

МОГИЛЬНИКОВ Павел Сергеевич

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЛИЯНИЯ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИИ НА
МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ
АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА С ОЧЕНЬ НИЗКОЙ
МАГНИТОСТРИКЦИЕЙ ($\lambda_s < 10^{-7}$)**

Специальность 01.04.07 — физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2016

Работа выполнена на кафедре физического материаловедения
ФГАОУ ВПО «Национальный Исследовательский Технологический Университет
«МИСиС», г. Москва

Научный руководитель:

кандидат технических наук, профессор

КЕКАЛО
Игорь Борисович

Официальные оппоненты:

доктор технических наук,
профессор МГТУ им. Н.Э. Баумана

КРАПОШИН
Валентин Сидорович

кандидат физико-математических наук,
АО «ЦКБ РМ»

ХАНДОГИНА
Елена Николаевна

Ведущая организация: Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии
им. И.П. Бардина

Защита состоится 22 декабря 2016 г. в 15:30 в ауд. Б-607 на заседании диссертационного совета
Д212.132.08 НИТУ «МИСиС»

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте www.misis.ru

Автореферат разослан « » ноября 2016 года

Ученый секретарь диссертационного совета

доктор физико-математических наук, профессор



С.И. Мухин

Введение

Актуальность темы. Развитие современной техники вызывает потребность в поисках и разработке новых материалов, обладающих не только более высокими служебными свойствами, чем существующие, но и таким сочетанием различных по своей природе свойств (физических, механических, химических), которое не может быть достигнуто на базе традиционных кристаллических материалов. Таким новым классом материалов являются аморфные металлические сплавы.

В аморфных сплавах отсутствует дальний порядок в расположении атомов (трансляционная симметрия), а следовательно, отсутствуют специфические для кристаллических тел дефекты атомной структуры. Аморфному состоянию присуща также высокая фазово-химическая однородность. Аморфные сплавы, независимо от концентрации компонентов и их природы, представляют собой однофазную систему, состоящую из пересыщенного твердого раствора, атомная структура которого подобна атомной структуре переохлажденной жидкости. Именно эти особенности строения аморфных сплавов определяют не только характерный для них комплекс физико-механических свойств, но и уникальное, не характерное для кристаллических тел, их сочетание.

В зависимости от природы компонентов аморфные сплавы обладают прекрасными функциональными свойствами. Они уже прочно заняли свою нишу и в производстве, и в применении. Основная масса производимых аморфных сплавов используется в качестве электротехнических материалов для различного рода трансформаторов и других устройств. Обладая почти идеальной фазово-структурной однородностью и высоким удельным электрическим сопротивлением, аморфные сплавы имеют чрезвычайно низкие потери на перемагничивание. Другая область современной техники, поглощающая аморфные сплавы, – это радиоэлектронная промышленность и приборостроение. Для этих отраслей техники используют аморфные сплавы на основе кобальта с близкой к нулю магнитострикцией, которые обладают великолепными гистерезисными магнитными свойствами в малых полях. Проявляется всё более четкая тенденция к производству готовых стандартных сердечников. В частности, количество выпускаемых малогабаритных импульсных трансформаторов исчисляется десятками миллионов в год.

Получаемая в результате сверхбыстрой закалки из расплава аморфная фаза является не только метастабильной по отношению к кристаллическому состоянию, но она является неравновесной. В состояние равновесия аморфная фаза может быть переведена путем отжига, проводимого, естественно, ниже температуры кристаллизации. Переход (релаксация) аморфной фазы в состояние, в той или иной степени близкое к равновесию, осуществляется через ряд превращений. Протекание процессов структурной релаксации сопровождается изменением всех физико-механических свойств аморфных сплавов. В случае же ферромагнитных сплавов в наибольшей степени изменяются гистерезисные магнитные свойства, то есть свойства, во многом определяющие практическую ценность данного класса материалов.

Ряд внутренне присущих аморфным сплавам недостатков сдерживает более широкое их применение в современной технике. Основные из них: температурно-временная нестабильность магнитных свойств, склонность к охрупчиванию, сильная зависимость магнитных свойств от условий аморфизации и термической обработки. Аморфные сплавы могут в результате термической обработки в широких пределах изменять свои магнитные свойства как в сторону их улучшения, так и ухудшения. Поэтому выявление и физическое обоснование тех режимов термической обработки, которые обеспечивают максимально достижимый их оптимальный уровень, представляется актуальной задачей.

Несмотря на весьма большое количество работ, посвященных формированию гистерезисных магнитных свойств в аморфных сплавах разных классов, ряд вопросов остается ещё открытым. Это, в первую очередь, относится к аморфным сплавам на основе кобальта с аномально низкой магнитострикцией насыщения ($\lambda_s \leq 10^{-7}$). Вопросы, относящиеся к указанным выше сплавам, представляют не только научно-познавательный, но и практический интерес.

Цель и задачи исследования. Цель диссертационной работы заключается в выяснении вопроса о том, какие особенности могут быть присущи аморфным сплавам на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s < 10^{-7}$) при формировании в них магнитных свойств в процессе отжига и какие особенности механического поведения характерны для этих аморфных сплавов.

Для достижения поставленной цели на основе изучения модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s < 10^{-7}$) решались следующие частные задачи:

1. Выявление роли стабилизации границ доменов вследствие направленного упорядочения и роли кластеринга, фиксируемого методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, в формировании гистерезисных магнитных свойств (ГМС) в процессе изохронного отжига.
2. Выявление закономерностей влияния этих факторов на интенсивность магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена.
3. Выявление роли кластеринга, обусловленного изотропным композиционным ближним упорядочением, на ГМС.
4. Изучение закономерностей формирования ГМС при термомагнитной обработке.
5. Выявление закономерностей влияния изгибных напряжений на динамические магнитные свойства (коэрцитивную силу H_c и проницаемость μ) в зависимости от частоты магнитного поля.
6. Изучение закономерностей, связанных с обнаруженным в данной работе явлением обратимости остаточных изгибных напряжений в лентах, свободных от внешних напряжений.
7. Выявление закономерностей влияния величины исходных изгибных напряжений на их релаксацию в процессе отжига аморфных сплавов разных классов.
8. Выявление закономерностей охрупчивания и определение условий оптимизации при отжиге магнитных свойств в отсутствие вязко-хрупкого перехода.
9. Изучение влияния скорости закалки и температуры разлива на магнитные свойства и качество поверхности аморфных лент сплава с очень низкой магнитострикцией.

Научная новизна.

- Показано, что характер зависимости гистерезисных магнитных свойств от температуры изохронного отжига в изученном модельном сплаве определяется следующими процессами структурной релаксации:
 - гомогенизацией аморфной фазы (необратимый процесс) вследствие уменьшения локальных флуктуаций плотности, создающих пиннинг границ доменов (ГД);
 - стабилизацией ГД при температурах отжига ниже точки Кюри ($T_c=260^\circ\text{C}$) вследствие развития при этих температурах направленного упорядочения (обратимый процесс);
 - образованием локальных структурно-композиционных неоднородностей (кластеров).
- Впервые изучены закономерности влияния процессов структурной релаксации на характеристики магнитных шумов (МШ), обусловленных скачками Баркгаузена в сплаве на основе кобальта. Показано, что для изученного модельного сплава характерна относительно вы-

сокая пространственная однородность МШ. Установлены режимы отжига, при которых формируются весьма удовлетворительные ГМС в сочетании с низкими МШ.

- Получено экспериментальное доказательство того, что изотропный композиционный ближний порядок, являясь термически обратимым эффектом, вносит свой вклад в формирование ГМС.

- Выявлены закономерности влияния напряжений изгиба на динамические ГМС (H_c , μ), измеренные при частотах магнитного поля f от 0,1 до 20 кГц. Установлено, что при низких частотах ($f < 1$ кГц) динамическая коэрцитивная сила не зависит от величины изгибных напряжений, а проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ), напротив, не зависит от этих напряжений при высоких частотах магнитного поля и зависит от них при низких. В случае образцов охлажденных после высокотемпературного отжига (390 °С) в воде, обнаружен аномальный эффект, а именно, *увеличение* проницаемости с *увеличением* изгибных напряжений.

- Изучены закономерности влияния термомагнитной обработки в поперечном поле ($\text{TMO}_{\perp}$) на проницаемость изученного модельного сплава. Обнаружено, что проницаемость μ_4 ($H = 4$ мЭ, $f = 1$ кГц), как функция температуры отжига или времени выдержки, описывается кривой с максимумом, который наблюдается при коэффициенте $K_{\text{Лт}}$ в районе $0,2 \leq K_{\text{Лт}} \leq 0,4$, что отвечает теоретическим предсказаниям.

- Обнаружено явление обратимости остаточных изгибных напряжений, проявляющееся в том, что в процессе отжига свободные от внешних изгибных напряжений аморфные ленты подвергаются полному или частичному выпрямлению.

- Показано, что уровень исходных изгибных напряжений может оказывать весьма сильное влияние на развитие их релаксации в процессе отжига. Это, в частности, относится к модельному сплаву $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ и к сплаву на основе железа $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_8\text{B}_{13}$.

- Установлено, что в изученном модельном сплаве при варьировании времени выдержки от 5 до 600 мин температура вязко-хрупкого перехода (температура охрупчивания T_p) уменьшается (от 335 °С до 275 °С). Показано, что охрупчивание при температурах отжига выше и ниже 300 °С описывается разными кинетическими параметрами.

- Изучено влияние условий спиннингования (скорости заковки и температуры разлива T_p) на магнитные свойства и качество поверхности аморфных лент сплава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s < 10^{-7}$). Показано, что варьирование скорости заковки и температуры разлива в изученных пределах практически не отражается на величине ГМС и величине временного спада проницаемости. В то же время параметры спиннингования существенно влияют на качество контактной поверхности лент.

Практическая значимость.

- Сформулированы принципы выбора режимов термической обработки, обеспечивающих оптимальные ГМС в изученном модельном сплаве, а также указаны их конкретные параметры.

- Показано, что изученный модельный сплав обладает сравнительно низким уровнем магнитных шумов МШ. Установлена принципиальная возможность создавать путем подбора соответствующих режимов термической обработки состояний, которым отвечают весьма удовлетворительные ГМС в сочетании с низкими МШ. Приведены конкретные режимы таких термических обработок для модельного сплава.

