

ИЗМЕНЕНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ АМОРФНОГО СПЛАВА 5БДСР ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ МОЩНЫМ ИОННЫМ ПУЧКОМ

Р.А. Назипов¹⁾, Е.Н. Дулов²⁾, Г.А. Новиков³⁾, В.А. Шустов³⁾, Н.М. Лядов³⁾

¹⁾Казанский национальный исследовательский технологический университет,
ул. К. Маркса 68, 420015 Казань, Россия, rusnazipov@kstu.ru,

²⁾Казанский (Приволжский) федеральный университет,
ул. Кремлевская 18, 420008 Казань, Россия, fe57@rambler.ru

³⁾ Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ КазНЦ РАН,
Сибирский тракт 10/7, 420029 Казань, Россия,
h.novikoff@gmail.com, shustov@kfti.knc.ru, nik061287@mail.ru

Фольги из аморфного сплав 5БДСР после облучения мощными ионными пучками длительностью 100 наносекунд сохраняют аморфное состояние. Методами мессбауэровской спектроскопии было обнаружено изменение магнитной текстуры в результате облучения, что может свидетельствовать об изменении направления магнитной анизотропии. Для изучения магнитных свойств фольги из исходного сплава и после облучения были сделаны измерения зависимостей относительной магнитной восприимчивости от внешнего поля параметрическим методом, также называемым методом AC Magnetic Susceptibility, в котором определяются параметры колебательного контура в индуктивность которого помещается исследуемый образец. Полученные данные показали, что у облученных образцов фольг наблюдается изменение направления оси легкого намагничивания и улучшение магнитомягких свойств по сравнению с исходным образцом.

Ключевые слова: аморфные металлические сплавы; интенсивные импульсные ионные пучки; магнитные свойства; файнмет.

CHANGES IN THE MAGNETIC PROPERTIES OF AN AMORPHOUS 5NbCuSiB ALLOY AFTER IRRADIATION WITH AN INTENSE ION BEAM

R.A. Nazipov¹⁾, E.N. Dulov²⁾, H.A. Novikov³⁾, V.A. Shustov³⁾, N.M. Lyadov³⁾

¹⁾Kazan National Research Technological University,
68 Karl Marx Str., 420015 Kazan, Russia, rusnazipov@kstu.ru

²⁾Kazan Federal University, 18 Kremlyovskaya Str., 420008 Kazan, Russia, fe57@rambler.ru

³⁾Kazan E.K. Zavoisky Physical-Technical Institute, KazSC, RAS, 10/7 Sibirsky tract, 420029 Kazan, Russia, h.novikoff@gmail.com, shustov@kfti.knc.ru, nik061287@mail.ru

The foils of amorphous alloy 5BDSR after irradiation with powerful ion beams with a duration of 100 nanoseconds retain the amorphous state. Using Mössbauer spectroscopy, a change in the magnetic texture as a result of irradiation was detected, this may indicate a change in the direction of magnetic anisotropy. To study the magnetic properties of the initial foil and after irradiation, measurements were made of the relative magnetic susceptibility as a function of the external field by the parametric method, also called the AC Magnetic Susceptibility method, in which the parameters of the oscillating circuit are determined with the inductance in which the studied sample is placed. The data obtained showed that the initial sample enters into saturation at lower magnetic fields (about 200 Oe) than the irradiated sample (about 400 Oe). Magnetic anisotropy for the irradiated sample becomes more "difficult", at the same time its magnetization increases. The coercive field of the irradiated sample is reduced by approximately two times compared with the initial.

Keywords: amorphous metallic alloys; intense pulsed ion beams; magnetic properties; finemet.

Введение

Сплав 5БДСР относится к нанокристаллическим сплавам finemet-типа [1], которые имеют важное практическое значение в электротехнике, в качестве магнитных сердечников за рекордно высокие магнитомягкие свойства. Их используют в качестве магнитопроводов трансформаторов с низкими потерями, с высоким диапазоном рабочих частот. Этот металлический сплав получают в виде тонких длинных лент (фольг) методом сверхбыстрой закалки на охлаждающем валке. Исходная структура сплава является аморфной. Для придания сплаву еще более низкой коэрцитивной силы применяют управляемый отжиг при температуре порядка 550°C, при этом формируется нанокристаллическая структура, которая представляет собой кристаллические зерна α -Fe(Si) размером около 10 нм, равномерно

распределенные в магнитной аморфной матрице. Однако после термической обработки у сплава резко ухудшаются механические свойства, что не позволяет производить над ним последующую механическую обработку. Обработка быстрым энергетическим воздействием может являться способом, улучшающим магнитные свойства аморфных металлических сплавов без потери механических свойств. Управляя длительностью подводимой или отводимой энергии к сплаву или от него, становится возможным управлять ее структурой, тем самым подбирать его оптимальные механические или функциональные свойства. Одним из способов быстрой энергетической обработки, является облучение мощными ионными пучками (МИП) с длительностью от единиц до сотен наносекунд.

