Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Евстигнеева Светлана Алексеевна

Исследование корреляции структурных и магнитных свойств в одномерных микро- и наноструктурах на основе сплавов Fe-Co

1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: Панина Лариса Владимировна
доктор физико-математических наук,
профессор кафедры
Технологий материалов электроники, НИТУ «МИСИС»

Москва – 2023

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Актуальным направлением развития наноэлектроники является усовершенствование элементной базы за счет использования микро- и наноструктур с различной морфологией и составом. Одними из перспективных материалов являются одномерные микро- и наноструктуры, такие как микро- и нанопровода, нанотрубки на основе ферромагнитных 3d- металлов. Для реальных применений необходимо исследование корреляции между режимами синтеза и микроструктурой, что определяет магнитную структуру и природу процессов перемагничивания. Учитывая высокую магнитную анизотропию кристаллического кобальта, одномерные микро- и наноструктуры на его основе позволяют реализовать миниатюрные элементы с двумя магнитными стабильными состояниями (бистабильность), что открывает перспективы для их использования в устройствах магнитной памяти, а также в качестве миниатюрных датчиков, например, тактильных датчиков (Cilia Tactile Sensor) [1] для конструирования искусственной электронной кожи (e-skin) [2]. Другое важное приложение связано с конструированием систем миниатюрных постоянных магнитов для снижения энергопотребления в системах памяти, а также для создания сильно градиентных магнитных полей в системах иммуноанализа [3].

Магнитомягкие микропровода на основе сплавов кобальта перспективны для применений в сенсорных приложениях [4-6], а использование магнитотвердых элементов аналогичных размеров может обеспечить дополнительную функциональность. Например, для реализации линейности выходного сигнала магнитоимпедансных датчиков часто требуется дополнительное магнитное поле [7,8].

В аморфном состоянии ферромагнитные микропровода на основе Fe-Co обычно имеют почти нулевой коэффициент магнитострикции, что в отсутствии кристаллической анизотропии обуславливает превосходные магнитомягкие свойства. Для получения аморфной структуры процесс изготовления ориентирован на быстрое охлаждение системы после получения расплава. Скорость охлаждения регулируется при получении микропроводов в стеклянной оболочке методом Тейлора-Улитовского [9,10]. Наличие небольшого количества кристаллизованной фазы будет приводить к изменению магнитных свойств микропроводов. В аморфных материалах ближний порядок атомной структуры можно изменять путем проведения отжига [10,11]. Процессы, приводящие к изменению магнитных характеристик при низкой температуре отжига (ниже температуры Кюри), связаны с гомогенизацией внутренних напряжений и релаксацией атомной

структуры ближнего порядка. В результате такого отжига константа магнитострикции может изменить знак, а при отжиге в присутствии магнитного поля будет формироваться наведенная ось легкого намагничивания (вдоль поля). Это важно с точки зрения настройки магнитной структуры и управления такими магнитными параметрами, как одноосная анизотропия, магнитострикция и температура Кюри. Например, отжиг током аморфных микропроводов на основе сплавов Co, при умеренной силе тока, индуцирует циркулярную анизотропию (циркулярное направление легкого намагничивания) и положительную магнитострикцию [12,13]. Токовый отжиг аморфных микропроводов в различных режимах интенсивно применяется с целью установления четко выраженной циркулярной анизотропии [14, 15]. В структурах с таким типом анизотропии можно реализовать большое и чувствительное изменение комплексного импеданса в присутствии постоянного магнитного поля, известного как магнитоимпедансный эффект (МИ) [14 -17].

Среди 3d-металлов наибольшей кристаллической анизотропией обладает кобальт, Соответственно, кристаллизация микропроводов на основе Co в аморфном состоянии снижает их магнитомягкие свойства. Однако значения коэрцитивной силы в микропроводах из сплавов схожего состава могут существенно различаться в зависимости от процедуры кристаллизации: от 25 Э до почти 875 Э [18, 19]. Это может быть связано с формированием различных кристаллических структур: гексагональный плотноупакованный кобальт (ГПУ-Co) или гранецентрированный кубический кобальт (ГЦК-Co), которые имеют разные энергии магнитной анизотропии. Большие значения коэрцитивной силы были получены при использовании метода направленной кристаллизации, когда фронт кристаллизации распространяется вдоль микропровода под действием магнитного поля [18]. Однако на практике контролировать кинетику этого процесса сложно, а кристаллизованные этим методом образцы проволоки показывают значительный разброс магнитных свойств.