- Обнаружены закономерности влияния величины изгибных напряжений на динамические ГМС в широком диапазоне частот внешнего магнитного поля.

- Получены данные по влиянию времени выдержки при отжиге на развитие процесса

охрупчивания. На основе этих данных установлены режимы отжига, обеспечивающие получение оптимальных ГМС без перевода сплава в хрупкое состояние.

- Полученные в работе данные по влиянию режимов спиннингования на качество поверхности и магнитные свойства аморфных лент сплава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ с очень низкой магнитострикцией создают условия для уточнения технологии спиннингования.

Апробация работы.

Результаты работы доложены на:

19-м Международном симпозиуме по метастабильным, аморфным и наноструктурированным материалам (ISMANAM 2012), 18 – 22 июня 2012 г., НИТУ «МИСиС», г. Москва;

XI Международной научной конференции «Физические явления в твердых телах», 3 – 6 декабря 2013 г., НТУ «ХПИ», г. Харьков;

Шестой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», 26 – 28 мая 2015 г., НИТУ «МИСиС», г. Москва;

V Российско-Японском научно-техническом семинаре «Современные методы анализа структуры материалов и их применение в материаловедении», 8 октября 2015 г., НИТУ «МИСиС», г. Москва.

Структура и объем работы.

Диссертационная работа изложена на 202 страницах машинописного текста, включая 65 рисунков и 4 таблиц. Рукопись состоит из введения, обзора литературы, методической части, результатов экспериментов и их обсуждения, выводов, списка литературы, состоящего из 173 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность проведенных исследований и дана общая характеристика диссертационной работы.

В первой главе приведен обзор и анализ литературных данных по теме диссертации. Изложены современные представления о структуре аморфных сплавов (АС). Приводятся виды магнитной анизотропии, возникающие в результате закалки из жидкого состояния, либо индуцированные различными видами термообработок. Обсуждаются релаксационные процессы, протекающие при нагреве аморфных сплавов, и факторы, определяющие уровень их гистерезисных магнитных свойств.

Во второй главе приведены характеристики материалов исследования. Здесь же дается описание методик: измерения гистерезисных магнитных свойств и магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена; определения магнитострикции насыщения; термического анализа; измерения малоуглового рассеяния рентгеновских лучей; измерения изгибных напряжений; определения параметра пластичности. Релаксацию изгибных напряжений рассчитывали по параметру

$$\gamma = 1 - R_0 R_{T,t}^{-1},$$

где R_0 – радиус кварцевой оправки, на которую навивали и жестко закрепляли один виток аморфной ленты, $R_{T,t}$ – остаточный радиус кривизны снятой с оправки ленты после ее отжига при температуре T в течение времени t . Степень релаксации оценивали как $(1 - \gamma)$.

Деформацию разрушения аморфные ленты при изгибе определяли как

$$\varepsilon_f = h(D - h)^{-1},$$

где h – толщина ленты, D – расстояние между сжимающими поверхностями в момент разрушения («абсолютная» пластичность наблюдается при плотном прилегании изогнутой ленты, когда $D=2h$, а $\varepsilon_f = 1$).

В работе исследовались свойства модельного аморфного сплава на основе кобальта состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ (условно сплав А) и сплавов на основе кобальта составов $\text{Co}_{80}\text{Mo}_{10}\text{Zr}_{10}$ (сплав Б) и $\text{Co}_{80}\text{Ni}_2\text{Mo}_8\text{Zr}_{10}$ (сплав В), обладающих в свежезакаленном (исходном) состоянии очень низкой магнитострикцией насыщения λ_s . Были изучены также свойства аморфных сплавов на основе железа составов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{C}_2$ (сплав Г), $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$ (сплав Д) и $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_8\text{B}_{13}$ (сплав Е) с относительно высокой магнитострикцией насыщения ($\lambda_s = 25 \dots 35 \cdot 10^{-6}$). Сплавы на основе железа изучались с той целью, чтобы оттенить, подчеркнуть своеобразие в поведении модельного аморфного сплава А с очень низкой магнитострикцией. Также изучался сплав состава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$, у которого, как и у сплава А, очень низкая магнитострикция ($\lambda_s < 10^{-7}$).

В третьей главе представлены результаты экспериментов и их обсуждение.

Раздел 1. Процессы структурной релаксации в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ и их влияние на магнитные свойства и характеристики магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена.

Целью экспериментов, выполненных в данном разделе, является выяснение вопроса о том, как стабилизация ГД вследствие направленного упорядочения и кластеринг, фиксируемый методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (SAXS-метод), влияют на гистерезисные магнитные свойства модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$. В данном разделе диссертации рассмотрено также влияние этих факторов на интенсивность магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена, и вид функции распределения этих скачков.

Гистерезисные магнитные свойства

Эволюцию гистерезисных магнитных свойств тороидальных образцов при изохронном отжиге иллюстрирует рис. 1. Характер кривых зависимости ГМС от температуры изохронного отжига, проводимого ниже точки Кюри (260°C), однозначно свидетельствует о развитии при этих температурах процесса стабилизации ГД вследствие направленного упорядочения: наблюдается эффект температурного провала проницаемости (ТПП); коэрцитивная сила образует ярко выраженный максимум на кривых зависимости H_c от температуры отжига T_a . Как видно из рис. 2 наблюдается также эффект термической обратимости изменения магнитных свойств (приведены данные для H_c): после предварительного отжига ($T_a > T_c$) с последующим быстрым охлаждением вновь происходит формирование максимума функции $H_c(T_a)$ при повторном изохронном отжиге.

Высокое значение коэффициента прямоугольности петли гистерезиса $K_H = B_r/B_s$ ($\sim 0,9$) в тороидальных образцах свидетельствует о том, что в изученном сплаве выполняется условие $K_\sigma < K_N$ (K_σ – константа энергии магнитоупругой анизотропии, K_N – константа размагничивающего фактора). Это обстоятельство, в свою очередь, приводит к формированию продольной пластинчатой доменной структуры, которой отвечает малая удельная площадь ГД (S-фактор) и соответственно относительно низкие для высококобальтовых сплавов значения проницаемости. Резкое уменьшение коэффициента K_H при $T_a > 120^\circ\text{C}$ (см. рис. 1), обусловлено диспергированием доменной структуры из-за роста магнитострикции (см. рис. 1). При этом возникает условие $K_\sigma > K_N$.

При температурах отжига, превышающих точку Кюри (260°C), как видно из рис. 1, возникает деградация ГМС по отношению к тому их уровню, который можно было бы ожидать, если бы в изученном сплаве происходила только гомогенизация аморфной фазы (показано

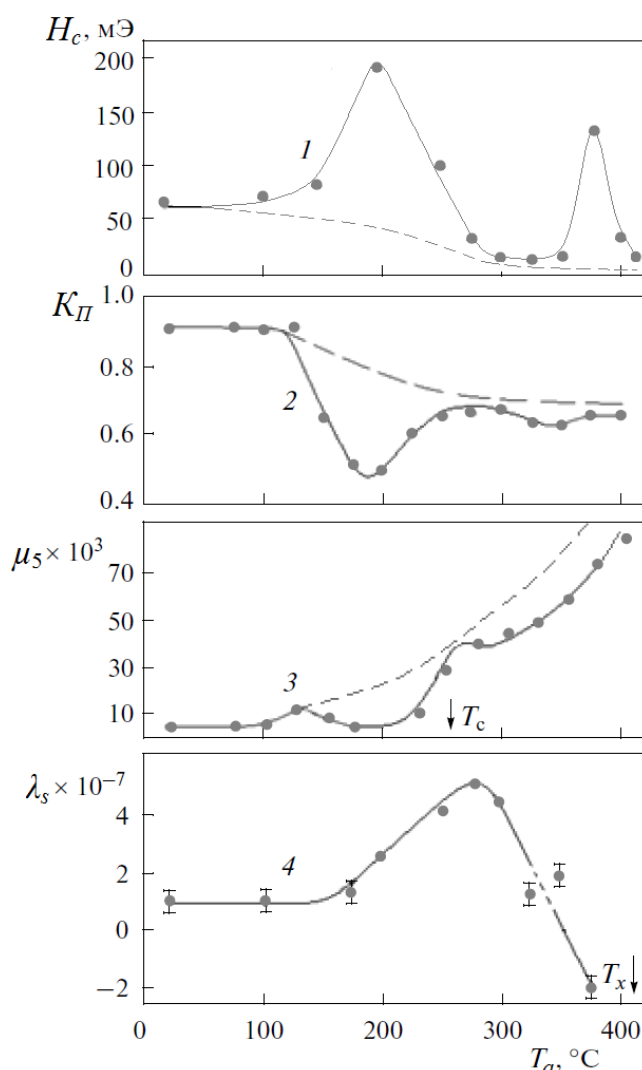
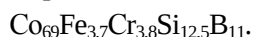


Рис. 1 – Влияние температуры отжига T_a (0,5 ч) на магнитные свойства (H_c , μ_5 , $K_{П}$, λ_s) исходных торoidalных образцов модельного сплава



поставления характеристик магнитных шумов с развитием тех или иных процессов структурной релаксации во время отжига. В изученном модельном сплаве наблюдается весьма высокая пространственная однородность магнитных шумов по сравнению с таковой в аморфных сплавах на основе железа с $\lambda_s \sim 35 \cdot 10^{-6}$. Изменение количества скачков Баркгаузена (СБ) по длине ленты в изученном сплаве не превышает 10%. В сплавах на основе железа уровень магнитных шумов может изменяться в 2 и более раз. Установлено, что стабилизация ГД вследствие направленного упорядочения (при $T_a < T_c$) приводит к существенному уменьшению как малых, так и больших скачков Баркгаузена (участок температуры отжига А, рис. 4), но одновременно обуславливает деградацию ГМС (см. рис. 1). Процессы кластеринга также вызывают не только де-

пунктирной кривой). Наблюдаемые при $T_a > T_c$ закономерности вызваны процессами кластеринга, о чём свидетельствуют данные, полученные методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (МУР) (рис. 3). На этом рисунке $J(0)$ – интерполированное на нулевое значение дифракционного вектора рассеяния K кривой зависимости $\ln J$ от K , построенной по формуле Гинье. Параметр $J(0)$ отражает изменение количества кластеров в облучаемом объеме. Видно, что развитие кластеризации до температуры отжига 250 °С отсутствует. Интенсивность МУР достигает апогея при температуре отжига в районе 375 °С, а затем (при $T_a > 375$ °С) происходит его резкое уменьшение. Последняя закономерность интерпретируется как эффект растворения (по крайней мере – частичного) кластеров второго типа.