В докладе представлены результаты исследования магнитных свойств сплава 5БДСР модифицированного облучением МИП в ускорителе ионов «ТЕМП»

Основная часть

Объектом модификации и исследования были две партии аморфного сплава в виде тонких лент полученных методом спиннингования: 5БДСР-1, с химическим составом $\text{Fe}_{77}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_6$, произведенный в ЦНИИ Чермет им. Бардина и сплав 5БДСР-2, тип В, произведенный по ТУ 14-123-149-99 в ОАО «Ашинский металлургический завод» (№ плавки 2-5-759, № партии С-1140).

Из лент 5БДСР-1 были приготовлены три образца, с поперечными размерами от 5 до 15 мм, при толщине около 25 мкм, которые затем подвергались облучению ионами C^{n+} (80%) и H^+ (20%) с матовой (неконтактной) стороны на импульсном ускорителе ионов «ТЕМП» с числом импульсов $N = 2, 5$ и 10. Максимальная энергия ионов была 300 кэВ, плотность потока энергии $J \sim 1,5$ Дж/см². Длительность импульса составляла около 100 нс.

Из лент 5БДСР-2 были приготовлены образцы с размерами 10 на 15 мм, при толщине около 25 мкм. Образцы закреплялись в специальном держателе для предотвращения скручивания фольги и облучались с матовой стороны через отверстие в держателе диаметром около 10 мм, на модернизированном импульсном ускорителе ионов «ТЕМП», который по своим параметрам соответствует ускорителю «ТЕМП-4М». Была сделана серия модифицированных образцов при разных параметрах облучения. Состав пучка ионов был тот же — C^{n+} (80%) и H^+ (20%), но плотность потока энергии J доходила до 5-6 Дж/см², а максимальное число импульсов N составляло 15-20. Максимальная энергия ионов составляла 300 кэВ. Длительность импульса была около 100 нс.

После облучения обеих партий образцов происходит их деформация, они скручиваются в направлении облучения и вокруг оси перпендикулярной направлению литья ленты. В то же время их эластичность сохраняется и их можно подвергать механическим нагрузкам без разрушения. Рентгеноструктурные и мессбауэровские исследования образцов 5БДСР-1 показали, что они остаются рентгеноаморфными [2]. Мессбауэровские исследования показали изменение магнитной текстуры у облученных образцов, что свидетельствует об изменении магнитной анизотропии.

С целью изучения магнитных свойств облученных образцов и сравнения их с исходными, проведены измерения зависимости параметров колебательного контура, частью которого является катушка с исследуемым ферромагнитным образцом, от величины магнитного поля. Полученные зависимости частоты от магнитного поля, по сути, являются зависимостями магнитной восприимчивости от напряженности магнитного поля в ферромагнетике, то есть кривыми Столетова.

В русскоязычной литературе такая методика измерений носит название «параметрический метод испытания магнитных материалов» [3]. В англоязычной принято название «метод магнитной восприимчивости на переменном токе» (метод ACMS, Alternative Current Magnetic Susceptibility). Иногда встречаются термины «автодинный» или «автогенераторный метод измерения магнитной восприимчивости» [4].

Измерения выполнены на оригинальной установке, собранной на основе модуля Texas Instruments LDC1000EVM (далее — «модуль»). Модуль измеряет резонансную частоту и добротность колебательного контура, сердечником которого является исследуемый образец. В сочетании с приложенным к образцу сканирующим магнитным полем, установка позволяет получать петли гистерезиса магнитных материалов в представлении дифференциальной восприимчивости (кривые Столетова). Магнитная система установки позволяла получать медленно меняющееся в области образца поле в диапазоне от -1 кЭ до +1 кЭ с неоднородностью на образце не хуже 5%. Поле менялось по закону симметричного треугольника с периодом около 5 минут, поэтому его можно считать квазистатическим. За положительное направление принималось такое расположение полюсов электромагнита, когда южный полюс был слева, а северный справа. Величина сканирующего поля контролировалась датчиком Холла, показания которого автоматически регистрировались одновременно с показаниями модуля измеряющего параметры колебательного контура. Работа установки и сбор данных производится с использованием персонального компьютера под управлением операционной системы Windows. Резонансная частота контура с сердечником из образца составляла около 1-3 МГц. Входящая в состав модуля измерительная катушка, представляющая собой спираль Архимеда (спиральная плоская катушка, spiral surface coil), была заменена измерительной катушкой в виде плоского соленоида (flat solenoid) длиной 15 мм, с сечением 1×8 мм близким к прямоугольному. Такая форма выбрана из соображений максимального коэффициента заполнения измерительной катушки тонким плоским образцом, играющим роль сердечника, а также для того, чтобы ориентация измерительного поля была на одной оси с внешним квазистатическим сканирующим полем. Коллинеарность измерительного и сканирующего полей позволило восстанавливать кривые намагничивания путем интегрирования измеренных зависимостей частоты в положительном и отрицательном направлениях изменения внешнего поля.