Различные 3d-ферромагнитные металлы (например, Co, Ni и Fe) [20-27] и их сплавы с немагнитными металлами [28-30] обычно используют в качестве основных составляющих растворов для выращивания ферромагнитных наноструктур в порах мембран (полимерные, металлические). Соотношение между геометрией, структурой, морфологией, составом и магнитными свойствами выращенных наноструктур является основным предметом исследовательского интереса к этим структурам. Например, процесс переключения намагниченности в нанопроводах и нанотрубках сильно зависит от их диаметра, меняясь от когерентного вращения до формирования вихревых структур, когда их диаметр уменьшается ниже некоторого критического значения [31]. Сплавы FeNi и FeCo известны как относительно магнитомягкие материалы с высокой намагниченностью

насыщения. Поскольку в одномерных наноструктурах основной вклад в магнитную анизотропию вносят магнитостатические взаимодействия, обусловленные эффектом формы, массивы нанопроводов из сплавов FeCo могут иметь высокую анизотропию формы для конкретной геометрии и условий отжига, когда перемагничивание осуществляется за счет когерентного вращения [20,27, 32-35]. Это приводит к достаточно высоким значениям коэрцитивной силы и остаточной намагниченности, что представляет особый интерес для магнитной записи, а также для разработки постоянных магнитов без использования редкоземельных элементов. Еще одной интересной особенностью наноструктурированных сплавов FeCo является возможность моделирования их кристаллической симметрии. Например, тонкие пленки FeCo с наноточками могут демонстрировать очень высокую магнитокристаллическую анизотропию и магнитотвердые свойства благодаря формированию тетрагональной кристаллической структуры [36, 37].

На магнитное состояние влияют многие факторы: химический состав, кристаллическая симметрия и размер кристаллитов, наличие аморфных фаз, и геометрические параметры. В зависимости от этих факторов могут реализовываться различные типы магнитной анизотропии и магнитного гистерезиса. Соответственно, исследование этих проблем является актуальной научной задачей.

Цели и задачи.

Целью данной работы являлось установление корреляции магнитных свойств и микроструктуры в одномерных ферромагнитных микро- и наноматериалах для контролируемого модифицирования процессов перемагничивания.

В работе ставились следующие конкретные задачи:

1. Формирование магнитотвердых фаз и/или магнитной текстуры в ферромагнитных микропроводах в стеклянной оболочке путем контролируемой модификации их микроструктуры в процессе изготовления или кристаллизации из аморфного состояния.
2. Исследование воздействия различных режимов отжига на микроструктуру и магнитные характеристики и аморфных ферромагнитных микропроводов.
3. Формирование магнитотвердых фаз в нанопроводах на основе Fe-Co сплавов, полученных путем электроосаждения в мембранах полиэтилентерефталата (ПЭТФ) с разными диаметрами пор 30,65,100 нм.
4. Исследование магнитных свойств нанотрубок из сплавов Fe-Co, полученных путем электроосаждения в мембранах полиэтилентерефталата (ПЭТФ).

Научная новизна работы:

Научная новизна данных исследований обусловлена разработкой способов получения одно и многофазных нано- и микромагнитных систем с контролируемыми магнитными параметрами, выявлением и демонстрацией возможности достижения магнитотвердого состояния ферромагнитных материалов в нано- и микропроводниковой геометрии без использования редкоземельных элементов.

Впервые для получения магнитожестких микро материалов (мю-магниты) было предложено использовать процессы кристаллизации аморфных микропроводов из сплавов на основе кобальта, который в кристаллическом состоянии обладает высокой магнитокристаллической анизотропией. Однако наблюдаемые коэрцитивные силы в микропроводах из сплавов очень похожего состава могут существенно отличаться от 25 до 700 Э в зависимости от процедуры кристаллизации, что обусловлено формированием различных кристаллических фаз, имеющих разную энергию анизотропии. В данном исследовании были разработаны два метода кристаллизации, позволяющие контролируемо увеличивать коэрцитивность до 600 Э, что составляет почти максимальное значение для данных материалов. Это было достигнуто за счет образования кристаллической текстуры, а также оптимального размера кристаллитов. Кроме того, при определенных условиях возможно формирование двухфазных систем с разными коэрцитивными силами.

Сплавы FeNi и FeCo известны как превосходные магнитомягкие материалы. Однако в одномерных нано структурах доминирующий вклад в магнитную анизотропию вносит эффект анизотропии формы. Были получены матричные материалы с включениями FeCo-нанопроводов с поперечным размером порядка 30 нм, в которых изменение намагниченности реализуется путем когерентного вращения, что приводит к высокой коэрцитивной силе порядка 1.5 кЭ.

Предложен оригинальный способ улучшения магнитомягких свойств и температурной стабильности аморфных микропроводов с помощью отжига в узком температурном интервале вблизи температуры кристаллизации.

Анализ влияния режимов получения одномерных микро- и наносистем на основе сплавов кобальта на их структурные параметры позволил установить механизмы формирования микро- и нанопроводов с заданными физико-химическими свойствами, в частности, с определенными направлениями осей легкого намагничивания и высокими значениями эффективной магнитной анизотропии.