Зависимость характеристик магнитных шумов от температуры изохронного отжига

Проведенный выше анализ характера кривых зависимости ГМС от температуры изохронного отжига дает возможность со-

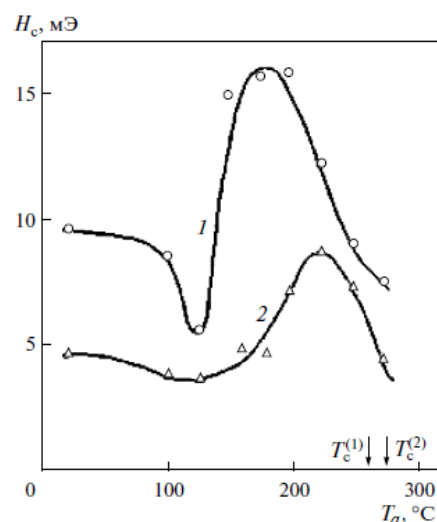


Рис. 2 – Влияние температуры изохронного отжига T_a (0,5) на коэрцитивную силу исходных торoidalных образцов (1) и образцов, прошедших предварительный отжиг при 390 °С (2). Охлаждение – в воде. $T_c^{(1)}$ и $T_c^{(2)}$ соответственно точки Кюри для исходных и отожженных образцов.

градацию магнитных свойств, но и существенно влияют на уровень магнитных шумов (участок Б и В, рис. 4). Определены интервалы температур отжига, которым отвечают вполне удовлетво-

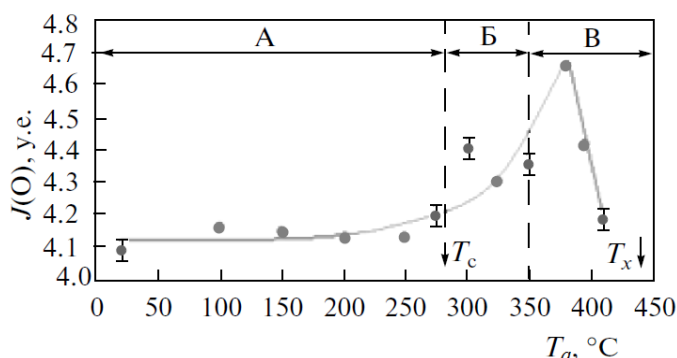


Рис. 3 – Влияние температуры отжига T_a (0,5 ч) на интенсивность $J(0)$ малоуглового рассеяния рентгеновских лучей образцов модельного сплава

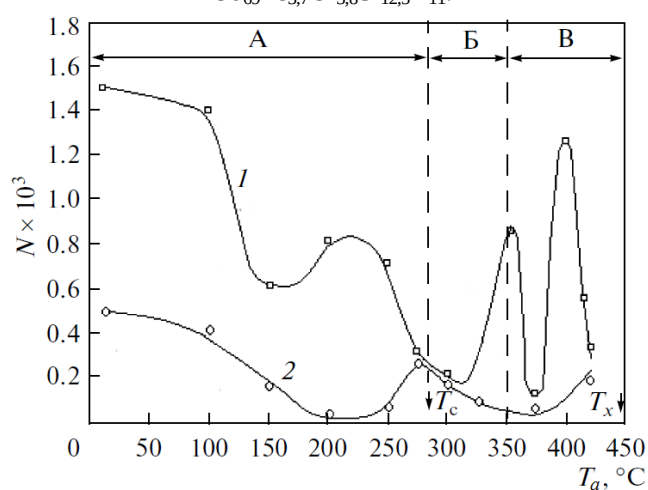
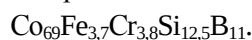
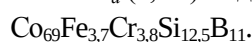


Рис. 4 – Зависимость числа малых (кривая 1) и больших (кривая 2) скачков Баркгаузена от температуры изохронного отжига T_a (0,5 ч) модельного сплава



процессов кластеризации различной природы: $H_c(cl1)$, $H_c(cl2)$, $H_c(cl3)$. Все виды кластеров вызывают пиннинг ГД и соответственно деградацию гистерезисных магнитных свойств по отношению к их уровню в отсутствие процессов кластеризации. Составляющую $H_c(cl1)$ сопоставляют с влиянием на подвижность ГД кластеров, образующихся вследствие развития в центрах релаксации направленного упорядочения (Кронмюллер). С помощью метода МУР в аморфных сплавах фиксируются атомные неоднородности размером порядка 100 Å, которые вносят свой вклад в формирование величины $H_c(tot)$. Эту составляющую мы обозначили как $H_c(cl2)$. Кластеризация третьего типа, с которой сопоставлена составляющая $H_c(cl3)$, может быть связана с развитием изотропного по своей природе композиционного ближнего порядка (КБП).

В соответствии с моделью, предложенной Эгами, при низких температурах отжига равновесные значения свойств не достигаются из-за малой подвижности атомов, но с наращиванием температуры отжига данное физическое свойство P будет возрастать, стремясь к своему равновесному значению P_0 (Эгами рассматривал поведение точки Кюри). Достигнув его при температуре T_m , свойство P_0 начинает уменьшаться, так что функция $P(T_a)$ приобретает вид кривой с максимумом. Именно такой вид имеет функция $\lambda_s(T_a)$, приведенная на рис. 1. Можно предположить, что кривая зависимости равновесных значений свойств P_0 от температуры от-

рительные гистерезисные магнитные свойства при одновременном относительно низком уровне магнитных шумов. Первый из них располагается в районе 275-325 °С, второй – при 400-425 °С. Такая ситуация складывается в результате того, что в сплаве достигается некая оптимальная концентрация кластеров, при которой они в заметной степени не влияют на подвижность ГД, но в то же время уменьшают число скачков Баркгаузена.

Раздел 2. Экспериментальное доказательство влияния изотропного композиционного ближнего упорядочения на гистерезисные магнитные свойства модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$.

Степень выраженности магнитной жесткости аморфных магнитно-мягких сплавов удобно описывать на языке коэрцитивности, придавая в зависимости от природы источника задержки границы домена соответствующий индекс. В общем случае в величину экспериментально измеряемой («тотальной») коэрцитивной силы $H_c(tot)$ потенциально могут вносить вклад следующие ее составляющие, связанные с развитием в аморфных сплавах

жиги T_a отражает зависимость равновесного параметра изотропного композиционного ближнего порядка η_0 от температуры отжига T_a , например параметра Уоррена-Каули. Тогда рост физического свойства P до температуры отжига T_m следует связывать с развитием КБП и выходом параметра η на его равновесное значение η_0 . Уменьшение равновесного параметра η_0 при $T_a > T_m$ есть вследствие действия энтропийного фактора.

Переходя на язык коэрцитивности, следует ожидать деградации ГМС до температуры отжига T_m в результате увеличения количества центров пиннинга ГД (кластеров третьего типа), а при $T_a > T_m$ – улучшения этих свойств вследствие уменьшения их количества. В дальнейшем, для удобства, модель Эгами равновесных значений свойств, будем обозначать как РЗС-модель.

Прямое экспериментальное доказательство влияния кластеринга третьего типа на ГМС отсутствует. Процессы кластеризации второго и третьего типа протекают в перекрывающихся интервалах температур отжига, поэтому разделить их влияние на деградацию ГМС до сих пор не удавалось.

Данный раздел диссертации посвящен выяснению вопроса о возможности влияния кластеринга, обусловленного изотропным композиционным ближним упорядочением, на ГМС модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$.

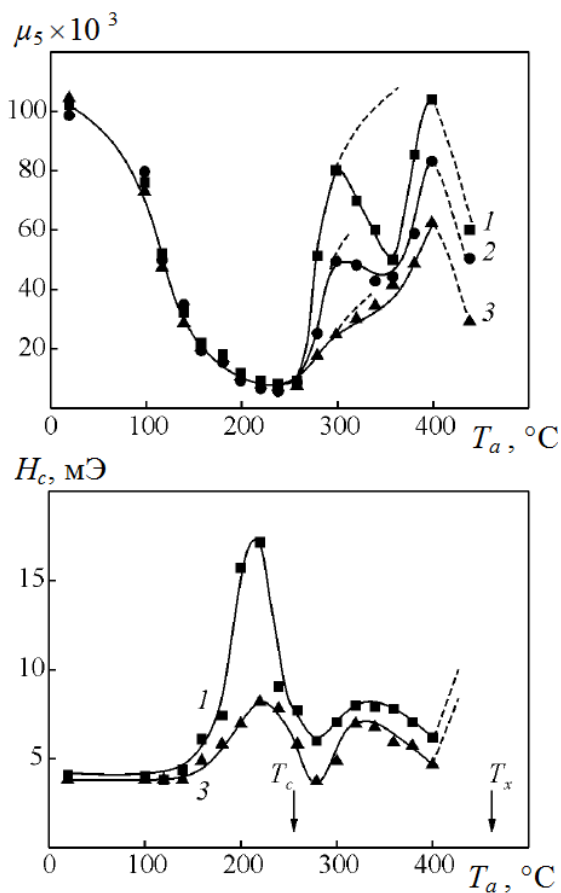
Свойства свежезакаленных образцов

Свойства свежезакаленных образцов

Данные о влиянии температуры изохронного отжига T_a на ГМС свежезакаленного модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ уже были приведены на рис. 1. Поэтому только обозначим основные эффекты, проявляющихся в этих экспериментах. Во-первых, деградация проницаемости μ_5 ($H = 5$ мЭ, $f = 1$ кГц) и коэрцитивной силы H_c при температурах отжига T_a , лежащих ниже точки Кюри, однозначно обусловлено стабилизацией ГД вследствие развития направленного упорядочения. Во-вторых, при $T_a > T_c$ деградация ГМС (μ_5 и H_c) обусловлена усилением пиннинга ГД из-за развития процессов кластеризации. Об этом убедительно свидетельствуют данные по малоугловому рассеянию рентгеновских лучей (см. рис. 3). Ясно, что по данным, приведенным на рис. 1, решить вопрос о влиянии кластеринга третьего типа на ГМС модельного сплава нельзя.