Из анализа полученных таким способом кривых намагничивания можно получить значение поля насыщения и относительные величины коэрцитивного поля и намагниченности насыщения. По наклону кривых намагничивания можно судить об изменении магнитной анизотропии. При измерении коэрцитивного поля необходимо учесть, что ширина динамически модулированных петель гистерезиса несколько выше, чем статических, а индукция поля насыщения для разомкнутых

магнитопроводящих образцов меньше, чем у замкнутых из-за поля размагничивания. Для корректного сравнения, необходимо исследовать образцы с одинаковой формой и размерами, а также учитывать ориентацию текстуры относительно полей. Поэтому были проведены сравнительные измерения исходного аморфного сплава для каждой партии образцов такой же формы и размерами, как у облученных образцов.

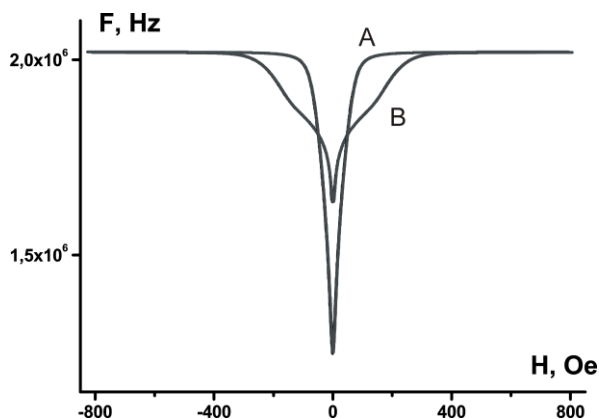


Рис. 1. Зависимость резонансных частот измерительного колебательного контура в зависимости от магнитного поля для исходного образца (А) и образца (В) после облучения с $J \sim 5-6 \text{ Дж/см}^2$ и $N = 4$

Fig.1. Dependence of the resonant frequencies of the measuring oscillatory circuit as a function of the magnetic field for the initial sample (A) and the sample (B) after irradiation with $J \sim 5-6 \text{ J/cm}^2$ and $N = 4$

Образцы помещались в оправку из ПЭТ листов, толщиной 25 мкм и размерами позволяющими установить ее в измерительную катушку. Направление литья аморфной металлической ленты совпадало с осью измерительного и сканирующего магнитных полей. Такая ориентация в магнитных полях совпадает с осью легкого намагничивания исходного аморфного сплава, полученного методом спиннингования [5].

На рис. 1 представлены типичные измеренные зависимости частоты в зависимости от внешнего поля $F(H)$. Кривая «А» относится к исходному аморфному сплаву 5БДСР-2. Кривая «В» относится к образцу 5БДСР-2 после облучения МИП с плотностью потока энергии 5-6 Дж/см² и количеством импульсов $N=4$. Из этих кривых хорошо видно, что исходный образец входит в насыщение при меньших полях (около 200 Э), чем облученный (около 400 Э). Почти совпадающее значение частот при насыщении для обоих сплавов, может говорить об одинаковом количестве магнитного материала в измерительной катушке [6] и корректности сравнения относительной намагниченности.

Из этих кривых $F(H)$ интегрированием получены кривые относительного намагничивания $I(H)$, которые представлены на рис. 2. Магнитная анизотропия для облученного образца «В» становится более «трудной», одновременно с этим его намагниченность возрастает.

Во вкладке на рис. 2 показана увеличенная область кривых относительного намагничивания (петель гистерезиса), откуда видно, что

коэрцитивное поле облученного образца снижается приблизительно в два раза по сравнению с исходным.

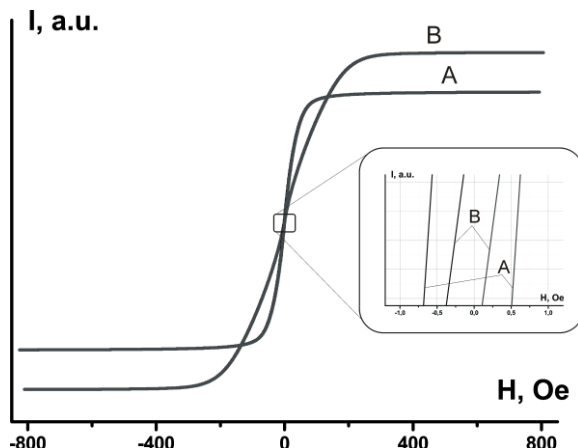


Рис. 2. Кривые относительного намагничивания для исходного образца (А) и образца (В) после облучения с $J \sim 5-6 \text{ Дж/см}^2$ и $N = 4$; во вкладке показаны петли гистерезиса в увеличенном масштабе центральной части графика