Практическая значимость работы

Практическая важность данного исследования заключается в создании новых магнитно-жестких одномерных микро- и наноструктур, которые могут использоваться в микромагнитных системах для управления магнитными частицами и биологическими объектами (например, клетками), а также в микроминиатюрных сенсорных системах для подстройки операционного режима. Для достижения линейного режима работы сенсора часто необходимо применение дополнительных магнитных полей смещения. Это может быть сделано индуктивным методом, что усложняет конструкцию и увеличивает размер сенсорного элемента. Используя разработанные режимы отжига аморфных микропроводов, удается увеличить их коэрцитивность с 0.25 Э до 625 Э, что обеспечивает стабильность работы сенсорного элемента.

Предложенная методика улучшения магнитомягких свойств аморфных микропроводов и улучшения их температурной стабильности важно для применения таких материалов в качестве сенсорных элементов, например, в магнитоимпедансных датчиках.

Положения, выносимые на защиту:

1. Коэрцитивная сила в ферромагнитных микропроводах из сплавов на основе кобальта увеличивается до 500 Э при направленной кристаллизации из аморфного состояния за счет преимущественного роста Co-кристаллитов вдоль оси микропровода, при этом формируется и дополнительная магнитная фаза с более высокой коэрцитивной силой до 1200 Э.

2. Токовый отжиг аморфных микропроводов позволяет устанавливать температуру отжига непосредственно вблизи температуры кристаллизации, при этом возможно получение как магнитомягких материалов (при температурах отжига меньших температуры кристаллизации), так и магнитожестких (при температурах отжига больших температуры кристаллизации). При кристаллизации происходит формирование в основном однодоменных кристаллитов со среднем размером 70 нм при сохранении небольшого объема (меньше 10%) аморфной фазы, что приводит к контролируемому изменению коэрцитивной силы до 600 Э.

3. При уменьшении диаметра FeCo нанопроводов до 30 нм и оптимальном составе происходит преимущественный рост кристаллитов вдоль оси нанопровода, при этом реализуется максимальная коэрцитивная сила до 1350 Э за счет влияния анизотропии формы. Нанотрубки аналогичного состава не обнаруживают магнитожестких свойств, что обусловлено формированием вихревых магнитных структур.

Личный вклад автора

Автор провела глубокий анализ литературы в данной области исследований, активно участвовала в обсуждении постановки задач, выполнила обширные экспериментальные исследования, принимала активное участие в обработке, суммировании и анализе полученных результатов, формулировании научных положений и выводов, написании научных публикаций и предоставлении основных результатов на конференциях.

Апробация работы

Результаты исследований были представлены на следующих международных конференциях:

1. The 8th International Workshop on Magnetic Wires, г. Светлогорск (Россия), 21-22 августа 2019 г. (стендовый доклад, очно)
2. Joint European Magnetic Symposia (JEMS 2019), г. Упсала (Швеция), 26-30 августа 2019 г. (стендовый доклад, очно)
3. XXIV Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-2021), г. Москва (Россия), 1-6 июля 2021 г. (устный доклад, онлайн)
4. INTERMAG 2021, г. Лион (Франция), 26-30 апреля 2021 г. (стендовый доклад, онлайн)
5. The IV International Baltic Conference on Magnetism, г. Светлогорск (Россия), 29 августа – 2 сентября 2021 г. (устный доклад, очно)

Публикации:

На основе материалов диссертации было опубликовано 5 статей в научных международных и российских журналах и сборниках, из которых 4 статьи в зарубежных журналах, индексируемых в базе данных Web of Science (WOS), 5 статей в журналах, включенных в базу Scopus.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 4-х глав, общих выводов, списка публикаций по теме диссертации и списка используемой литературы. Вся работа изложена на 101 странице, содержит 3 таблицы и 65 рисунка. Список используемой литературы включает 174 наименований.

Во введении работы обосновывается актуальность проводимых исследований, формулируется основная цель и конкретные задачи, описаны основные объекты

исследования, подчеркивается научная новизна и практическая значимость данного исследования, представлены основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава диссертации включает в себя обзор литературы, который освещает особенности технологий получения ферромагнитных микропроводов и синтеза одномерных наноструктур на основе сплавов переходных 3d металлов (Fe, Co. Ni), а также их структурные и магнитные свойства. Особое внимание уделено исследованию влияния различных методов термомагнитной обработки на структурные и магнитные свойства. В конце первой главы сформулированы основные цели и задачи исследования на основе проведенного анализа.

Во второй главе представлено описание объектов исследования в виде ферромагнитных микропроводов, режимы их получения, методов отжига при температурах вплоть до температур кристаллизации. Рассмотрены основные методы исследования структурных свойств: методы рентгенофазового анализа (РФА), дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с высоким разрешением. Анализируются методы магнитных измерений включая вибрационную и индуктивную магнитометрию, магнитный импеданс, и мёссбауэровскую спектроскопию для определения магнитофазового состава.

