T_{ТМО}$ на сплаве 2НСР было более значительным, чем на 10НСР), что также связано с повышенным значением K_i (и пониженной K_σ) и влиянием наведенной магнитной анизотропии на магнитные свойств на сплаве 10НСР. При этом в диапазоне температур ТМО от 350 до 430 °С $H_{\mu max}$ обоих сплавов практически совпадают.

В совокупности с тем, что для сплава 10НСР искаженные петли гистерезиса наблюдались сразу при двух температурах в отличие от сплава 2НСР, более сильное увеличение $H_{\mu max}$ в области максимума при $T_{ТМО}$ = 300 °С по сравнению с быстрозакаленным состоянием может свидетельствовать о большем влиянии стабилизационных процессов на формирование магнитных свойств данного сплава за счет повышенного содержания никеля и, как следствие, более высокой K_i, чем для сплава 2НСР.

На рисунке 79 представлен коэффициент прямоугольности петли гистерезиса аморфных сплавов 2НСР и 10НСР в зависимости от температуры отжига в магнитном поле.

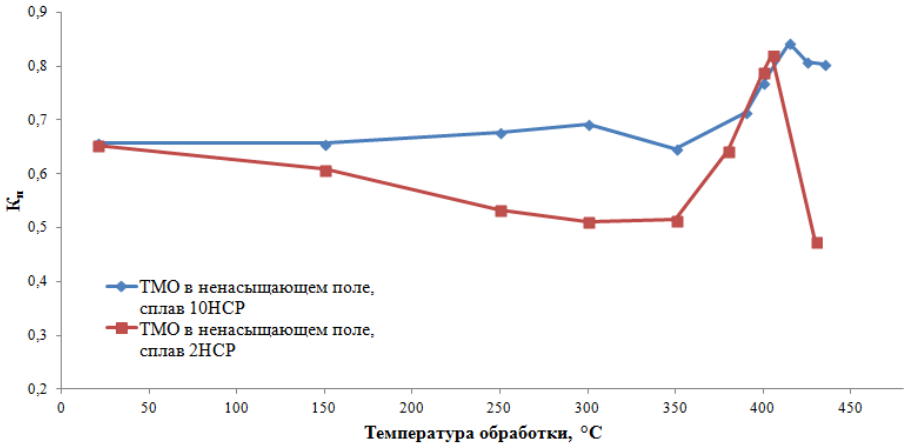


Рисунок 79 – Зависимость коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $К_п$ аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле

Как уже было отмечено, в быстрозакаленном состоянии в обоих сплавах присутствует достаточно сильная продольная магнитная текстура с $К_п$ = 0,65. В отличие от сплава 10НСР, для сплава 2НСР ТМО в ненасыщающем поле не приводит к полному устранению провала $К_п$, демонстрирующего разрушение исходной текстуры, связанное со стабилизацией 90-градусных границ доменов. Интересно, что в количественном соотношении поле при ТМО на сплаве 10НСР было даже несколько меньше, чем на сплаве 2НСР, однако даже этого поля оказалось достаточно, чтобы в большей степени подавить стабилизационные процессы при термической обработке.

После ослабления стабилизационных процессов наблюдается активный рост коэффициента прямоугольности ПГ с увеличением $Т_{ТМО}$, обусловленный восстановлением исходной продольной текстуры и дополнительным наведением продольной магнитной анизотропии в той части объема ферромагнитной ленты, которая перемагничивается смещением 180-градусных ГД, в условиях малой остаточной доли несрелаксировавших внутренних напряжений. При этом практически при всех рассматриваемых температурах ТМО прямоугольность ПГ для сплава 10НСР была выше, чем для сплава 2НСР, что обусловлено большей $К_i$ для первого, что особо проявилось при $Т_{ТМО}$ = 250-350 °С, когда в сплаве 10НСР в результате ТМО сохранилась высокая доля

продольно намагниченных областей в ДС, а в сплаве 2НСР наблюдалось практически магнитно-изотропное состояние.

Для сплавов 10НСР и 2НСР после разрушения исходной продольной магнитной текстуры и её постепенного восстановления магнитно-анизотропное состояние с преобладанием в ДС продольно намагниченных областей тем более ярко выражено, чем выше температура обработки и меньше доля несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте.

На рисунке 80 показаны зависимости максимальной и низкополевой проницаемости μ_2, а также проницаемости в большом поле μ_{30} аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры отжига в магнитном поле.

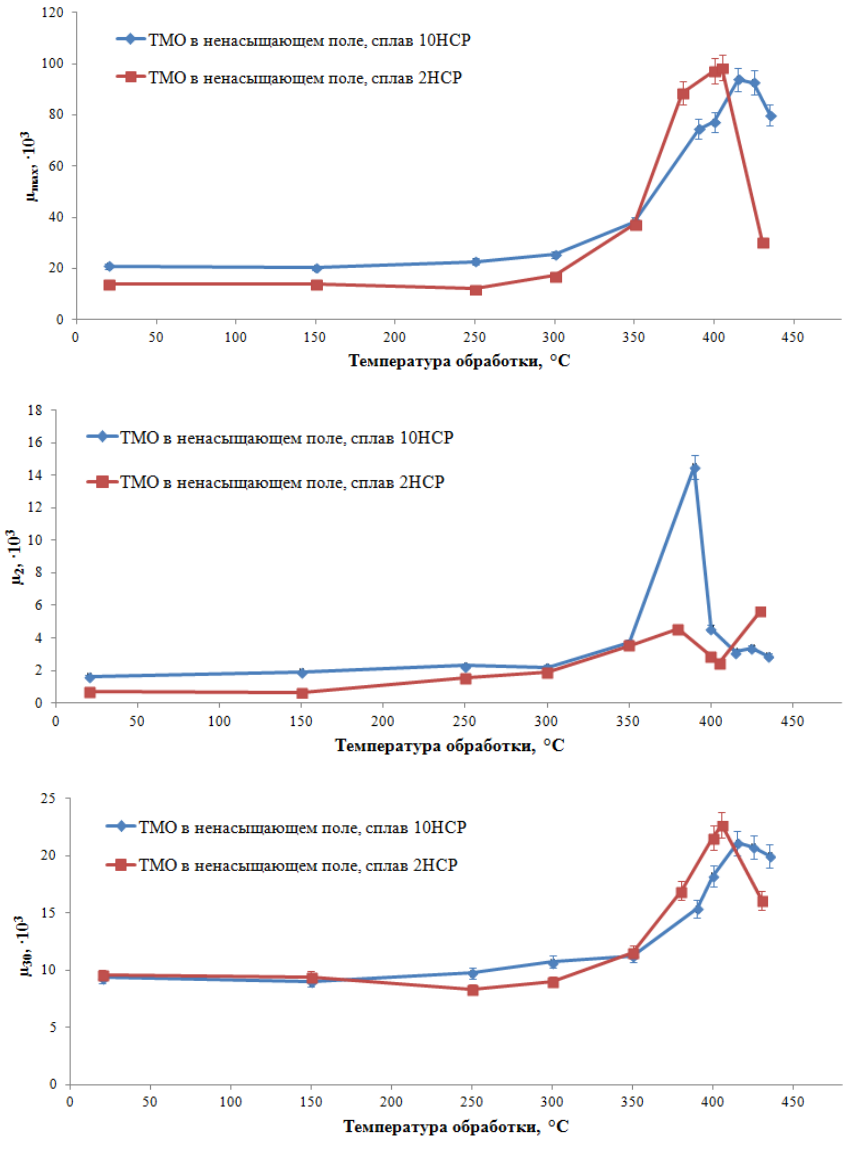


Рисунок 80 – Зависимость максимальной проницаемости μ_{max} (а), низкополевой проницаемости μ_2 (б) и проницаемости в большом поле μ_{30} (в) аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле

В быстрозакаленном состоянии для сплава 10НСР характерны на более высокие значения максимальной и низкополевой проницаемости, чем для сплава 2НСР (на 51 и 133 %, соответственно), что наряду с более малой коэрцитивной силой обусловлено пониженной магнитострикцией насыщения в результате большего содержания никеля в сплаве. При этом значения проницаемости в большом поле в нетермообработанном состоянии практически идентичны для двух рассматриваемых сплавов.

При этом также как и в быстрозакаленном состоянии для сплава 10НСР по сравнению с 2НСР наблюдались повышенные значения μ_{max} и μ_{30} при ТМО при температурах, соответствующих наиболее ярко выраженному проявлению стабилизации доменных стенок (при одновременно высоких значениях констант K_i и K_σ). По мере приближения к полностью релаксированному состоянию значения проницаемостей для обоих сплавов, в целом, выравнивались (а при некоторых температурах μ_{max} и μ_{30} для сплава 2НСР были даже выше, чем для 10НСР, а H_c в состоянии с малой долей несрелаксировавших напряжений была идентичной), что может быть связано с повышенным влиянием на формирование магнитных свойств магнитоупругой анизотропии, что характерно для сплава 2НСР, вследствие чего, полное снятие внутренних напряжений в аморфной ленте для данного сплава приводит к более драматичному улучшению магнитомягких свойств, чем для сплава 10НСР. Это также могло привести и к большему снижению коэрцитивной силы за счет интенсивной гомогенизации аморфной фазы при высоких температурах ТМО, которое наблюдалось для сплава 2НСР по сравнению с 10НСР.

По мере роста температуры ТМО на обоих сплавах для всех трех рассматриваемых магнитных проницаемостей наблюдалось их повышение, связанное с уменьшением K_σ вследствие интенсивной гомогенизации аморфной фазы, а также с наведением продольной магнитной анизотропии в части объема ферромагнетика. Для обоих исследованных АММС на основе Fe показано, что получение наиболее высоких значений максимальной проницаемости возможно только в состоянии, близком к полностью релаксированному. Стабилизация ГД вследствие НУ приводит к гораздо менее значительному спаду проницаемостей μ_{max} и μ_{30} после ТМО на обоих сплавах по сравнению с отжигом без поля. При этом для сплава 2НСР деградация указанных проницаемостей составила 13-15 %, а для сплава 10НСР – лишь 4 %. Таким образом, несмотря на более сильную деградацию μ_{max} при отжиге сплава 10НСР, чем 2НСР, при температурах, соответствующих сильному развитию пиннинга ГД, в результате ТМО в ненасыщающем поле при таких температурах для сплава 10НСР провал максимальной проницаемости устраняется более полно по сравнению с 2НСР, т.е. в части

восстановления максимальной проницаемости отжиг в ненасыщающем поле более эффективен на сплаве с повышенным содержанием никеля.

В случае низкополевой проницаемости как после ТМО на сплаве 2НСР, так и после ТМО на АММС 10НСР спад μ_2, связанный со снижением подвижности ГД, не наблюдался. При этом практически во всём рассматриваемом диапазоне температур ТМО низкополевая проницаемости для сплава 10НСР была на 4-218 % выше, чем для сплава 2НСР. Наибольшая разница в μ_2 для двух сплавов наблюдалась после ТМО при температурах 380-390 °С, соответствующих промежуточному значению K_i и обеспечивающих для сплава 10НСР наибольшую эффективность в части повышения низкополевой проницаемости по сравнению с отжигом без поля. Как уже отмечалось, на сплаве 10НСР ТМО в ненасыщающем поле приводит к более яркому улучшению μ_2 по сравнению с отжигом без поля, чем на сплаве 2НСР (дополнительное повышение низкополевой проницаемости составило 359 % против 157 %).

На рисунке 81 показана зависимость максимальной индукции от температуры ТМО для АММС 2НСР и 10НСР. Можно отметить одинаковый характер изменения B_m для обоих сплавов с увеличением температуры ТМО в ненасыщающем поле. Как до, так и после ТМО максимальная индукция сплава 2НСР выше, чем 10НСР (за счет повышенного содержания никеля в последнем), однако в быстрозакаленном состоянии, по-видимому, за счет более высокой константы магнитоупругой анизотропии для сплава 2НСР разница в B_m для двух сплавов составила 7 %, в то время как после ТМО при разных температурах – от 10 до 20 %.

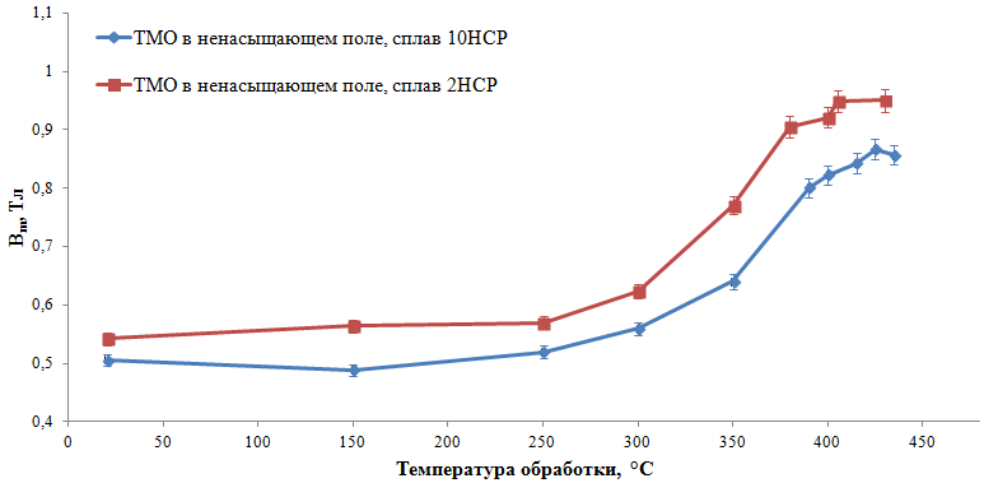


Рисунок 81 – Зависимость максимальной индукции B_m аморфных сплавов 2НСР и 10НСР от температуры отжига в ненасыщающем магнитном поле

Таким образом, за счет повышенного содержания никеля в сплаве 10HCP на формирование магнитных свойств в большей степени оказывает влияние константа наведенной магнитной анизотропии, чем константа магнитоупругой анизотропии, в связи чем, процессы дестабилизации ГД, происходящие при приложении ненасыщающего магнитного поля при ТМО, приводят к более драматичному улучшению магнитомягких свойств (в частности, снижению коэрцитивной силы, повышению максимальной и низкополевой проницаемости, а также проницаемости в больших полях), чем процессы, приводящие к снижению константы магнитоупругой анизотропии (например, релаксация напряжений, гомогенизация аморфной фазы, выход избыточного свободного объема). Для сплава 2HCP с более низким содержанием Ni характерна обратная ситуация. То есть, ТМО в ненасыщающем поле обладает большей эффективностью на АММС на основе Fe с более высокой константой наведенной магнитной анизотропии.

Следует отметить, что на всех ранее рассмотренных зависимостях магнитных свойств от $T_{ТМО}$ для сплава 10HCP по сравнению со сплавом 2HCP присутствует достаточно заметный сдвиг вправо по температуре (примерно на 10 °C) точки экстремума для разных свойств, возникающей при определенном соотношении констант K_i и K_σ. При условии, что в соответствии со справочными данными T_c для обоих сплавов составляет 420 °C, подобное поведение можно объяснить некоторыми различиями в выборе конкретных температур обработок для двух сплавов (например, в сериях для сплава 10HCP отсутствовала точка 405 °C, а в сериях для сплава 2HCP – точка 415 °C), в результате чего, при условии, что оптимальное соотношение K_i и K_σ обеспечивалось именно в диапазоне температур 405-415 °C, уже на этапе проведения обработок была снижена вероятность получения одинакового состояния на двух сплавах, в связи с чем, количественное сравнение их магнитных свойств при конкретных температурах в области экстремума не совсем корректно.

Важно еще раз отметить, что для всех трех исследованных аморфных сплавов была установлена невозможность выбора одной конкретной температуры обработки, при которой была бы достигнута наибольшая эффективность ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части улучшения сразу всех магнитомягких свойств (коэрцитивной силы, максимальной проницаемости, низкополевой проницаемости, проницаемости в больших полях), поскольку на формирование перечисленных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы. Так, обсуждая АММС на основе Fe, наиболее сильное повышение низкополевой проницаемости было достигнуто при температурах, соответствующих наиболее яркому выражению процессов стабилизации ГД вследствие НУ, а также при $T_{ТМО}$, соответствующих некоторому

промежуточному соотношению констант K_i и K_σ, обеспечивающему достаточно высокую подвижность доменных стенок, но не слишком высокую степень продольной магнитной текстуры и, как следствие, оптимальную, высокую дисперсность ДС. При этом наибольшая эффективность ТМО в части снижения H_c была обнаружена в практически полностью релаксированном состоянии, в части повышения μ_{max} – либо в состоянии с достаточно сильной стабилизацией ГД и промежуточной степенью релаксации напряжений (однако при этом по абсолютной величине значения максимальной проницаемости даже после ТМО остаются низкими), либо в полностью релаксированном состоянии, а в части повышения μ_{30} – в состоянии, близком к полностью релаксированному, но с ненулевой K_i.

3.5.3 Заключение

Показано, что разница в эффективности отжига в ненасыщенном магнитном поле с точки зрения улучшения магнитных свойств сплавов на основе железа с различным содержанием Ni может быть обусловлена различием в значениях констант наведенной магнитной анизотропии и магнитоупругой анизотропии, а также различием в протекании процессов наведения магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения и релаксации напряжений. Из-за повышенного содержания Ni в сплаве 10НСР на формирование его магнитных свойств в большей степени влияет константа K_i, чем K_σ, что коррелирует с соотношением максимумов на зависимостях $H_{\mu max}$ для сплавов 2НСР и 10НСР при температурах, соответствующих возникновению перетянутости ПГ и, следовательно, наиболее яркому проявлению процессов стабилизации ГД вследствие НУ.

Для сплава с повышенным содержанием никеля процессы дестабилизации границ доменов, происходящие при приложении ненасыщенного продольного магнитного поля во время отжига, приводят к более значительному улучшению магнитомягких свойств (в частности, уменьшению коэрцитивной силы и увеличению низкополевой и максимальной проницаемости), чем процессы, приводящие к уменьшению K_σ (например, релаксация напряжений, гомогенизация аморфной фазы, выход избыточного свободного объема). Противоположная ситуация характерна для сплава 2НСР с более низким содержанием Ni. По сравнению с отжигом без поля для сплава 10НСР отжиг в ненасыщенном магнитном поле привел к снижению коэрцитивной силы на 33 % и увеличению низкополевой проницаемости в 4,6 раза, а для сплава 2НСР – к снижению коэрцитивной силы на 26 % и увеличению низкополевой проницаемости в 2,6 раза.

При этом также как и для сплава 2НСР высокая эффективность ТМО в ненасыщающем поле по сравнению с отжигом без поля в части снижения коэрцитивной силы сплава 10НСР возможна лишь при малой доле несрелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте (при слабой магнитоупругой анизотропии).

Одновременное повышение коэрцитивной силы, максимальной и низкой магнитной проницаемости в результате отжига в ненасыщенном магнитном поле обоих сплавов системы Fe-Ni-Si-B возможно при некоторых промежуточных температурах (380-390 °С), обеспечивающих оптимальное соотношение констант магнитоупругой анизотропии и наведенной магнитной анизотропии. При этом, как и для двух других рассмотренных сплавов, для сплава 10НСР температуры отжига в ненасыщающем поле, соответствующие наиболее значительному улучшению различных магнитомягких свойств (проницаемости в разных полях, коэрцитивной силы) по сравнению с отжигом без поля, различны, что свидетельствует о том, что на формирование указанных магнитных свойств в наибольшей степени оказывают влияние разные физические процессы.

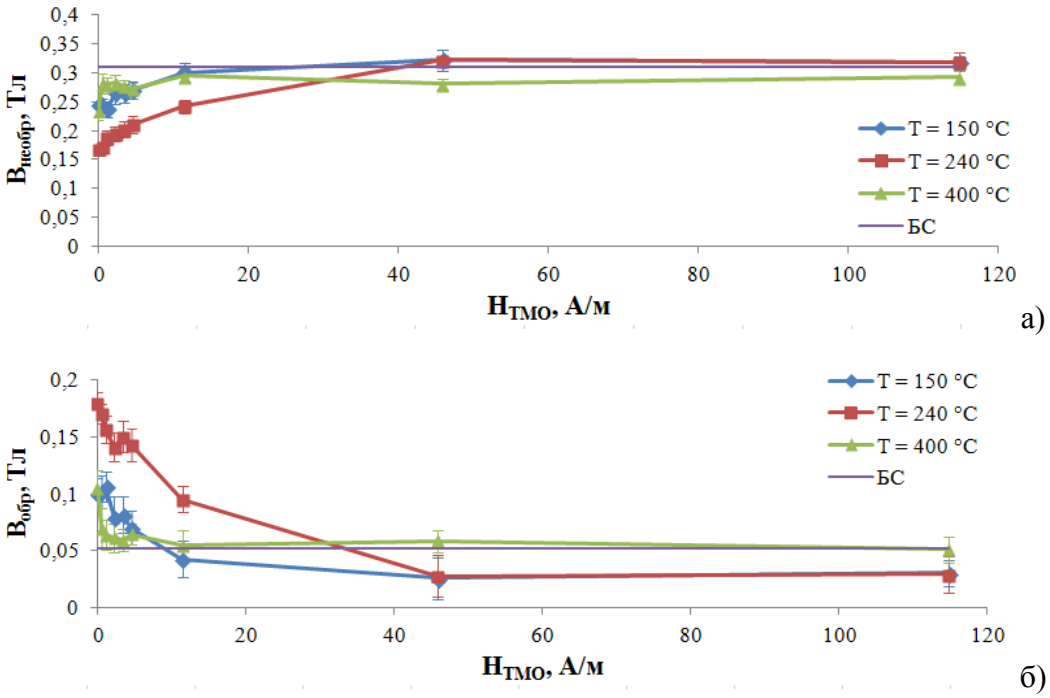
3.6 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на процессы намагничивания и перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

Для выявления закономерностей влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на процессы перемагничивания аморфных сплавов на основе Fe и Co (2НСР и 84КХСР) были выбраны те факторы ТМО, которые на основании ранее полученных результатов приводили к наиболее драматичным изменениям магнитных свойств, а именно, величина продольного ненасыщающего магнитного поля, диаметр кольцевого образца и температура. Исследования процессов перемагничивания АММС проводились путем моделирования предельных петель гистерезиса (измеренных в поле 800 А/м) образцов сплавов после различных термических обработок с использованием модели [125]. После завершения процесса моделирования, обеспечивающего высокое качество аппроксимации точек ветвей ПГ с помощью дробно-линейной функции, проводилось разделение обратимого (за счет вращения намагниченности) и необратимого (за счет смещения доменных стенок) вкладов в индукцию, после чего изучали зависимости вкладов от указанных параметров ТМО, на основании которых можно было выявить влияние различных факторов ТМО на преимущественный характер перемагничивания АММС.

3.6.1 Изучение влияния величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

Влияние величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы перемагничивания аморфного сплава 84КХСР исследовалось при трех температурах 150, 240 и 400 °С, обеспечивающих разные состояния аморфного сплава. Во-первых, при всех указанных температурах отжиг не приводит к развитию процессов кристаллизации. Обе температуры 150 и 240 °С ниже T_c, но при 150 °С отжиг не приводит к развитию релаксации напряжений, однако обеспечивает протекание диффузионных процессов, вследствие чего при указанной температуре должны протекать должен протекать процесс стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения. В то же время при 240 °С релаксация напряжений уже протекает, а процессы стабилизации ГД вследствие НУ развиты в значительной степени в соответствии с [122]. При температуре

400 °C, которая значительно выше T_c, процесс релаксации напряжений практически завершен (на 95 % в соответствии с рисунком 20), а процессы стабилизации не оказывают значительного влияния на формирование магнитных свойств. Зависимости обратимого $B_{обр}$ и необратимого $B_{необр}$ вкладов в индукцию аморфного сплава от напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 82.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 82 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

Процессы стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения, протекающие в аморфном сплаве 84КХСР в процессе термообработки при 150 и 240 °C, приводят к снижению необратимого вклада в индукцию и повышению обратимого вклада в индукцию по сравнению с быстрозакаленным состоянием. С учетом наиболее ярко выраженных стабилизационных процессов при T = 240 °C ожидаемыми являются самые высокие значения $B_{обр}$ и наиболее низкие значения $B_{необр}$ после отжига без поля и ТМО в полях до 12 А/м среди всех рассматриваемых обработок, а также практически сопоставимые значения $B_{обр}$ и $B_{необр}$ после отжига без поля при данной температуре (разница составила лишь 6 %). При этом наибольшее значение $B_{обр}$ и наименьший $B_{необр}$ получены после отжига без поля при 240 °C, а приложение и дальнейшее повышение

напряженности магнитного поля при ТМО, в целом, приводит к монотонному уменьшению обратимого вклада и повышению необратимого вклада в индукцию при всех рассматриваемых температурах. Наиболее драматичные изменения составляющих индукции при увеличении поля ТМО наблюдаются в случае обработок при 240 °С, в результате которых в случае полей ТМО 46 и 115 А/м получены аналогичные значения $B_{обр}$ и $B_{необр}$ по сравнению с ТМО с приложением полей той же напряженности при $T_{ТМО}$ = 150 °С.

Стоит отметить, что в результате обработок при 150 и 240 °С в полях 12-115 А/м и 46-115 А/м, соответственно, уровень обратимого вклада в индукцию оказался ниже, чем в нетермообработанном состоянии. В случае $T_{ТМО}$ = 150 °С, при которой не было зафиксировано снижение доли изгибных напряжений в аморфной ленте, такое поведение $B_{обр}$ может быть связано, во-первых, полным подавлением стабилизационных процессов, протекающих в образце в процессе ТМО, а, во-вторых, с частичной или полной дестабилизацией ГД, стабилизированных в аморфном сплаве в процессе длительного вылеживания после быстрой закалки из расплава при комнатной температуре (время вылеживания составило несколько десятилетий). В случае $T_{ТМО}$ = 240 °С в качестве еще одной причины более низких значений $B_{обр}$ можно рассматривать процесс релаксации напряжений, приводящий к облегчению перемагничивания ферромагнетика.

Термические обработки образцов сплава 84КХСР при 400 °С с приложением магнитного поля напряженностью до 5 А/м приводят к получению наиболее низкой обратимой составляющей индукции и наиболее высокого необратимого вклада по сравнению с обработками в полях такой же величины при $T_{ТМО}$ = 150 и 240 °С. Однако в случае большей напряженности прикладываемого при обработке поля (12-115 А/м) $B_{обр}$ после ТМО при 400 °С выше, чем после ТМО с приложением такого же ненасыщающего поля при 150 и 240 °С (а $B_{необр}$, соответственно, ниже).

Полученные закономерности по влиянию величины ненасыщающего магнитного поля на обратимый и необратимый вклады в индукцию сплава 84КХСР согласуются с зависимостями различных магнитных свойств данного сплава от поля ТМО, которые были рассмотрены в подразделе 3.2.1. Высокие значения обратимого вклада в индукцию после обработок при Т ниже T_c без приложения поля или с приложением достаточно слабого магнитного поля обусловлены значительной стабилизацией 180-градусных ГД, которая не может быть подавлена приложением малого поля при ТМО и в результате которой основной вклад в индукцию дают обратимые процессы вращения намагниченности (которые при высокой K_i также затруднены) и смещения 90-градусных ГД. В случае, если прикладываемого при ТМО поля достаточно для дестабилизации ГД в

значительном объеме ферромагнетика (как в случае $H_{ТМО}$ = 46 и 115 А/м), то после такой обработки $B_{обр}$ будет пониженным, а $B_{необр}$ повышенным, поскольку большая часть аморфной ленты будет перемагничиваться путем необратимого смещения легкоподвижных 180-градусных ГД, вследствие чего, доля ферромагнетика, объятая обратимыми процессами, будет мала.

Наибольшая эффективность ТМО в части снижения коэрцитивной силы и повышения низкополевой проницаемости наблюдалась при $T_{ТМО}$ = 150 и 240 °С в случае приложения ненасыщающего поля напряженностью более 46 А/м. Если оценка $B_{обр}$ с помощью используемой математической модели ПГ включает в себя обратимое изменение индукции как за счет вращения намагниченности, так и за счет обратимого смещения 90-градусных ГД, то отсюда следует, что для обеспечения эффективности ТМО в ненасыщающем поле нужно приложить в процессе обработки магнитное поле такой напряженности, которое позволит исключить (подавить) процесс обратимого смещения 90-градусных ГД (чтобы изменение индукции было преимущественно необратимым).