Свойства образцов, прошедших предварительный высокотемпературный отжиг

Данные, полученные на предварительно отожженных при температуре 390°C (0,5 ч) образцах, приведены на рис. 5. С точки зрения поставленной в работе задачи наибольший интерес представляет ярко проявляющаяся термическая обратимость процесса кластеризации – на кривых зависимости проницаемости от температуры повторного изохронного отжига (при $T_a > T_c$) наблюдается температурный провал этого магнитного свой-



• (кривая 1) – охлаждение в воде; ■ (кривая 2) – на воздухе; ▲ (кривая 3) – с печью. Предварительный отжиг проводили при температуре 390°C с последующим охлаждением в воде.

Рис. 5 – Влияние температуры изохронного отжига и скорости последующего охлаждения на магнитные свойства предварительно отожженных образцов модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$.

ства. Вид кривых зависимости H_c от T_a также свидетельствуют о существовании эффекта термической обратимости – на этих кривых явно проявляется высокотемпературный максимум (максимум при $T_a > T_c$). Поскольку только кластеринг третьего типа обладает свойством термической обратимости, то есть все основания считать, что в изученном сплаве составляющая $H_c(c13)$ в явном виде оказывает влияние на ГМС.

Заслуживает внимания сопоставление значений проницаемости исходных образцов и образцов, прошедших высокотемпературный отжиг. В исходном состоянии μ_5 составляет около 1 500, а после отжига при 390°C (0,5 ч) с последующим охлаждением в воде может достигать 110 000. Такой, почти на два порядка рост μ_5 отражает превалирующую роль составляющей $H_c(\sigma)$, связанной с гомогенизацией аморфной фазы вследствие уменьшения флуктуаций структурных неоднородностей, в формировании ГМС.

Основываясь на полученных результатах, можно сформулировать режим термической обработки, обеспечивающий оптимальные ГМС. Такой режим состоит в следующем: отжиг при температуре в районе 400°C; выдержка – в течение примерно 20 мин; охлаждение – в воде.

Раздел 3. Закономерности формирования гистерезисных магнитных свойств в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ при термомагнитной обработке в поперечном поле в сопоставлении с аморфным сплавом на основе железа состава $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$.

Отжиг в магнитном поле, или термомагнитная обработка (ТМО), является эффективным методом целенаправленного регулирования гистерезисных магнитных свойств. В результате ТМО возникает (индуцируется, наводится) макроскопическая одноосная магнитная анизотропия, ось легкого намагничивания (ОЛН) которой параллельна направлению приложенного при ТМО внешнего магнитного поля. В результате ТМО кардинально изменяется характер доменной структуры (ДС): после ТМО в продольном поле $H_{\parallel}$ (ТМО $_{\parallel}$) образуются широкие продольные полосовые домены, разделенные 180-градусными границами; после ТМО в поперечном поле $H_{\perp}$ (ТМО $_{\perp}$), лежащем в плоскости ленты, возникает соответственно полосовая поперечная пластинчатая доменная структура. В последнем случае намагничивание происходит путем обратимого вращения векторов I_s пластинчатых доменов поперечной ориентации.

После ТМО $_{\parallel}$ наблюдается существенный рост временной нестабильности начальной проницаемости при одновременном существенном уменьшении ее значения. Последнее обстоятельство обусловлено тем, что формирующаяся при ТМО $_{\parallel}$ продольная полосовая доменная структура обладает низкой удельной площадью границ доменов S (S -фактор). Большое преимущество ТМО $_{\perp}$ состоит и в том, что после этой обработки существенно уменьшается временная нестабильность начальной проницаемости, связанная со стабилизацией ГД вследствие направленного упорядочения.

Данный раздел диссертации посвящен выявлению закономерностей влияния термомагнитной обработки в поперечном магнитном поле на низкополевую проницаемость μ_4 ($H = 4$ мЭ, $f = 1$ кГц) в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ и сопоставлению этих закономерностей с закономерностями, присущими для сплава на основе железа состава $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$, обладающего высокой магнитострикцией ($\lambda_s \approx 35 \cdot 10^{-6}$).

Влияние температуры ТМО $_{\perp}$ на магнитные свойства свежезакаленных образцов модельного сплава

Экспериментальные данные по влиянию температуры изохронного отжига T_a в поперечном магнитном поле на такие ГМС, как μ_4 ($H = 4$ мЭ, $f = 1$ кГц) и K_H приведены на рис. 6. Видно, что в свежезакаленном состоянии тороидальные образцы этого сплава обладают очень вы-

соким коэффициентом K_{Π} (0,92). Это указывает на то, что в нем выполняется условие $K_N > K_{\sigma}$. Доменная структура (ДС) в этом случае определяет низкую величину проницаемости μ_4 ($\sim 1\,200$).

Крутой рост проницаемости μ_4 на участке I (до 125°C) обусловлен разрушением продольной пластинчатой ДС в исходных образцах и формированием ДС с высокой удельной площадью ГД (действие S-фактора). Уменьшение проницаемости μ_4 на участке II (от 125 до 200°C) вызывается тем, что $\text{TMO}_{\perp}$ индуцирует ОЛН, которая формирует пластинчатую ДС поперечного типа.

На участке III (от 200°C до точки Кюри, равной 260°C) в заметной степени начинают проявляться необратимые процессы структурной релаксации, приводящие к гомогенизации аморф-аморфной фазы (уменьшению в ней различного рода структурных дефектов).

Влияние $\text{TMO}_{\perp}$ на магнитные свойства образцов модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$, прошедших предварительный высокотемпературный отжиг

Наблюдающиеся особенности изменения ГМС в предварительно отожженных образцах под действием $\text{TMO}_{\perp}$ связаны только с перестройкой доменной структуры (с действием S-фактора), поскольку все процессы необратимой структурной релаксации завершились во время высокотемпературного предварительного отжига. С помощью $\text{TMO}_{\perp}$ предварительно отожженных образцов удастся увеличить проницаемость μ_4 до весьма высокого уровня: от 1200 в свежезакаленных образцах до 55 000 после оптимальной $\text{TMO}_{\perp}$. Почти 45-кратное увеличение проницаемости μ_4 достигается в два этапа: сначала μ_4 возрастает вследствие предварительного обычного отжига (от 1 200 до 34 000), а затем в результате $\text{TMO}_{\perp}$ этих образцов – от 34 000 до 55 000.

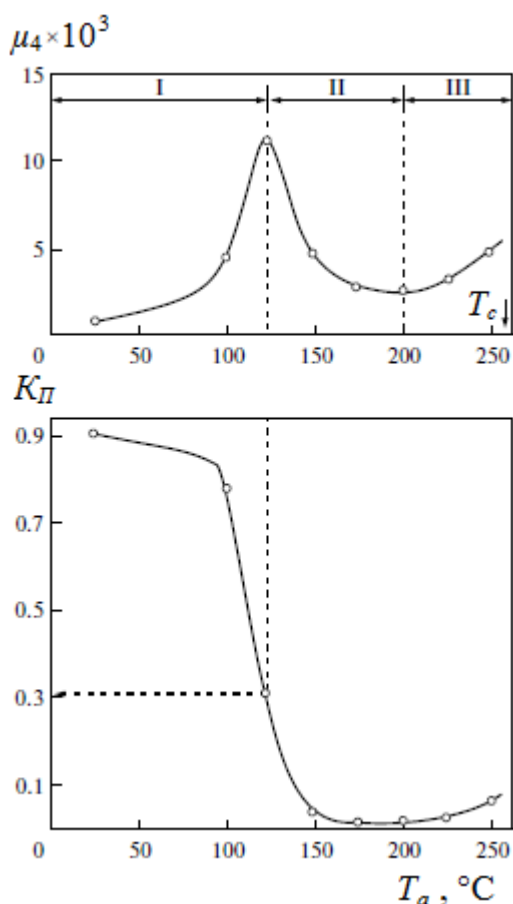


Рис. 6 – Влияние температуры изохронного отжига T_a (0,5 ч) в поперечном магнитном поле на гистерезисные магнитные свойства (ГМС) торoidalных образцов модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$, находящегося в свежезакаленном состоянии.

модельном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ при $\text{TMO}_{\perp}$, проводимой при температуре 125°C

Данные, приведенные на рис. 6 по этому вопросу, были получены при выдержке в процессе $\text{TMO}_{\perp}$ в течение получаса. Возникает вопрос, является ли такая выдержка оптимальной с точки зрения величины проницаемости μ_4 . С целью выяснения этого вопроса была изучена кинетика изменения проницаемости μ_4 и коэффициента K_{Π} при температуре $\text{TMO}_{\perp}$ 125°C , т.е. при температуре, отвечающей максимуму функции $\mu_4(T_a)$ (см. рис. 6). Установлено, что максимальное значение проницаемости μ_4 наблюдается при коэффициенте $K_{\Pi m}$, близком к 0,23, что укладывается в рамки предсказанных его значений теоретическим анализом. Проявление максимумов на функциях ($\mu_4(T_a)$ и $\mu_4(t_a)$) обусловлено предельной дисперсностью доменной структуры

при достижении коэффициентом K_{II} значения $K_{II_{\text{м}}}$. Видно, что максимальное значение μ_4 (около 15000) достигается не за время выдержки 0,5 ч, которое было произвольно выбрано при изучении влияния температуры ТМО $_{\perp}$ на ГМС, а за значительно более короткое время выдержки – около 5 мин. Этот результат представляет практический интерес с точки зрения формирования оптимальных магнитных свойств в малых полях в сплавах рассматриваемого класса.

Влияние температуры изохронного отжига на магнитные свойства свежезакаленных образцов аморфного сплава $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$

Изученный сплав на основе железа обладает магнитострикцией насыщения λ_s , равной $35 \cdot 10^{-6}$. Статическая проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ) с увеличением температуры отжига до 390°C ($T_x = 400^\circ\text{C}$) увеличилась примерно в 2,7 раза – от 370 до 1 000. Коэрцитивная сила H_c при этом уменьшилась в полтора раза – от 20 до примерно 12 А/м. Основным фактором, определяющим эти закономерности следует рассматривать развитие при отжиге необратимых процессов структурной релаксации (снятие внутренних напряжений, выход избыточного свободного объема), гомогенизирующих аморфную фазу.