Fig. 2. Relative magnetization curves for the initial sample (A) and the sample (B) after irradiation with $J \sim 5-6 \text{ J/cm}^2$ and $N = 4$; the tab shows hysteresis loops on an enlarged scale of the central part of the graph

Заключение

Проведены измерения дифференциальной магнитной восприимчивости для серии образцов сплава 5БДСР подвергнутых облучению МИП длительностью около 100 нс при разных плотностях потока энергии и количествах импульсов. Установлено, что в результате облучения в фольгах из сплава 5БДСР меняется магнитная анизотропия, уменьшается коэрцитивное поле и увеличивается намагниченность насыщения.

Исследования выполнены при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 19-03-00847.

Библиографические ссылки

1. Садчиков В.В., Мальцев И.Е., Соснин В.В. Нанокристаллический сплав 5БДСР. *Сталь* 1997; (11): 58-61.
2. Назипов Р.А., Пятаев А.В., Игнатьев А.А., Выжимов Ю.М., Баталов Р.И., Баязитов Р.М., Шустов В.А. Влияние мощного импульсного ионного пучка на аморфный сплав $\text{Fe}_{77}\text{Cu}_{11}\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_6$: Мессбауэровские и рентгеноструктурные исследования. *Физика и химия обработки материалов*. 2015; (6):5-15.
3. Лобанова Н.Б., Лобанов Ю.А., Зырянова Н.П., Вилисова Е.А., Болячкин А.С. Изучение магнитных свойств вещества. Электронный образовательный ресурс. Екатеринбург: УрФУ; 2015. 69 с.
4. Ивойлов Н.Г., Хрипунов Д.М., Чистяков В.А. Измеритель частотной, полевой и температурной зависимостей магнитной восприимчивости тонкопленочных образцов. *Приборы и техника эксперимента* 1997; (4): 146-149.
5. School D.S. Ferromagnetic Resonance in Amorphous and Nanocrystalline Materials. In book: Idzikowski B., Švec P., Miglierini M., Editors. Properties and Applications of Nanocrystalline Alloys from Amorphous Precursors. Conference proceedings. NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry (NAII, volume 184). Dordrecht: Springer; 2005. P. 409-419.

6. Tarassoff P., Kitzinger F. Apparatus for determining the amount of magnetic material in a sample. United States Patent US3808524A; 1974.

References

1. Sadchikov V.V., Mal'tsev I.E., Sosnin V.V. Nanokristallicheskiy splav 5BDSR [Nanocrystalline alloy 5NbCuSiB]. *Stal'* 1997; (11): 58-61. (In Russian).
2. Nazipov R.A., Pyataev A.V., Ignat'ev A.A., Vyzhimov Yu.M., Batalov R.I., Bayazitov R.M., Shustov V.A. Vliyanie moshchnogo impul'snogo ionnogo puchka na amorfnyy splav Fe77Cu1Nb3Si13B6: Messbauerovskie i rentgenostrukturnye issledovaniya [Effect of power pulsed ion beam irradiation on Fe77Cu1Nb3Si13B6 amorphous alloy: Mossbauer and X-ray diffraction studies]. *Fizika i khimiya obrabotki materialov* 2015; (6): 5-15. (In Russian).
3. Lobanova N.B., Lobanov Yu.A., Zyryanova N.P., Vilisova E.A., Bolyachkin A.S. Izuchenie magnitnykh svoystv veshchestva [Study of the magnetic properties of matter]. Elektronnyy obrazovatel'nyy resurs. Ekaterinburg: UrFU; 2015. 69 s. (In Russian).
4. Ivoylov N.G., Khripunov D.M., Chistyakov V.A. Izmeritel' chastotnoy, polevoy i temperaturnoy zavisimostey magnitnoy vospriimchivosti tonkoplennoknykh obraztsov [Measuring the frequency, field and temperature dependences of the magnetic susceptibility of thin-film samples]. *Pribory i tekhnika eksperimenta* 1997; (4): 146-149. (In Russian).
5. School D.S. Ferromagnetic Resonance in Amorphous and Nanocrystalline Materials. In book: Idzikowski B., Švec P., Miglierini M., Editors. Properties and Applications of Nanocrystalline Alloys from Amorphous Precursors. Conference proceedings. NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry (NAII, volume 184). Dordrecht: Springer; 2005. P. 409-419.
6. Tarassoff P., Kitzinger F. Apparatus for determining the amount of magnetic material in a sample. United States Patent US3808524A; 1974.