Неэффективность ТМО в полях 46-115 А/м по сравнению с отжигом без поля при 400 °С также коррелирует с соотношением $B_{обр}$ и $B_{необр}$ после таких ТМО по сравнению с ТМО при 150 и 240 °С. После ТМО при 400 °С обратимая составляющая индукции оказалась сопоставимой с таковой в быстрозакаленном состоянии, а также превысила $B_{обр}$ после ТМО в поле более 46 А/м при 150 и 240 °С (а $B_{необр}$ после ТМО при 400 °С, соответственно, ниже, чем после ТМО при 150 и 240 °С). Кроме того, варьирование поля при ТМО при 400 °С, в целом, приводило к достаточно слабым по абсолютному значению изменениям $B_{обр}$, и $B_{необр}$ (при этом значение $B_{обр}$ после отжига без поля всё равно значительно выше, чем после ТМО при данной температуре с приложением поля любой напряженности в диапазоне 0,6-115 А/м). Как уже обсуждалось ранее, отличающиеся закономерности формирования магнитных свойств после обработок при 400 °С от таковых при 150 и 240 °С связаны со сменой знака λ_s, протекающей в сплаве 84КХСР при температуре порядка 375 °С, а также с тем, что при такой высокой температуре обработки выше T_c процессы стабилизации и дестабилизации ГД не играют значимой роли в формировании магнитомягких свойств аморфного сплава.

С целью обобщения закономерностей влияния величины поля ТМО на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 84КХСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимой составляющей индукции, напряженности поля ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 12.

Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию, напряженности поля ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 13.

Таблица 12 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$, величины поля при ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР

Температура обработки, °С	$H_{ТМО}$	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	$\mu_{низкопол}$	μ_5	B_m	$К_п$
150	0,75327	-0,89999	-0,91653	0,87402	0,935554	0,932328	0,036399	0,989995
240	0,850987	-0,95515	-0,95189	0,924317	0,797436	0,995786	0,414527	0,992854
400	0,379548	0,684337	0,366112	0,163671	-0,73513	0,094439	0,818218	0,89258

Таблица 13 – Значение коэффициента корреляции для величины обратимого вклада в индукцию $B_{обр}$, величины поля при ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР

Температура обработки, °С	$H_{ТМО}$	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	$\mu_{низкопол}$	μ_5	B_m	$К_п$
150	-0,72965	0,855435	0,898444	-0,86851	-0,9439	-0,90788	0,097434	-0,97915
240	-0,84258	0,929815	0,93216	-0,90287	-0,75422	-0,98905	-0,3492	-0,99112
400	-0,43416	-0,53242	-0,07708	-0,44903	0,807538	-0,25826	-0,62467	-0,97731

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния на обратимую и необратимую составляющие индукции такого фактора, как величина продольного ненасыщающего поля при ТМО, а также подтвердили все установленные ранее корреляционные закономерности для $B_{необр}$ и $B_{обр}$ и магнитных свойств АММС на основе кобальта. Для напряженности продольного поля при ТМО при 150 и 240 °С установлена достаточно сильная положительная связь с необратимым вкладом и обратная связь с обратимым вкладом, что согласуется с представленным ранее обсуждением. В целом, для обратимого и необратимого вкладов в индукцию характерны противоположные по знаку зависимости как от рассматриваемого в данном разделе фактора ТМО (величина продольного магнитного поля), так и от различных магнитных свойств, потому что, как было показано ранее, варьирование различных факторов ТМО на сплаве 84КХСР не приводит к изменению максимальной индукции, вследствие чего изменения необратимого вклада в индукцию вызывает «зеркальное» изменение обратимой составляющей и наоборот. В связи с этим, далее будет представлено обсуждение результатов корреляционного анализа только для необратимого вклада в индукцию.

Направления связей обратимого и необратимого вкладов от рассматриваемых в таблицах 12 и 13 параметров для обработок при 150 и 240 °С в подавляющем большинстве

случаев совпадают, однако силы связей в некоторых случаях различны (для $B_{необр}$ и $H_{ТМО}$, $B_{необр}$ и $\mu_{низкопол}$), что связано с различной величиной магнитострикции насыщения образцов сплава 84КХСР после обработок при 150 и 240 °С.

В случае температуры обработок 400 °С как направление связей составляющих индукции, так и их силы различны по сравнению с таковыми после обработок при 150 и 240 °С (для $B_{необр}$ и H_c, для $B_{необр}$ и $H_{\mu max}$, для $B_{необр}$ и $\mu_{низкопол}$ сменилось и направление, и сила связи, а для $B_{необр}$ и $H_{ТМО}$, $B_{необр}$ и μ_{max}, $B_{необр}$ и μ_5, $B_{необр}$ и B_m изменилась только сила связи), что связано со сменой знака магнитострикции, протекающей в процессе обработок при 400 °С. В целом можно отметить, что сила большинства корреляций вкладов в индукцию и разных свойств сплава 84КХСР снизилась для серии обработок при 400 °С по сравнению с сериями при 150 и 240 °С. Влияние самого фактора величины поля при ТМО на вклады в индукцию при этом также оказалось более слабым при 400 °С. Интересным явлением стало фактическое исчезновение сильной положительной связи $B_{необр}$ и μ_{max}, в то время как для $B_{обр}$ и μ_{max} сохранилась отрицательная связь средней силы (более сильные корреляции для $B_{обр}$ и разных свойств, чем для $B_{необр}$ в серии обработок при 400 °С также наблюдались для μ_5 и $К_п$).

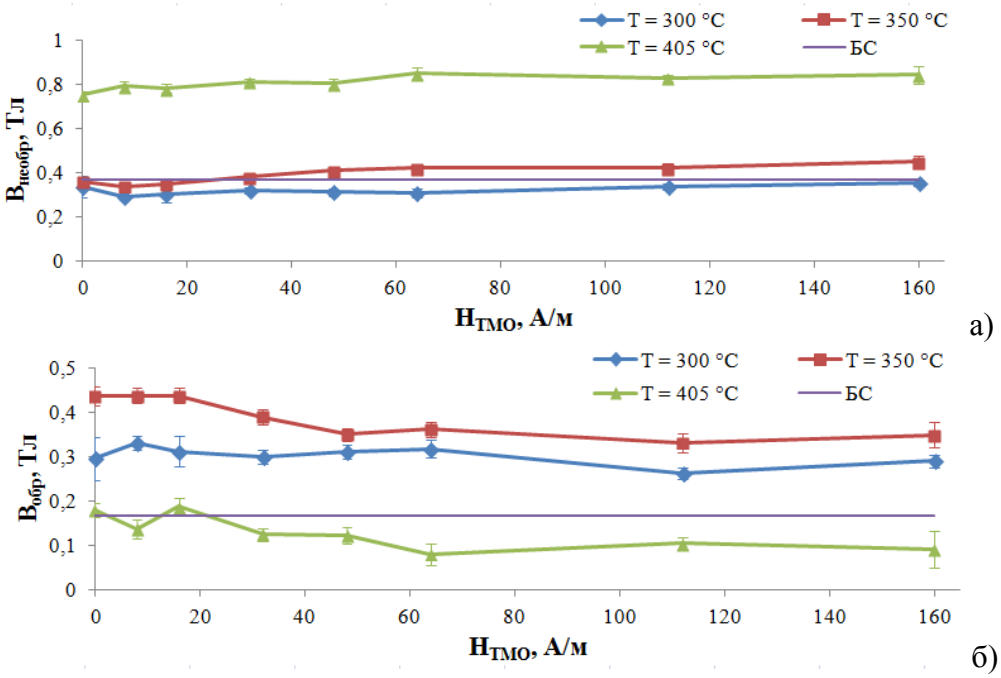
Стоит отметить, что для $B_{необр}$ и $К_п$ сильная положительная связь сохраняется при всех рассматриваемых температурах ТМО. Для H_c при всех рассматриваемых температурах характерна достаточно сильная связь с $B_{необр}$ и слегка более слабая связь с $B_{обр}$, что закономерно, поскольку поле коэрцитивной силы является критическим полем необратимого смещения доменных стенок. Достаточно сильная связь с обоими вкладами в индукцию наблюдается и для низкополевой проницаемости, которая также определяется подвижностью ГД. Как и обсуждалось ранее, повышенным значениям $B_{необр}$ в результате ТМО при 150 и 240 °С (когда ТМО эффективна) соответствует более низкая коэрцитивная сила и более высокая низкополевая проницаемость, что подтверждается сильной отрицательной зависимостью $B_{необр}$ от H_c и достаточно сильной положительной зависимостью $B_{необр}$ от $\mu_{низкопол}$ (при $T_{ТМО}$ = 400 °С знаки указанных зависимостей противоположны). Таким образом, соотношение обратимого и необратимого вкладов в индукцию может быть дополнительным маркером эффективности ТМО в ненасыщающем поле.

В результате, приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге приводит к повышению необратимой составляющей индукции и снижению обратимого вклада по сравнению с отжигом без поля. Повышение напряженности поля при ТМО за счет увеличения доли ферромагнетика, перемагничивающейся необратимым смещением дестабилизированных 180-градусных ГД, приводит к всё более сильному

росту $B_{необр}$ и снижению $B_{обр}$, что способствует улучшению магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР. Таким образом, с помощью математического моделирования ПГ с использованием дробно-линейной функции подтверждены теоретические представления о причинах изменения магнитных свойств АММС на основе Со при увеличении напряженности ненасыщающего поля, прикладываемого к образцу в процессе обработки.

Далее рассмотрим сплав 2НСР. Влияние величины продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге на процессы перемагничивания аморфного сплава 2НСР исследовалось при трех температурах 300, 350 и 405 °С, обеспечивающих разные состояния аморфного сплава в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Во-первых, все указанные температуры ниже T_c, во-вторых, при всех указанных температурах отжиг не приводит к развитию процессов кристаллизации. При этом если обработки при 300 °С обеспечивают достаточно слабую степень завершенности процессов релаксации напряжений (порядка 50 %), то ТМО при 405 °С достигается практически полностью релаксированное состояние; соответственно, при 350 °С наблюдается некоторое промежуточное состояние. Зависимости обратимой $B_{обр}$ и необратимой $B_{необр}$ составляющих индукции аморфного сплава от напряженности ненасыщающего магнитного поля при отжиге при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 83.

Поскольку все три выбранные для рассмотрения температуры ниже T_c для сплава 2НСР, в связи с этим можно ожидать, что стабилизационные процессы будут оказывать влияние на процессы перемагничивания при всех температурах, однако степень этого влияния при разных температурах, очевидно, будет различаться. Так, при температуре обработки 300 °С необратимый вклад в индукцию наименьший по сравнению с двумя другими рассматриваемыми температурами. При этом обратимый вклад после обработок при 350 °С выше, чем после обработок при 300 °С. Наибольший $B_{необр}$ и наименьший $B_{обр}$ наблюдаются после обработок при 405 °С (вне зависимости от величины поля, приложенного при ТМО).



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 83 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

Также как и для сплава 84КХСР, увеличение поля ТМО, в целом, приводит к снижению $B_{обр}$ и росту $B_{необр}$. При этом наименее слабая тенденция к увеличению необратимого вклада и снижению обратимого вклада с ростом напряженности поля при ТМО прослеживается при $T_{ТМО}$ = 300 °С (при такой температуре обработки значения $B_{обр}$ и $B_{необр}$ очень близки). Стоит отметить, что после обработок в полях 0-16 А/м при 350 °С, а также после обработок при 300 °С (вне зависимости от напряженности поля при ТМО) необратимый вклад меньше по сравнению с быстрозакаленным состоянием. $B_{обр}$ при этом после обработок в любом из рассматриваемых полей ТМО при 300 и 350 °С выше, чем в быстрозакаленном состоянии.

Полученные закономерности можно интерпретировать следующим образом: также как и для сплава 84КХСР, процессы стабилизации ГД вследствие НУ приводят к увеличению обратимого и снижению необратимого вклада в индукцию. При этом, более низкие значения $B_{обр}$ при обработках при 300 °С по сравнению с обработками при 350 °С связаны с тем, что наиболее ярко стабилизационные процессы проявляются именно в процессе термообработок при 300 °С, в результате чего снижается не только подвижность ГД, но и затрудняется процесс вращения намагниченности (потому что происходит стабилизация векторов намагниченности), в связи с чем, индукция изменяется обратимо, в основном, за счет обратимого смещения 90-градусных доменных стенок, которые судя по

перетянутости ПГ, также частично стабилизированы. В результате, несмотря на достаточно высокую долю срелаксировавших внутренних напряжений в аморфной ленте, после обработок при температуре 300 °С из-за стабилизационных процессов максимальная индукция сплава 2НСР ($B_m = B_{необр} + B_{обр}$) остается низкой. В то же время, при обработках при 350 °С, при более низкой K_i и более слабых процессах стабилизации, процессы вращения намагниченности протекают более легко, чем при 300 °С, в результате чего обратимый вклад в индукцию будет повышенным (потому что значительная доля 180-градусных ГД всё еще подвергается стабилизации в процессе обработок при 350 °С, в связи с чем $B_{необр}$ остается низким).

В случае $T_{ТМО}$ = 405 °С в практически полностью релаксированном состоянии (одновременно низкие константы K_σ и K_i) процессы перемагничивания происходят легко, вследствие чего $B_{необр}$ велик, а $B_{обр}$ практически при любой величине прикладываемого при ТМО поля ниже, чем в нетермообработанном состоянии. Стоит напомнить, что именно при температуре 405 °С ТМО эффективнее отжига в части снижения коэрцитивной силы. Упрощение доменной структуры за счет усиления продольной магнитной текстуры, а также дестабилизация небольшой остаточной доли трудноподвижных ГД при увеличении $H_{ТМО}$ приводит к тому, что всё большая доля объема ферромагнетика будет перемагничиваться необратимо, путем смещения 180-градусных ГД, в результате чего обратимый вклад в индукцию будет уменьшаться, а необратимый – возрастать. В результате, из полученных закономерностей для обоих рассматриваемых в данном разделе сплавов следует, что для обеспечения эффективности ТМО в ненасыщающем поле нужно приложить в процессе обработки магнитное поле такой напряженности, которое позволит исключить (подавить) процесс обратимого смещения 90-градусных ГД (чтобы изменение индукции было преимущественно необратимым).

С целью обобщения закономерностей влияния величины поля ТМО на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 2НСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимого вклада в индукцию, напряженности поля ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 14. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию, напряженности поля ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 15.

Таблица 14 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$, величины поля при ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР

Температура обработки, °С	$H_{ТМО}$	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	μ_2	μ_{30}	B_m	$К_п$
300	0,6896281	0,5189087	-0,450121	0,6101503	0,5583961	0,3734446	-0,535651	0,8094276
350	0,9084601	-0,150943	-0,577502	0,7946801	0,8334468	0,9232296	0,1044071	0,3956658
405	0,7929371	-0,991248	-0,995845	0,9107686	0,4857173	0,9739156	0,9695492	0,8690279

Таблица 15 – Значение коэффициента корреляции для величины обратимого вклада в индукцию $B_{обр}$, величины поля при ТМО и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР

Температура обработки, °С	$H_{ТМО}$	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	μ_2	μ_{30}	B_m	$К_п$
300	-0,589905	-0,789217	0,2484922	-0,430006	-0,375924	-0,247352	0,9125948	-0,945771
350	-0,816847	-0,898205	-0,5008	0,1505288	0,0632264	-0,870613	0,9230206	-0,97054
405	-0,737519	0,5444664	0,4777578	-0,760831	0,2789604	-0,889508	-0,293879	-0,835055

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния на обратимый и необратимый вклад в индукцию такого фактора, как величина продольного ненасыщающего поля при ТМО, а также подтвердили все установленные ранее корреляционные закономерности для $B_{необр}$ и $B_{обр}$ и магнитных свойств АММС на основе железа. Также как и для сплава 84КХСР, на 2НСР для напряженности продольного поля при ТМО при всех рассматриваемых температурах установлена достаточно сильная положительная связь с необратимым вкладом и обратная связь с обратимой составляющей, что согласуется с представленным ранее обсуждением (при этом зависимость необратимого вклада от поля ТМО сильнее, чем для обратимого). В отличие от сплава 84КХСР, на сплаве 2НСР для обратимого и необратимого вкладов в индукцию лишь с некоторыми магнитными свойствами характерны противоположные по знаку связи ($К_п$ и μ_{30}), потому что, как было показано ранее, изменение температуры термообработки сплава 2НСР может привести к двукратному увеличению максимальной индукции, вследствие чего «зеркальное» изменение необратимого и обратимого вкладов в индукцию могут не выполняться. В связи с этим, далее будет представлено обсуждение результатов корреляционного анализа для обоих вкладов в индукцию.

Стоит отметить, что для необратимого вклада в большинстве случаев наблюдаются более сильные корреляции с разными магнитными свойствами, чем для обратимого вклада. Так, при всех рассматриваемых температурах для $B_{необр}$ и $H_{\mu max}$ характерна более сильная связь с $H_{\mu max}$, μ_2, μ_{30} и μ_{max}, чем для $B_{обр}$ и этих параметров. При этом при любой из рассматриваемых $T_{ТМО}$ направление связи $B_{необр}$ с $H_{\mu max}$ отрицательное, $B_{необр}$ с μ_2 –

положительное, $B_{необр}$ с μ_{max} и μ_{30} – также положительное. Механизм возникновения перечисленных корреляций совпадает с неоднократно описанным ранее – воздействие всё большего ненасыщающего продольного магнитного поля при обработке, во-первых, приводит к дестабилизации ГД, а также к увеличению доли продольно намагниченных областей в образце, ассоциированных с ростом $B_{необр}$, вследствие чего закономерно ожидать сопутствующие этим процессам уменьшение $H_{\mu max}$ и рост μ_2, μ_{max} и μ_{30}.

Как и для сплава 84КХСР, для сплава 2НСР наблюдается сильная отрицательная связь $B_{обр}$ и $К_п$ при всех рассматриваемых температурах обработки. Однако в этом случае для $B_{необр}$ при $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С характерна гораздо более слабая связь с $К_п$ (положительная), чем для $B_{обр}$. Коэффициент прямоугольности является показателем не только магнитной текстуры в ферромагнетике, но и стабилизации 90-градусных ГД, имеющей место при 300 и 350 °С, вследствие чего, при этих температурах достаточно разумно ожидать взаимосвязь $К_п$ именно с $B_{обр}$. В случае максимальной индукции у $B_{необр}$ при $T_{ТМО}$ = 300 и 350 °С наблюдается более слабая связь с B_m, чем у $B_{обр}$, а при $T_{ТМО}$ = 405 °С – наоборот, что связано с различной степенью наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения: при 300 и 350 °С вследствие значительного проявления стабилизационных процессов на B_m в большей степени оказывают влияние обратимые процессы вращения и смещения 90-градусных ГД (из-за чего связь B_m и $B_{обр}$ повышенная), напротив, при 405 °С при низкой K_i и слабой стабилизации основной вклад в B_m дает именно $B_{необр}$.

В целом, можно отметить, что корреляции $B_{необр}$ и разных магнитных свойств после обработок при 405 °С значительно сильнее, чем для $B_{обр}$.

Интересным явлением можно считать то, что после обработок при 350 °С наблюдается сильная отрицательная связь $B_{обр}$ и H_c, а также практически отсутствующая связь $B_{необр}$ и H_c. Кроме того, при $T_{ТМО}$ = 300 °С связь $B_{необр}$ и H_c также слабее, чем у $B_{обр}$ и H_c, что связано с усилением влияния обратимых процессов вращения намагниченности на формирование магнитных свойств сплава 2НСР.

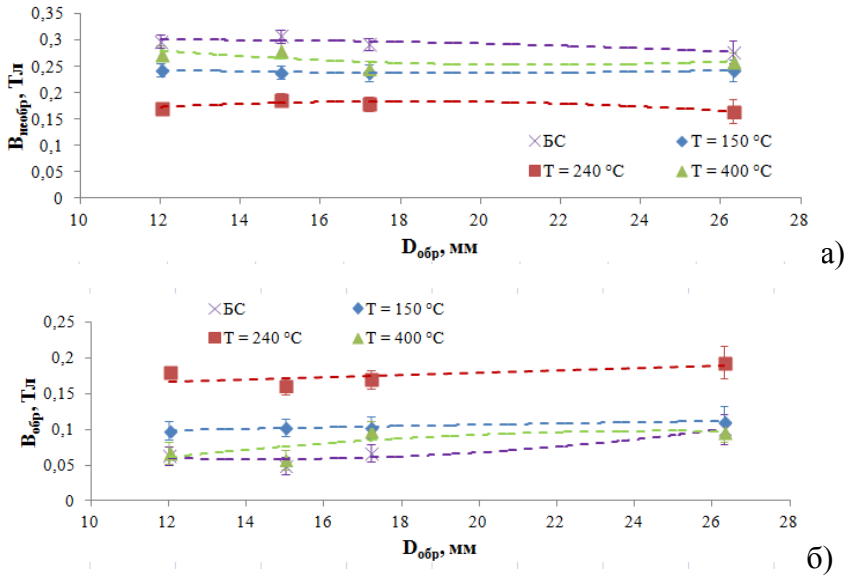
Как и обсуждалось ранее, повышенным значениям $B_{необр}$ в результате ТМО при 405 °С (когда ТМО эффективна) соответствует более низкая коэрцитивная сила, что подтверждается сильной отрицательной зависимостью $B_{необр}$ от H_c. В то же время, зависимость $B_{необр}$ от μ_2 для образцов после обработок при 405 °С достаточно слаба (как и для $B_{обр}$), поскольку именно при этой температуре увеличение поля ТМО приводит к формированию настолько сильной продольной магнитной текстуры, которая за счет низкой удельной площади ГД обеспечивает пониженные значения низкополевой проницаемости. При этом в условиях высокой эффективности ТМО в части повышения

низкополевой проницаемости (например, при 350 °С) наблюдается сильная прямая связь $B_{необр}$ и μ_2. Таким образом, на примере сплава 2HCP показано, что соотношение обратимого и необратимого вкладов в индукцию также может быть дополнительным маркером эффективности ТМО в ненасыщающем поле.

Таким образом, как для АММС на основе Fe, так и для сплава на основе Co характерно снижение обратимого вклада и увеличение необратимого вклада в индукцию с ростом поля ТМО. Повышение напряженности поля при ТМО за счет увеличения доли ферромагнетика, перемагничивающейся необратимым смещением дестабилизированных 180-градусных ГД, приводит к всё более сильному росту $B_{необр}$ и снижению $B_{обр}$, что способствует улучшению магнитомягких свойств аморфного сплава 2HCP. При этом в зависимости от степени развития процессов стабилизации ГД вследствие НУ и релаксации напряжений увеличение величины прикладываемого при обработке поля может приводить как к слабым изменениям вкладов в индукцию, так и к крайне драматичным. Наиболее низкие значения вклада $B_{обр}$ и высокий $B_{необр}$ для обоих сплавов наблюдаются после обработок по таким режимам (в части напряженности поля и температуры ТМО), которые обеспечивают высокую эффективность отжига в ненасыщающем магнитном поле по сравнению с отжигом без поля (при этом, на обоих сплавах $B_{обр}$, как правило, даже ниже, чем в быстрозакаленном состоянии). Таким образом, с помощью математического моделирования ПГ с использованием дробно-линейной функции подтверждены теоретические представления о причинах изменения магнитных свойств АММС на основе Co и Fe при увеличении напряженности ненасыщающего поля, прикладываемого к образцу в процессе обработки.

3.6.2 Изучение влияния уровня изгибных напряжений в аморфной ленте при отжиге в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

Влияние диаметра кольцевого образца при отжиге в ненасыщающем магнитном поле на процессы перемагничивания аморфного сплава 84КХСР исследовалось при трех температурах 150, 240 и 400 °С, обеспечивающих разные состояния аморфного сплава. Зависимости обратимого $B_{обр}$ и необратимого $B_{необр}$ вкладов в индукцию аморфного сплава от величины диаметра образца при отжиге в ненасыщающем магнитном поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 84. Дополнительно на рисунке также приведены составляющие индукции в зависимости от диаметра образца в быстрозакаленном состоянии.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 84 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от величины диаметра образца до и после отжига в ненасыщающем магнитном поле при различных температурах

Сразу же можно отметить, что характер изменения составляющих индукции после ТМО при разных температурах аналогичен таковому в состоянии до термообработки, что также коррелирует с сохраняющимися после ТМО по сравнению с быстрозакаленным состоянием зависимостями разных магнитных свойств от уровня изгибных напряжений в аморфной ленте, что было показано ранее.

Для необратимой составляющей индукции, в целом, наблюдается убывающий тренд в зависимости от диаметра кольцевого образца. При этом наибольшие значения необратимого вклада вне зависимости от исходного уровня изгибных напряжений в образце наблюдаются в быстрозакаленном состоянии, а также после ТМО при 400 °С, а наименьшие – после ТМО при 240 °С, что согласуется с ранее обсужденными закономерностями влияния процессов стабилизации ГД, протекающих в аморфной сплаве при нагреве до температур ниже T_c. При этом по абсолютной величине $B_{необр}$ при варьировании диаметра образцов как в исходном состоянии, так и после ТМО при 240 и 400 °С изменяется на 0,02-0,03 Тл. Еще к более слабым изменениям необратимого вклада в индукцию приводит варьирование диаметра образцов при ТМО при температуре 150 °С (менее, чем на 0,01 Тл). Таким образом, по сравнению с эффектом от приложения ненасыщающего поля разной величины при отжиге изменение диаметра образца способствует гораздо более слабым изменениям $B_{необр}$.

Для обратимой составляющей индукции, напротив, наблюдается тенденция к увеличению с уменьшением исходного уровня изгибных напряжений. Также как и для $B_{необр}$, наиболее слабое влияние на $B_{обр}$ изменение диаметра кольцевого образца оказывало после ТМО при 150 °С (изменения составили не более 0,01 Тл). Однако, в целом, рост $B_{обр}$ вследствие увеличения диаметра образца был сильнее, чем сопутствующее падение $B_{необр}$, вследствие чего максимальная индукция увеличивалась. Таким образом, наблюдаемое во всех сериях обработок на увеличение B_m при уменьшении исходного уровня изгибных напряжений связано именно с ростом $B_{обр}$.

Полученные закономерности изменения вкладов в индукцию при увеличении диаметра образца можно интерпретировать следующим образом: поскольку для образцов большего диаметра характерны более слабая прямоугольность ПГ, в связи с этим, в таких образцах выше доля поперечно намагниченных областей в их ДС, которые перемагничиваются путем обратимого вращения вектора спонтанной намагниченности, и ниже доля продольно намагниченных областей, перемагничивающихся необратимым смещением ГД. Именно этот факт и приводит к наблюдаемому увеличению обратимой составляющей индукции и снижению необратимой составляющей.

С целью обобщения закономерностей влияния величины диаметра тороидального образца при ТМО на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 84КХСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимой составляющей индукции, диаметра образца при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 16. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию, диаметра образца при ТМО при температурах 150, 240 и 400 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 17.

Таблица 16 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$, диаметра образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР

Температура обработки, °С	**Диаметр образца**	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**$\mu_{низкопол}$**	**B_m**	**$K_п$**
150	0,083535	0,081848	0,253765	-0,18268	0,231334	0,537374	-0,30899
240	-0,48235	0,467625	0,191198	0,883183	-0,70342	-0,83999	0,951593
400	-0,38792	0,244167	-0,51951	0,85522	-0,53145	-0,38277	0,875527

Таблица 17 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{обр}$, диаметра образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР

Температура обработки, °С	Диаметр образца	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	$\mu_{низкопол}$	B_m	$К_п$
150	0,999081	-0,94259	0,978025	-0,94551	0,982956	0,868373	-0,96577
240	0,627069	-0,60953	-0,36395	-0,92408	0,822684	0,918636	-0,98614
400	0,641783	-0,43265	0,729909	-0,89453	0,769145	0,670828	-0,98558

Результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния диаметра образца при ТМО, в первую очередь, на обратимую составляющую индукции. Кроме того, в данной серии обработок по исследованию влияния диаметра образца на процессы перемагничивания вне зависимости от температуры ТМО корреляции $B_{обр}$ со всеми рассматриваемыми магнитными свойствами оказались более сильными, чем у $B_{необр}$. Причина этого, в первую очередь, в том, что разные магнитные свойства, также как и обратимый вклад в индукцию с увеличением диаметра образца при ТМО изменялись достаточно монотонно, чего нельзя сказать о необратимой составляющей индукции. Еще одной возможной причиной слабых связей $B_{необр}$ может быть и изначально достаточно слабая его зависимость от уровня исходных изгибных напряжений в аморфной ленте (после ТМО при 150 °С зависимость отсутствовала, а после ТМО при 240 и 400 °С для $B_{необр}$ и диаметра кольцевого образца наблюдалась прямая связь средней силы).