Влияние температуры ТМО $_{\perp}$ на магнитные свойства свежезакаленных образцов аморфного сплава $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$

Сопоставление этих данных с результатами, полученными на модельном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ (см. рис. 6), наглядно демонстрирует роль величины магнитострикции в формировании закономерностей изменения ГМС под влиянием ТМО $_{\perp}$. В первую очередь отметим тот факт, что при одинаковых условиях ТМО $_{\perp}$ (время выдержки 0,5 ч) индуцирование поперечной ОЛН в сплаве на основе железа происходит значительно медленнее, чем в сплаве на основе кобальта: коэффициент K_{II} под влиянием ТМО $_{\perp}$ в модельном сплаве достигает очень низких значений ($\sim 0,02$), а в сплаве на основе железа он не опускается ниже 0,2. Таким образом, можно констатировать, что наблюдается «конкуренция» между константой одноосной магнитной анизотропии K_u и константой магнитоупругой анизотропии K_σ : чем больше константа K_σ , которая, в свою очередь, зависит от λ_s , тем труднее (при более высоких температурах) происходит наведение одноосной магнитной анизотропии вследствие направленного упорядочения.

Оптимальные режимы ТМО $_{\perp}$ для модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$

Эти режимы обеспечивают максимальное значение проницаемости μ_4 . В случае исходных образцов $\mu_4 = 15\,000$ после ТМО $_{\perp}$ при 125°C в течение примерно 5 мин (аморфные ленты остаются в вязком состоянии). В случае предварительно отожженных образцов $\mu_4 = 55\,000$ после ТМО $_{\perp}$ в районе 150°C в течение 0,5 ч (ленты находятся в хрупком состоянии).

Раздел 4. Особенности влияния изгибных напряжений на динамические магнитные свойства модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$.

В большинстве работ, посвящённых вопросу о влиянии изгибных напряжений (диаметра тороидальных образцов D) на гистерезисные магнитные свойства аморфных сплавов, результаты были получены или при измерении этих свойств в статическом режиме, или при одной частоте f переменного магнитного поля, или при фиксированной величине диаметра тороида.

В представленном разделе диссертации приводятся результаты исследования модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$, для которого опытные данные по влиянию изгибных напряжений на ГМС впервые получены, во-первых, в широком диапазоне частот внешнего магнитного поля (от 0,1 кГц до 20 кГц) и, во-вторых, не только на свежезакаленных (исходных)

образцах, но и на образцах, прошедших предварительный отжиг. В таком контексте, насколько нам известно, исследования ещё не проводились.

Поставленные эксперименты показали, что с увеличением частоты магнитного поля f , независимо от состояния образцов (исходное или отожженное), происходит деградация ГМС (H_c , μ). Однако характер зависимости этих свойств от диаметра тороида D зависит от частоты f внешнего магнитного поля (рис. 7). Для исходных образцов при низких частотах (НЧ) $f < 1$ кГц, динамическая коэрцитивная сила, подобно статической коэрцитивной силе ($f = 0$), практически не зависит от D . Однако, при высоких частотах (ВЧ) динамическая коэрцитивная сила уменьшается с ростом диаметра D . Проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ) исходных образцов ведет себя иначе: при ВЧ она, напротив, очень слабо зависит от D , а при НЧ – существенно возрастает с увеличением D . Коэффициент K_{II} при этом практически не зависит от диаметра D . Последнее означает, что изгибные напряжения не повлияли на характер доменной структуры и что они не изменили соотношение между константами K_σ и K_N , т.е. продолжает выполняться условие $K_\sigma < K_N$. В отожженных при температурах 125 °С и 175 °С ($T_a < T_c$), т.е. ниже точки Кюри (260 °С) наблюдаются закономерности частотного характера качественно подобные таковым в исходных образцах – H_c практически не зависит от D при НЧ, а μ_5 – при ВЧ.

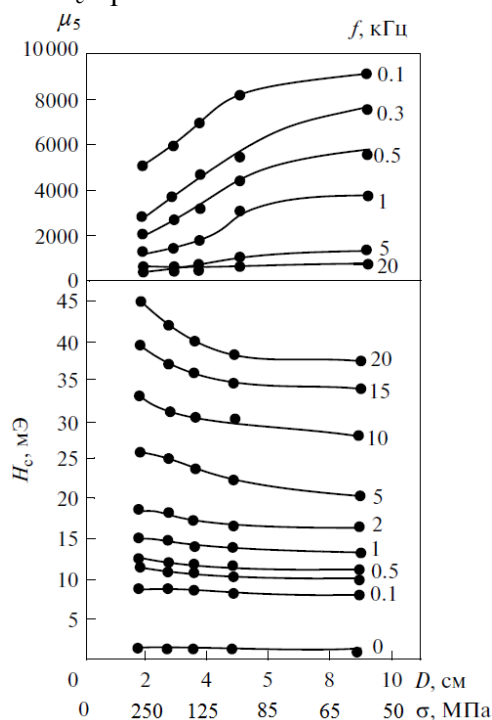


Рис. 7 – Зависимость коэрцитивной силы H_c и проницаемости μ_5 исходных тороидальных образцов модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ от частоты f магнитного поля (указана на рисунке) и диаметра тороида D .

После высокотемпературного отжига при 390 °С величина проницаемости сильно зависит от скорости охлаждения после отжига. Так, например, величина μ_5 в тороидах с $D=1,75$ см при частоте $f=0,1$ кГц составляет: 130 000, 75 000 и 20 000, соответственно после охлаждения в воде, на воздухе и с печью. При относительно медленном охлаждении (на воздухе или с печью) наблюдаются качественно те же закономерности, которые присущи исходным образцам.

Совсем другая, во многом парадоксальная картина, наблюдается в случае быстрого охлаждения после отжига при 390 °С. Во-первых, при всех применяемых в работе частотах наблюдается весьма отчетливо выраженная зависимость μ_5 от D . Во-вторых, μ_5 не уменьшается, как можно было ожидать, а возрастает с уменьшением D , т.е. с увеличением напряжений изгиба. Такое поведение проницаемости, естественно, не может быть описано в рамках классической модели перемagnetничивания (модели Кондорского – Керстена), основанной на механизме перемagnetничивания путем смещения жёстких ГД. Обнаруженные закономерности влияния диаметра

тороидальных образцов на динамические магнитные свойства обсуждены с позиций гипотезы о смене механизма перемagnetничивания при переходе от статических к динамическим измерениям, а именно, от перемagnetничивания путем смещения жёстких границ доменов к перемagnetничиванию путем смещения гибких границ доменов.

Установлено, что независимо от состояния (исходное или отожженное) в тороидальных образцах с наиболее малым диаметром ($D=1,75$ см) временной спад проницаемости (ВСП) выражен очень слабо (величина $\Delta\mu/\mu$ составляет не более 2%). При этом величина $\Delta\mu/\mu$ практически не зависит от температуры отжига. Другие закономерности присущи для тороидальных образцов с диаметром $D=4,8$ см и $8,9$ см. В этих образцах наблюдается зависимость ВСП от уровня изгибных напряжений: чем ниже эти напряжения (больше диаметр D), тем больше $\Delta\mu/\mu$. Так, если в исходных образцах с $D=1,75$ см $\Delta\mu/\mu \approx 2\%$, то в образцах с $D=8,9$ см $\Delta\mu/\mu$ достигает 20%. Эта закономерность отвечает теоретическим предсказаниям для лент аморфных сплавов с высокой прямоугольностью петли гистерезиса, какой и обладает изученный модельный сплав.

Раздел 5. Закономерности релаксации изгибных напряжений и явление обратимости остаточных изгибных напряжений в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ в сопоставлении с аморфным сплавом на основе железа состава $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$.

Напряженно-деформированные состояния разного типа возникают в аморфных сплавах в зависимости от уровня внешних напряжений и температуры. При низких температурах и относительно малых напряжениях аморфные сплавы находятся в чисто упругом состоянии (I) и их механическое поведение описывается законом Гука: $\sigma_0 = E \varepsilon_0$. При более высоких температурах, когда становятся возможными обратимые локальные термически активируемые атомные перегруппировки в присущих для аморфных сплавов центрах релаксации, напряженно-деформированное состояние становится неупругим (II). При еще более высоких температурах, приближающихся к температуре кристаллизации T_x (или температуре стеклования T_g), доминирующим становится необратимое вязкое течение, реализующееся в равномерно распределенной по образцу однородной деформации. Это состояние можно определить как упруго-вязкое состояние (III). Следует также выделить область напряжений и температур, в которой напряженно-деформированное состояние обладает признаками состояний II и III (смешанное состояние II+III).

Как известно, явление неупругости проявляется в том, что в результате приложения в момент времени t_1 упругого напряжения σ_0 мгновенно появляется гуковская деформации ε_0 , которая не остается постоянной во времени – она возрастает. В аморфных сплавах это происходит вследствие локальных атомных перестроек, которые обеспечивают минимизацию свободной энергии аморфной фазы в условиях действия на нее изгибных напряжений. Возникающую с течением времени добавочную к гуковской деформацию определяют как неупругую деформацию $\varepsilon_{ну}$, а сам процесс ее изменения с течением времени определяют как прямое упругое последствие. Если через некоторое время снять исходное напряжение σ_0 , то, естественно, гуковская упругая деформация ε_0 будет снята, но будет присутствовать остаточная деформация $\varepsilon_{ну}$, которая с течением времени уменьшается, стремясь к нулевому значению (явление обратного упруго последствия).

Цель данного раздела диссертации – на примере аморфных сплавов на основе железа и кобальта, предельно отличающихся своими свойствами, выявить характерные закономерности, присущие для обнаруженного при выполнении диссертационной работы явления обратимости остаточных изгибных напряжений.

Релаксационные закономерности в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$

Экспериментальные данные для свежезакаленных образцов сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ (сплава А) приведены на рис. 8. Кинетические кривые релаксации изгибных напряжений $\gamma(t_a)$ демонстрируют все характерные закономерности, которые присущи рассматриваемому явлению.