Методом Тейлора-Улитовского получают аморфные микропровода протяженностью сотней метров с однородной структурой и однородными геометрическими параметрами по всей длине. При этом провода могут обладать магнитной бистабильностью с маленькими значениями полей переключения (порядка единиц Э). Одним из способов получения магнитожестких микроматериалов является кристаллизация аморфных микропроводов из сплавов на основе кобальта, свойства которых после термообработок существенно изменяются. В результате кристаллизации в микропроводах формируется структура с гексагональной плотноупакованной (ГПУ-Co) или гранецентрированной кубической (ГЦК-Co) фазами кобальта, имеющими разную энергию анизотропии. В данной работе были предложены несколько способов получения высококоэрцитивных микрообъектов: 1) изменение скорости вытягивания на воздухе в процессе изготовления; 2) проведение термо- и термомагнитного отжига аморфных микропроводов.

Известно, что путем изменения скорости вытягивания и среды охлаждения («закалки») в процессе получения микропроводов можно управляемо модифицировать структуру. Закалка в воде обычно приводит к образованию однофазного аморфного состояния в металлической жиле. При охлаждении на воздухе в результате структурных изменений, вызванных частичной кристаллизацией и пространственным распределением

зародышей, можно получать микропровода с разным преобладающим типом магнитной анизотропии, как было показано в работе [38]. Для проведения исследования влияния режима вытягивания в технологии Тейлора-Улитовского на возможность формирования магнитожесткой структуры были изготовлены микропровода при разной скорости вытягивания на воздухе состава $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$. Микропровода были предоставлены MFTI ltd. (Кишинёв, Молдова).

Кристаллизация аморфного материала представляет собой сложный процесс, включающий одновременное зарождение и рост кристаллитов. Для поддержания роста новой поверхности вокруг зародышей требуется увеличение тепловой энергии, обычно за счет увеличения температуры материала. Аморфное состояние является метастабильным, поэтому при кристаллизации происходит выделение энергии, которую можно использовать для поддержания процесса контролируемым образом. При помощи проведения токового отжига [39] и отжига в муфельной печи в присутствии приложенного внешнего магнитного поля можно осуществить процесс направленной кристаллизации в изначально аморфных магнитомягких ферромагнитных микропроводах. В ходе термических обработок происходит релаксация внутренних напряжений, возникающих при изготовлении микропроводов. У проводов на основе кобальтовых сплавов с почти нулевой отрицательной магнитострикцией ($\sim -10^{-7}$) наблюдается наиболее заметно этот эффект за счет изменения распределения удельных внутренних напряжений и, как следствие, изменение магнитоупругой анизотропии. Приложение ориентированного вдоль оси микропроводов внешнего магнитного поля во время термического отжига формирует наведенную магнитную анизотропию, а при кристаллизации – магнитную текстуру. Также известны методы проведения направленной кристаллизации в направлении градиента температуры и самоподдерживающегося распространяющегося фронта кристаллизации, за счет локального перегрева одного конца образца на несколько минут (метод «поджига» края [18, 40, 41]). Для проведения исследований влияния процессов направленной кристаллизации на магнитную структуру были проведены токовый отжиг и термический отжиг в муфельной печи. Образцы микропровода после термического отжига по методике «поджига» края были предоставлены MFTI ltd. (Кишинёв, Молдова). Для этого использовались аморфные микропровода, полученные при закалке в воде, составов: $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$, $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ и $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$.

В структуре аморфных сплавов часто необходимо количественно оценить содержание аморфного вещества в материале. Все методы определения структуры имеют свои преимущества и недостатки. Точное определение объемной доли аморфного

вещества может быть выполнено с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), это наблюдение очень локализовано [42] и его оценка затруднена. Наиболее распространенными методами определения аморфной фракции являются методы рентгенофазового анализа (РФА) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), которые применяются ко всему образцу [43]. При обработке спектров использовались специальные программы, позволяющие сглаживать и корректировать фон, а определение фаз производилось по базе данных ICDD PDF-2 powder. Для ДСК анализа использовался DSC 204F1, Netzsch Instrumentation. Нагрев осуществлялся в атмосфере аргона со скоростью 10 град/мин. Для ПЭМ исследований стеклянная оболочка удалялась. Из сердцевины образца локальным ионным травлением вырезалась ламелла, перпендикулярная оси микропровода, которая затем утонялась ионным пучком до толщины менее 100 нм, «прозрачной» для пучка электронов электронного микроскопа с приставкой высокого разрешения JEM 2100 (JEOL, Japan: 200 kV).

При проведение дополнительной термомагнитной обработки можно модифицировать магнитную структуру, формируя преобладающую наведенную анизотропию вдоль направления локальной намагниченности. Кривые намагничивания ферромагнитного материала отражают особенности доменной структуры. По этим кривым возможно оценить базовые характеристики магнитных материалов, такие как магнитная восприимчивость, эффективное поле анизотропии и другие. Исследования методом вибрационной магнитометрии осуществлялись при помощи вибрационного магнитометра МВ-07. Альтернативным методом изучения магнитных характеристик ферромагнитных материалов с низкой коэрцитивной силой (~0.5 – 5 Э), особенно с бистабильным характером перемагничивания, являлся индукционный метод при помощи установки с двумя дифференциальными детектирующими катушками. Регистрация мёссбауэровских спектров осуществлялась на спектрометре Ms-1104 Em с источником γ-излучения Co^{57}, работающего в режиме постоянных ускорений. Исследование магнитного импеданса, а именно поведение комплексного сопротивления в зависимости от магнитных свойств материала, позволяет отслеживать изменения магнитной анизотропии в микропроводах, прошедших термомагнитные обработки. В данной диссертационной работе частотно-полевая зависимость полного импеданса исследовалась в диапазоне частот 1 МГц – 1 ГГц при помощи векторного анализатора цепей Hewlett-Packard 8753E, измеряя параметр S21 (коэффициента передачи).