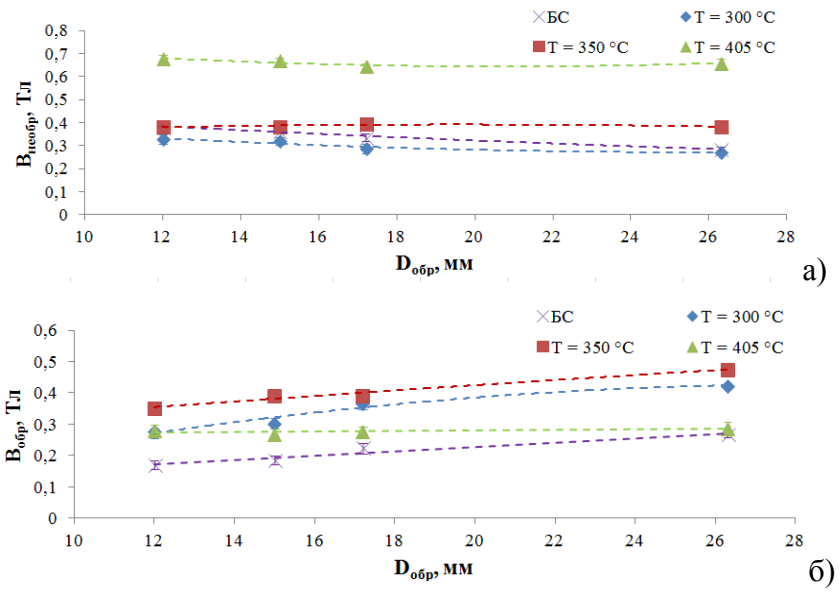
После ТМО при 400 °С силы связей $B_{обр}$ оказались ниже, чем после обработок при 150 и 240 °С, что обусловлено, во-первых, практически закончившейся релаксацией напряжений (по окончании которой, в теории, величина диаметра образца должна полностью перестать оказывать влияние на магнитные свойства аморфного сплава), а также со сменой знака магнитострикции насыщения, что уже неоднократно обсуждалось ранее.

Важно, что для обратимой составляющей индукции при всех рассматриваемых $T_{ТМО}$ сохраняется крайне сильная отрицательная связь с $К_п$, что также наблюдалось в предыдущих сериях обработок. В этой связи, отрицательная зависимость максимальной проницаемости от величины обратимого вклада в индукцию свидетельствует о том, что пониженные значения μ_{max}, наблюдаемые на образцах большого диаметра, являются следствием повышенного вклада от обратимого вращения на таких образцах (и как следствие, пониженного вклада от необратимого смещения).

Нарушение прямой зависимости коэрцитивной силы от $B_{обр}$, наблюдавшейся в серии с варьированием поля ТМО, коррелирует с нарушением обратной зависимости H_c и магнитных свойств, в первую очередь, формирующихся под действием магнитной текстуры в образце ($H_{\mu max}$, μ_{max}, $K_п$), что связано с более значительным влиянием на коэрцитивную силу снижения уровня изгибных напряжений, приводящего к уменьшению K_σ по сравнению с эффектом от усложнения доменной структуры при увеличении в ней доли областей с поперечным направлением намагниченности (поскольку при увеличении диаметра образца $K_п$ уменьшается). Нарушение обратной связи обратимого вклада и низкополевой проницаемости, вероятно, обусловлено тем, что в случае варьирования поля ТМО увеличение обратимого вклада ассоциировалось, в первую очередь, с усилением стабилизационных процессов, которые неизбежно приводило к снижению $\mu_{низкопол}$. Увеличение диаметра образца также приводит к росту $B_{обр}$, однако в данном случае он ассоциирован с увеличением в образце доли поперечно намагниченных областей, перемагничивающихся вращением намагниченности, и никак не связан со стабилизацией ГД вследствие НУ. При этом увеличение диаметра облегчает процессы намагничивания и перемагничивания за счет снижения K_σ, что способствует повышению $\mu_{низкопол}$.

В случае поля максимальной проницаемости получена прямая связь с $B_{обр}$ после ТМО при 150 и 400 °С и обратная связь после ТМО при 240 °С, что коррелирует с отличающимся направлением связи $H_{\mu max}$ и диаметром образца при температуре обработки 240 °С и обусловлено повышенным значением λ_s сплава 84КХСР при данной $T_{ТМО}$, приводящим к усилению влияния магнитоупругой анизотропии на формирование поля максимальной проницаемости (что также наблюдалось для высокомагнитострикционного сплава 2НСР).

Далее рассмотрим сплав 2НСР. Влияние исходного уровня изгибных напряжений при ТМО в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфного сплава 2НСР исследовалось при трех температурах 300, 350 и 405 °С, обеспечивающих разные состояния аморфного сплава в части степени релаксации напряжений в аморфной ленте. Зависимости обратимой $B_{обр}$ и необратимой $B_{необр}$ составляющих индукции аморфного сплава от величины диаметра кольцевого образца до и после отжига в ненасыщающем магнитном поле при выбранных температурах с выдержкой 10 мин представлены на рисунке 85.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 85 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от величины диаметра кольцевого образца до и после ТМО при различных температурах

В целом, зависимости вкладов в индукцию сплава 2HCP от диаметра образца качественно аналогичны таковым для сплава 84КХСР: увеличение диаметра приводит к повышению обратимой составляющей и снижению необратимой составляющей индукции. При этом присутствуют некоторые количественные различия в зависимости от $T_{ТМО}$: сразу отметим, что наибольшие значения $B_{необр}$ получены после ТМО при 405 °С, а наименьшие – после ТМО при 300 °С. В то же время, наибольший обратимый вклад наблюдается после ТМО при 350 °С, а самые малые его значения – в быстрозакаленном состоянии.

Наиболее слабые изменения $B_{необр}$ (примерно на 0,01 Тл) при варьировании диаметра образца наблюдались после ТМО при 350 и 405 °С, что связано с пониженным значением K_σ после таких обработок за счет более полного протекания релаксации напряжений. В то же время, как в быстрозакаленном состоянии, так и после ТМО при 300 °С K_σ велика, в связи с чем, изменение исходного уровня изгибных напряжений приводит к более драматичным изменениям как вкладов в индукцию (на 0,06-0,1 Тл), так и магнитных свойств высокомагнитострикционного сплава 2HCP.

Обратимая составляющая индукции при использовании при ТМО образцов разного диаметра изменяется сильнее, чем необратимая составляющая: если в быстрозакаленном состоянии по абсолютной величине эти изменения одинаковы, то после ТМО при 300 °С изменения $B_{обр}$ составили 0,15 Тл, при 350 °С – 0,13 Тл и при 405 °С – 0,02 Тл.

Полученные изменения обратимого вклада в индукцию приводят к тому, что наибольший прирост максимальной индукции для образцов большого диаметра по сравнению с малым наблюдается после ТМО при температуре 350 °С, при которой, как было показано ранее, стабилизационные процессы проявляются более слабо, чем при 300 °С (что следует из соотношения $B_{необр}$ после этих обработок), вследствие чего, процессы вращения намагниченности облегчены и $B_{обр}$ велик, а $B_{необр}$ имеет промежуточные значения за счет всё еще в некоторой степени сохраняющейся стабилизации ГД.

Отметим, что на образцах большого диаметра ТМО при 300 и 350 °С приводит к тому, что превалирующий вклад в максимальную индукцию сплава вносит именно обратимая составляющая.

С целью обобщения закономерностей влияния величины диаметра тороидального образца при ТМО на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 2НСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимой составляющей индукции, диаметра образца при ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 18. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию, диаметра образца при ТМО при температурах 300, 350 и 405 °С и различных магнитных свойств приведены в таблице 19.

Таблица 18 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$, диаметра образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР

Температура обработки, °С	**Диаметр образца**	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**B_m**	**$К_п$**
300	-0,90011	0,895559	0,721996	0,919573	-0,90813	-0,97917	0,942268
350	-0,0487	0,03313	-0,09083	0,146647	0,195933	-0,23314	-0,14086
405	-0,45817	0,155674	-0,85439	0,666078	-0,65335	0,891421	0,523675

Таблица 19 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{обр}$, диаметра образца и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР

Температура обработки, °С	**Диаметр образца**	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**B_m**	**$К_п$**
300	0,95274	-0,85278	-0,80677	-0,9557	0,957194	0,947102	-0,97655
350	0,986994	-0,94334	-0,94937	-0,97227	0,906378	0,954443	-0,93137
405	0,770813	-0,51934	0,59483	-0,88901	0,902731	-0,63228	-0,81574

Также как и на сплаве 84КХСР, результаты парного корреляционного анализа подтвердили высокую степень влияния диаметра образца при ТМО, в первую очередь, на обратимую составляющую индукции сплава 2НСР. Как и обсуждалось ранее, сильная зависимость необратимого вклада в индукцию от диаметра образца наблюдалась только при относительно высокой доле несрелаксировавших напряжений в аморфной ленте (в результате ТМО при 300 °С).

Направления связей обратимой составляющей индукции и разных магнитных свойств, во-первых, не различались для разных температур ТМО (кроме $H_{\mu max}$ и B_m), а, во-вторых, были аналогичны таковым для сплава 84КХСР, в связи с чем, повторное обсуждение приводиться не будет, а будут рассмотрены причины различия в некоторых закономерностях.

Наблюдаемая обратная связь поля максимальной проницаемости и $B_{обр}$ после ТМО при 300 и 350 °С является следствием повышенного влияния магнитоупругой анизотропии на формирование $H_{\mu max}$ на сплаве 2НСР с высокой λ_s. Соответственно, после ТМО при 405 °С при практически полностью завершенной релаксации напряжений, пониженный уровень изгибных напряжений в аморфной ленте не приводит к снижению $H_{\mu max}$; напротив, более низкая доля продольно намагниченных областей в образце большого диаметра вызывает рост $H_{\mu max}$, вследствие чего связь данного параметра с $B_{обр}$ становится положительной.

В части максимальной индукции, как было показано ранее, при температурах ТМО 300 и 350 °С наибольший вклад в B_m дает именно обратимая составляющая, вследствие чего сила связи B_m и $B_{обр}$ выше, чем B_m и $B_{необр}$. После ТМО при 405 °С наблюдается обратная ситуация, вследствие чего направление и силы связей максимальной индукции и вкладов в нее меняются на противоположные.

Важно, что для обратимой составляющей индукции при всех рассматриваемых $T_{ТМО}$ сохраняется крайне сильная отрицательная связь с $К_п$ (более сильная, чем у $B_{необр}$ и $К_п$), что также наблюдалось в предыдущих сериях обработок.

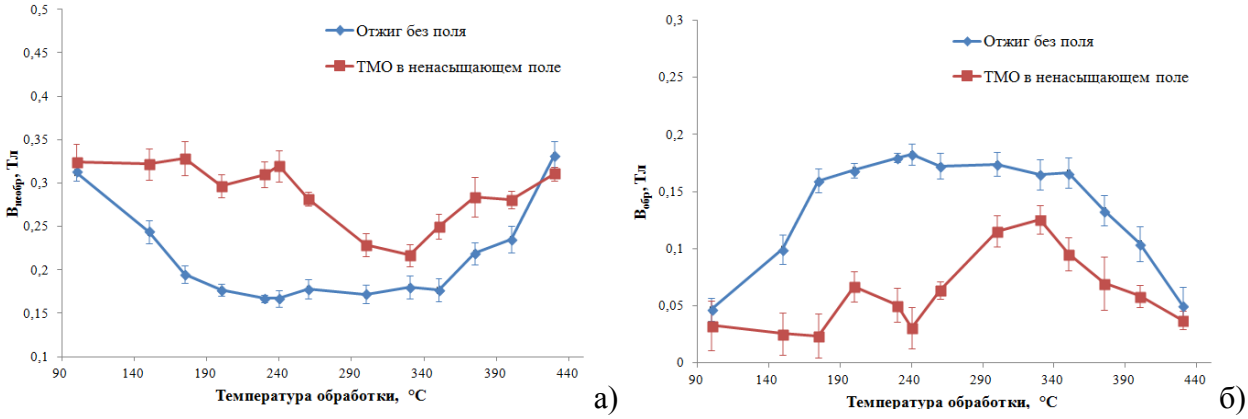
Таким образом, на сплавах 2НСР и 84КХСР увеличение диаметра образца, приводящее к снижению уровня изгибных напряжений в нем, как до, так и после ТМО способствует увеличению обратимой составляющей и снижению необратимой составляющей индукции. При этом повышение обратимого вклада более значимо, чем снижение необратимого вклада, в результате чего максимальная индукция сплава на образцах большого диаметра будет выше. Снижение уровня изгибных напряжений приводит к снижению доли доменов с продольным направлением намагниченности и, соответственно, повышению доли поперечных доменов, перемагничивающихся по

механизму обратимого вращения намагниченности, что и приводит к снижению $B_{необр}$ и росту $B_{обр}$. При этом увеличение обратимой составляющей индукции с ростом диаметра образца не приводит к деградации магнитомягких свойств аморфного сплава, которые улучшаются под первостепенным действием снижающейся магнитоупругой анизотропии. Таким образом, с помощью математического моделирования ПГ с использованием дробно-линейной функции подтверждены теоретические представления о причинах изменения магнитных свойств АММС на основе Co и Fe при уменьшении уровня изгибных напряжений в аморфной ленте перед ТМО.

3.6.3 Изучение влияния температуры при отжиге в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

Влияние температуры отжига в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфного сплава 84КХСР исследовалось при температурах 100-430 °С и времени выдержки 10 мин. Зависимости обратимого $B_{обр}$ и необратимого $B_{необр}$ вкладов в индукцию аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем поле в ненасыщающем поле представлены на рисунке 86. Также для сравнения на рисунке 86 приведены зависимости вкладов в индукцию от температуры отжига без поля.

Зависимости составляющих индукции с ростом температуры обработки сплава 84КХСР являются немонотонными. Как уже обсуждалось в предыдущих подразделах, изменения обратимого и необратимого вкладов в индукцию сплава 84КХСР в зависимости от температуры как отжига, так и ТМО носят симметричный характер.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 86 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ в зависимости от температуры отжига в ненасыщающем поле и без поля

Причем качественно этот характер (для $B_{необр}$) схож с изменением коэффициента прямоугольности ПГ с ростом температуры соответствующего типа ТО. Так, на зависимости $B_{необр}$ от $T_{обр}$ при отжиге без поля наблюдается провал при температурах 150-400 °С, обусловленный при $T < T_c$ процессами стабилизации ГД вследствие НУ, а при $T > T_c$ – ростом и прохождением через максимум λ_s (для $B_{обр}$, соответственно, наоборот, наблюдается подъем с прохождением через пологий максимум). После отжига в ненасыщающем поле провалы $B_{необр}$, связанные с разными физическими процессами в аморфном сплаве, разделены температурой T_c, также как это было для $K_п$ (рисунок 40). При этом провал $B_{необр}$ (и максимум $B_{обр}$) из-за стабилизационных процессов имеет меньшую глубину (высоту), чем провал из-за роста магнитострикции насыщения. Поскольку рост λ_s приводит к разрушению исходной продольной магнитной текстуры, однако не приводит к стабилизации ГД или векторов намагниченности, поэтому ожидаемо, что увеличение обратимого вклада в индукцию при росте магнитострикции более значимое, чем при стабилизации ГД вследствие НУ (при протекании стабилизационных процессов в случае K_i затрудняются не только процессы смещения, но и вращения, в связи с чем, рост $B_{обр}$ может происходить только за счет обратимого смещения нестабилизированных 90-градусных ГД). Разрушение продольной текстуры приводит к увеличению доли областей в ДС с поперечной ориентацией вектора намагниченности, которые перемагничиваются обратимым вращением, в связи с чем, более значительный рост $B_{обр}$ при с увеличением λ_s также кажется закономерным.

При любой из рассматриваемых температур обработки величина $B_{обр}$ после ТМО ниже, чем после отжига без поля, что связано, во-первых, с эффектом от дестабилизации ГД, а также с повышенной долей продольно намагниченных областей в ДС образцов после отжига с приложением ненасыщающего магнитного поля по сравнению с отжигом без поля.

Наиболее низкий, практически нулевой $B_{обр}$ (и высокий $B_{необр}$) получен после ТМО при 150-175 °С, при промежуточных значениях K_i, что согласуется с высокой эффективностью ТМО в части снижения H_c при этих температурах.

С целью обобщения закономерностей влияния температуры ТМО и отжига на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 84КХСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимого вклада в индукцию и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 20. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию

и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 21.

Таблица 20 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР в сериях от температуры обработки

Обработка	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	$\mu_{0,3}$	B_m	$К_п$
Отжиг без поля	-0,41147	-0,49563	0,660011	0,334988	0,019317	0,945188
ТМО	0,619537	0,355812	-0,16696	0,021884	0,21401	0,96277

Таблица 21 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{обр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 84КХСР в сериях от температуры обработки

Обработка	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	$\mu_{0,3}$	B_m	$К_п$
Отжиг без поля	0,442384	0,526686	-0,69753	-0,36729	0,077918	-0,95564
ТМО	-0,51646	-0,28021	0,077423	-0,11057	-0,08529	-0,95266

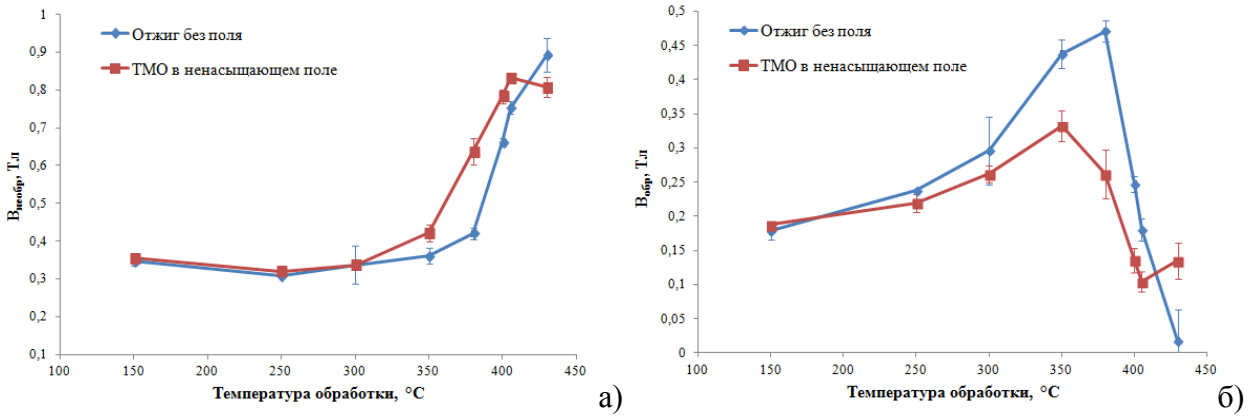
Результаты парного корреляционного анализа для серии отжигов без поля и отжигов в ненасыщающем поле при различных температурах показали высокую степень связи лишь для коэффициента прямоугольности ПГ и составляющих индукции, что уже обсуждалось на основании характера их зависимостей от $T_{обр}$, что согласуется с результатами в предыдущих подразделах. В целом, для обратимого и необратимого вкладов в индукцию характерны противоположные по знаку зависимости как от рассматриваемого в данном разделе фактора ТМО (величина продольного магнитного поля), так и от различных магнитных свойств, потому что, как было показано ранее, варьирование различных факторов ТМО на сплаве 84КХСР не приводит к изменению максимальной индукции, вследствие чего изменения необратимого вклада в индукцию вызывает «зеркальное» изменение обратимого вклада и наоборот.

Связь средней силы также присутствует для обоих типов вкладов в индукцию и коэрцитивной силы, однако направления связи для серий отжигов без поля и ТМО различны. При этом «правильное» (согласующееся с полученным в других сериях) направление связи $B_{необр}$ и H_c (отрицательное) получено только для отжига без поля. Это согласуется со значительными качественными различиями зависимостей H_c ($T_{ТМО}$) и $К_п$ ($T_{ТМО}$) – например, процесс изменения величины и смены знака магнитострикции не оказывал никакого влияния на коэрцитивную силу аморфного сплава, а стабилизационные процессы именно при ТМО способствовали крайне слабым изменениям $К_п$. По-видимому,

большая монотонность зависимостей H_c ($T_{отж}$) и $K_п$ ($T_{отж}$) способствовала сохранению «правильного» направления связей вкладов в индукцию и коэрцитивной силы. Это также может быть причиной нарушения направления или отсутствия корреляций вкладов в индукцию для образцов после ТМО и других магнитных свойств (поле максимальной проницаемости, максимальная и низкополевая проницаемости).

Ожидаемая отрицательная связь необратимого вклада в индукцию с полем максимальной проницаемости, а также положительный коэффициент корреляции с максимальной проницаемостью и с низкополевой проницаемостью в серии отжигов без поля подтверждает полученные в других сериях закономерности корреляций $B_{необр}$ и различных магнитных свойств.

Далее рассмотрим сплав 2НСР. Влияние температуры отжига в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфного сплава 2НСР исследовалось при температурах 150-430 °С и времени выдержки 10 мин. Зависимости обратимого $B_{обр}$ и необратимого $B_{необр}$ вкладов в индукцию аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем поле в ненасыщающем поле представлены на рисунке 87. Также для сравнения на рисунке 87 приведены зависимости вкладов в индукцию от температуры отжига без поля.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 87 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

Зависимости вкладов в индукцию с ростом температуры обработки сплава 2НСР являются немонотонными. При этом изменения обратимого и необратимого вкладов в индукцию сплава 2НСР в зависимости от температуры как отжига, так и ТМО носят несимметричный характер. Качественно характер зависимостей $B_{необр}$ от температуры

обработки также аналогичен таковому для $K_п$. Также как и на сплаве 84КХСР, на сплаве 2НСР практически при любой из рассматриваемых температур обработки (кроме 430 °С) величина $B_{обр}$ после ТМО ниже, чем после отжига без поля, а $B_{необр}$ выше, что связано, во-первых, с эффектом от дестабилизации ГД, а также с повышенной долей продольно намагниченных областей в ДС образцов после отжига с приложением ненасыщающего магнитного поля по сравнению с отжигом без поля.

По причине высокой магнитострикции насыщения сплава 2НСР и, как следствие, значительного влияния уровня внутренних напряжений в аморфной ленте, а также процессов наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения необратимая составляющая индукции, как и максимальная индукция сплава остаются низкими вплоть до температур обработки около 400 °С. При этом судя по росту $B_{обр}$, стабилизационные процессы начинают протекать при температурах 250 °С и выше. После отжига без поля максимум $B_{обр}$ наблюдается при 380 °С, а после ТМО – при 350 °С. Интересно, что ни та, ни другая температура не отвечают наиболее ярко выраженной стабилизации ГД, которая на основании ранее рассмотренных данных протекает в сплаве примерно при 300 °С. По-видимому, за счет более высокой константы наведенной магнитной анизотропии сплава 2НСР, в случае наиболее активного протекания процессов НУ при 300 °С, приводящих к развитию стабилизационных процессов, приложение ненасыщающего поля при ТМО не приводит к значительной дестабилизации 180-градусных ГД, вследствие чего, во-первых, отсутствует эффект от ТМО в виде снижения коэрцитивной силы по сравнению с отжигом без поля (что наблюдалось ранее), а во-вторых, обратимый вклад в индукцию остается на уровне отжига без поля (лишь слегка ниже). При этом очевидно, что при высокой K_i в аморфном сплаве протекает не только стабилизация ГД, но и векторов намагниченности, вследствие чего обратимые процессы вращения также будут затруднены. Этим можно объяснить то, что наибольший $B_{обр}$ как после отжига, так и после ТМО получен не после обработок при 300 °С, а при более высоких температурах, обеспечивающих пониженное значение K_i. Низкая максимальная индукция, вызванная одновременно низкими $B_{обр}$ и $B_{необр}$ после обработок при 300 °С может быть связана с тем, что при такой температуре стабилизации подвергнуты и 180-градусные ГД, и 90-градусные ГД, и вектора намагниченности.

По-видимому, при более слабых стабилизационных процессах, по мере снижения K_i вначале облегчаются процессы вращения, а далее – смещения, в связи с чем, $B_{обр}$ растет, проходит через максимум, соответствующий затруднению процессов смещения, но достаточно легкому протеканию процессов вращения, и далее снижается по мере всё большего ослабления наведения локальной магнитной анизотропии вследствие НУ. В

случае температуры 380 °С приложения ненасыщающего магнитного поля при ТМО становится достаточно для дестабилизации ГД, в результате чего именно при этой и более высокой температурах ТМО становится эффективна для снижения H_c. При этом за счет повышения подвижности 180-градусных ГД доля ферромагнетика, перемагничивающаяся необратимым смещением ГД растет, а доля образца, подвергнутая процессам вращения, наоборот, снижается, вследствие чего $B_{обр}$ после ТМО при 380 °С становится значительно ниже, а $B_{необр}$ выше, чем после отжига без поля.

С целью обобщения закономерностей влияния температуры ТМО и отжига на обратимую и необратимую составляющие индукции аморфного сплава 2НСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимого вклада в индукцию и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 22. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 23.

Таблица 22 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР в сериях от температуры обработки

Обработка	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**B_m**	**$K_п$**
Отжиг без поля	-0,60391	-0,73764	0,69875	0,873631	0,726363	0,351897
ТМО	-0,88515	-0,80417	0,763504	0,589224	0,950362	0,395259

Таблица 23 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{обр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 2НСР в сериях от температуры обработки

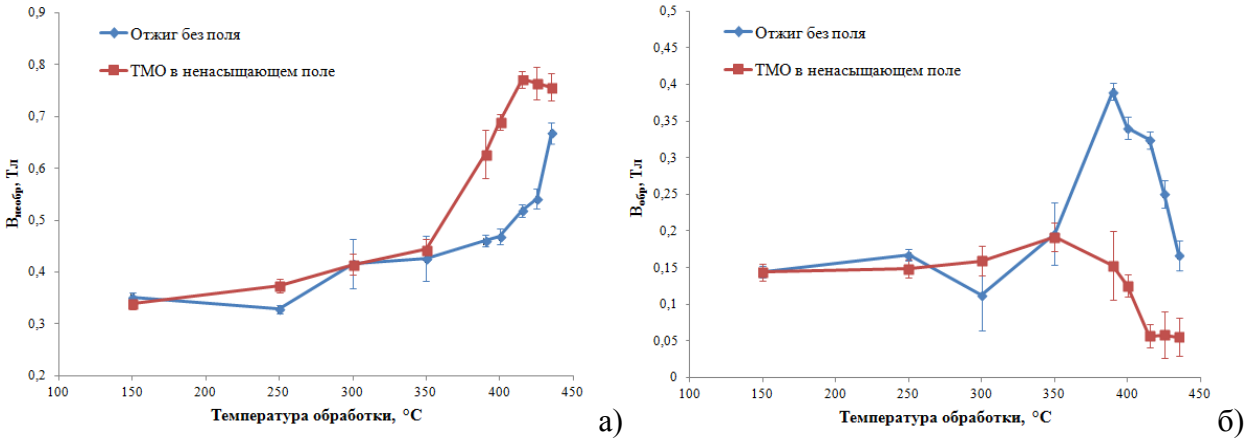
Обработка	**H_c**	**$H_{\mu max}$**	**μ_{max}**	**μ_2**	**B_m**	**$K_п$**
Отжиг без поля	-0,19351	0,005185	-0,07141	-0,44507	0,061004	-0,47593
ТМО	0,300523	0,152437	-0,36964	-0,20597	-0,43268	-0,40977

За исключением коэффициента прямоугольности ПГ, для всех остальных магнитных свойств сплава 2НСР как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем поле характерны более прочные корреляции с $B_{необр}$, чем с $B_{обр}$, т.е. результаты данных серий обработок (отжигов и ТМО) также показали, что обратимый вклад в индукцию в большей степени формируется под действием доли продольно

намагниченных областей в аморфной ленте, чем необратимый вклад. Кроме того, это подтверждает несимметричность закономерностей изменений $B_{необр}$ и $B_{обр}$ с ростом температуры термообработки.

Для необратимого вклада в индукцию сплава 2НСР, как и после большинства обработок из других серий, наблюдается отрицательная связь с H_c и $H_{\mu max}$, а также положительная связь с $K_п$, μ_{max}, μ_2 и B_m. При этом для серии ТМО прочность корреляций $B_{необр}$ (как и $B_{обр}$) и перечисленных свойств выше, чем для серии отжигов без поля (кроме низкополевой проницаемости). Таким образом, более высокий $B_{необр}$, демонстрирующий облегченность необратимых процессов смещения ГД, обеспечивает повышенные значения $K_п$, μ_{max}, μ_2 и B_m и пониженную величину H_c и $H_{\mu max}$, что также наблюдалось для сплава 84КХСР в серии отжигов без поля при разных температурах и для сплавов 2НСР и 84КХСР в сериях от поля ТМО.

Наконец, рассмотрим зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию от температуры отжига без поля и ТМО для сплава 10НСР. Влияние температуры отжига в ненасыщающем поле на процессы перемагничивания аморфного сплава 10НСР исследовалось при температурах 150-435 °С и времени выдержки 10 мин. Зависимости обратимого $B_{обр}$ и необратимого $B_{необр}$ вкладов в индукцию аморфного сплава от температуры отжига в ненасыщающем поле в ненасыщающем поле представлены на рисунке 88. Также для сравнения на рисунке 88 приведены зависимости вкладов в индукцию от температуры отжига без поля.



а) $B_{необр}$; б) $B_{обр}$.