нию. Как видно из рис. 8, а, наблюдаются две стадии релаксации – быстрой и относительно медленной. Последняя из них в достаточно хорошем приближении описывается $\ln t_a$ -законом. «Критическая» температура отжига T_a , ниже которой релаксация изгибных напряжений не развивается составляет для сплава А около 200 °С при выдержке 30 мин. При достаточно длительных выдержках степень релаксации изгибных напряжений достигает квазипредельных значений γ_m , величина которых уменьшается с ростом температуры отжига. В предварительно отожженных образцах скорость релаксации изгибных напряжений значительно ниже, чем в исходных лентах, а начальная стадия быстрой релаксации в них вообще отсутствует.

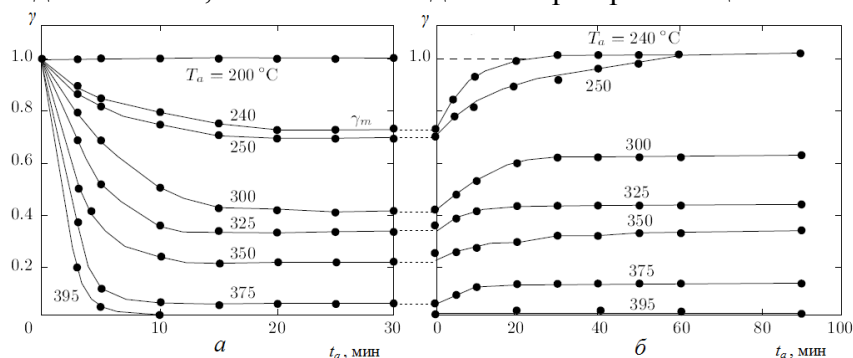


Рис. 8 – Кинетические кривые релаксации изгибных напряжений при разных температурах отжига T_a (указаны на рисунке) для исходных ленточных образцов модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3.7}\text{Cr}_{3.8}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{11}$ (а) и кинетические кривые релаксации остаточных изгибных напряжений в этих лентах, свободных от внешних напряжений (б).

частичное выпрямление лент. С повышением температуры отжига степень выпрямления лент уменьшается. При температуре отжига $T_a=395^\circ\text{C}$ выпрямление лент полностью отсутствует. До температуры отжига $T_a=250^\circ\text{C}$ модельный сплав А находится в неупругом напряженно-деформированном состоянии II, а релаксация исходных ИН развивается в условиях отсутствия в аморфной фазе необратимых структурных изменений. Именно поэтому после снятия внешних напряжений лента в процессе отжига при температурах 240°C и 250°C полностью выпрямляется, т. е. в этом случае в «чистом» виде наблюдается обратное упругое последствие. При более высоких температурах отжига ($T_a>250^\circ\text{C}$) эффект обратного упругого последствия также проявляется, но он становится «неполным» – лента в результате отжига в свободном состоянии полностью не выпрямляется (параметр γ не достигает единичного значения). Это обусловлено рядом причин:

- 1) при высоких температурах отжига в результате выхода избыточного свободного объема изменяется атомная структура аморфной фазы – она становится более плотноупакованной, так что вероятность перехода из достигнутого структурного состояния в исходное состояние уменьшается.
- 2) данные по малоугловому рассеянию рентгеновских лучей (см. рис. 3) указывают на то, что при температурах отжига, превышающих 250°C , отчетливо фиксируется развитие кластеринга – интенсивность малоуглового рассеяния возрастает.
- 3) при повышенных температурах отжига ($T_a>250^\circ\text{C}$) релаксация изгибных напряжений в той или иной степени осуществляется за счет необратимой деформации, вызванной вязким течением (область смешанного напряженно-деформированного состояния II+III).

В предварительно отожженных лентах, как и в исходных, наблюдается эффект обратимости остаточных изгибных напряжений. При температурах отжига $T_a=325^\circ\text{C}$ и 350°C происхо-

Данные о закономерностях обнаруженного явления обратимости остаточных изгибных напряжений (ИН) в модельном сплаве А демонстрируются на рис. 8, б. В процессе отжига лент сплава А в свободном состоянии происходит или полное, или частичное выпрямление лент. Полное их выпрямление происходит только при температурах отжига 240°C и 250°C , а при $T_a>250^\circ\text{C}$ наблюдается лишь

дит «полное» выпрямление аморфных лент ($\gamma = 1$), а при более высоких температурах отжига – только частичное. Таким образом, можно констатировать, что в предварительно отожженных лентах их полное выпрямление происходит при температурах отжига значительно более высоких, чем в свежезакаленных.

Релаксационные закономерности в сплаве $Fe_{57}Co_{31}Si_{2,9}B_{9,1}$

В сплаве $Fe_{57}Co_{31}Si_{2,9}B_{9,1}$ (сплав Д) наблюдаются качественно те же закономерности релаксации изгибных напряжений, которые присущи сплаву А. Однако интенсивность релаксационных процессов в сплавах А и Д существенно отличается. При отжиге лент сплава Д, когда они находятся в свободном состоянии, происходит или полное (при $T_a = 90^\circ\text{C}$ и 100°C), или частичное (при $T_a > 100^\circ\text{C}$) их выпрямление. Видно, что полное выпрямление лент в сплаве Д происходит при температурах отжига значительно более низких, чем в сплаве А. Эта закономерность трактуется как следствие различной диффузионной подвижности атомов в этих сплавах, что обосновывается измеренными значениями температуры кристаллизации.

Раздел 6. Закономерности влияния величины исходных изгибных напряжений на их релаксацию в процессе отжига аморфных магнитно-мягких сплавов разных классов.

Одним из методов изучения релаксационных процессов при отжиге аморфных сплавов является метод, предложенный Люборским, основанный на изучении релаксации изгибных напряжений, искусственно создаваемых путем навивки ленты и её жесткой фиксации на оправке определённого радиуса R_0 .

Можно предположить, что информация о закономерностях релаксации изгибных напряжений дает основание судить также о закономерностях релаксации закалочных напряжений, от которых во многом зависят гистерезисные магнитные свойства аморфных сплавов. Если такое предположение справедливо, то это создает условия для физической интерпретации влияния режимов термической обработки на гистерезисные магнитные свойства АС. Но это одна сторона вопроса. Магнитно-мягкие АС широко используют в современной технике в виде витых сердечников, при изготовлении которых в ленте возникают изгибные напряжения, приводящие к деградации магнитных свойств. Поэтому изучение закономерностей релаксации этих напряжений при отжиге АС имеет и практическое значение. В ранее выполненных работах не указывалось исходное значение изгибного напряжения. Очевидно, при этом предполагалось, что закономерности релаксации изгибных напряжений в процессе отжига не зависят от уровня исходных напряжений (от радиуса оправки R_0).

Целью экспериментов, выполненных в данном разделе диссертации, является выяснение вопроса о том, как влияет (и влияет ли вообще) исходный уровень изгибных напряжений на закономерности их релаксации во время отжига в АС разных классов. Насколько нам известно, работы с такой целевой направленностью до сих пор не проводились.

Сплавы на основе железа с высокой магнитострикцией ($\lambda_s \geq 25 \cdot 10^{-6}$)

Сплав $Fe_{81}Si_4B_{13}C_2$ (сплав Г). Основной вывод, который следует из экспериментальных результатов, состоит в том, что величина исходных изгибных напряжений σ_m в выбранных условиях отжига (время выдержки 0,5 ч) не влияет на степень релаксации этих напряжений.

В сплаве $Fe_{57}Co_{31}Si_{2,9}B_{9,1}$ (сплав Д), содержащем в качестве второго переходного элемента кобальт, как и в сплаве Г, величина исходных изгибных напряжений в диапазоне их вариаций (от $\sigma_m = 57$ МПа до $\sigma_m = 260$ МПа) не влияет на степень их релаксации в процессе отжига.

В сплаве $Fe_{78}Ni_1Si_8B_{13}$ (сплав Е), т.е. в сплаве на основе железа, содержащем в качестве второго переходного элемента никель, степень релаксации изгибных напряжений весьма сильно зависит от уровня исходных напряжений: чем выше исходные изгибные напряжения σ_m , тем

больше степень их релаксации при отжиге. Температура T_σ , выше которой удастся зафиксировать начальные стадии релаксации изгибных напряжений, также зависит от исходных их значений: чем выше исходные изгибные напряжения, тем «критическая» температура отжига T_σ ниже.

Модельный сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ (сплав А)

Эксперименты показывают, что в этом сплаве уровень исходных изгибных напряжений оказывает весьма сильное влияние на развитие релаксационных процессов (рис. 9). Как и в сплаве Е, в сплаве А с увеличением исходных изгибных напряжений σ_m наблюдается рост степени их релаксации в процессе отжига и уменьшение «критической» температуры отжига T_σ . Для обоих сплавов как А, так и Е, характерно то, что сильно выраженное влияние исходных изгибных напряжений σ_m на их релаксацию проявляется при значениях σ_m , превышающих примерно 80 МПа, т.е. при $D < 6$ см. Отметим и тот факт, что при высоких температурах отжига T_a ,

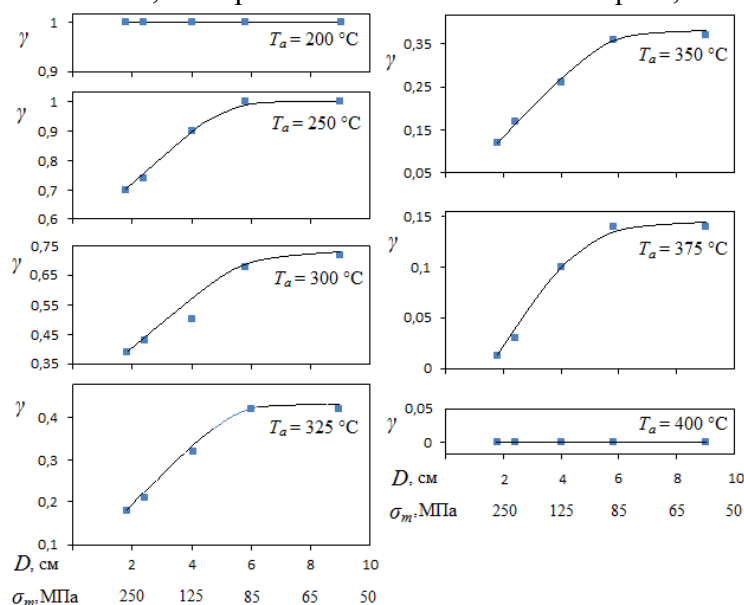


Рис. 9 – Влияние величины исходных изгибных напряжений σ_m (диаметра оправки D) на закономерности их релаксации при разных температурах изохронного отжига T_a в течение 0,5 ч в модельном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$.