В третьей главе приведены результаты структурного анализа и анализа модификации магнитных свойств микропроводов в стеклянной оболочке из сплавов на основе Co, подверженных различным обработкам. Микропровода состава

$Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$ были получены при разных режимах вытягивания на воздухе. Микропровода трех составов: $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$, $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ и $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ были подвержены направленной кристаллизации.

Из данных рентгенофазового анализа (Рисунок 1) и дифференциальной сканирующей калориметрии микропроводов $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$, закаленных на воздухе с разной скоростью, был сделан вывод, что в результате вытягивания на воздухе формируется частично кристаллизованная структура с несколькими фазами. С уменьшением скорости вытягивания количество аморфной фазы уменьшается и увеличиваются рефлексы кристаллизованных фаз гексагонального (Co_{HCP}) и гранецентрированного (Co_{FCC}) кобальта. Согласно результатам электронограммы преимущественно формируется гексагональная плотноупакованная модификация кобальта.

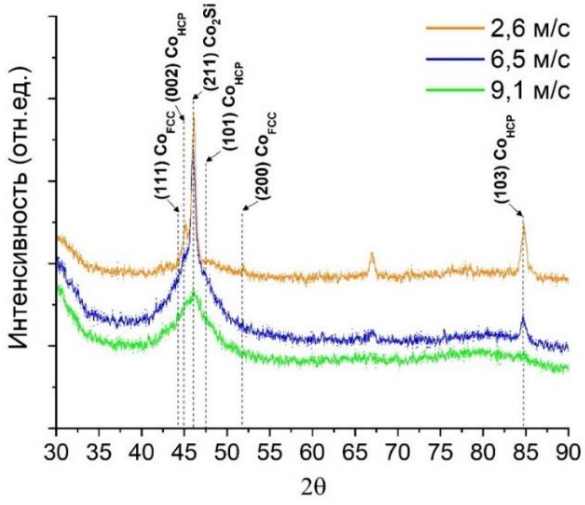


Рисунок 1 – РФА спектры микропроводов состава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$, полученных при разной скорости вытягивания

При более высокой скорости вытягивания в микропроводах преимущественно формируется аморфная фаза с преобладающей циркулярной магнитной анизотропией, а с уменьшением скорости вытягивания (2.6 – 5.2 м/с) увеличивается остаточная намагниченность и коэрцитивная сила (Рисунок 2), что обусловлено формированием фазы кристаллического ГПУ-Co, который обладает сильной одноосной анизотропией. Повышение коэрцитивной силы обусловлено стабилизацией доменных стенок на границах кристаллитов. Полученные микропровода все же можно отнести к магнитомягким материалам, так как значение коэрцитивной силы не превышало 120 Э (для $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ микропроводов со скоростью вытягивания 2,6 – 5,2 м/с).

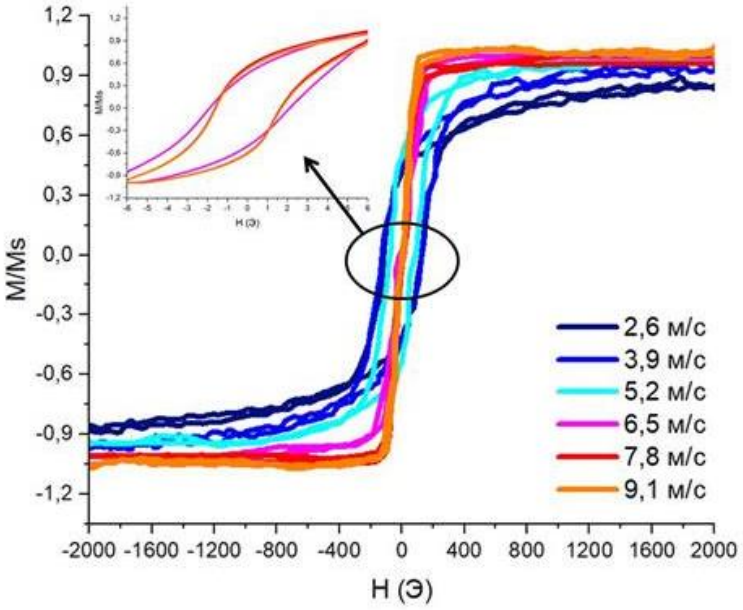


Рисунок 2 – Кривые намагничивания микропроводов состава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$, полученных при разной скорости вытягивания

Исследование поведения магнитного импеданса (Z) показали, что для $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$ провода при высоких скоростях вытягивания на высоких частотах появляются два пика (максимума), типичных для материалов с циркулярной магнитной анизотропией (Рисунок 3). На частотах 50-300 МГц наблюдается асимметрия поведения магнитного импеданса, что связанно с некоторой поверхностной кристаллизацией. При уменьшении скорости вытягивания импеданс практически не зависит от магнитного поля в интервале ± 30 Э. Это обусловлено увеличением магнитной анизотропии за счет частичной кристаллизации.