Рисунок 88 – Зависимости обратимого и необратимого вкладов в индукцию аморфного сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ в зависимости от величины магнитного поля при отжиге при различных температурах

Качественно закономерности изменения составляющих индукции с ростом температуры обработки, а также их соотношение при разных температурах для сплава 10НСР аналогичны таковым для сплава 2НСР. Зависимости вкладов в индукцию с ростом температуры обработки сплава 10НСР также являются немонотонными. При этом также как и для сплава 2НСР изменения обратимого и необратимого вкладов в индукцию сплава 10НСР в зависимости от температуры как отжига, так и ТМО носят несимметричный характер. Качественно характер зависимостей $B_{необр}$ от температуры обработки также аналогичен таковому для $K_п$. Также как и на сплавах 84КХСР и 2НСР, на сплаве 10НСР практически при любой из рассматриваемых температур обработки (кроме 300 °С, когда качество аппроксимации ветвей ПГ оказалось скудным вследствие значительной их перетянутости) величина $B_{обр}$ после ТМО ниже, чем после отжига без поля, а $B_{необр}$ выше (при любой из рассматриваемых температур обработки) из-за эффекта от дестабилизации ГД, а также более высокой доли продольно намагниченных областей в ДС образцов после отжига с приложением ненасыщающего магнитного поля по сравнению с отжигом без поля.

По причине высокой магнитострикции насыщения сплава 10НСР и, как следствие, значительного влияния уровня внутренних напряжений в аморфной ленте, а также процессов наведения локальной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения необратимый вклад в индукцию, как и максимальная индукция сплава остаются низкими вплоть до температур обработки около 400 °С. При этом судя по росту $B_{обр}$, стабилизационные процессы начинают протекать при температурах 300 °С и выше. После отжига без поля максимум $B_{обр}$ наблюдается при 390 °С, а после ТМО – при 350 °С. Опять же, ни та, ни другая температура не отвечают наиболее ярко выраженной стабилизации ГД, которая, судя по перетянутым ПГ после отжига без поля, протекает в сплаве 10НСР примерно при 300-350 °С. Прохождение $B_{обр}$ через максимум, судя по всему, вновь обусловлено облегчением процессов обратимого вращения при пониженной K_i.

В случае температуры 390 °С приложения ненасыщающего магнитного поля при ТМО становится достаточно для дестабилизации ГД, в результате чего именно при этой и более высокой температурах ТМО становится эффективна для снижения H_c сплава 10НСР. При этом за счет повышения подвижности 180-градусных ГД доля ферромагнетика, перемагничивающаяся необратимым смещением ГД растет, а доля образца, подвергнутая процессам вращения, наоборот, снижается, вследствие чего $B_{обр}$ после ТМО при 390 °С становится значительно ниже, а $B_{необр}$ выше, чем после отжига без поля.

Обобщая результаты анализа по двум АММС на основе железа, ТМО при температурах 380 °С (2НСР) и при 390 °С (10НСР), соответствующих (T_c-50 °С), как было показано ранее, обеспечивает одновременное улучшение всего рассматриваемого комплекса магнитомягких свойств рассматриваемых сплавов на основе железа – повышает низкополевую и максимальную проницаемости и снижает коэрцитивную силу по сравнению с отжигом без поля. Как обсуждалось ранее, по-видимому, при таких температурах ТМО обеспечивается некоторая оптимальная ДС благодаря определенной (достаточно высокой) степени завершенности релаксации напряжений, не слишком высокой доле продольных доменов в ДС с соответствующей высокой удельной площадью ГД по причине промежуточного значения константы K_i и, как из этого следует, по-прежнему в некоторой степени протекающих стабилизационных процессов, затрудняющих создание продольной магнитной текстуры с высокой степенью остроты. Полученные закономерности изменения составляющих индукции показали, что, во-первых, обратимый вклад после ТМО при таких температурах значительно ниже, а необратимый вклад выше, чем после отжига без поля, а также $B_{обр}$, который в значительной степени коррелирует с $K_п$, имеет низкую (ниже, чем после обработок при 300 или 350 °С), но не предельно низкую величину по сравнению с другими температурами ТМО (а $B_{необр}$, соответственно, не максимален). В терминах процессов перемагничивания ТМО при 380-390 °С приводит к формированию такой ДС ферромагнетика, которая обеспечивает его преимущественное перемагничивание смещением легкоподвижных доменных стенок, однако при этом сохраняется некоторая доля поперечно намагниченных областей, перемагничивающихся вращением намагниченности. Более высокий $B_{необр}$ и низкий $B_{обр}$ (при температурах выше 400 °С) приводят к формированию острой продольной доменной текстуры, которая хотя и обеспечивает эффективность ТМО в части снижения коэрцитивной силы и повышения максимальной проницаемости, однако приводит к снижению низкополевой проницаемости.

С целью обобщения закономерностей влияния температуры ТМО и отжига на обратимый и необратимый вклады в индукцию аморфного сплава 10НСР также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции необратимого вклада в индукцию и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 24. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции обратимого вклада в индукцию

и различных магнитных свойств в серии от температуры обработки приведены в таблице 25.

Таблица 24 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{необр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 10НСР в сериях от температуры обработки

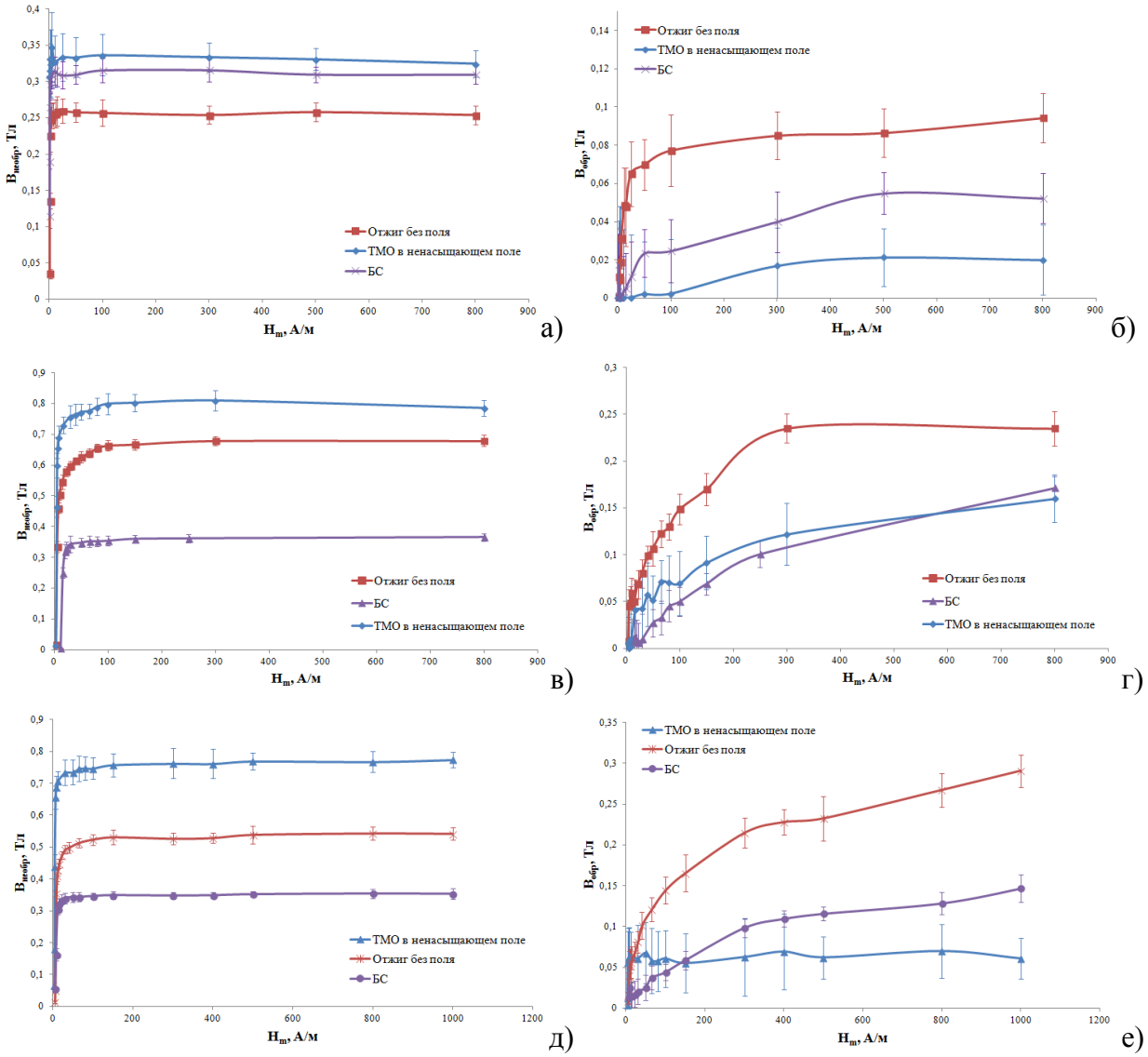
Обработка	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	μ_2	B_m	$К_п$
Отжиг без поля	-0,25766	-0,4326	0,627737	0,834219	0,804949	0,095666
ТМО	-0,97849	-0,89687	0,981895	0,134628	0,985457	0,941996

Таблица 25 – Значение коэффициента корреляции для величины необратимого вклада в индукцию $B_{обр}$ и различных магнитных свойств аморфного сплава 10НСР в сериях от температуры обработки

Обработка	H_c	$H_{\mu max}$	μ_{max}	μ_2	B_m	$К_п$
Отжиг без поля	-0,56688	-0,79418	0,645029	0,431347	0,75628	-0,4614
ТМО	0,773257	0,544599	-0,76881	0,261929	-0,73473	-0,91413

В целом, для необратимого вклада в индукцию наблюдаются более прочные корреляции с магнитными свойствами, чем для обратимого вклада, что подтверждает несимметричность изменений $B_{обр}$ и $B_{необр}$ для сплавов на основе Fe. Единственная сильная связь для $B_{обр}$ получена с $К_п$ (все остальные связи в подавляющем большинстве имеют среднюю силу). Для $B_{необр}$ сплава 10НСР, как и после большинства обработок из других серий, наблюдается отрицательная связь с H_c и $H_{\mu max}$, а также положительная связь с $К_п$, μ_{max}, μ_2 и B_m. При этом для серии ТМО прочность корреляций $B_{необр}$ (как, в целом, и $B_{обр}$) и перечисленных свойств выше, чем для серии отжигов без поля (кроме низкополевой проницаемости). Таким образом, полученные на данном сплаве результаты парного корреляционного анализа в очередной раз подтвердили все установленные и обсужденные ранее закономерности.

Рассмотрим полевые зависимости обратимой и необратимой составляющих индукции в быстрозакаленном состоянии, а также после отжига и ТМО для сплавов 84КХСР, 2НСР и 10НСР (рисунок 89). Температура термообработок (выдержка во всех случаях составила 10 мин) образцов для анализа полевых зависимостей вкладов в индукцию были выбраны так, чтобы при такой температуре ТМО характеризовалась высокой эффективностью в части снижения H_c по сравнению с отжигом без поля.



а) $B_{необр}$ (ТМО, 150 °С); б) $B_{обр}$ (ТМО, 150 °С); в) $B_{необр}$ (ТМО, 400 °С); г) $B_{обр}$ (ТМО, 400 °С); д) $B_{необр}$ (ТМО, 425 °С); е) $B_{обр}$ (ТМО, 425 °С).

Рисунок 89 – Зависимости $B_{необр}$ и $B_{обр}$ от H_m для сплавов 84КХСР (а, б), 2НСР (в, г), 10НСР (д, е)

Качественно характер зависимости необратимого вклада в индукцию от H_m для всех сплавов во всех состояниях соответствует зависимости B_r от H_m, что закономерно, поскольку именно остаточная индукция может служить примерной оценкой необратимого изменения индукции. Необратимая составляющая индукции, также как и остаточная индукция, может достигать насыщения ступенчато, причем интересно, что на всех трех сплавах после ТМО ступенчатый характер насыщения $B_{необр}$ сохранялся, а после отжига без поля исчезал. Если наличие промежуточных стадий насыщения как на B_r, так и на $B_{необр}$, действительно, связано с существованием в образцах нескольких типов доменов, обуславливающих появление многостадийного перемагничивания, то в этом случае

можно сделать вывод, что отжиг без поля и отжиг в ненасыщающем магнитном поле приводят к изменению характера перемагничивания аморфных сплавов в разных полях.

При этом также закономерно, что необратимая составляющая индукции для образцов разных аморфных сплавов после ТМО выходит на насыщение (промежуточное) в полях меньше, чем для образцов после отжига без поля, поскольку для образцов после отжига наблюдается одноступенчатое достижение насыщения в поле порядка 100 А/м для АММС на основе Fe и порядка 20 А/м для АММС на основе Co.

Для сплава 84КХСР после ТМО вне зависимости от поля измерений необратимый вклад в индукцию выше, чем после отжига без поля (даже в поле 3 А/м остаточная индукция практически соответствует значению насыщения). При этом для сплавов 2НСР и 10НСР $B_{необр}$ после ТМО также выше, чем после отжига без поля за исключением полей около 5 А/м, в которых приложение ненасыщающего магнитного поля при обработке по сути не оказало влияния на необратимую составляющую.

Характер полевой зависимости обратимого вклада в индукцию для разных сплавов в разных состояниях был различен, однако для всех трех сплавов сохраняется тенденция пониженного $B_{обр}$ для образцов после ТМО по сравнению с отжигом без поля вне зависимости от поля измерений. По аналогии с $B_{необр}$ на полевых зависимостях $B_{обр}$ также могут наблюдаться участки промежуточного насыщения. Для сплава 84КХСР после ТМО при H_m до 100 А/м $B_{обр}$ оставался практически нулевым, т.е. вплоть до такого достаточно большого поля образец фактически перемагничивался только необратимо; далее в полях 100-300 А/м наблюдался рост обратимого вклада, а в полях свыше 300 А/м достигалось насыщение $B_{обр}$. В то же время, для образца после отжига без поля активный рост обратимой составляющей индукции начинался уже в поле 1 А/м; далее, по мере увеличения H_m около 300 А/м наблюдалось уменьшение темпа нарастания $B_{обр}$, однако в отличие от образца после ТМО нельзя говорить о полном насыщении обратимого вклада, поскольку в поле 800 А/м $B_{обр}$ почти на 10 % выше, чем в поле 500 А/м. Очень низкие значения обратимого вклада в индукции вплоть до H_m = 100 А/м могут быть причиной повышенной эффективности ТМО в малых полях, что было показано на примере коэрцитивной силы в поле 5 А/м и 800 А/м, когда положительный эффект по H_{c5} составил 52 %, а по H_{c800} – 36 %.

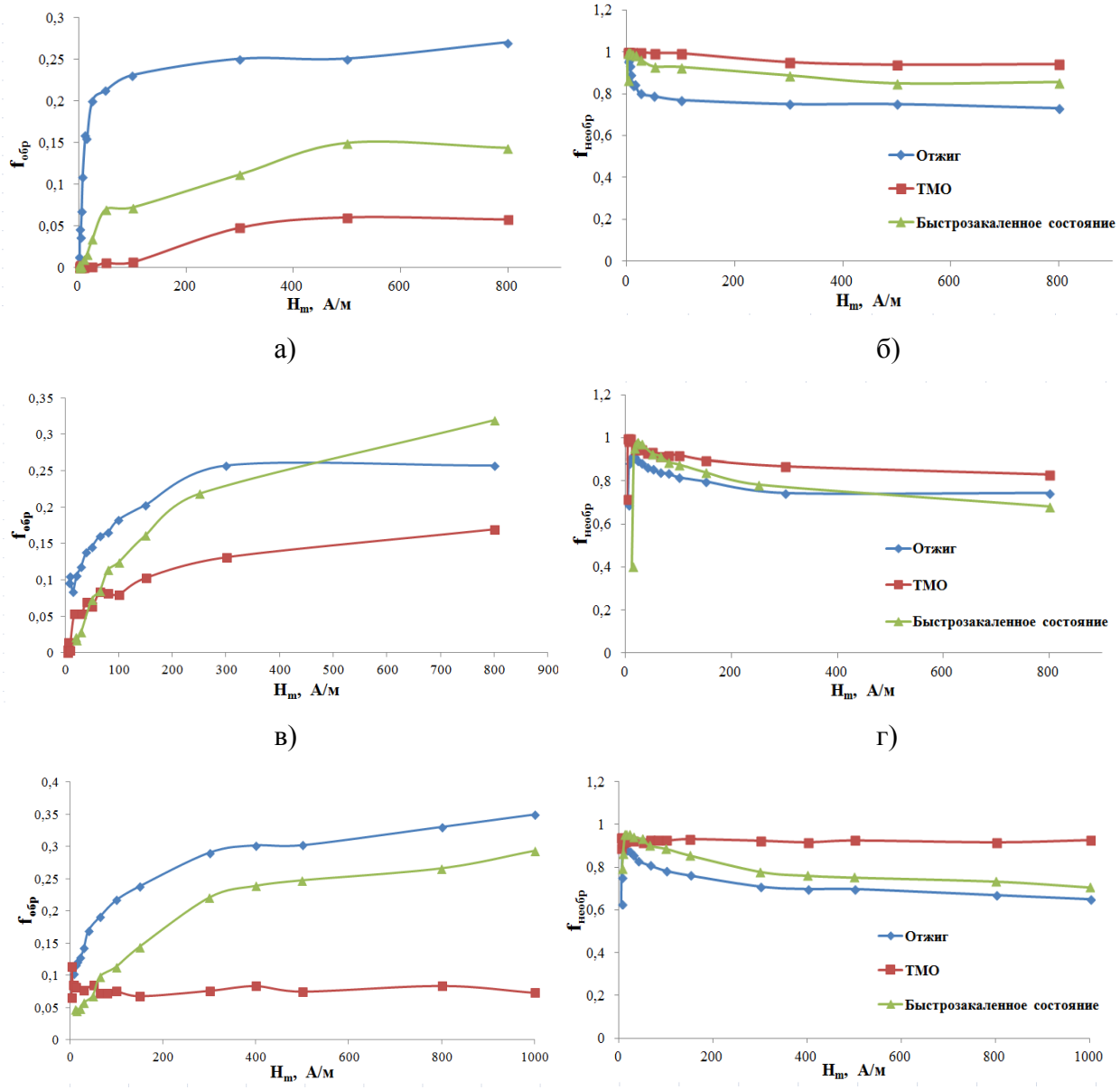
Для сплава 10НСР после ТМО наблюдается выход обратимого вклада на насыщение уже в полях порядка 5 А/м, в то время как после отжига без поля (как и в бсытрозакаленном состоянии) $B_{обр}$ за счет процессов вращения намагниченности монотонно увеличивается во всем рассматриваемом диапазоне полей измерения ПГ. За счет достижения насыщения уже в полях около 10 А/м как по $B_{обр}$, так и по $B_{необр}$, после

ТМО максимальная индукция также достигает насыщения уже в очень малых полях, чего не наблюдается после отжига без поля. Подобные закономерности сдвига насыщения B_m в сторону меньших полей часто наблюдаются в результате продольного ТМО в насыщающем поле. Таким образом, ТМО в ненасыщающем поле на сплаве 10НСР также позволяет обеспечить высокие значения максимальной индукции даже при приложении малого поля H_m.

Для сплава 2НСР в отличие от сплавов 10НСР и 84КХСР достижение насыщения обратимого вклада в индукцию наблюдается только после отжига без поля. Однако важно отметить, что за счет малости $B_{обр}$ и соотношения разницы $B_{обр}$ в соседних точках по H_m и погрешности его определения, рассчитанной как среднеквадратичное отклонение теоретических и экспериментальных точек ветвей ПГ при аппроксимации их дробно-линейной функцией, утверждать об однозначном достижении насыщения $B_{обр}$ на образце после отжига без поля или о не достижении насыщения после ТМО не слишком корректно.

На рисунке 90 представлены полевые зависимости доли обратимого $f_{обр} = B_{обр} / (B_{обр} + B_{необр})$ и необратимого $f_{необр} = B_{необр} / (B_{обр} + B_{необр})$ вкладов в индукцию для сплавов 84КХСР, 2НСР и 10НСР в быстрозакаленном состоянии, а также после отжига и ТМО.

В поле 800 А/м после ТМО для всех сплавов $f_{обр}$ ниже, а $f_{необр}$ выше, чем после отжига без поля, что согласуется с обсужденными ранее закономерностями. Из рисунка также следует, что доля обратимых процессов перемагничивания монотонно возрастает по мере увеличения поля измерений для всех трех рассматриваемых сплавов как до, так и после термообработки (за исключением сплава 10НСР после ТМО, для которого доля обратимой составляющей индукции с ростом H_m выходит на насыщение уже в очень малых полях).



а) $f_{обр}$ (сплав 84КХСР); б) $f_{необр}$ (сплав 84КХСР); в) $f_{обр}$ (сплав 2НСР); г) $f_{необр}$ (сплав 2НСР); д) $f_{обр}$ (сплав 10НСР); е) $f_{необр}$ (сплав 10НСР).

Рисунок 90 – Зависимости доли необратимой и обратимой составляющих индукции от H_m для сплавов 84КХСР, 2НСР, 10НСР в различных состояниях

В то же время, доля необратимых процессов перемагничивания исследуемых материалов в зависимости от поля измерений изменялась немонотонно – на всех представленных на рисунке 90 кривых наблюдался рост $f_{необр}$ в малых полях с прохождением через максимум (для сплава 84КХСР в поле около 2 А/м; для сплава 2НСР в поле около 20 А/м; для сплава 10НСР в поле около 15 А/м) и последующим снижением $f_{необр}$. Указанные значения H_m соответствуют выходу $B_{необр}$ на насыщение (в соответствии с рисунком 84) и могут рассматриваться как характерные для разных сплавов поля,

отвечающие смене доминирующего механизма перемагничивания с необратимого на обратимый: в более низких полях образцы АММС перемагничиваются преимущественно необратимо (за счет смещения ГД), в то время как в больших полях прирост индукции осуществляется, в основном, за счет обратимых процессов смещения 90-градусных ГД и вращения намагниченности.

Таким образом, с помощью математической модели петли гистерезиса с использованием дробно-линейной функции, позволяющей разделять обратимую и необратимую составляющие индукции, показана возможность определения характерных полей, в которых происходит смена доминирующего механизма перемагничивания с необратимого на обратимый.

3.6.4 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на петли гистерезиса аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

Как можно судить из закономерностей влияния ТМО в ненасыщающем поле на величину коэффициента прямоугольности ПГ разных аморфных сплавов, приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при обработке вне зависимости от его величины приводит к увеличению прямоугольности ПГ этих сплавов. При этом также очевидно, что чем больше прикладываемое при ТМО поле, тем больше доля продольных доменов в ДС, и выше прямоугольность петли гистерезиса.

В некоторых сериях термических обработок на разных аморфных сплавах показано, что коэрцитивная сила после ТМО может как снижаться по сравнению с отжигом без поля (при этом ширина ПГ также будет уменьшаться), так и увеличиваться с сопутствующим ростом ширины ПГ.

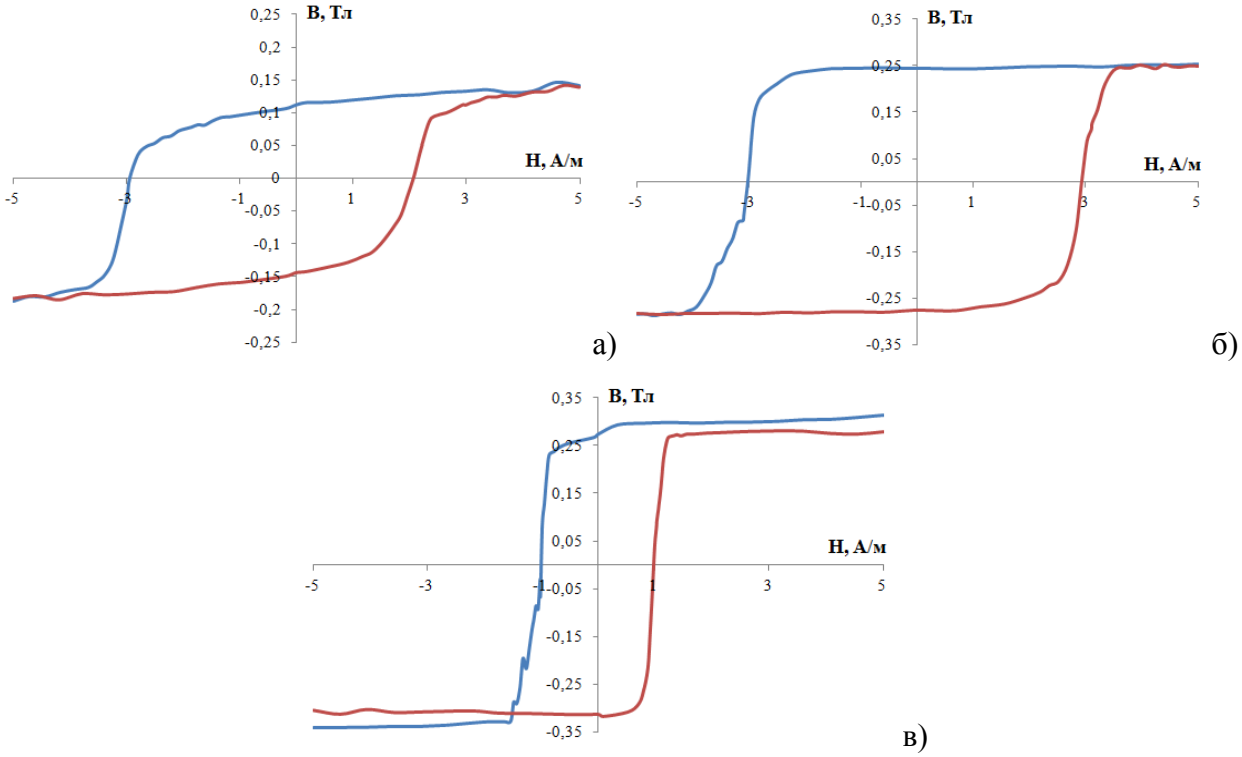
В подавляющем большинстве случаев ТМО по сравнению с отжигом также приводит к уменьшению поля, в котором восходящая и нисходящая ветви ПГ сходятся (поле, которое соответствует переходу от перемагничивания путем смещения ГД к перемагничиванию путем вращения вектора намагниченности).

Однако также в процессе проведения разных серий обработок было обнаружено, что отжиг в ненасыщающем поле может приводить и к другим разнонаправленным изменения формы ПГ. Далее будут рассмотрены различные эффекты формоизменения ПГ в результате приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге.

Для АММС 84КХСР были выявлены 3 типа искажений ПГ, два из которых проявляются на петлях, измеренных в поле 5 А/м, а третье – в поле 800 А/м. Во-первых, вследствие стабилизации доменной структуры, протекающей в аморфном сплаве при

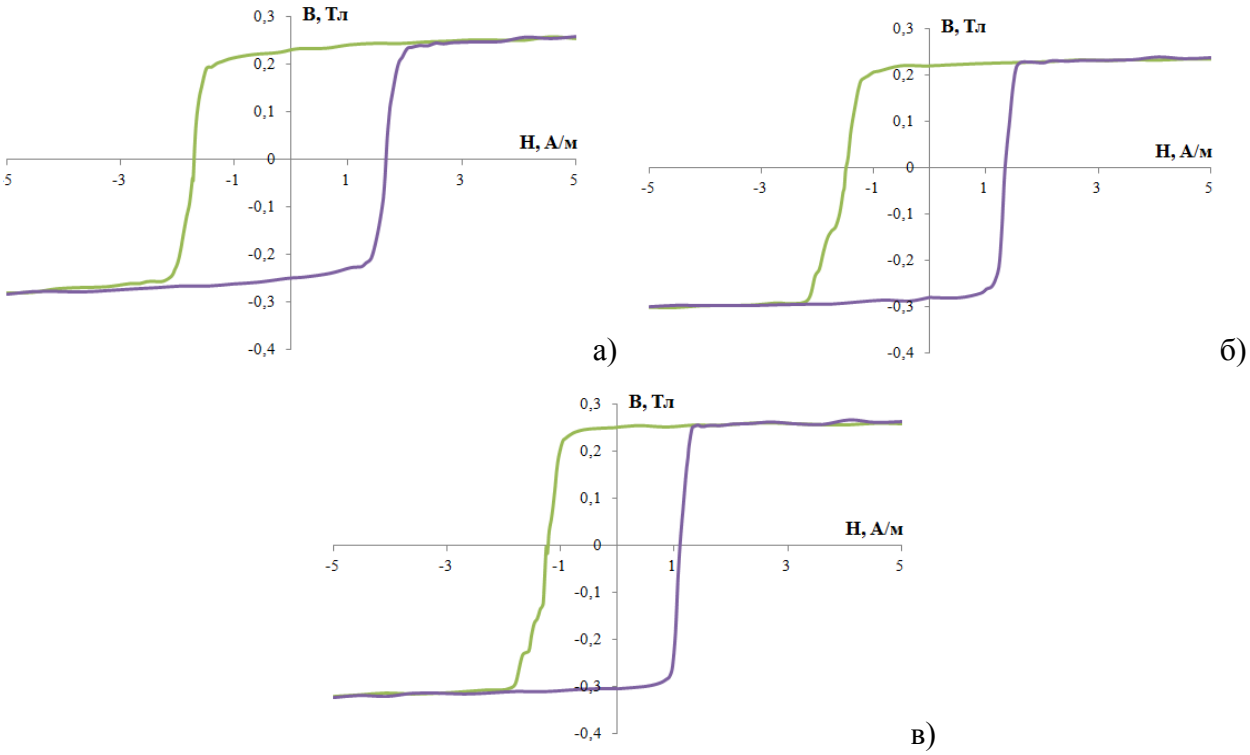
обработках ниже T_c происходит смещение ПГ по осям поля и индукции. Величина смещения ПГ по оси Н, по-видимому, определяющаяся степенью проявления стабилизационных процессов при данной термообработке, после ТМО в разном по величине поле достаточно явно коррелирует с эффектом от ТМО в части снижения H_c: если после отжига без поля, например, при 240 °С смещение по Н влево составило около 1 А/м (после этой обработки H_c велика), то после ТМО при 240 °С в полях более 12 А/м смещение по Н фактически отсутствовало, что согласуется с положительным эффектом от ТМО по сравнению с отжигом в случае приложения при обработке продольного магнитного поля с такой напряженностью. В случае обработок при 150 °С смещение ПГ по оси поля вследствие более слабо развитых стабилизационных процессов меньше, чем после обработок при 240 °С, однако обсужденные закономерности сохраняются – смещение ПГ устраняется при приложении при ТМО поля такой величины, которая также обеспечивает эффективность ТМО в виде улучшения магнитных свойств сплава 84КХСР.