полученные в ряде работ при изучении релаксации изгибных напряжений в сплавах на основе кобальта с близкой к нулю магнитострикцией, как значения этого параметра при заранее заданном значении исходного напряжения изгиба. Другими словами, энергия активации U , строго говоря, не является однофакторной характеристикой этих сплавов, ибо она определяется не только составом сплава, но и величиной исходных изгибных напряжений. Влияя на характер кинетических функций $\gamma(t_a)$, по которым рассчитывают энергию активации U , исходные изгибные напряжения тем самым воздействуют на величину этой энергии. Так, в сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ при $\sigma_m = 260$ МПа (диаметр оправки $D = 1,8$ см) энергия активации $U = 1,18$ эВ, а при $\sigma_m = 57$ МПа ($D = 9,0$ см) энергия $U = 0,57$ эВ. В случае же сплавов Г и Д на основе железа энергия активации U является однофакторной величиной, зависящей только от состава сплава, поэтому её можно рассматривать как характеристику этих аморфных материалов.

Безметаллоидные сплавы (БМ-сплавы) $\text{Co}_{80}\text{Mo}_{10}\text{Zr}_{10}$ и $\text{Co}_{80}\text{Mo}_8\text{Ni}_2\text{Zr}_{10}$ с близкой к нулю магнитострикцией

Данные по релаксации изгибных напряжений разного исходного уровня в зависимости от температуры отжига T_a в течение 0,5 ч позволяют заключить, что для этих БМ-сплавов, в отличие от «металлоидного» сплава А, характерно отсутствие эффекта влияния исходного уровня

близких к температуре начала кристаллизации T_x , а именно при $T_a = 400^\circ\text{C}$, эффект влияния исходных изгибных напряжений на их релаксацию исчезает.

В сплаве на основе кобальта (сплав А) обнаружено влияние исходного уровня изгибных напряжений (диаметра оправки D) не только на степень их релаксации во время отжига, но и на сам характер кинетических кривых $\gamma(t)$ – при высоких исходных изгибных напряжениях их релаксация протекает с большей скоростью и в более широком временном интервале.

Полученные экспериментальные данные дают основание рассматривать значения энергии активации U ,

изгибных напряжений при вариации этих напряжений от 57 до 260 МПа на развитие их релаксации.

Раздел 7. Закономерности охрупчивания и условия оптимизации магнитных свойств в модельном аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ в отсутствие вязко-хрупкого перехода.

После закалки из жидкого состояния, т.е. в исходном состоянии, аморфные сплавы, полученные методом спиннингования в виде ленты, как правило, обладают высокой пластичностью при деформации сжатием, волочением и изгибом. В последнем случае ленточные образцы не разрушаются, даже если изгиб довести до соприкосновения противоположных концов ленты. Такие свойства аморфных сплавов дали основание определить их как высокопластичные (вязкие) материалы. Высокая исходная пластичность многих технически важных аморфных сплавов, в первую очередь магнитно-мягких сплавов на основе Fe, Fe-Ni и Co, содержащих металлоиды, в результате отжига выше некоторой критической температуры T_f (температуры охрупчивания) катастрофически снижается – в них происходит вязко-хрупкий переход (охрупчивание). Поскольку охрупчивание связано с термически активируемыми изменениями в структуре аморфных сплавов, то можно ожидать, что температура T_f должна зависеть от времени выдержки при отжиге. Путем систематического изучения закономерностей охрупчивания и формирования магнитных свойств при отжиге, очевидно, можно выявить условия термической обработки, при которых уровень магнитных свойств будет приемлемым с точки зрения практики и при этом без потери аморфным сплавом вязкого состояния. Поэтому изучение закономерностей охрупчивания в аморфных сплавах представляет не только научно-познавательный, но и практический интерес. Данный раздел диссертации посвящен этому вопросу.

Закономерности охрупчивания

Анализ влияния времени выдержки при отжиге на развитие охрупчивания позволяет выявить следующие закономерности. С уменьшением времени выдержки t_a температура вязко-хрупкого перехода (температура охрупчивания) T_f существенно повышается: от 275°C до 335°C соответственно при выдержках 600 и 5 мин. Показано, что зависимость температуры охрупчивания T_f от времени выдержки можно описать с помощью уравнения Аррениуса. Расчеты энергии активации процесса охрупчивания U дают следующие значения кинетических параметров, связанных с процессом охрупчивания. При длительных выдержках, когда температура T_f лежит ниже 300°C, энергия активации $U_1 \approx 2,85$ эВ, временная постоянная $\tau'_0 = 7,3 \cdot 10^{-24}$ мин. При относительно коротких выдержках (5-60 мин), когда $T_f > 300^\circ\text{C}$, энергия активации $U_2 \approx 2,07$ эВ, временная постоянная $\tau''_0 = 5,7 \cdot 10^{-17}$ мин. Эта закономерность интерпретируется как результат того, что структурное состояние аморфной фазы при температурах отжига T_a , превышающих «критическую» температуру 300°C, существенно отличается от структуры аморфной фазы при $T_a < 300^\circ\text{C}$. Выше 300°C в аморфной фазе пониженная концентрация свободного объема, сильно выражен кластеринг (см. рис. 3), фиксируемый методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. При $T_a > 300^\circ\text{C}$ сильно выражен также процесс релаксации внутренних напряжений.

Характерной закономерностью для модельного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ является то, что в нем охрупчивание при всех выдержках в процессе отжига происходит в очень узком интервале температур отжига, который не превышает 5-6°C. Эти данные позволяют высказать предположение, что развитие охрупчивания в очень узком интервале температур вообще является характерной чертой для сплавов на основе кобальта с околонулевой магнитострикцией.

Оптимизация магнитных свойств при температурах отжига, лежащих ниже температуры охрупчивания

При выборе термической обработки, оптимизирующей ГМС в условиях отсутствия охрупчивания в изученном сплаве, очевидно, имеет смысл остановиться на данных по охрупчиванию, относящихся к отжигу в течение 30 мин. В этом случае температура охрупчивания T_f имеет значение около 310°C. Как видно из рис. 1, проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ, $f = 1$ кГц) в результате отжига при 300°C также в течение 30 мин достигает весьма высокого значения – в районе 45 000, увеличиваясь почти в 15 раз (в свежезакаленном состоянии $\mu_5 \approx 3$ 000). Но главное то, что этот высокий уровень μ_5 достигается без охрупчивания.

Данные для ГМС, приведенные на рис. 1, получены при выдержке 30 мин. Возникает вопрос, является ли эта выдержка оптимальной. С целью решения этого вопроса были проведены соответствующие эксперименты. Результаты показывают, что тридцатиминутная выдержка при температуре отжига 290°C не является оптимальной. Наиболее высокие значения проницаемости приобретаются после выдержки в течение 10 мин, а коэрцитивная сила принимает наименьшее значение после выдержки в течение 15 – 20 мин. На основе полученного в работе экспериментального материала предложен режим термической обработки для изученного модельного аморфного сплава, обеспечивающий весьма высокие значения проницаемости μ_5 (45 000), измеренной при частоте 1 кГц, без перевода сплава в хрупкое состояние. Этот режим состоит в следующем: отжиг при температурах 290-300°C; время выдержки 10 мин; охлаждение ускоренное. Последнее условие предотвращает стабилизацию границ доменов вследствие направленного упорядочения.

Раздел 8. Влияния условий спиннингования на магнитные свойства и качество поверхности аморфных лент сплава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ с очень низкой магнитострикцией.

При спиннинговании струи расплава на контактной («матовой») поверхности аморфных лент формируется микрорельеф в виде вытянутых вдоль оси ленты бороздок («газовые строчки», «воздушные карманы»), каверн, ямок. Поверхностные дефекты, являясь концентратами внутренних напряжений, негативно влияют на гистерезисные магнитные свойства аморфных лент.

Целью данного раздела диссертации является выявление закономерностей влияния скорости и температуры закалки (температуры разливки) на качество поверхности и ГМС аморфного сплава состава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$, обладающего очень низкой магнитострикцией ($|\lambda_s| < 10^{-7}$).

Влияние скорости закалки

В изученном интервале скоростей закалки (линейной скорости вращения диска V_d) наблюдается существенное улучшение качества контактной поверхности ленты – с увеличением скорости параметр $\Delta S/S_0$ значительно уменьшается (здесь ΔS – площадь занятая дефектами на участке S_0). Одновременно наблюдается утонение ленты (от 40 мкм до 20 мкм). Однако ГМС (коэрцитивная сила H_c , начальная проницаемость μ_a и коэффициент прямоугольности петли гистерезиса K_H) практически не зависят от скорости закалки. Скорость закалки также практически не влияет на величину временного спада начальной проницаемости $\Delta\mu/\mu$. Точка Кюри, как и ГМС, очень слабо зависит от скорости закалки. Можно лишь говорить о некоторой тенденции к её росту с увеличением скорости закалки (скорости вращения диска V_d).

Влияние температуры разливки

С увеличением температуры разливки T_p в изученном интервале её изменения (от 1250°C до 1680°C) качество контактной поверхности лент ухудшается (параметр $\Delta S/S_0$ растёт), хотя изменение величины $\Delta S/S_0$ в данном случае не очень велико – от 40 при $T_p \approx 1300^\circ\text{C}$ до 46, когда

температура $T_p=1680^\circ\text{C}$. Однако ГМС как исходных, так и образцов, прошедших отжиг при 400°C в течение одного часа, в заметной степени не изменяются. Очень слабо изменяются также и значения точки Кюри.