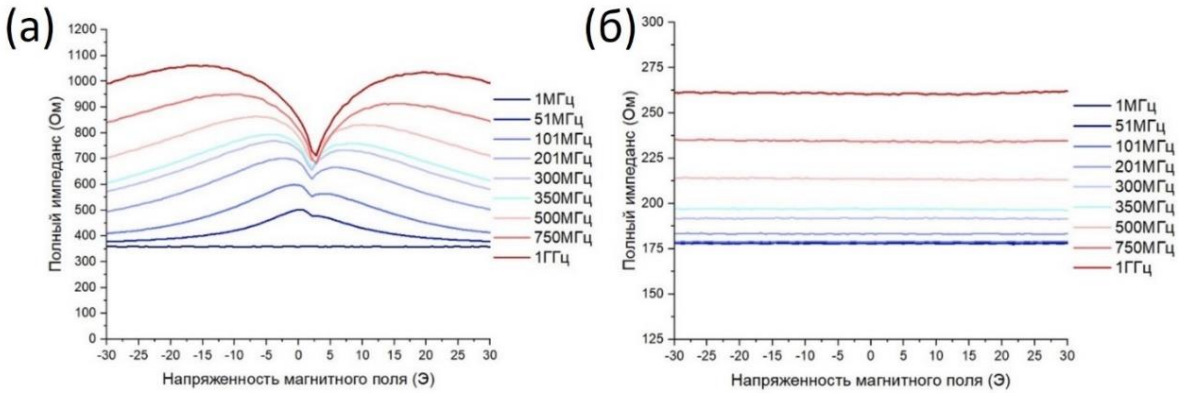


Рисунок 3 –Полевая зависимость магнитного импеданса микропроводов состава $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$ на различных частотах. Скорости вытягивания: (а) 9,1 м/с, (б) 7,8 м/с.

Процесс направленной кристаллизации можно осуществить путем проведения токового отжига. В рамках исследований в данной главе была проведена серия отжигов

током ($I_{отж}$ = 20 – 120 мА, $t_{отж}$ = 10 – 30 мин) микропроводов составов $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ и $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$. При отжиге в течение 30 мин током 100 мА, который соответствовал температуре кристаллизации (490 °C) (соответствие определялось по методике, описанной в [37, 44, 45]), было получено значительное увеличение коэрцитивной силы в микропроводе состава $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ до 640 Э (Рисунок 4).

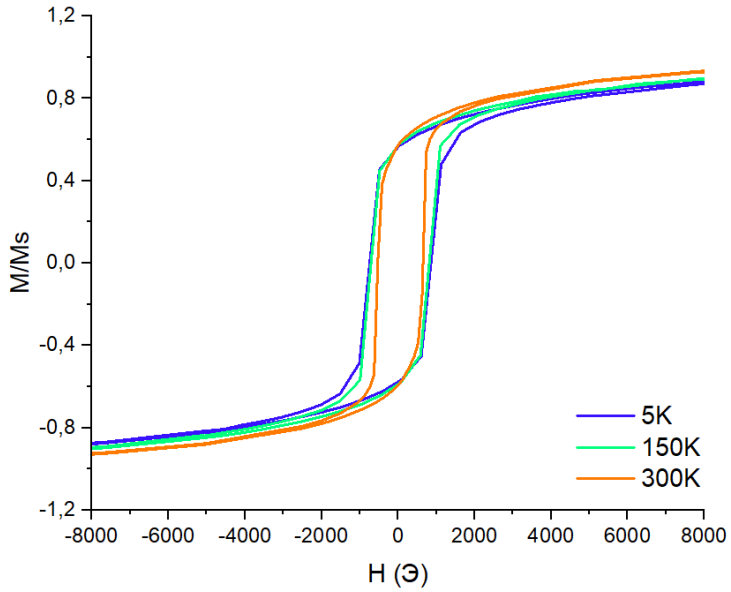


Рисунок 4 –Петли гистерезиса микропровода $Co_{71}Fe_4B_{14}Si_{11}Cr_3$, прошедшего токовый отжиг при 100 мА в течение 30 мин, при приложении магнитного поля вдоль оси провода для различных температур.