Кроме того, по сравнению с отжигом без поля после ТМО при $T < T_c$ на нисходящей ветви ПГ, измеренной в поле 5 А/м, в третьем квадранте наблюдаются искажение в виде скачков, демонстрирующих перемагничивание большими скачками Баркгаузена (рисунки 91-92), которое приводит к нарушению симметричности ПГ.



а) отжиг без поля; б) ТМО в поле 23 А/м; в) ТМО в поле 115 А/м.

Рисунок 91 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при 240 °С



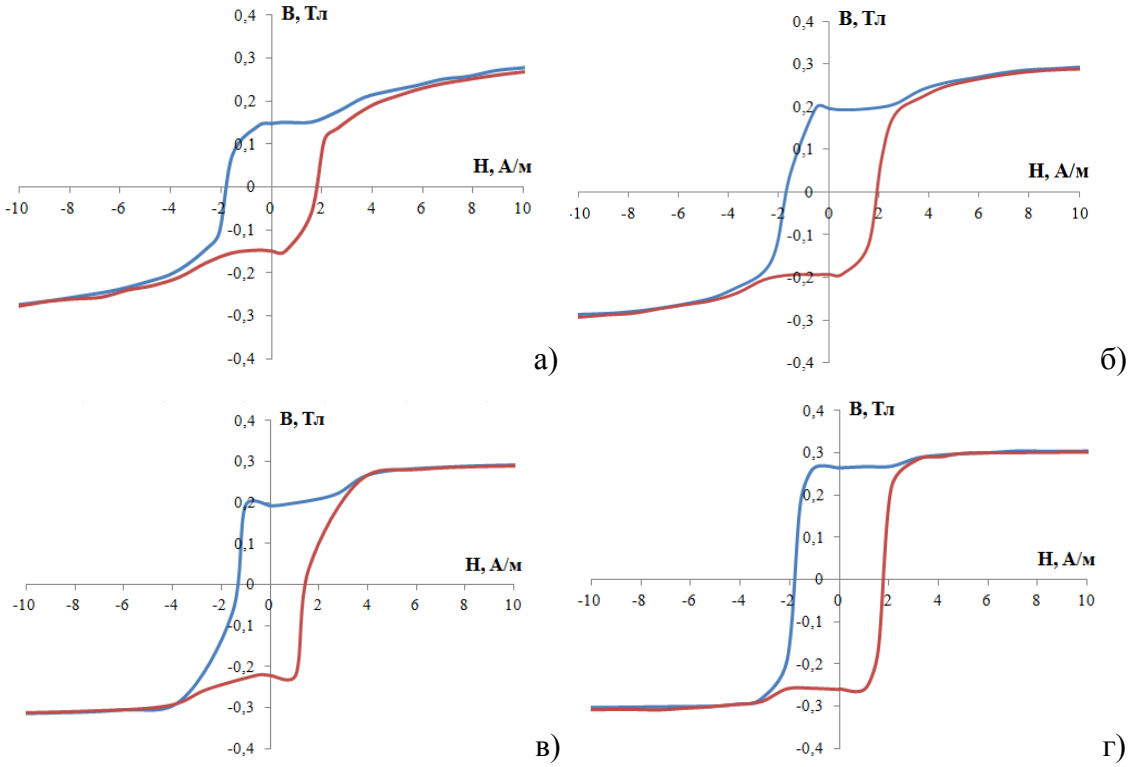
а) отжиг без поля; б) ТМО в поле 4,6 А/м; в) ТМО в поле 12 А/м.

Рисунок 92 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при 150 °С

Поскольку приложение продольного ненасыщающего магнитного поля при отжиге способствует повышению подвижности ГД и увеличению необратимой составляющей индукции, формирующейся под действием необратимого смещения 180-градусных ГД, то проявление на ветвях ПГ больших скачков Баркгаузена именно после ТМО, приводящей к их облегчению, достаточно закономерно [81].

Третьим типом искажения ПГ, обнаруженным на сплаве 84КХСР, является возникновение плавной «ступеньки» на обеих ветвях ПГ, измеренной в поле 800 А/м, в области их соединения и перехода к перемагничиванию вращением (рисунок 93).

Описанные искажения возникают после обработок при температурах 300 °С и выше, при которых, как известно из литературных данных, происходит прохождение магнитострикции насыщения через максимум с последующим ее снижением и сменой знака (при 375 °С).



а) отжиг без поля, 300 °С; б) ТМО, 300 °С, $H_{ТМО}$ = 46 А/м;

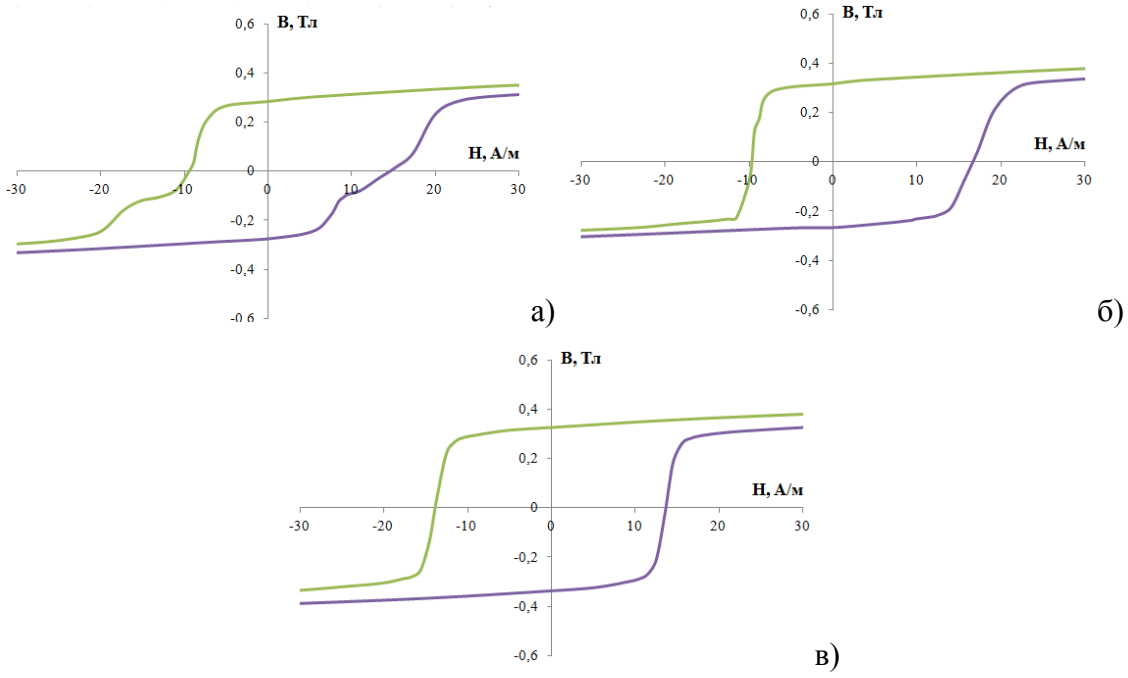
в) отжиг без поля, 400 °С; г) ТМО, 400 °С, $H_{ТМО}$ = 46 А/м.

Рисунок 93 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при разных температурах

Вид петли гистерезиса на рисунке 93,а схож с описанным в работе [57]: ПГ такого типа может быть получена при поперечной ТМО. По мере снижения $К_п$ вследствие роста λ_s, наблюдаемого при температурах отжига и ТМО 260-300 °С, что было показано ранее, сначала ПГ стягивается (одновременно уменьшаются и ее ширина, и прямоугольность), а затем ее форма сменяется на «пузырьковую» (именно такая форма наблюдается после отжига без поля при 300 °С). Указанные изменения формы ПГ отражают тот факт, что рост магнитострикции аморфного сплава 84КХСР приводит к смене преимущественного механизма перемагничивания на вращение намагниченности, что коррелирует с повышенными значениями обратимого вклада в индукцию после отжига без поля. Как уже было отмечено, после ТМО прямоугольность ПГ выше, т.е. в образцах после ТМО выше доля продольных доменов, перемагничивающихся смещением ГД, в связи с чем, как это видно из рисунка 93, искажения ПГ образцов после ТМО в области перехода к процессам вращения менее выражены, чем после отжига без поля.

Далее рассмотрим влияние ТМО на форму ПГ сплавов 2НСР и 10НСР. Как уже обсуждалось в подразделах 3.4.1 и 3.5.1, стабилизационные процессы, наиболее выраженные в этих сплавах при температурах 300-350 °С, приводят, во-первых, к

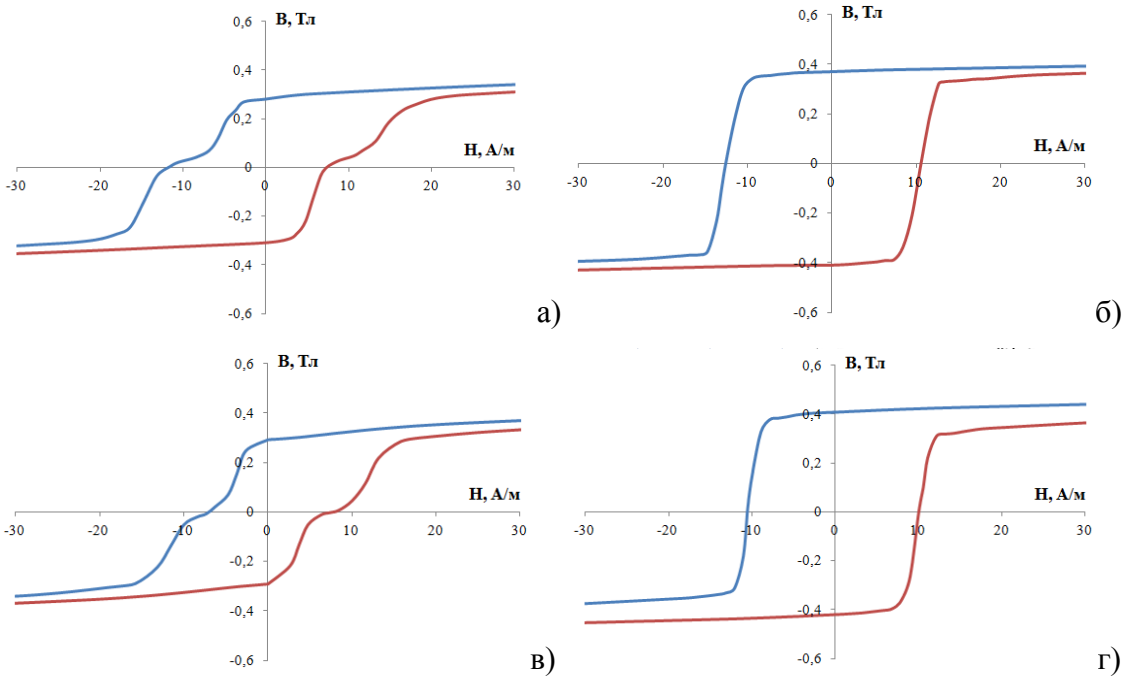
смещению ПГ по оси поля, а также к возникновению перетянутости ПГ (рисунки 94-95, измерения ПГ проводились в поле 800 А/м). При этом, за счет более высокой константы наведенной магнитной анизотропии сплава 10НСР и, как следствие, повышенного влияния процессов стабилизации ГД перетянутость ПГ после отжига без поля для этого сплава наблюдалась и при 300, и при 350 °С (для сплава 2НСР – только при 300 °С). Приложение ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге при этих температурах приводило к устранению перетянутости ПГ, однако в зависимости от величины $H_{ТМО}$ на восходящей ветви (в четвертом квадранте) могли оставаться искажения, приводящие к асимметрии ПГ, а также к сохранению ее смещения по оси поля (после ТМО в малых полях асимметрия и смещение присутствовали, а в больших – устранялись).



а) отжиг без поля; б) ТМО в поле 8 А/м; в) ТМО в поле 112 А/м.

Рисунок 94 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при 300 °С

На сплаве 2НСР после отжига без поля и ТМО в поле $H_{ТМО}$ = 8 А/м при 300 °С наблюдается значительное смещение ПГ по оси поля (на 5 А/м). При этом после ТМО в поле $H_{ТМО}$ = 112 А/м смещение практически исчезло. Также если после ТМО в поле $H_{ТМО}$ = 8 А/м наблюдается небольшая асимметрия восходящей ветви ПГ по сравнению с нисходящей, то после ТМО в поле $H_{ТМО}$ = 112 А/м получена полностью симметричная петля.



а) отжиг без поля, 300 °С; б) ТМО, 300 °С, $H_{ТМО}$ = 101 А/м;

в) отжиг без поля, 350 °С; г) ТМО, 350 °С, $H_{ТМО}$ = 101 А/м.

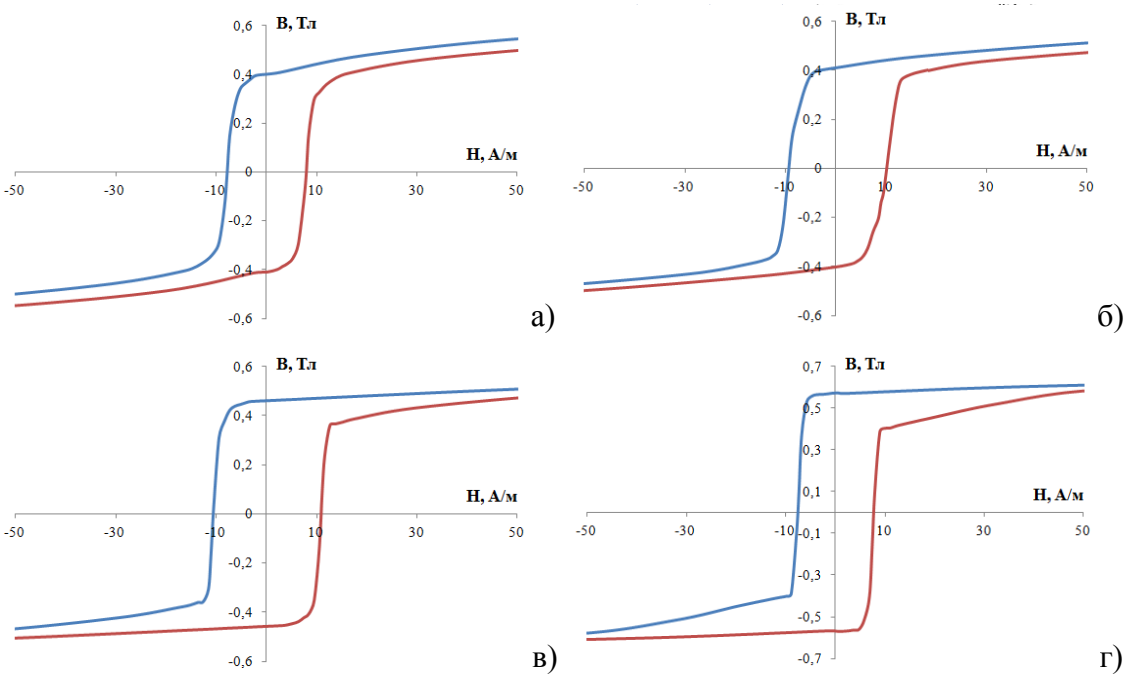
Рисунок 95 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при различных температурах

На сплаве 10НСР после отжига без поля и ТМО в поле $H_{ТМО}$ = 112 А/м при 300 °С наблюдается значительное смещение ПГ по оси поля (на 3 А/м). При этом после отжига и ТМО при 350 °С смещение практически устранилось (около 1 А/м).

На рисунках 94 и 95 можно отметить уже обсужденные ранее в подразделах 3.4.1 и 3.5.1 различные типы перетянутости ПГ после отжига без поля (для сплавов 2НСР и 10НСР после отжига без поля при 300 и 350 °С, соответственно, искажения ПГ приводят к пониженным значениям H_c, а для сплава 10НСР после отжига при 300 °С – к повышенным), связанные с различающимися значениями константы K_i при температурах 300 и 350 °С (при 350 °С K_i ниже, стабилизационные процессы проявляются меньше). Участки ветви ПГ с малым наклоном кривой B(H) отвечают смещению стабилизированных, а потому и малоподвижных ГД. При этом наклон кривой тем сильнее (угол между ней и осью поля меньше), чем сильнее стабилизационные процессы и, следовательно, выше коэрцитивная сила.

На рисунке 95 также можно отметить изменение формы ПГ сплава 10НСР после ТМО при 350 °С в сравнении с ТМО при 300 °С: если для образца после ТМО при 300 °С поля 30 А/м достаточно для перехода к перемагничиванию вращением намагниченности (что следует из сходящихся в этом поле ветвей ПГ), то после ТМО при 350 °С данный

переход происходит к гораздо больших полях. Наиболее ярко этот эффект проявился после обработок при температуре 390 °С (рисунок 96), при которой ранее было установлено наличие максимума обратимого вклада в индукцию после отжига без поля, а сама температура 390 °С была определена как соответствующая наиболее легкому протеканию процессов вращения в аморфном сплаве. Причем, чем больше напряженность прикладываемого при ТМО поля, тем в больших полях происходит переход к перемагничиванию по механизму вращения. Полученные закономерности изменения формы ПГ можно интерпретировать следующим образом: приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге при 390 °С облегчает перемагничивание путем смещения ГД, вследствие чего большая часть ферромагнетика будет перемагничиваться именно по такому механизму. При этом процессы вращения в образце после ТМО могут быть затруднены.

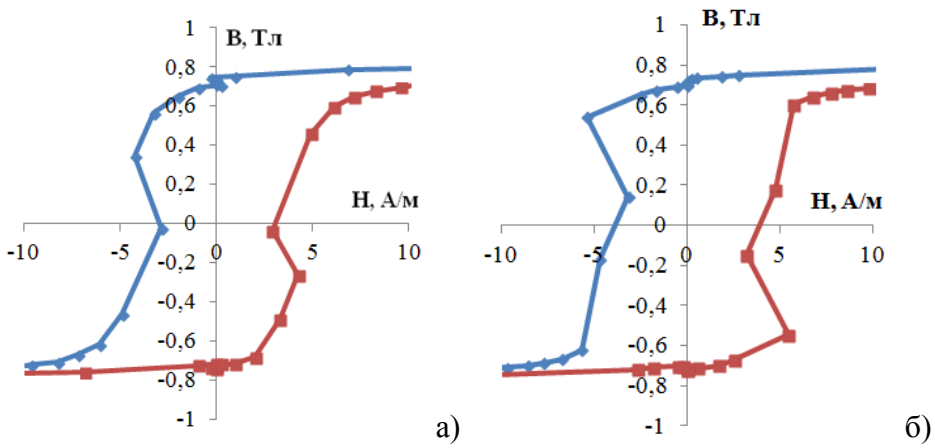


а) отжиг без поля; б) ТМО в поле 10 А/м;
в) ТМО в поле 20 А/м; г) ТМО в поле 101 А/м.

Рисунок 96 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при 390 °С

Еще одним типом искажения формы ПГ, обнаруженным после ТМО на сплаве 2НСР, стало возникновение ее перетянутости в виде сжатия ветвей ПГ в области коэрцитивной силы, проявляющееся исключительно при измерениях в поле 800 А/м и обеспечивающее рекордно низкое значение H_c данного аморфного сплава (рисунок 97).

Дополнительно воспроизводимость полученного эффекта была проверена на двух образцах.



а) б)

а) образец № 40; б) образец № 50.

Рисунок 97 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле при 410 °С

Стоит отметить, что искажения предельной ПГ подобного типа уже наблюдалось в работе [143] после отжига в ненасыщающем поле сплава 84КХСР (рисунок 98).

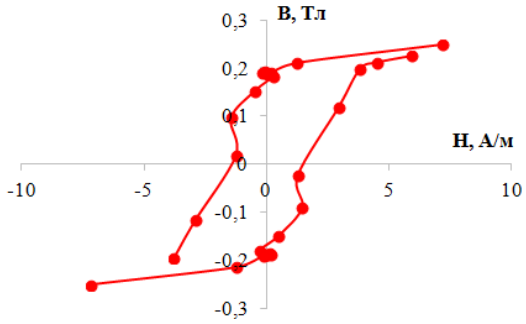


Рисунок 98 – Петли гистерезиса аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в малом поле напряженностью 1 А/м при 175 °С и времени выдержки 5 мин [143]

Как уже было сказано, перетянутость ПГ указанного типа отсутствовала при измерениях в поле 50 А/м, а также устранялась при повторной съемке точек ПГ в поле 800 А/м, что приводило к увеличению H_c данного образца аморфного сплава 2НСР по сравнению с предыдущим ее измерением. Однако промежуточное проведение операции размагничивания образца полем 800 А/м приводило к восстановлению «утяжки» ПГ и низких значений коэрцитивной силы.

Как видно из сравнения рисунков 94-95 и 97-98, тип перетянутости ПГ, вызванный проведением ТМО в ненасыщающем поле на сплаве 2НСР, не совпадает с рассмотренными ранее после отжига без поля. Очевидно, что крайне высокая прямоугольность ПГ образцов после ТМО стала одной из причин возникновения искажения ПГ по типу «утяжки». В работе [144] наблюдаемый в настоящем исследовании тип перетянутости был назван «возвращающейся формой» петли гистерезиса, которая демонстрирует наличие некоторого порогового поля H_n, выше которого перемагничивание осуществляется вращением намагниченности, и которое после ТМО в ненасыщающем поле оказалось значительно больше, чем критическое поле смещения ГД (поле коэрцитивной силы). Поле H_n (поле старта) имеет смысл поля образования зародыша обратной намагниченности, которое в случае прямоугольной ПГ должно быть отрицательным (домен обратной намагниченности возникает в поле, противоположном намагничивающему). В полях меньше H_n образуются зародыши перемагничивания и начинаются процессы смещения ГД.

Следует отметить, что за счет стабилизационных процессов, протекающих в образцах при вылеживании после обработки при комнатной температуре, вместе со снижением прямоугольности ПГ ее перетянутость с увеличением времени вылеживания постепенно устраняется – происходит переползание ПГ (рисунок 99), однако даже несмотря на это, коэрцитивная сила образцов сплава 2НСР после ТМО даже через 6 месяцев оставалась более низкой по сравнению с отжигом без поля.

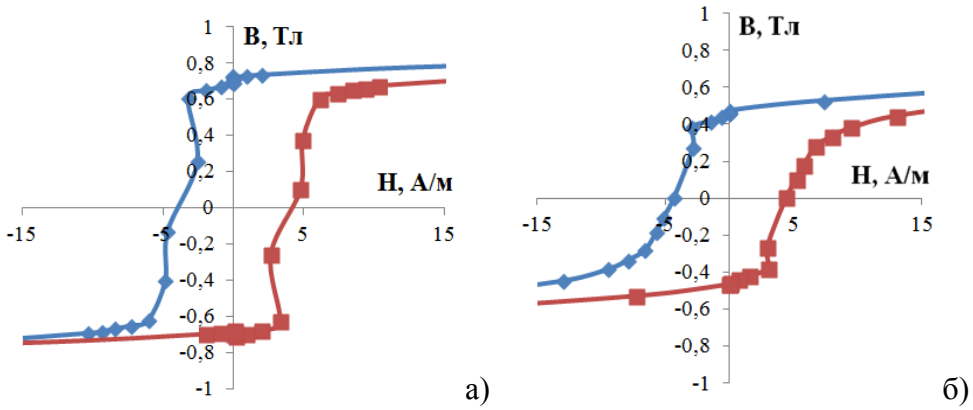


Рисунок 99 – Петли гистерезиса образца аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле при 410 °С спустя 3 дня (а) и 6 месяцев (б)

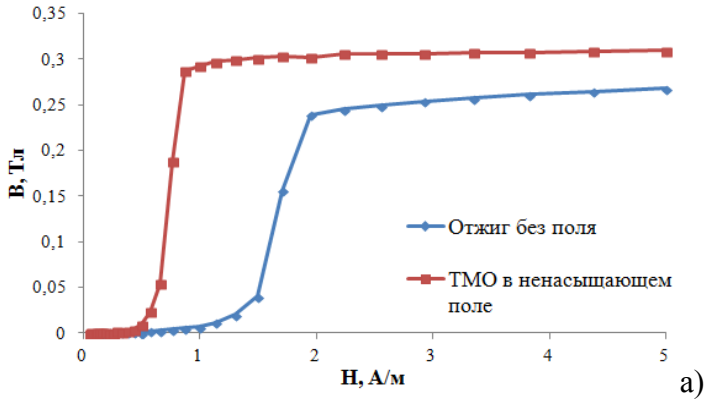
При этом классически термин «переползание» используется для магнитомягких материалов, в которых протекает дестабилизация ГД вследствие «размазывания» потенциальных ям и выхода ГД из них [81]. С учетом того, что в данном случае

перетянутость ПГ приводит к получению крайне низкой H_c, что невозможно в условиях значительной стабилизации доменных стенок, можно предположить, что последующее переползание петли гистерезиса, сопровождающееся незначительным повышением H_c со снижением прямоугольности ПГ (а также снижением поля старта) является именно следствием протекающей во времени стабилизации ГД вследствие НУ, а также уничтожения продольной магнитной анизотропии, наведенной в процессе отжига в ненасыщающем поле.

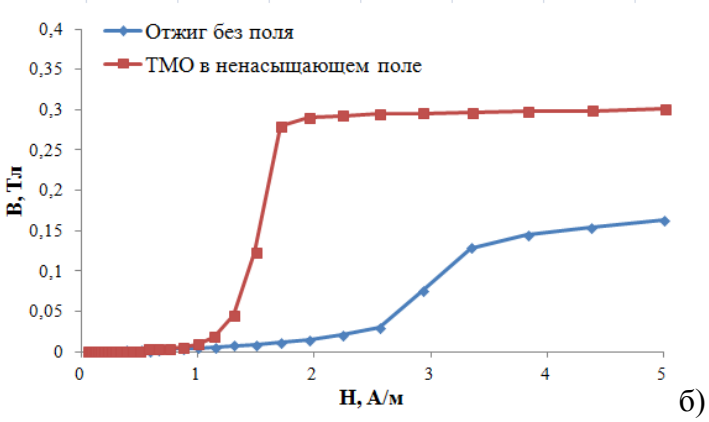
3.6.5 Изучение влияния отжига в ненасыщающем магнитном поле на кривые намагничивания аморфных магнитомягких сплавов на основе Fe и Co

На рисунке 100 приведены кривые намагничивания для аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем поле и отжига без поля при трех температурах – 150, 240, 300 и 400 °C, выбранных так, чтобы обеспечить разные степени проявления релаксации напряжений и стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения: 150 °C отвечает нерелаксированному состоянию, когда процессы стабилизации уже протекают; 240 °C отвечает состоянию, когда протекают и процесс релаксации, и процессы стабилизации; при 300 °C наблюдается прохождение λ_s через максимум; при 400 °C (значительно выше T_c) формирование магнитных свойств определяет только постепенно завершающийся процесс релаксации напряжений.