Таким образом показано, что возможны случаи, когда в аморфных сплавах на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией варьирование скорости закалки расплава или температуры его разливки T_p весьма слабо сказывается на уровне гистерезисных магнитных свойств, величине временного спада начальной проницаемости и точки Кюри. Это происходит одновременно с тем, что дефектность контактной поверхности аморфных лент зависит от указанных параметров спиннингования: с увеличением скорости закалки качество лент улучшается, а с ростом температуры разливки T_p – ухудшается. Обнаруженные закономерности интерпретируются в рамках модели о преобладающем влиянии в изученном сплаве «объемного» пиннинга границ доменов. «Поверхностный» пиннинг ГД, т.е. – пиннинг, который определяется напряжениями, порождаемыми поверхностными дефектами, выражен в сплаве относительно слабо.

ВЫВОДЫ

1. Показано, что выявленный характер зависимости гистерезисных магнитных свойств (ГМС) изученного модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ от температуры изохронного отжига определяется следующими процессами структурной релаксации:

гомогенизацией аморфной фазы (необратимый процесс) вследствие уменьшения локальных флуктуаций плотности, создающих пиннинг границ доменов (ГД);

стабилизацией ГД вследствие развития направленного упорядочения (обратимый процесс);

образованием локальных структурно-композиционных неоднородностей (кластеров), фиксируемых методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (необратимый процесс), и кластеров, образующихся вследствие развития изотропного композиционного ближнего порядка (обратимый процесс).

2. Определены закономерности влияния процессов структурной релаксации на характеристики магнитных шумов (МШ), обусловленных скачками Баркгаузена. Показано, что для изученного сплава характерна весьма высокая пространственная однородность и малая величина МШ. Установлены режимы отжига, при которых формируются весьма удовлетворительные ГМС в сочетании с относительно низкими МШ. Такая ситуация складывается в результате того, что в сплаве достигается некая оптимальная концентрация кластеров, при которой они в заметной степени не влияют на подвижность ГД, но в то же время уменьшают число скачков Баркгаузена.

3. Получено экспериментальное доказательство того, что изотропный композиционный ближний порядок вносит свой вклад в формировании ГМС в аморфных сплавах на основе кобальта.

4. Установлено, что проницаемости μ_4 ($H = 4$ мЭ, $f = 1$ кГц) модельного аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ как функция температуры отжига в поперечном магнитном поле ($\text{TMO}_\perp$) описывается кривой с максимумом. Этот максимум наблюдается при коэффициенте $K_{\text{ГМ}}$ в районе $0,2 \leq K_{\text{ГМ}} \leq 0,4$, что отвечает теоретическим предсказаниям. Выявлены режимы $\text{TMO}_\perp$ для свежезакаленных и предварительно отожженных образцов, обеспечивающие максимальные значения проницаемости.

Показано, что величина магнитострикции и точка Кюри аморфных сплавов существенно влияют на характер закономерностей формирования гистерезисных магнитных свойств при $\text{TMO}_\perp$.

5. Изучены закономерности влияния величины напряжений изгиба на динамические ГМС (H_c , μ), измеренные при частотах переменного магнитного поля f от 0,1 до 20 кГц. Показано, что

при низких частотах ($f < 1$ кГц) динамическая коэрцитивная сила не зависит от величины изгибных напряжений, а проницаемость μ_5 ($H = 5$ мЭ), напротив, не зависит от этих напряжений при высоких частотах магнитного поля и зависит от них при низких частотах. В случае образцов, охлажденных после высокотемпературного отжига (390°C) в воде, обнаружен аномальный эффект, а именно, *увеличение* проницаемости с *увеличением* изгибных напряжений.

6. Показано, что при высоких изгибных напряжениях (260 МПа) что величина временного спада проницаемости не зависит от диаметра тороида D и выражена очень слабо ($\Delta\mu/\mu = 2\%$). В этом случае величина $\Delta\mu/\mu$ практически не изменяется от температуры отжига вплоть до предкристаллизационных температур.

7. Изучено обнаруженное в данной работе явление обратимости остаточных изгибных напряжений, которое проявляется в том, что в процессе отжига свободные от внешних изгибных напряжений аморфные ленты подвергаются полному или частичному выпрямлению. Полное выпрямление аморфных лент связано с условием того, что они находятся в неупругом напряженно-деформированном состоянии. В случае предварительно отожженных образцов полное выпрямление лент происходит при температурах отжига более высоких, чем в свежезакаленных.

8. Выявлены закономерности релаксации изгибных напряжений в процессе отжига. В частности, показано, что предварительный отжиг аморфных лент, приводящий к гомогенизации аморфной фазы, весьма резко уменьшает скорость релаксации изгибных напряжений и повышает «критическую» температуру T_σ . Кроме того, такой отжиг подавляет начальную стадию быстрой релаксации.

9. Показано, что уровень *исходных* изгибных напряжений может оказывать весьма сильное влияние на развитие их релаксации в процессе отжига. Это относится как к аморфным сплавам на основе кобальта (модельный аморфный сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$), так и на основе железа ($\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_8\text{B}_{13}$). В изученных безметаллоидных аморфных сплавах на основе кобальта эффект влияния величины исходных изгибных напряжений на развитие их релаксации во время отжига отсутствует. Этот эффект также отсутствует в сплавах на основе железа состава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_4\text{B}_{13}\text{C}_2$ и $\text{Fe}_{57}\text{Co}_{31}\text{Si}_{2,9}\text{B}_{9,1}$. В случае аморфных сплавов, для которых характерен описанный выше эффект влияния величины исходных изгибных напряжений на развитие их релаксации, энергия активации U , связанная с этим процессом, является двухфакторной величиной – она зависит не только от состава сплава (характера сил связи между атомами), но и от уровня исходных изгибных напряжений. Поэтому для этих сплавов рассчитанная по кинетическим функциям энергия активации U не может рассматриваться как характеристика материала.

10. Установлено, что при варьировании времени выдержки при отжиге от 5 до 600 мин температура охрупчивания T_f уменьшается от 335°C до 275°C . Показано, что зависимость температуры охрупчивания T_f от времени выдержки можно описать уравнением Аррениуса и что охрупчивание при температурах отжига выше и ниже 300°C описывается разными кинетическими параметрами. Определен режим термообработки, обеспечивающий весьма высокое значение проницаемости μ_5 ($H = 5$ мЭ, $f = 1$ кГц), равное около 50 000, без перевода изученного сплава в хрупкое состояние.

11. Изучено влияние условий спиннингования (скорости заковки и температуры разлива T_p) на качество поверхности и магнитные свойства аморфных лент сплава состава $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ с очень низкой магнитострикцией ($\lambda_s < 10^{-7}$). Показано, что варьирование скорости заковки и температуры разлива в изученных пределах практически не отражается на величине ГМС этого сплава. В то же время параметры спиннингования существенно влияют на качество контактной поверхности лент: их шероховатость с увеличением скорости разлива уменьшается, а с увеличением температуры разлива – увеличивается. Таким образом показано, что *поверхност-*

ный пиннинг ГД, который связан с напряжениями, порождаемыми поверхностными дефектами, вносит относительно малый вклад в уровень ГМС.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ОТРАЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ, РЕКОМЕНДОВАННЫХ ВАК РФ

1. Кекало И.Б., Могильников П.С. Особенности влияния изгибных напряжений на динамические магнитные свойства аморфного сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ с очень низкой магнитострикцией // Физика металлов и металловедения (ФММ), 2015. Т. 116. № 7. С. 675 – 682.
2. Кекало И.Б., Лубяный Л.З., Могильников П.С., Чичибаба И.А. Процессы структурной релаксации в аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ с близкой к нулю магнитострикцией и их влияние на магнитные свойства и характеристики магнитных шумов, обусловленных скачками Баркгаузена // ФММ, 2015. Т.116. №7. С. 683–693.
3. Кекало И.Б., Могильников П.С. Закономерности релаксации изгибных напряжений и явление обратимости остаточных напряжений в аморфных магнитно-мягких сплавах // ЖЭТФ, 2015. Т. 147. № 6. С. 1145 – 1152.
4. 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.
5. Кекало И.Б., Могильников П.С. Обратимость остаточных изгибных напряжений в ленточных образцах аморфных магнитно-мягких сплавов // Деформация и разрушение материалов, 2015. № 6. С. 12 – 19.
6. Кекало И.Б., Могильников П.С. О влиянии уровня исходных изгибных напряжений на закономерности их релаксации в магнитно-мягких аморфных сплавах на основе кобальта и железа при отжиге // Деформация и разрушение материалов, 2015. № 8. С. 31–37.
7. Кекало И.Б., Могильников П.С. Влияние изгибных напряжений на высокочастотные магнитные свойства и временную их стабильность в аморфном сплаве на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией // ЖТФ, 2015. Т. 85. № 12. С. 80 – 87.
8. Кекало И.Б., Могильников П.С. Влияние скорости закалки и температуры разливки на качество поверхности и магнитные свойства аморфных лент сплава на основе кобальта с очень низкой магнитострикцией // Материаловедение, 2014. № 11. С. 3 – 9.
9. Кекало И.Б., Могильников П.С. Закономерности охрупчивания и условия оптимизации магнитных свойств в аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ в отсутствие вязко-хрупкого перехода // Перспективные материалы, 2016. № 2. С. 36 – 45.
10. Кекало И.Б., Могильников П.С. Закономерности формирования гистерезисных магнитных свойств в аморфных сплавах разных классов при термомагнитной обработке в поперечном поле // ФММ, 2016. Т.117. № 6. С. 551–561.
11. Могильников П.С. Об особенностях влияния уровня исходных изгибных напряжений на их релаксацию при отжиге в аморфном сплаве на основе железа состава $\text{Fe}_{78}\text{Ni}_1\text{Si}_8\text{B}_{13}$ // Изв. ВУЗов. Черная металлургия, 2016. № 11.
12. Кекало И.Б., Могильников П.С. Закономерности охрупчивания и условия оптимизации магнитных свойств в аморфном сплаве $\text{Co}_{69}\text{Fe}_{3,7}\text{Cr}_{3,8}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{11}$ в отсутствие вязко-хрупкого перехода // ФММ, 2016. Т.117. № 7. С. 686–693.
13. Кекало И.Б., Могильников П.С. Влияние композиционного ближнего упорядочения на гистерезисные магнитные свойства аморфного сплава на основе кобальта // Изв. РАН. Серия физическая, 2016. № 12. С. 1674 – 1681.