Коэрцитивная сила достигла значения 800 Э при 5 К (внешнее магнитное поле параллельно оси микропроводов). Такие значения коэрцитивности при низких температурах наблюдались в FePt-микропроводах после отжига [46]. Увеличение коэрцитивной силы может быть связано с увеличением энергии анизотропии ГПУ-Co при низких температурах. Энергия анизотропии для ГПУ-Co при комнатной температуре составляет 4,2·106 эрг/см3, а при 5 К увеличивается до 6,2·106 эрг/см3 [47]. Максимальное теоретическое значение коэрцитивной силы при когерентном вращении (Рисунок 5) намагниченности определяется формулой Hc = 2Ku/Ms (где Ku — энергия одноосной анизотропии, Ms - намагниченность насыщения) и при комнатной температуре составляет 5,8 кЭ, т. е. на порядок больше наблюдаемых значений.

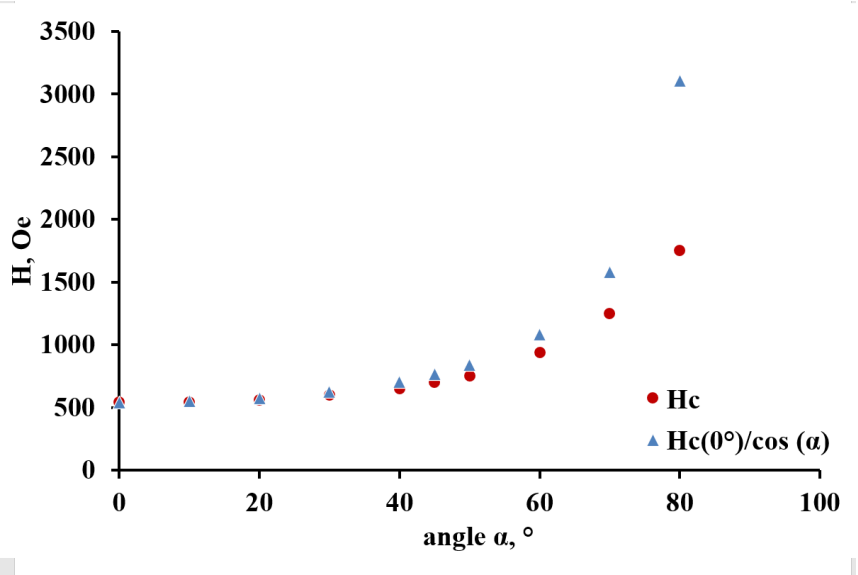


Рисунок 5 – Зависимости коэрцитивной силы и проекции поля на ось (Hc(0°)/cos α) для микропровода состава $Co_{71}Fe_4B_{14}Si_{11}Cr_3$ после токового отжига ($I_{отж}$ = 100 мА, $t_{отж}$ = 35 мин) от угла α между магнитным полем и осью провода.

Из исследования аксиального перемагничивания при приложении магнитного поля под разными углами α к оси микропровода наблюдалась корреляция между коэрцитивной силой и аксиальной проекцией магнитного поля $H^* = Hc(0°)/\cos\alpha$ (Рисунок 5), где Hc(0°) - значение коэрцитивной силы (580 Э) при α = 0. Это также подтверждает, что легкая ось анизотропии проходит в основном вдоль провода, и что перемагничивание в направлении оси играет доминирующую роль. С учетом угловой зависимости коэрцитивной силы скачок намагниченности обусловлен движением доменной границы. Однако для больших углов значение H^*, которое определяет магнитное давление на доменную границу, существенно выше, чем следует из петель гистерезиса. Например, при α = 80° значение Hc составляет 1,75 кЭ, тогда как оценка H^* дает 3,1 кЭ. Вероятно, это связано с тем, что в отожженных образцах могут быть однодоменные зерна, которые перемагничиваются при более низких полях, что в целом способствует перемагничиванию остальной части образца.

Исследования микроструктуры микропровода с Hc~640 Э с помощью HRTEM (Рисунок 6) показали, что в результате отжига током формируются кристаллические фазы преимущественно из гексагонального кобальта, со средним размером кристаллитов порядка 70-75 нм.

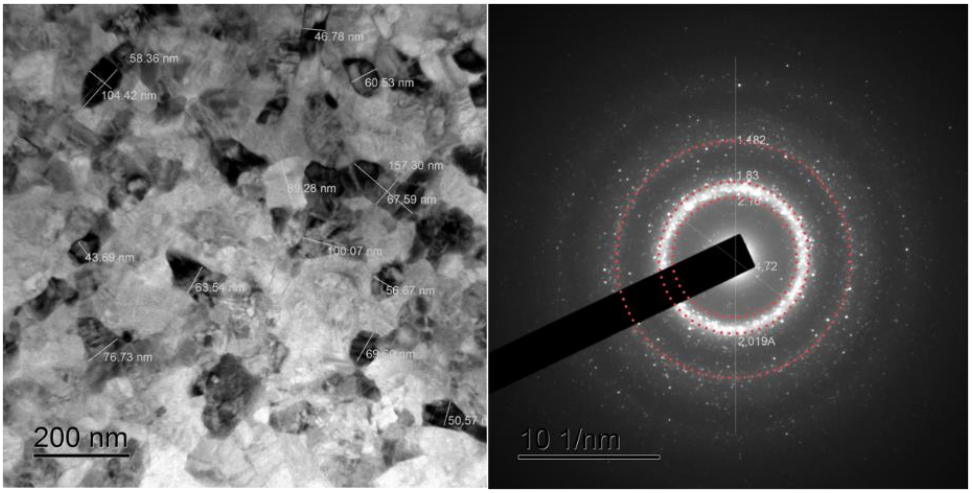


Рисунок 6 – Изображения HRTEM микропроводов $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ после токового отжига при 100мА в течение 30 мин.