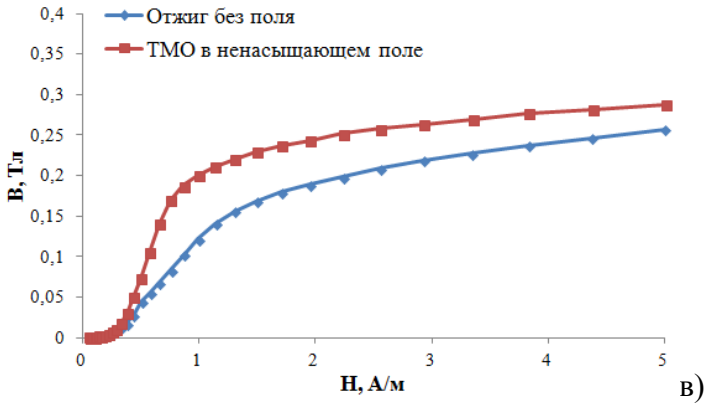
В случае образцов аморфного сплава после отжига без поля при 150, 240 и 300 °C, а также после отжига в ненасыщающем поле при 300 °C участка насыщения на кривой намагничивания в поле 5 А/м не наблюдается. После всех остальных обработок наблюдался переход к намагничиванию путём вращения намагниченности (без необратимых скачков Баркгаузена) в полях меньше 5 А/м. В целом, отжиг в ненасыщающем поле при рассматриваемых температурах приводит к снижению работы намагничивания по сравнению с отжигом без поля. Приложение ненасыщающего поля при отжиге приводит к облегчению процессов вращения намагниченности, которые за счет большей остроты продольной магнитной текстуры начинают протекать в меньших полях, чем после отжига без поля.



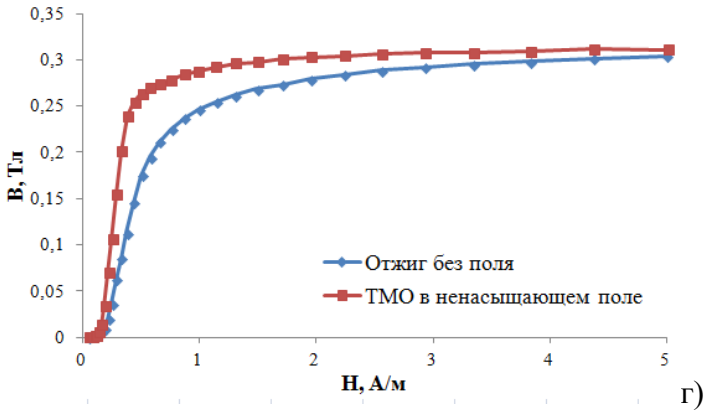
а)



б)



в)



г)

а) 150 °С; б) 240 °С; в) 300 °С; г) 400 °С.

Рисунок 100 – Кривые намагничивания аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при различных температурах

В случае температур обработки ниже T_c (150 и 240 °С) на кривых намагничивания как после отжига без поля, так и после отжига в ненасыщающем поле наблюдается ярко выраженный перминварный участок, на котором с увеличением поля проницаемость остается неизменной, соответствующий намагничиванию путем обратимого смещения 180-градусных границ доменов, находящихся в потенциальных ямах вследствие направленного упорядочения [102]. По мере увеличения прикладываемого к образцу поля на кривой намагничивания наблюдается параболический участок, соответствующий намагничиванию по закону Рэлея. Следует отметить, что критическое поле $H_{кр}$, вплоть до которого проницаемость остается постоянной [61, 64], а также поле H_P, соответствующее окончанию действия закона Рэлея и завершению процесса намагничивания ферромагнетика путем малых скачков Баркгаузена, после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле были различны (таблица 26).

Таблица 26 – Значения характерных полей $H_{кр}$ и H_P для аморфного сплава 84КХСР после ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля при различных температурах

Температура обработки, °С	$H_{кр}$, А/м		H_P , А/м	
	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле
150	0,538	0,308	1,399	0,538
240	0,541	0,470	2,739	1,222
300	0,130	0,152	0,471	0,410
400	0,096	0,113	0,234	0,162

Дополнительно на рисунке 101 показаны зависимости полей $H_{кр}$ и H_P от температуры ТМО и отжига без поля для сплава 84КХСР.

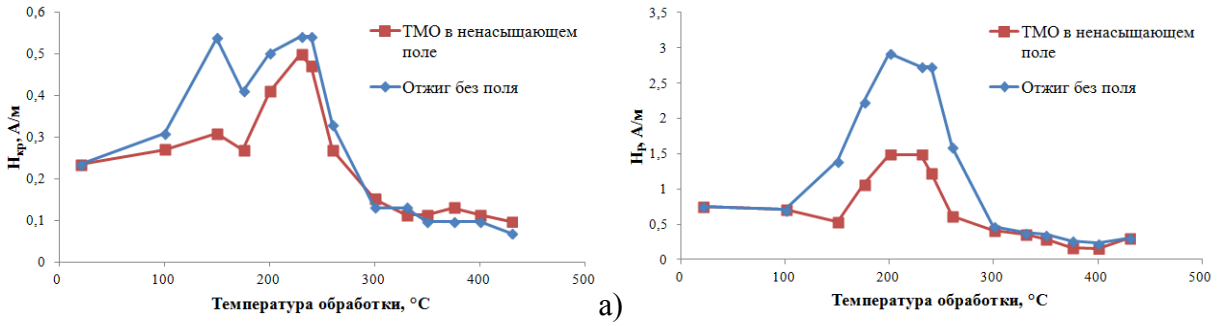


Рисунок 101 – Зависимости $H_{кр}$ (а) и H_P (б) аморфного сплава $Co_{69}Fe_{3,7}Cr_{3,8}Si_{12,5}B_{11}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля от температуры обработки

Из представленных графиков следует, что поля $H_{кр}$ и H_P по-разному зависят от температуры обработки, а, значит, и от физических процессов, протекающих в аморфной

ленте в процессе обработки, что особо заметно в диапазоне температур обработки 100-175 °С, при которых только на зависимости $H_{кр}$ от температуры обработки как после отжига без поля, так и после ТМО наблюдается максимум данного параметра. Кроме того, в количественном соотношении максимум при 200-230 °С на H_P после ТМО значительно ниже, чем после отжига без поля, а максимум при этих температурах на $H_{кр}$ после ТМО и отжига имеет практически аналогичную высоту. В то же время, экстремум на зависимости $H_{кр}$ при 150 °С после ТМО значительно ниже, чем после отжига без поля. Природу дополнительного максимума $H_{кр}$ при 150 °С можно объяснить в терминах стабилизации ГД вследствие НУ, которая, как было показано ранее, при данной температуре уже протекает в образцах, а за счет непредельных значений константы K_i может быть в значительной степени подавлена путем приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге, вследствие чего значения $H_{кр}$ после ТМО ниже. По мере дальнейшего повышения температуры обработки, вероятно, в образцах начинают протекать процессы структурной релаксации, приводящие к снижению магнитоупругой анизотропии аморфного сплава (которые в виду их слабого развития не представляется возможным зафиксировать), которые способствуют некоторому облегчению подвижности 180-градусных ГД и снижению $H_{кр}$ как после ТМО, так и после отжига без поля. Дальнейшее усиление стабилизационных процессов приводит к возникновению второго максимума на зависимостях $H_{кр}$ после обеих обработок. Практически равные значения $H_{кр}$ после обработок при температурах в интервале 200-260 °С могут быть обусловлены тем фактом, что в соответствии с [122] наряду с направленным упорядочением в аморфном сплаве 84КХСР при данной температуре также уже начинается рост магнитострикции насыщения, который также приводит к ухудшению его магнитомягких свойств. Соответственно, приложение ненасыщающего магнитного поля может приводить к снижению λ_s по сравнению с отжигом без поля, однако эффект от этого снижения должен быть гораздо более слабым, чем от дестабилизации ГД.

При всех рассматриваемых температурах обработки H_P после отжига в ненасыщающем поле ниже, чем после отжига без поля, чего нельзя сказать для поля $H_{кр}$, которое после ТМО при температурах 375 °С и выше имеет незначительно, но всё же большие значения по сравнению с отжигом без поля. Стоит отметить, что характер зависимостей H_P от температуры отжига и ТМО качественно совпадает с таковым для поля максимальной проницаемости, а также для коэрцитивной силы (за исключением высокотемпературного участка).

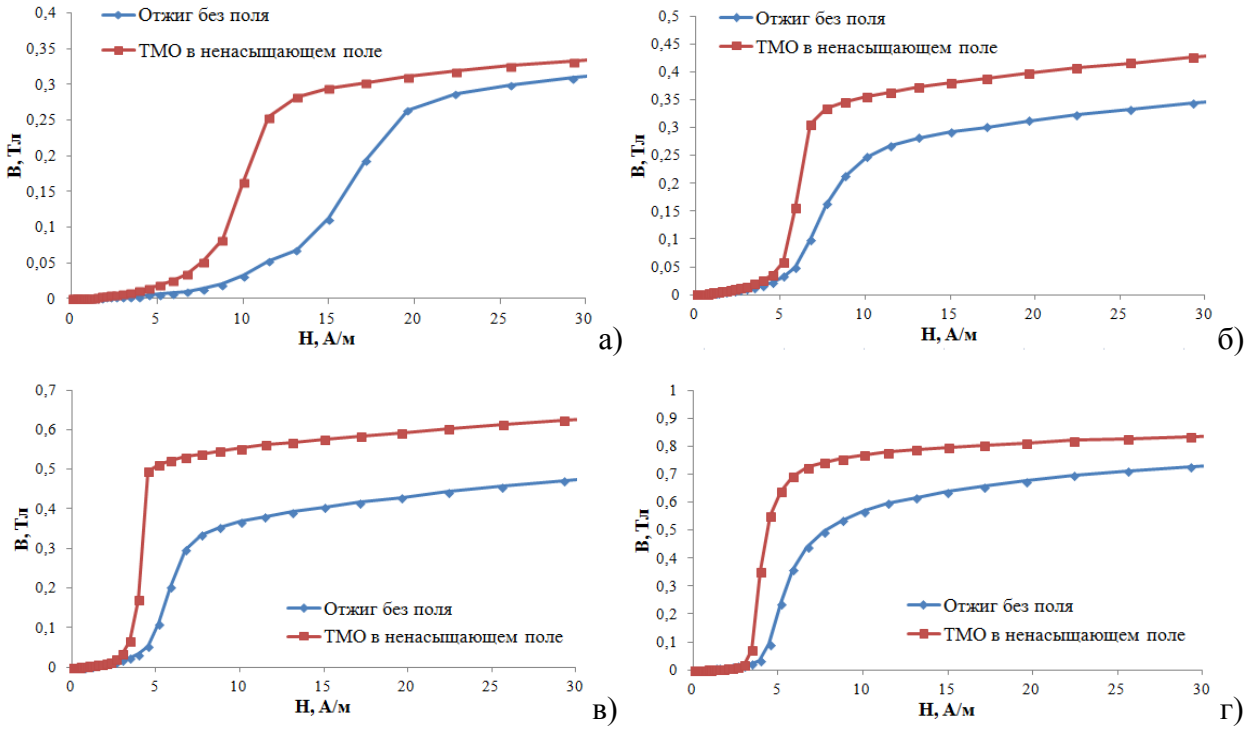
После отжига в поле и без поля при температурах выше 300 °С участок на кривой намагничивания, соответствующий обратимому смещению границ доменов, почти

отсутствует; уже в малых полях около 0,2 А/м намагничивание происходит путем необратимого смещения 180-градусных границ доменов (большие скачки Баркгаузена), что обусловлено в значительной степени завершившейся гомогенизацией аморфной фазы и, как следствие, снижением количества центров пиннинга доменных стенок, что также приводит к уменьшению поля, вплоть до которого намагничивание образца происходит по закону Рэлея. На основании соотношения полей $H_{кр}$ на высокотемпературном участке после отжига и ТМО (после ТМО при 375-430 °С $H_{кр}$ выше, чем после отжига) можно предположить, что неэффективность ТМО при данных температурах в части снижения H_c может быть следствием усиления обратимого смещения 180-градусных ГД, вызванного сменой знака магнитострикции.

Таким образом, дестабилизация ГД за счет приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к снижению полей $H_{кр}$ и H_P, однако эффект от приложения ненасыщающего поля при отжиге в части уменьшения H_P более значителен, чем в части снижения $H_{кр}$. То есть, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге достаточно сильно влияет именно на участки ДС, намагничивающиеся путем необратимого смещения ГД малыми скачками Баркгаузена.

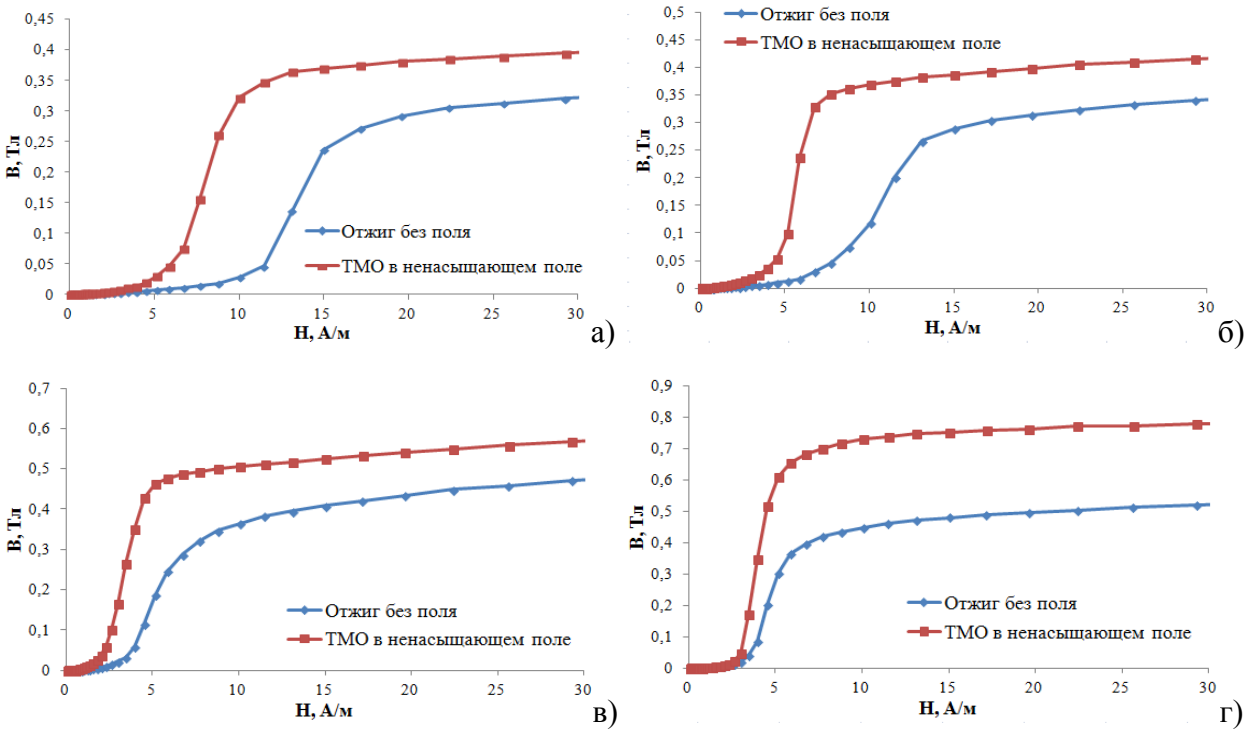
На рисунках 102-103 приведены кривые намагничивания для аморфных сплавов на основе железа 2НСР и 10НСР после отжига в ненасыщающем поле и отжига без поля при трех температурах – 300, 350, 380 (390 °С для 10НСР) и 405 °С (415 °С для 10НСР), выбранных так, чтобы обеспечить разные степени проявления релаксации напряжений и стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения.

Отжиг в ненасыщающем поле сплавов 2НСР и 10НСР при рассматриваемых температурах приводит к снижению работы намагничивания по сравнению с отжигом без поля. Особо сильное снижение работы намагничивания в результате приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге наблюдается при температурах обработок, приводящих к наиболее яркому развитию стабилизационных процессов (300 °С для сплава 2НСР и 300-350 °С для сплава 10НСР). При этих же температурах на КН после отжига и ТМО наблюдаются наиболее протяженные участки перминварности, а также выполнения закона Рэлея.



а) 300 °С; б) 350 °С; в) 380 °С; г) 405 °С.

Рисунок 102 – Кривые намагничивания аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при различных температурах



а) 300 °С; б) 350 °С; в) 390 °С; г) 415 °С.

Рисунок 103 – Кривые намагничивания аморфного сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля при различных температурах

Приложение ненасыщающего поля при отжиге приводит к облегчению процессов вращения намагниченности, которые за счет большей остроты продольной магнитной текстуры начинают протекать в меньших полях, чем после отжига без поля.

Следует вновь отметить, что критическое поле $H_{кр}$, вплоть до которого проницаемость остается постоянной, а также поле $H_{Р}$, соответствующее окончанию действия закона Рэлея и завершению процесса намагничивания ферромагнетика путем малых скачков Баркгаузена, после отжига без поля и отжига в ненасыщающем поле были различны (таблицы 27-28).

Таблица 27 – Значения характерных полей $H_{кр}$ и $H_{Р}$ для аморфного сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля при различных температурах

Температура обработки, °С	$H_{кр}$, А/м		$H_{Р}$, А/м	
	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле
300	1,650	1,096	10,758	7,689
350	0,639	0,555	5,883	4,502
380	0,733	0,482	4,218	2,820
405	0,479	0,639	3,921	2,821

Таблица 28 – Значения характерных полей $H_{кр}$ и $H_{Р}$ для аморфного сплава 10НСР после ТМО в ненасыщающем магнитном поле и отжига без поля при различных температурах

Температура обработки, °С	$H_{кр}$, А/м		$H_{Р}$, А/м	
	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле	Отжиг без поля	ТМО в ненасыщающем поле
300	2,462	1,255	11,474	5,881
350	1,534	0,833	6,725	4,219
390	0,841	0,553	3,225	2,008
415	0,639	0,957	4,218	2,820

Дополнительно на рисунках 104-105 показаны зависимости полей $H_{кр}$ и $H_{Р}$ от температуры ТМО и отжига без поля для сплавов 2НСР и 10НСР.

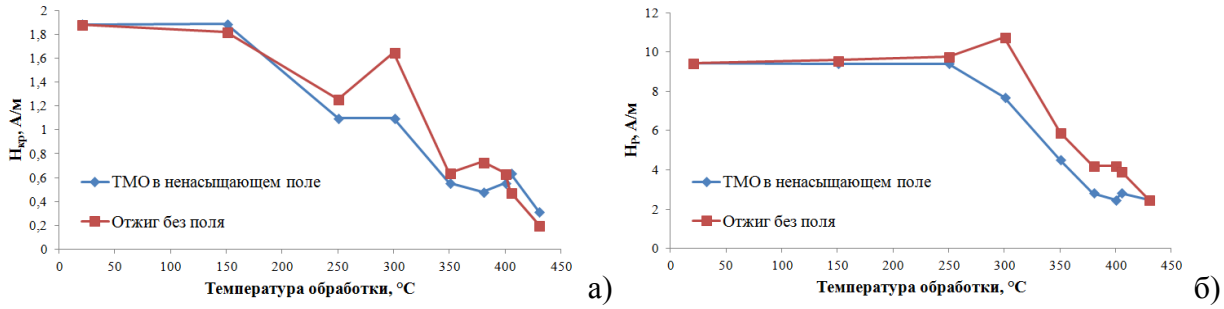


Рисунок 104 – Зависимости $H_{кр}$ (а) и $H_{Р}$ (б) аморфного сплава $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля от температуры обработки

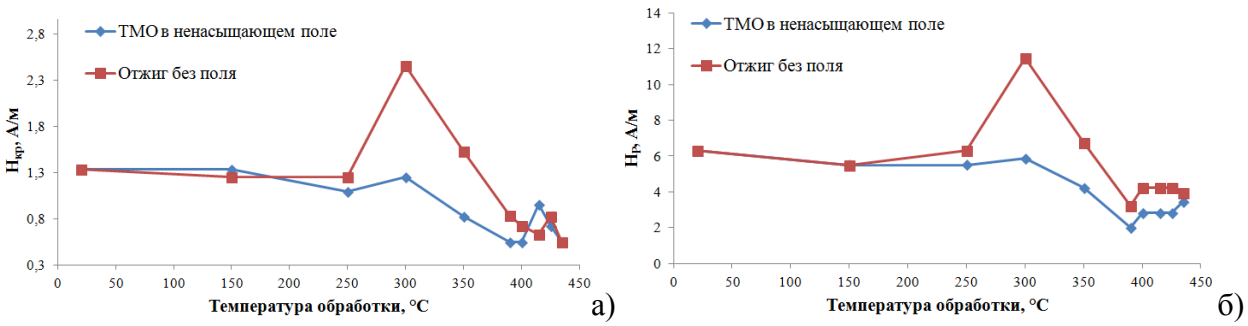


Рисунок 105 – Зависимости $H_{кр}$ (а) и H_P (б) аморфного сплава $Fe_{69}Ni_8Si_9B_{14}$ после отжига в ненасыщающем магнитном поле и без поля от температуры обработки

Вследствие стабилизационных процессов, наиболее развитых в сплавах 2НСР и 10НСР при температуре 300 °С, на кривых зависимости $H_{кр}$ и H_P от температуры отжига наблюдается максимум. По мере роста температуры и снижения констант K_σ и K_i (при обработках при температурах свыше 300 °С) после отжига и ТМО величина полей $H_{кр}$ и H_P, а также работа намагничивания уменьшаются, т.е. процесс намагничивания облегчается.

При всех рассматриваемых температурах обработки H_P после отжига в ненасыщающем поле ниже, чем после отжига без поля, чего нельзя сказать для поля $H_{кр}$, которое после ТМО при температурах около 400 °С имеет большие значения по сравнению с отжигом без поля. Дестабилизация ГД за счет приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к снижению полей $H_{кр}$ и H_P, однако по абсолютной величине эффект от приложения ненасыщающего поля при отжиге в части уменьшения H_P более значителен, чем в части снижения $H_{кр}$.

Стоит также отметить, что характер зависимостей H_P от температуры отжига и ТМО качественно совпадает с таковым для поля максимальной проницаемости.

С целью подтверждения корреляций величин $H_{кр}$ и H_P и магнитных свойств (H_c, $H_{\mu max}$) также проводились исследования с применением математических методов парного корреляционного анализа с расчетом коэффициента корреляции r-Пирсона. Результаты вычисления коэффициента парной корреляции полей $H_{кр}$ и H_P и различных магнитных свойств в сериях ТМО и отжигов без поля от температуры обработки для сплавов 84КХСР, 2НСР и 10НСР приведены в таблицах 29-30.

Таблица 29 – Значение коэффициента корреляции для полей $H_{кр}$ и магнитных свойств (H_c и $H_{\mu max}$) аморфных сплавов в сериях от температуры обработки

Обработка	Сплав 84КХСР		Сплав 2НСР		Сплав 10НСР	
	H_c	$H_{\mu max}$	H_c	$H_{\mu max}$	H_c	$H_{\mu max}$
Отжиг без поля	0,930868	0,848542	0,859209	0,918238	0,275204	0,950477
ТМО	0,918627	0,998007	0,931467	0,822077	0,814067	0,900685

Таблица 30 – Значение коэффициента корреляции для полей H_p и магнитных свойств (H_c и $H_{\mu max}$) аморфных сплавов в сериях от температуры обработки

Обработка	Сплав 84КХСР		Сплав 2НСР		Сплав 10НСР	
	H_c	$H_{\mu max}$	H_c	$H_{\mu max}$	H_c	$H_{\mu max}$
Отжиг без поля	0,990166	0,910167	0,822539	0,978944	0,302235	0,939689
ТМО	0,980922	0,92499	0,955203	0,952483	0,928333	0,98453

Проведенный корреляционный анализ для всех рассматриваемых в настоящей работе аморфных сплавов практически во всех сериях обработок показал сильную положительную связь критического поля $H_{кр}$, соответствующего окончанию перминварного участка, и поля H_p, соответствующего окончанию намагничивания малыми скачками Баркгаузена, с одной стороны, и коэрцитивной силы и поля максимальной проницаемости, с другой стороны.

Стоит отметить, что несмотря на то, что практически во всех случаях коэффициент парной корреляции полей $H_{кр}$, H_P и H_c, $H_{\mu max}$ показывает именно сильную связь этих параметров (за исключением серии отжигов без поля на сплаве 10НСР, которая показала отсутствие взаимосвязи коэрцитивной силы как с полем $H_{кр}$, так и с полем H_P), однако при более детальном анализе значений коэффициентов корреляции обнаружено, что для поля H_P и поля максимальной проницаемости на всех трех рассматриваемых сплавах после ТМО и отжига получена крайне сильная связь с коэффициентом корреляции от 0,91 до 0,99. В то же время, коэффициент корреляции $H_{кр}$ и $H_{\mu max}$ для разных серий обработок на разных сплавах имел значение от 0,82 до 0,99, для H_P и H_c – от 0,3 до 0,99 и, наконец, для $H_{кр}$ и H_c – от 0,28 до 0,93. Таким образом, наиболее слабые корреляции получены для поля $H_{кр}$ и коэрцитивной силы, что закономерно, поскольку в соответствии с имеющимися теоретическими представлениями коэрцитивная сила формируется именно под влиянием необратимых процессов смещения ГД, к которым, в частности, относится намагничивание малыми скачками Баркгаузена, характеристикой которого является величина поля H_P. Поэтому достаточно сильная зависимость H_c от поля H_P также, в целом, ожидаема.

Стоит отметить, что, в отличие от коэрцитивной силы, в настоящее время отсутствует теория формирования величины поля максимальной проницаемости, поэтому полученные в данной работе результаты, демонстрирующие, во-первых, значительную зависимость поля $H_{\mu max}$ от магнитной текстуры в образце (и ее показателей $К_п$, μ_{max}, B_r, для которых в большинстве серий обработок на всех рассматриваемых сплавах была установлена корреляционная связь высокой или средней силы с полем максимальной проницаемости), а во-вторых, крайне сильную корреляционную связь между $H_{\mu max}$ и полем окончания намагничивания по закону Рэлея H_P, могут являться некоторой попыткой теоретического описания процессов, в той или иной степени участвующих в формировании величины $H_{\mu max}$. Так, например, из прямой взаимосвязи $H_{\mu max}$ и H_P следует, что увеличение протяженности участка кривой намагничивания, на котором образец намагничивается по закону Рэлея малыми скачками Баркгаузена, приводит также к повышению величины поля максимальной проницаемости. Поскольку в условиях протекания стабилизационных процессов подвижность ГД снижается, некоторые из них (менее подвижные) будут смещаться только обратимо, в то время как несколько более подвижные доменные стенки (но всё равно охваченные процессом НУ) при намагничивании будут смещаться необратимо, однако лишь малыми скачками Баркгаузена, и именно этот процесс, доля ферромагнетика, намагничивающаяся таким образом, будет лимитирующим фактором в формировании величины $H_{\mu max}$.

В части эффекта от приложения ненасыщающего продольного магнитного поля при отжиге установлено, что за счет повышения подвижности ГД оно способствует однозначному снижению как поля $H_{\mu max}$, так и поля H_P, т.е. положительный эффект от ТМО в части улучшения магнитомягких свойств разных аморфных сплавов, по-видимому, достигается, в том числе, за счет облегчения смещения тех малоподвижных доменных стенок, которые после отжига без поля в условиях значительно проявляющейся стабилизации ГД, участвуют в необратимом намагничивании по квадратичному закону Рэлея. Кроме того, по сравнению с отжигом без поля после ТМО значения поля $H_{кр}$, в целом, также ниже, т.е. приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к уменьшению критического поля обратимого смещения 180-градусных ГД, однако в данном случае нет такого однонаправленного эффекта от ТМО, который есть, например, для поля H_P.

3.6.6 Заключение

С помощью математической модели петли гистерезиса, в которой необратимая составляющая индукции описывается дробно-линейной функцией, а обратимая составляющая – функцией Ланжевена, по экспериментально измеренным ПГ сплавов на основе Fe и Co произведено разделение вкладов в индукцию от процессов перемагничивания, имеющих обратимый и необратимый характер. Показана возможность определения характерных полей, в которых происходит смена доминирующего механизма перемагничивания с необратимого на обратимый.

Установлено, что приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к снижению обратимой составляющей и росту необратимой составляющей индукции. Повышение напряженности поля при ТМО за счет увеличения доли ферромагнетика, перемагничивающейся необратимым смещением дестабилизированных 180-градусных ГД, приводит к всё более сильному росту $B_{необр}$ и снижению $B_{обр}$, что способствует улучшению магнитомягких свойств исследованных аморфных сплавов.

В терминах изменений обратимого и необратимого вкладов в индукцию проведено обсуждение возможной причины одновременного улучшения всех рассматриваемых статических магнитных параметров АММС на основе Fe после ТМО при некоторой промежуточной температуре (380-390 °C), обеспечивающей определенное соотношение констант K_i и K_σ.

Проведено исследование влияния ТМО в ненасыщающем поле на форму петель гистерезиса аморфных сплавов. Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге приводит к устранению перетянутости ПГ (перминварная ПГ), образовавшейся вследствие протекания стабилизационных процессов при отжиге без поля, однако может также приводить к возникновению искажений формы петли гистерезиса в области нулевой индукции, обеспечивающих экстремально низкую коэрцитивную силу АММС.

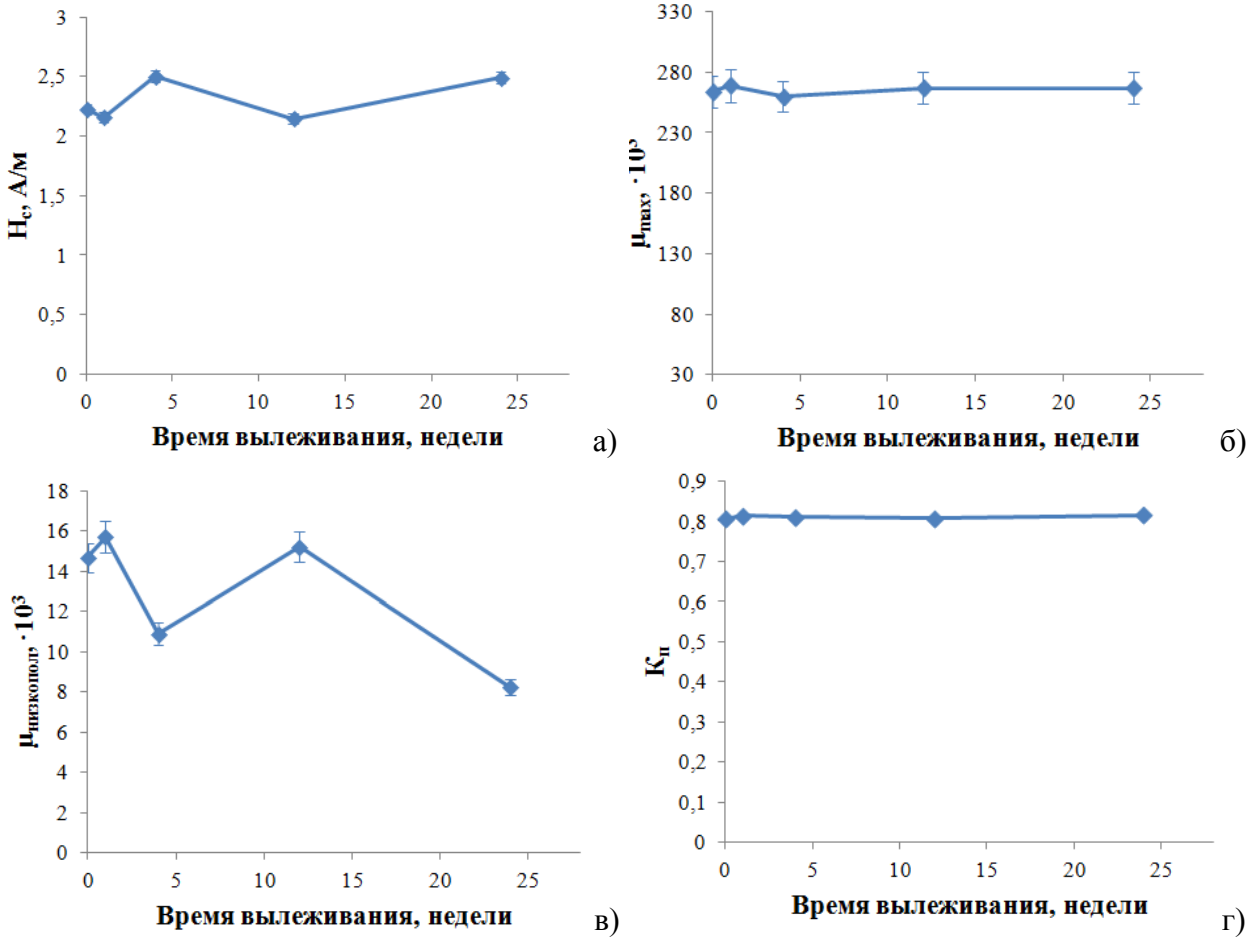
Изучено влияние ТМО в ненасыщающем поле на кривые намагничивания АММС. Установлено, что приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге, способствующее дестабилизации ГД, облегчает намагничивание аморфных сплавов, а также приводит к снижению критического поля $H_{кр}$, отвечающего постоянству проницаемости на кривой намагничивания, и поля H_P, вплоть до которого выполняется квадратичный закон намагничивания Рэлея. Однако эффект от приложения ненасыщающего поля при отжиге в части уменьшения H_P более значителен, чем в части снижения $H_{кр}$. То есть, приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге, в

первую очередь, сильно влияет именно на участки доменной структуры, намагничивающиеся путем необратимого смещения ГД малыми скачками Баркгаузена.

На основании проведенного корреляционного анализа для магнитных свойств, обратимой и необратимой составляющих индукции и характерных полей $H_{кр}$ и H_P разных аморфных сплавов развиты теоретические представления о возможных причинах эффективности ТМО в ненасыщающем поле с точки зрения ее влияния на процессы намагничивания и перемагничивания, а также предпринята попытка теоретического описания процессов, в той или иной степени участвующих в формировании величины поля максимальной проницаемости.

3.7 Изучение временной стабильности магнитных свойств аморфных сплавов на основе Fe и Co после отжига в ненасыщающем магнитном поле

Статические магнитные свойства аморфных сплавов 84КХСР, 2НСР и 10НСР после ТМО в ненасыщающем поле проверялись спустя неделю, месяц, 3 месяца и 6 месяцев после проведения обработки и первичных измерений свойств после нее. На рисунке 106 показаны зависимости различных магнитных свойств АММС 84КХСР от времени вылеживания после обработки.



а) H_c; б) μ_{max}; в) $\mu_{низкопол}$; г) $K_п$.

Рисунок 106 – Магнитные свойства образца сплава 84КХСР после ТМО в ненасыщающем поле при 150 °С и $H_{ТМО}$ = 46 А/м и вылеживания образцов с различной длительностью

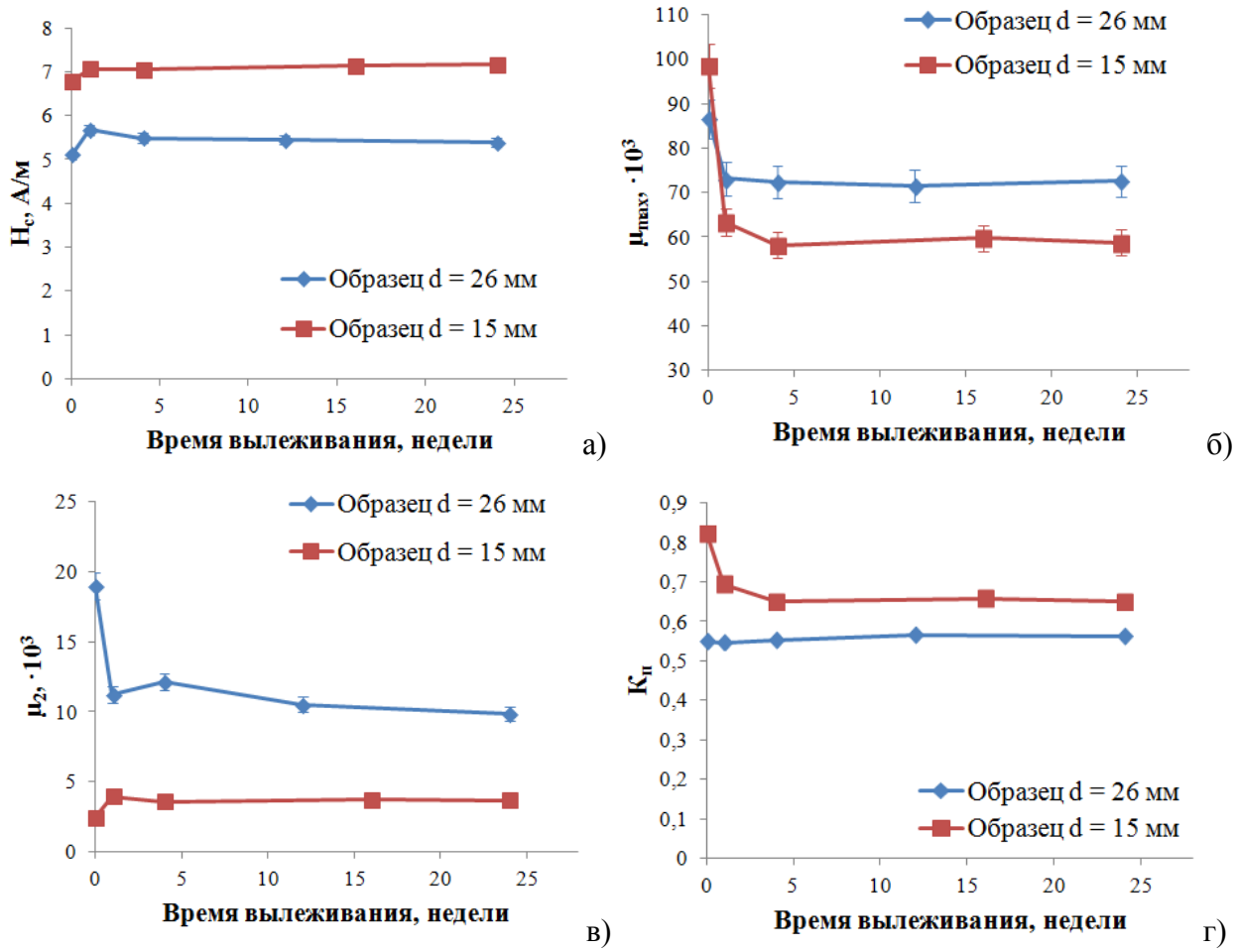
В части коэрцитивной силы, максимальной проницаемости и коэффициента прямоугольности ПГ наблюдается достаточно высокая стабильность этих магнитных параметров сплава 84КХСР после отжига в ненасыщающем магнитном поле: за 6 месяцев

вылеживания H_c изменялась на 4-12 % по сравнению с состоянием сразу после термообработки, μ_{max} – на 1,5-2 %, $К_п$ – не более чем на 1 %. При этом проницаемость $\mu_{низкопол}$ изменялась наиболее значительно – на 7-44 %. На зависимостях коэрцитивной силы и низкополевой проницаемости можно отметить два ярко выраженных экстремума после вылеживания длительностями 1 месяц и 6 месяцев (минимумы $\mu_{низкопол}$ и максимумы H_c).

После вылеживания в 1 месяц также наблюдался слабо выраженный минимум μ_{max}. Можно предположить, что вылеживание образца сплава длительностью 1 месяц приводит к развитию процессов низкотемпературного кластерообразования, приводящих к возникновению центров пиннинга ГД и, как следствие, к росту H_c и снижению $\mu_{низкопол}$ и μ_{max}. По мере дополнительной выдержки при комнатной температуре в 2 месяца образовавшиеся кластеры могли рассосаться, в связи с чем, произошло улучшение всех рассматриваемых магнитомягких свойств сплава. Вылеживание длительностью 6 месяцев могло привести к развитию процессов стабилизации ГД вследствие НУ, которые способствовали повторной деградации магнитомягких свойств аморфного сплава 84КХСР, которые, за исключением низкополевой проницаемости, сохранились на высоком уровне. Кроме того, сохранение максимальной проницаемости и коэффициента прямоугольности на одном уровне свидетельствует о стабильности магнитной текстуры, сформировавшейся в образце при отжиге в ненасыщающем магнитном поле.

На рисунке 107 показаны зависимости различных магнитных свойств АММС 2НСР от времени вылеживания после обработки. Исследования временной стабильности магнитных свойств после ТМО в ненасыщающем поле дополнительно были проведены на образце диаметром 26 мм, на котором ранее было получено наиболее благоприятной сочетание низкой коэрцитивной силы и высокой низкополевой проницаемости сплава 2НСР.

Сразу стоит отметить, что вылеживание образцов после ТМО практически не привело к качественным изменениям соотношений магнитных свойств образцов с маленьким и большим диаметрами: за счет повышенной константы магнитоупругой анизотропии коэрцитивная сила выше, а низкополевая проницаемость ниже на образце малого диаметра.



а) H_c; б) μ_{max}; в) μ_2; г) $К_п$.

Рисунок 107 – Магнитные свойства сплава 2НСР после ТМО в ненасыщающем поле на образце диаметром 15 мм при 405 °С и $H_{ТМО}$ = 112 А/м (красная кривая) и образце диаметром 26 мм при 380 °С и $H_{ТМО}$ = 86 А/м (синяя кривая) и вылеживания образцов с различной длительностью

При этом, как следует из зависимости $К_п$ от времени выдержки при комнатной температуре, на образце диаметром 15 мм происходит устранение наведенной в процессе ТМО продольной магнитной анизотропии с сопутствующим падением μ_{max} (на 36-41 %) и $К_п$ (с 0,82 до 0,65), в результате чего максимальная проницаемость на образце малого диаметра уже через неделю после обработки оказалась ниже, чем на образце большого диаметра, однако при этом повышение дисперсности ДС, сопровождающее разрушение продольной магнитной текстуры, привело к повышению низкополевой проницаемости (на 45-62 %). Стоит отметить, что даже по прошествии полугода, образец малого диаметра не достиг магнитно-изотропного состояния, что вероятно связано с влиянием остаточных, несрелаксировавших изгибных напряжений в толще аморфной ленты.

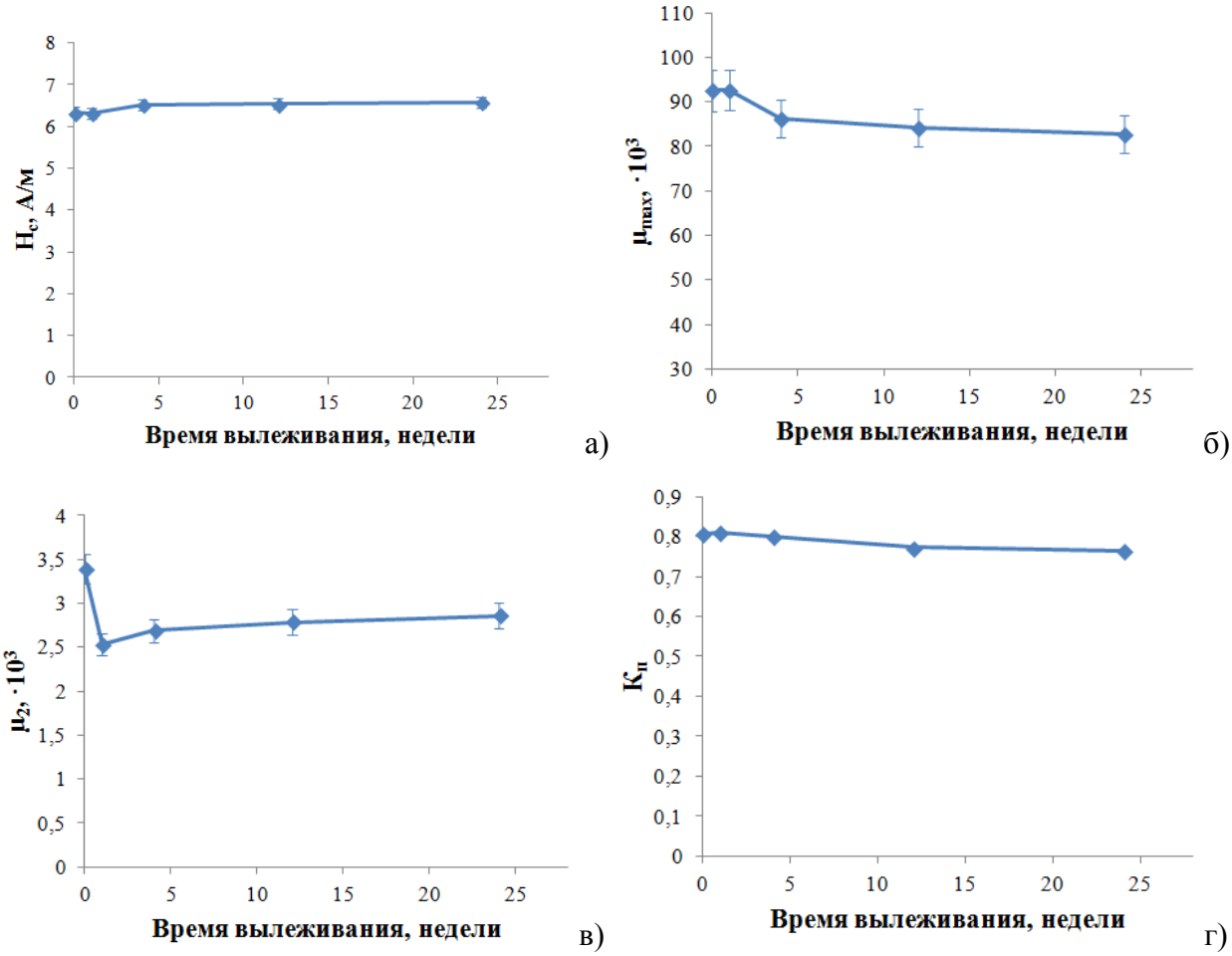
Наиболее драматичные изменения максимальной проницаемости образца сплава 2НСР после ТМО наблюдались спустя 1 неделю вылеживания, после которой и μ_{max}, и другие магнитные свойства изменялись не более чем на 10 %.

Для образца аморфного сплава большого диаметра за 1 неделю выдержки при комнатной температуре также наблюдалось наиболее значительное снижение μ_{max} и μ_2 (по сравнению с результатами измерений сразу после обработки снижение на 16 и 41 %, соответственно).

Одновременное снижение низкополевой и максимальной проницаемости при росте коэрцитивной силы (на 6-11 %) и неизменности прямоугольности ПГ свидетельствует о том, что на формирование магнитных свойств образца сплава 2НСР большого диаметра в значительной степени оказывает влияние магнитное старение. Сопутствующей причиной различающихся закономерностей зависимости, например, μ_2 от длительности вылеживания образцов большого и маленького диаметра может быть и то, что в результате ТМО на большом образце $К_п$ составлял 0,56, в то время как на маленьком образце – более 0,8, т.е. образец большого диаметра был ближе к магнитно-изотропному, а, значит, стабильному состоянию, в связи с чем, уничтожение продольной магнитной анизотропии со всеми вытекающими из этого последствиями происходило только в маленьком образце.

На рисунке 108 показаны зависимости различных магнитных свойств АММС 10НСР от времени вылеживания после обработки.

Выдержка при комнатной температуре образца аморфного сплава 10НСР после ТМО в ненасыщающем поле способствовала гораздо меньшей деградации магнитомягких свойств, чем для сплава 2НСР: за 6 месяцев вылеживания H_c увеличилась на 3-4 %, μ_{max} и μ_2 уменьшились на 1-11 % и 16-25 %, соответственно. При этом, несмотря на то, что проверка временной стабильности магнитных свойств аморфного сплава после ТМО в ненасыщающем поле проводилась на образце диаметром 15 мм, однако выдержка в полгода привела лишь к частичному снятию наведенной продольной магнитной анизотропии, чему способствовало незначительное снижение максимальной проницаемости и $К_п$, а также повышение μ_2, что свидетельствует о большей стабильности доменной структуры после отжига в ненасыщающем магнитном поле сплава 10НСР с повышенной константой K_i, чем сплава 2НСР.



а) H_c; б) μ_{max}; в) μ_2; г) $К_п$.

Рисунок 108 – Магнитные свойства образца сплава 10НСР после ТМО в ненасыщающем поле при 425 °С и $H_{ТМО}$ = 101 А/м и вылеживания образцов с различной длительностью

ВЫВОДЫ

1 Установлены закономерности влияния на формирование магнитных свойств аморфных сплавов в процессе отжига в ненасыщающем магнитном поле следующих факторов: температура, напряженность прикладываемого поля, время выдержки, скорость охлаждения, момент приложения поля, магнитная подготовка, диаметр кольцевого образца.

2 Отжиг в ненасыщающем магнитном поле может быть эффективной обработкой для улучшения магнитомягких свойств аморфных сплавов на основе железа и кобальта. Показано существование условий проведения обработки, обеспечивающих дополнительное снижение коэрцитивной силы и удельных потерь на перемагничивание, а также повышение значений проницаемости в разных полях по сравнению с отжигом без поля.

3 Установлено, что достижение наибольшего положительного эффекта от приложения ненасыщающего магнитного поля при отжиге для разных магнитомягких свойств возможно только в результате обработок с разными режимами по причине различий в механизмах формирования различных магнитных параметров. Для сплавов на основе Co и Fe установлены оптимальные режимы отжига в ненасыщающем поле, которые обеспечивают одновременное понижение коэрцитивной силы и повышение магнитной проницаемости в разных полях по сравнению с отжигом без поля.

4 Показано, что закономерности влияния различных факторов ТМО в ненасыщающем поле на магнитные свойства аморфных сплавов разных классов (на основе Fe и Co), в целом, аналогичны. Наибольший положительный эффект от ТМО как для железных, так и для кобальтового сплавов наблюдается при температурах обработки ниже точки Кюри, обеспечивающих определенное соотношение констант магнитоупругой и наведенной магнитной анизотропии, при приложении поля, напряженность которого не меньше, чем поле насыщения остаточной индукции для сплава в быстрозакаленном состоянии. Эффективность отжига в ненасыщающем поле зависит от уровня и характера распределения внутренних напряжений в аморфной ленте.

5 Среди аморфных сплавов на основе Fe с добавлением Ni стабилизационные процессы протекают в более широком интервале температур и приводят к более сильной деградации магнитомягких свойств сплавов с более высоким содержанием никеля. Увеличение содержания никеля в железных аморфных сплавах повышает эффективность восстановления магнитных свойств при отжиге в ненасыщающем магнитном поле.

6 С помощью математического моделирования петель гистерезиса разработана методика разделения индукции на обратимую и необратимую составляющие. Изучено влияние отжига в ненасыщающем магнитном поле на характер перемагничивания аморфных сплавов. Показано, что приложение ненасыщающего поля при отжиге приводит к уменьшению обратимой составляющей (за счёт вращения намагниченности) и повышению необратимой составляющей (за счёт смещения доменных стенок) индукции, что подтверждает имеющиеся теоретические представления о механизме улучшения магнитомягких свойств аморфных сплавов при отжиге в малом поле, связанном с повышением подвижности доменных стенок за счет частичной или полной дестабилизации 180-градусных границ доменов, а также наведения продольной магнитной анизотропии в части объема ферромагнетика.

7 Путем анализа кривых намагничивания аморфных сплавов установлено, что отжиг в ненасыщающем поле способствует облегчению намагничивания, а также снижению напряженности критического поля, отвечающего постоянству проницаемости на кривой намагничивания, и поля, вплоть до которого выполняется квадратичный закон намагничивания Рэлея. В части эффекта на форму петли гистерезиса отжиг в ненасыщающем магнитном поле приводит к устранению перетянутости петли гистерезиса, образовавшейся вследствие стабилизации 90-градусных границ доменов при отжиге без поля, однако может также способствовать возникновению искажений формы петли гистерезиса в области нулевой индукции, обеспечивающих экстремально низкую коэрцитивную силу аморфного сплава.

8 ТМО в ненасыщающем поле с применением при обработке кольцевых образцов большого диаметра, способствующих уменьшению магнитоупругой анизотропии, позволила одновременно получить наиболее низкую коэрцитивную силу и наиболее высокую низкополевую проницаемость аморфного сплава 2НСР среди всех проведенных серий обработок с варьированием различных факторов ТМО, что в сочетании с достаточно высокими значениями максимальной проницаемости, а также проницаемости в большом поле продемонстрировало высокую эффективность предлагаемого технологического приема.

9 Применение двухступенчатого отжига в ненасыщающем магнитном поле, включающего в себя высокотемпературную ступень без поля и низкотемпературную ступень (при $T < T_C$) в малом поле, обеспечивает значительное улучшение магнитомягких свойств аморфного сплава на основе кобальта по сравнению с одноступенчатой обработкой, а также может позволить получить несколько более высокие свойства по сравнению с термомагнитной обработкой в малом поле, проведённой после

предварительного высокотемпературного отжига без поля при условии, что температура второй ступени обработки будет близка к T_C, что в совокупности с сокращением времени на проведение термической обработки (примерно на 30 %) демонстрирует перспективы практического применения двухступенчатого отжига в малом магнитном поле.

Приложение ненасыщающего магнитного поля при отжиге не оказывает влияния на процессы кристаллизации, релаксации напряжений и охрупчивания исследованных аморфных сплавов. Магнитные свойства (коэрцитивная сила, максимальная и низкополевая проницаемость) аморфного сплава на основе кобальта после отжига в ненасыщающем магнитном поле продемонстрировали высокую стабильность во времени. В то же время, среди сплавов на железной основе большая стабильность свойств характерна для сплава с повышенным содержанием никеля.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1 Стародубцев Ю.Н., Белозеров В.Я. Магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов. – Екатеринбург: Из-во Урал. ун-та, 2002. – 384 с.

2 Excellent magnetic softness-magnetization synergy and suppressed defect activation in soft magnetic amorphous alloys by magnetic field annealing / Q. Luo, D. Li, M. Cai e.a. // J. Mater. Sci. Technol. – 2022. – V. 116. – P. 72-82.

3 Magnetic Materials and Devices for the 21st Century: Stronger, Lighter, and More Energy Efficient / O. Gutfleisch, M.A. Willard, E. Brück e.a. // Adv. Mater. – 2011. – V. 23. – P. 821-842.

4 Suryanarayana C., Inoue A. Iron-based bulk metallic glasses // Int. Mater. Rev. – 2013. – V. 58. – № 3. – P. 131-166.

5 Jiles D.C. Recent advances and future directions in magnetic materials // Acta Mater. – 2003. – V. 51. – № 19. – P. 5907-5939.

6 Wolf W., Mohs R., König U. Soft magnetic low-cost amorphous Fe-Si-B alloys, their properties and potential uses // J. Magn. Magn Mater. – 1980. – V. 19. – № 1-3. – P. 177-182.

7 Аморфные магнитомягкие сплавы и их применение в источниках вторичного питания. Справочное пособие / Под ред. Хандогина В.И. – М., 1990. – 171 с.

8 Observation of magnetic hysteresis loop of the perminvar type in worked Co-based amorphous alloys / K. Aso, Y. Makino, S. Uedaira e.a. // Appl. Phys. Lett. – 1980. – V. 36. – № 4. – P. 339-341.

9 Induced magnetic anisotropy of Co-based amorphous alloys / Y. Makino, K. Aso, S. Uedaira e.a. // J. Appl. Phys. – 1981. – V. 52. – № 3. – P. 2477-2479.

10 Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. – М.: Металлургия, 1987. – 328 с.

11 Influence of field annealing on the magnetic properties of the amorphous alloy $Co_{68.4}Fe_{4.4}Cr_{7.2}Si_{8.3}B_{11.7}$ / J. Degro, P. Vojtaník, J. Filipensky e.a. // Mater. Sci. Eng. B. – 1992. – V. 14. – № 1. – P. 81-86.

12 The effects of magnetic field annealing on the magnetic properties and microstructure of $Fe_{80}Si_9B_{11}$ amorphous alloys / C.X. Wang, Z. Wu, X. Feng e.a. // Intermetallics. – 2020. – V. 118. – P. 106689.

13 Luborsky F.E. Amorphous Metallic Alloys. – London: Butterworths, 1983. – 534 p.

14 Влияние термической обработки на свойства аморфного сплава на основе кобальта / С.Б. Ломов, Т.В. Соколова, М.Ю. Малькова и др. // Труды ВИАМ. – 2017. – Т. 50. – № 2. – С. 18-23.

15 Qin F., Peng H.-X. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials // Prog. Mater. Sci. – 2013. – V. 58. – № 2. – P. 183-259.

16 Johnson W.L. Bulk amorphous metal – An emerging engineering material // JOM. – 2002. – V. 54. – № 3. – P. 40-43.

17 Zhang T., Inoue A. Bulk glassy alloys in (Fe, Co, Ni)-Si-B system // Materials Transactions (Japan). – 2001. – V. 42. – № 6. – P. 1015-1018.

18 Кекало И.Б. Аморфные магнитные материалы: Курс лекций. Часть 1. – М.: МИСиС, 2001. – 276 с.

19 Yoshizawa Y., Yamauchi K. Effects of magnetic field annealing on magnetic properties in ultrafine crystalline Fe–Cu–Nb–Si–B alloys // IEEE Trans Magn. – 1989. – V. 25. – № 5. – P. 3324-3326.

20 The effect of annealing on magnetic properties of iron-base amorphous alloy ribbons / C.S. Tsai, B.J. Li, K.L. Jean // J. Appl. Phys. – 1990. – V. 67. – № 9. – P. 5586-5588.

21 Введенский В.Ю., Нуждин Г.А., Шуваева Е.А. Изменение магнитных свойств аморфного сплава под действием отжига в ненасыщающем магнитном поле // Контроль. Диагностика. – 2013. – № 1. – С. 51-54.

22 Управление качеством производства аморфного кобальтового сплава / О.И. Борискин, Д.И. Благовещенский, В.Ю. Введенский и др. // Черные металлы. – 2019. – Т. 1045. – № 1. – С. 60-63.

23 The effects of magnetic field intensity on the magnetic properties of $Fe_{80}Si_9B_{11}$ amorphous alloys during magnetic annealing / Y. Zhang, Y. Yang, Z. Wu e.a. // Intermetallics. – 2021. – V. 134. – P. 107200.

24 Введенский В.Ю., Нуждин Г.А., Сафронова В.М. Влияние термомагнитной обработки на коэрцитивную силу аморфного сплава на основе кобальта // Справочник. Инженерный журнал. – 2017. – № 4. – С. 3-7.

25 Improvement of soft magnetic properties of $Fe_{0.7}Nb_{0.1}Zr_{0.1}Ti_{0.1}$ amorphous alloy: a kinetic study approach / M.H. Khazaei Feizabad, G.R. Khayati, S. Sharafi e.a. // J. Non-Cryst. Solids. – 2018. – V. 493. – P. 11-19.

26 Herzer G. Modern soft magnets: amorphous and nanocrystalline materials // Acta Mater. – 2013. – V. 61. – № 3. – P. 718-734.

27 Технические методы и средства защиты / Ю.Н. Максимов, В.Г. Сонников, В.Г. Петров и др. – СПб.: Издательство Полигон, 2000. – 320 с.

28 Mazaleyrat F. Soft Magnetic Materials and Applications // In: Handbook of Magnetism and Magnetic Materials (eds. J.M.D. Coey, S.S. Parkin). – Cham: Springer, 2021. – P. 1435-1487.

29 Материаловедение: Учебник для вузов / Б.Н. Арзамасов, В.И. Макарова, Г.Г. Мухин и др.; Под общ. ред. Б.Я. Арзамасова, Г.Г. Мухина.– М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2008. – 648 с.

30 Mechanisms of the magnetic properties improvement of amorphous soft magnetic Fe- and Co-based alloys as a result of the in-air heat treatment / N.A. Skulkina, O.A. Ivanov, E.A. Stepanova e.a. // Phys. Proc. – 2016. – V. 82. – P. 69-77.

31 Кекало И.Б., Шуваева Е.А. Аморфные, нано- и микрокристаллические магнитные материалы: Лаб. практикум. – М.: Изд. дом МИСиС, 2008. – 248 с.

32 Parra C., Perea C D., F.J. Bolivar. Effect of cobalt addition on the microstructural evolution, thermal stability and magnetic properties of Fe-based amorphous alloys // Vacuum. – 2019. – V. 169. – P. 108911.

33 Стародубцев Ю.Н. Физические свойства и применение магнитомягких материалов. – М.: Горячая линия – Телеком, 2020. – 384 с.

34 Efthimiadis K.G., Chrissafis K., Polychroniadis E.K. Combined study of crystallization of amorphous $Fe_{75-x}Ni_xSi_9B_{16}$ alloy // Mater. Sci. Eng. A. – 2004. – V. 366. – № 2. – P. 211-220.

35 FeNiSiBP glassy alloys with tunable and attractive magnetic performance / J. Pang, K. Qui, F. Kong e.a. // J. Non. Cryst. Solids. – 2017. – V. 471. – P. 238-242.

36 Composition dependence of the microstructure and soft magnetic properties of Fe-based amorphous / nanocrystalline alloys: a review study / H.R. Lashgari, D. Chua, S. Xie e.a. // J. Non-Cryst. Solids. – 2014. – V. 391. – P. 61-82.

37 Gavrila H., Ionita V. Crystalline and Amorphous Soft Magnetic Materials and Their Applications – Status of Art and Challenges // J. Optoelectron. Adv. Mater. – 2002. – V. 4. – № 2. – P. 173-192.

38 Influence of annealing treatment on soft magnetic properties of $Fe_{76}Si_{10}B_{10}Cr_2Y_2$ amorphous ribbon / S.F. Chen, C.Y. Hung, S.J. Wang e.a. // J. Alloys Compd. – 2015. – V. 627. – P. 333-336.

39 Effect of Y addition on thermal stability and the glass forming ability in Fe–Nb–B–Si bulk glassy alloy / J.M. Park, J.S. Park, J.H. Na e.a. // Mater. Sci. Eng. A. – 2006. – V. 435-436. – P. 425-428.

40 Cr effects on magnetic and corrosion properties of Fe–Co–Si–B–Nb–Cr bulk glassy alloys with high glass-forming ability / Z.L. Long, Y. Shao, X.H. Deng e.a. // Intermetallics. – 2007. – V. 15. – № 11. – P. 1453-1458.

41 Y effects on magnetic and mechanical properties of Fe-based Fe–Nb–Hf–Y–B bulk glassy alloys with high glass-forming ability / Z. Long, Y. Shao, F. Xu e.a. // Mater. Sci. Eng. B. – 2009. – V. 164. – № 1. – P. 1-5.

42 Effects of chromium on the glass formation and corrosion behavior of bulk glassy Fe-Cr-Mo-C-B alloys / S.J. Pang, T. Zhang, K. Asami e.a. // Mater. Trans. – 2002. – V. 43. – № 8. – P. 2137-2142.

43 Effects of Cr addition on thermal stability, soft magnetic properties and corrosion resistance of FeSiB amorphous alloys / D.D. Xu, B.L. Zhoua, Q.Q. Wang e.a. // Corros. Sci. – 2018. – V. 138. – P. 20-27.

44 Suzuki K. Low core losses of nanocrystalline Fe-M-B (M = Zr, Hf, or Nb) alloys // J. Appl. Phys. – 1993. – V. 74. – № 5. – P. 3316-3322.

45 Huang H., Shao G., Tsakiropoulos P. Crystallization of the amorphous $Fe_{80}Zr_{12}B_8$ alloy under controlled heating // J. Alloys. Compd. – 2008. – V. 459. – № 1-2. – P. 185-190.

46 Effect of Co or Mn addition on the soft magnetic properties of amorphous $Fe_{89-x}Zr_{11}B_x$ (x = 5, 10) alloy ribbons / D. Mishra, A. Perumal, P. Saravanan e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – 2009. – V. 321. – № 24. – P. 4097-4102.

47 Liu W., Tang J., Du Y. Nanocrystalline soft magnetic ribbon with α″-$Fe_{16}N_2$ nanocrystallites embedded in amorphous matrix // J. Magn. Magn. Mater. – 2008. – V. 320. – № 21. – P. 2752-2754.

48 Jiles D. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, 3rd ed. – New York: CRC Press, 2016. – 626 p.

49 Chiriac H., Ovari T.A. Amorphous glass-covered magnetic wires: Preparation, properties, applications // Prog. Mater. Sci. – 1997. – V. 40. – № 5. – P. 333-407.

50 Egami T. Magnetic Amorphous Alloys. Physics and Technological Applications // Rep. Prog. Phys. – 1984. – V. 47. – № 12. – P. 1601-1725.

51 Magnetostriction of Co-Fe-Based Amorphous Soft Magnetic Microwires / A. Zhukov, M. Churyukanova, S. Kaloshkin e.a. // J. Electr. Mater. – 2016. – V. 45. – № 1. – P. 226-234.

52 Engineering of Magnetic Softness and Domain Wall Dynamics of Fe-rich Amorphous Microwires by Stress- induced Magnetic Anisotropy / P. Corte-León, J. M. Blanco, V. Zhukova e.a. // Sci. Rep. – 2019. – V. 9. – P. 12427.

53 Annealing effects in amorphous magnetic alloys / C.D. Graham, T. Egami, R.S. Williams e.a. // AIP Conf. Proc. – 1976. – V. 29. – P. 218-219.

54 Barandiarán J. M., Gutiérrez J., García-Arribas A. Magneto-elasticity in amorphous ferromagnets: Basic principles and applications // Phys. Status Solidi A. – 2011. – V. 208. – № 10. – P. 2258-2264.

55 T. Tarnóczi, A. Lovas, C. Kopasz. The influence of quenching rate on the relaxation processes in a nearly non-magnetostrictive metallic glass // Mater. Sci. Eng. – 1988. – V. 97. – P. 509-513.

56 Lu J., Wang J.T., Ding B.Z. Magnetostriction and related properties of rapidly quenched $Fe_{78}B_{13}Si_9$ alloy ribbons // Mater. Lett. – 1990. – V. 10. – № 1-2. – P. 52-56.

57 Могильников П.С. Закономерности влияния процессов структурной релаксации на магнитные свойства и механическое поведение аморфных сплавов на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s < 10^{-7}$): Дисс… канд. физ.-мат. наук. – М., НИТУ «МИСиС», 2016. – 202 с.

58 Magnetic anisotropy caused by oriented surface roughness of amorphous ribbons / L. Kraus, I. Tomaš, E. Kratochvilova e.a. // Phys. Status Solidi A. – 1987. – V. 100. – № 1. – P. 289-299.

59 Haimovich J., Jagielinski T., Egami T. Magnetic and structural effects of anelastic deformation of an amorphous alloy // J . Appl.Phys. – 1985. – V. 57. – P. 3581-3583.

60 Effect of surface features on magnetic anisotropy for amorphous FeBSi ribbons / B.Z. Ding, J. Lu, J.T. Wang e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – 1990. – V. 89. – № 1-2. – P. 70- 74.

61 Vojtaník P. Magnetic relaxations in amorphous soft magnetic alloys // J. Magn. Magn. Mater. – 2006. – V. 304. – № 2. – P. 159-163.

62 Design of amorphous magnetic materials for high frequency sensors based upon permalloy characteristics / C.K. Kim, I.H. Lee, Y.C. Chung e.a. // Mater. Sci. Eng. B. – 2006. – V. 76. – № 3. – P. 211-216.

63 Correlation between soft-magnetic properties and T_{x1}-T_c in high B_s FeCoSiBPC amorphous alloys / C. Zhao, A. Wang, A. He e.a. // J. Alloys Compd. – 2016. – V. 659. – P. 193-197.

64 Directional Ordering in Amorphous $Fe_{43}Ni_{43}Zr_7Cu_1B_6$ Ferromagnetic Alloys / M. Varga, R. Varga, P. Vojtaník e.a. // Acta Phys. Pol. – 2010. – V. 118. – № 5. – P. 804-806.

65 Ferro A., Soardo G. Directional ordering as a source of coercive force and asymmetry of the loop // IEEE Trans. Magn. – 1970. – V. 6. – № 1. – P. 110-115.

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

67 Allia P., Soardo G.P., Vinai F. Torque magnetometer measurements of the temperature dependence of induced anisotropy energy and of saturation magnetization in amorphous $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ // Solid State Comm. – 1977. – V. 24. – № 8. – P. 517-519.

68 Неъматов М. Г. Разработка методов модификации магнитомеханических свойств аморфных микропроводов для построения высокочувствительных миниатюрных датчиков механических напряжений: Дисс… канд. техн. наук. – М., НИТУ «МИСиС», 2019. – 146 с.

69 Kronmüller H. Theory of magnetic after-effects in ferromagnetic amorphous alloys // Philos. Mag. B. – 1983. – V. 48. – № 2. – P. 127-150.

70 Improvement of soft magnetic properties for distinctly high Fe content amorphous alloys via longitudinal magnetic field annealing / H. Li, A. He, A. Wang e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – 2019. – V. 471. – P. 110-115.

71 Influence of polymer coating on the magnetic characteristics of ribbon of an amorphous Cobalt-based alloy in the as-quenched state / N.A. Skulkina, A.K. Mazeeva, P.A. Kuznetsov e.a. // Phys. Metals Metallogr. – 2020. – V. 121. – P. 128-134.

72 Взаимодействие поверхности лент аморфных магнитомягких сплавов с паром во время изотермической выдержки при термообработке / Н.А. Скулкина, О.А. Иванов, И.О. Павлова и др. // ФММ. – 2015. – Т. 116. – № 11. – С. 1087-1095.

73 Роде В.Е., Прудников В.Н., Н.А. Хатанова. Структура и магнитные характеристики аморфных сплавов при нагреве. – М.: Металлургия, 1989. – 69 с.

74 Takahara Y. Irreversible structural relaxation in Fe–B–Si amorphous alloys // Mat. Sci. Eng. A. – 1997. – V. 231. – № 1-2. – P. 128-133.

75 Błoch K., Nabiałek M., Gondro J. Structural relaxations in the bulk amorphous alloy $Fe_{61}Co_{10}Ti_3Y_6B_{20}$ // Phys. B: Condens. Matter. – 2017. – V. 512. – P. 81-84.

76 Egami T., Ichikawa T. Kinetics of structural relaxation in amorphous alloy observed by X-ray diffraction // Mat. Sci. Eng. – 1978. – V. 32. – № 3. – P. 293-295.

77 Marzo F.F., Pierna A.R., Vega M.M. Effect of irreversible structural relaxation on the electrochemical behavior of $Fe_{78-x}Si_{13}B_9Cr_{(x=3,4,7)}$ amorphous alloys // J. Non-Cryst. Solids. – 2003. – V. 329. – № 1-3. – P. 108-114.

78 Cohen M.H., Turnbull D. Molecular Transport in Liquids and Glasses // J. Chem. Phys. – 1959. – V. 31. – P. 1164-1169.

79 Turnbull D., Cohen M.H. On the Free-Volume Model of the Liquid-Glass Transition // J. Chem. Phys. – 1970. – V. 52. – P. 3038-3041.

80 Williams R., Egami T. Effects of deformation and annealing on magnetic amorphous alloys // IEEE Trans. Magn. – 1976. – V. 12. – № 6. – P. 927-929.

81 Кекало И. Б. Процессы структурной релаксации и физические свойства аморфных сплавов: монография. – М.: Изд. Дом МИСИС, 2016. – Т. 2. – 834 с.

82 The investigation of structural features and crystallization of amorphous alloys $Co_{80}(Cr, Mo)_{10}Zr_{10}$ with the use synchrotron racliation / G. Kh. Tagabilev, I.B. Kekalo, Yu.A. Skakov e.a. // Nuclear Instrum. and Methods in Phys. Res. A. – 1991. – V. 308. – № 1-2. – P. 251-254.

83 Кекало И. Б. Процессы структурной релаксации и физические свойства аморфных сплавов: монография. – М.: Изд. Дом МИСИС. – Т. 1. – 2014. – 436 с.

84 Кекало И.Б. Атомная структура аморфных сплавов и ее эволюция. – М.: Изд. «Учеба» МИСиС, 2006. – 340 с.

85 Significant improvement of soft magnetic properties for Fe(Co)BPSiC amorphous alloys by magnetic field annealing / C. Zhao, A. Wang, S. Yue e.a. // J. Alloy Compd. – 2018. – V. 742. – P. 220-225.

86 Ferromagnetic element microalloying and clustering effects in high Bs Fe-based amorphous alloys / P. Chen, T. Liu, F. Kong e.a. // J. Mater. Sci. Technol. – 2018. – V. 34. – № 5. – P. 793-798.

87 Quantitatively defining free-volume, interconnecting-zone and cluster in metallic glasses / C. Fan, C.T. Liu, G. Chen e.a. // Intermetallics. – 2015. – V. 57. – P. 98-100.

88 Cluster structure in amorphous Ti-Ni-Cu alloys subjected to high-pressure torsion deformation / D.V. Gunderov, E.V. Boltynjuk, E.V. Ubyivovk e.a. // J. Alloy. Compd. – 2018. – V. 749. – P. 612-619.

89 Alben R., Becker J.J., Chi M.C. Random anisotropy in amorphous ferromagnets // J. Appl. Phys. – 1978. – V. 49. –№ 3. – P. 1653-1658.

90 Local structure changes on annealing in an Fe–Si–B–P bulk metallic glass / A. Hirata, N. Kawahara, Y. Hirotsu e.a. // Intermetallics. – 2009. – V. 17. – P. 186-189.

91 O'Handley R.C. Temperature dependence of magnetostriction in $Fe_{80}B_{20}$ glass //Solid State Commun. – 1977. – V. 22. – № 8. – P. 485-488.

92 Magnetostriction of amorphous $(Co_{1-x}Fe_x)_{75}Si_{15}B_{10}$ ribbons ($0 \leq x \leq 0.12$) and its temperature dependence / V. Madurga, M. Vazquez, A. Hernando e.a. // Solid State Commun. – 1984. – V. 52. – № 7. – P. 701-703.

93 Vazquez M., Hernando A., Nielsen O. V. Magnetostriction and other magnetic properties of Co-Ni based amorphous alloys // J. Magn. Magn. Mater. – 1986. – V. 61. – № 3. – P. 390-394.

94 Stress anneal induced magnetic anisotropy in $[Co_{1-x}(Fe,Ni)_x]_{75}Si_{15}B_{10}$ metallic glass ribbons / O.V. Nielsen, J.M. Barandiarán, A. Hernando e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – 1985. – V. 49. – № 1-2. – P. 124-130.

95 Barandiarán J.M., Hernando A., Nielsen O.V. Temperature dependence of magnetostriction in $[Co_{1-x}(Fe,Ni)_x]_{75}Si_{15}B_{10}$ amorphous alloys // J. Magn. Magn. Mater. – 1985. – V. 46. – № 3. – P. 317-320.

96 О'Хэндли Р.С. Магнитострикция металлических стекол // В кн.: Магнетизм аморфных систем. – М.: Металлургия, 1981. – С. 332-345.

97 Кекало И.Б., Столяров В.Л., Цветков В.Ю. Направленное упорядочение и магнитные свойства аморфных сплавов на основе Fe-Co с нулевой магнитострикцией // В кн.: Аморфные металлические сплавы. – М.: Металлургия, 1983. – С. 54-67.

98 Кекало И.Б. Влияние состава и условий получения аморфных сплавов на эволюцию их магнитных свойств при отжиге (обзор) // В кн.: Аморфные (стеклообразные) металлические материалы. – М.: Наука, 1992. – С. 107-112.

99 Dong X.Z., Fernengel W., Kronmüller H. Annealing effects and short-range ordering in the non-magnetostrictive amorphous alloy $Co_{58}Ni_{10}Fe_5Si_{11}B_{16}$ // Appl. Phys. A. – 1982. – V. 28. – P. 103-107.

100 Egami T. Structural relaxation in amorphous alloys // Mater. Res. Bull. – 1978. – V. 13. – № 6. – P. 557-562.

101 Chikazumi S. Physics of Ferromagnetism. – Oxford: Clarendon Press, 1997. – 668 p.

102 Andrejco R., Vojtaník P. Directional ordering in amorphous Co–Si–B alloys // J. Phys.: Condens. Matter. – 2004. – V. 16. – № 21. – P. 3745.

103 Золотухин И.В. Аморфные металлические материалы // СОЖ. – 1997. – № 4. – С. 73-78.

104 Influence of magnetic field heat treatment on the microstructures and coercivity in ferromagnetic amorphous alloys / C. Zhao, P. Bruna, A. Wang e.a. // J. Mater. Res. Technol. – 2022. – V. 21. – P. 4699-4707.

105 Improvement of soft magnetic properties in $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ amorphous and nanocrystalline alloys by heat treatment in external magnetic field / I. Skorvanek, J. Marcina, J. Turcanova e.a. // J. Alloys Compd. – 2010. – V. 504. – P. 135-138.

106 Li D., Li S., Lu Z. The effects of post-processing on longitudinal magnetostriction and core losses of high saturation flux density FeSiBC amorphous alloy ribbons and cores // J. Magn. Magn. Mater. – 2021. – V. 538. – P. 168272.

107 Berry B.S., Pritchet W.C. Magnetic Annealing and Directional Ordering of an Amorphous Ferromagnetic Alloy // Phys. Rev. Lett. – 1975. – V. 34. – № 16. – P. 1022-1025.

108 Livingston J.D., Morris W.G., Luborsky F.E. Domain studies on amorphous ribbons with transverse or oblique magnetic anisotropy // J. Appl. Phys. – 1982. – V. 53. – № 11. – P. 7837-7839.

109 Piotrowski L., Chmielewski M., Augustyniak B. On the correlation between magnetoacoustic emission and magnetostriction dependence on the applied magnetic field // J. Magn. Magn. Mater. – 2016. – V. 410. – P. 34-40.

110 Jia P., Wang E. The Effects of High Magnetic Field Annealing on the Structural Relaxation of $Fe_{71}(Nb_{0.8}Zr_{0.2})_6B_{23}$ Bulk Metallic Glass // Mat. Res. – 2015. – V. 18. – P. 40-43.

111 Введенский В.Ю., Кекало И.Б. Анализ влияния магнитной анизотропии на начальную проницаемость аморфных сплавов с близкой к нулю магнитострикцией // ФММ. – 1996. – Т. 81. – № 1. – С. 73-83.

112 Magnetic field annealing of FeCo-based amorphous alloys to enhance thermal stability and Curie temperature / Z. Li, W. Zhang, G. Li e.a. // Rare Met. – 2023. – V. 42. – P. 2000-2006.

113 Kolano R., Wojcik N., Gawior W.W. Effect of transverse field annealing and rate of cooling on magnetic properties of the amorphous $Co_{71.5}Fe_{2.5}Mn_2Mo_1Si_9B_{14}$ alloy // IEEE Trans. Magn. – 1994. – V. 30. – № 2. – P. 1033-1035.

114 Effect of magnetic field annealing on soft magnetic properties of $Co_{71}Fe_2Si_{14-x}B_{9+x}Mn_4$ amorphous alloys with low permeability / X. Fan, M. Li, T. Zhang e.a. // AIP Adv. – 2018. – V. 8. – P. 056105.

115 High saturation magnetization and soft magnetic properties of nanocrystalline $(Fe,Co)_{90}Zr_7B_3$ alloys annealed under a rotating magnetic field / K. Suzuki, N. Ito, J.J.S. Garitaonandia // J. Appl. Phys. – 2006. – V. 99. – № 8. – P. 08F114.

116 Influence of field annealing on the magnetic properties of the amorphous alloy $Co_{68.4}Fe_{4.4}Cr_{7.2}Si_{8.3}B_{11.7}$ / J. Degro, P. Vojtaník, J. Filipensky e.a. // Mater. Sci. Eng. B. – 1992. – V. 14. – № 1. – P. 81-86.

117 Kohmoto O., Fujishima H., Shibata K. Magnetic properties of amorphous FeCoSiB alloys annealed in rotating magnetic field // Mater. Sci. Eng. – 1988. – V. 99. – № 1-2. – P. 53-56.

118 Zero magnetostrictive amorphous alloys with high permeability and high magnetic Induction / H. Sakakima, H. Senno, Y. Yanagiuchi // J. Appl. Phys.– 1981. – V. 52. – № 3. – P. 2480-2482.

119 Могильников П.С. Особенности влияния уровня исходных изгибных напряжений на их релаксацию при отжиге в аморфном сплаве на основе железа состава $Fe_{78}Ni_1Si_8B_{13}$ // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. – 2016. – Т. 59. – № 11. – С. 837-839.

120 Kekalo I.B., Mogilnikov P.S. Embrittlement and conditions of the optimization of magnetic properties in the amorphous alloy $Co_{69}Fe_{3.7}Cr_{3.8}Si_{12.5}B_{11}$ in the absence of a viscous–brittle transition // Phys. Metals Metallogr. – 2016. – V. 117. – № 7. – P. 665-672.

121 Гойхенберг Ю.Н., Рощин В.Е., Ильин С.И. Особенности кристаллизации и формирования магнитных свойств аморфных сплавов при нагреве // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». – 2016. – Т. 16. – № 3. – С. 134-142.

122 Кекало И.Б., Могильников П.С. Влияние изотропного композиционного ближнего упорядочения на гистерезисные магнитные свойства аморфного сплава на основе кобальта с близкой к нулю магнитострикцией // Перспективные материалы. – 2015. – № 6. – С. 37-47.

123 Luborsky F., Walter J. Stress relaxation in amorphous alloys. Mater. Sci. Eng. – 1978. – V. 35. – № 2. – P. 255-261.

124 ГОСТ 8.377-80. Государственная система обеспечения единства измерений. Материалы магнитомягкие. Методика выполнения измерений при определении статических магнитных характеристик. – М.: Издательство Стандартов, 1980.

125 Vvedenskiy V.Yu., Tokmakova E.N. Model of the hysteresis loop of soft-magnetic amorphous alloys with the usage of a modified linear fractional function // Letters on Materials. – 2021. – V. 11. – № 2. – P. 158-163.

126 Effect of Continuous DC Longitudinal Magnetic Field Heat Treatment on Soft Magnetic Properties of $Fe_{78}Si_9B_{13}$ Amorphous Cores / Y. Xu, Z. Zhu, Y. Lei e.a. // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2017. – V. 242. – P. 012024.

127 Glass-coated Co-rich amorphous microwires with enhanced permeability / M.J. García-Prieto, E. Pina, A. Zhukov e.a. // Sens. Actuator A Phys. – 2000. – V. 81. – № 1-3. – P. 227-231.

128 Стародубцев Ю.Н. Магнитомягкие материалы. Энциклопедический словарь-справочник. – М.: Техносфера, 2011. – 664 с.

129 Зусман А.И., Соснин В.В. Магнитные свойства витых тороидов из аморфных сплавов // Аморфные прецизионные сплавы. – М.: Металлургия, 1981. – С. 13-21.

130 Effect of magnetic field annealing on the soft magnetic properties of CoFeSiB ribbon and its fluxgate performance / J. Xu, S. Kang, J. Wang e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – V. 576. – P. 170762.

131 Magnetic properties behaviors in $Fe_{88}Zr_7B_4Cu_1$ nanocrystalline alloy prepared by different postanneal cooling rates / K.Y. Kim, J.S. Lee, T.H. Noh e.a. // J. Appl. Phys. – 1994. – V. 75. – № 10. – P. 6943-6945.

132 Effect of cooling rate on magnetic properties of amorphous and nanocrystalline $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$ alloy / M. Hasiak, J. Zbroszczyk, J. Olszewski e.a. // J. Magn. Magn. Mater. – 2000. – V. 215. – № 1. – P. 410-412.

133 Structural aspects of magnetic softening in Fe-based metallic glass during annealing / J. Dai, Y.G. Wang, L. Yang e.a. // Scripta Mater. – 2017. – V. 127. – P. 88-91.

134 Increasing the kinetic stability of bulk metallic glasses / J.Q. Wang, Y. Shen, J.H. Perepezko e.a. // Acta Mater. – 2016. – V. 104. – P. 25-32.

135 Введенский В.Ю. Анализ влияния магнитной анизотропии различного происхождения на свойства аморфных сплавов с близкой к нулю магнитострикцией: автореферат дисс… канд. физ.-мат. наук. – М., Моск. ин-т стали и сплавов, 1993. – 24 с.

136 Magnetization process and magnetic losses in field-annealed amorphous and nanocrystalline ribbons / C. Appino, C. Beatrice, E. Ferrara e.a. // J. Optoelectron. Adv. M. – 2004. – V. 6. – № 2. – P. 511-521.

137 Иванов О.Г. Особенности формирования физических свойств и разработка новых аморфных магнитомягких сплавов на основе кобальта: автореферат дисс… канд. техн. наук. – Калуга, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004. – 16 с.

138 Suzuki K., Herzer G. Magnetic-field-induced anisotropies and exchange softening in Fe-rich nanocrystalline soft magnetic alloys // Scr. Mater. – 2012. – V. 67. – № 6. – P. 548-553.

139 Severino A.M., Santos A.D., Missell E.P. Changes in induced anisotropy and magnetostriction in Co-based amorphous-alloys // J. Magn. Magn. Mater. – 1991. – V. 96. – № 1-3. – P. 167-174.

140 Masumoto T., Watanabe K., Mitera M., Ohnuma S. High magnetic permeability amorhous alloys of the Fe-Ni-Si-B system // Amorphous Magnetism II. Eds. R.A. Levy, R. Hasegawa. – New York: Plenum Press, 1977. – P. 369-377.

141 O'Handley R.S. Magnetostriction of metallic glasses // Amorphous Magnetism II. Eds. R.A. Levy, R. Hasegawa. – New York: Plenum Press, 1977. – P. 379-392.

142 Luborsky F.E., Walter J.L. Magnetic anneal anisotropy in amorphous alloys // IEEE Trans. Magn. – 1977. – V. 13. – P. 953-956.

143 Сафронова В.М. Влияние отжига в малом поле на магнитные свойства аморфного сплава 84КХСР: Дипломная работа. – М.: НИТУ «МИСиС», 2015. – 115 с.

144 Fiorillo F., Appino C., Pasquale M. Hysteresis in Magnetic Materials // In: The Science of Hysteresis (eds. G. Bertotti, I. Mayergoyz). – Amsterdam: Elsevier (Academic Press), 2005. – P. 1-190.