Значительное увеличение коэрцитивной силы до 800 Э в микропроводах $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$ были получены в [18] после отжига в муфельной печи по методике «поджига края».

Для оценки возможности получения микропроводов с повышенной коэрцитивной силой были исследованы несколько режимов отжига для микропроводов состава $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$. Результаты суммированы в Таблица 1.

Таблица 1 – Описание режимов отжига и классификация образцов

Тип	Режим отжига	H_c, Э
1	Аморфное (исходное) состояние	~2
2	Обычный отжиг в печи при температуре 560 °C (>$T_{кр}$)	~110
3	Отжиг в печи при температуре 485 °C (<$T_{кр}$)	~2
4	Отжиг в печи при температуре 485 °C (<$T_{кр}$) с «поджигом» (кристаллизация не прошла)	~2
5	Отжиг в печи при температуре 485 °C (<$T_{кр}$) с «поджигом»	~110
6	Отжиг в печи при температуре 485 °C (<$T_{кр}$) с «поджигом» в присутствии магнитного поля 1кЭ	~50
7	Отжиг в печи при температуре 485 °C (<$T_{кр}$) с «поджигом» в присутствии магнитного поля 1кЭ	~14

Значительное увеличение коэрцитивной силы было получено в образцах, прошедших стандартный процесс отжига в печи при температурах выше температуры кристаллизации (тип 2) и отжига при температуре около температуры первичной кристаллизации с «поджигом» (тип 5), и составила ~110 Э. Микропровод типа 5 обладал высокой степенью кристаличности по результатам ДСК. Приложение магнитного поля 1 кЭ вдоль направления распространения фронта кристаллизации также привело к

увеличению коэрцитивной силы относительно исходного аморфного состояния и составило 50 Э, преобладает фаза с меньшей H_c (Рисунок 7), а сам образец практически полностью кристаллизовался. Во всех образцах отмечается высокое значение остаточной намагниченности. Аморфные микропровода $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$ (тип 1) и прошедшие отжиг при температуре чуть меньше, чем температура кристаллизации (тип 3), имеют аксиальный тип магнитной анизотропии, бистабильный характер перемагничивания и имеют преимущественно аморфную структуру.

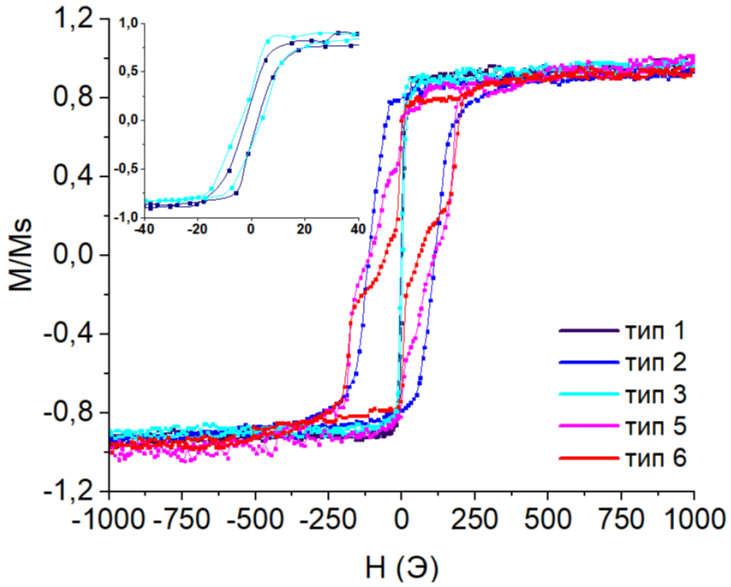


Рисунок 7 – Кривые намагничивания микропроводов $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$ в аморфном состоянии (тип 1) и прошедшие процесс отжига в разных режимах (типы 2-7)

Уточнение фазового состава проводилось по рентгенограммам неизмельченных и измельченных микропроводов $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$. РФА спектры микропроводов в аморфном состоянии представляют собой только диффузный пик фазы Co. В отожженных микропроводах (тип 5, 6) идентифицировано присутствие наноразмерных фаз Co, Fe-Co, $CoSi_2$, Fe-Si и Co-B. В образцах, дополнительно подвергнутых воздействию магнитного поля при направленной кристаллизации (тип 6) значительно возрастает интенсивность дифракционных отражений от кристаллических фаз Co_{hcp} и Co_{fcc}, а размер кристаллитов, что определяется по ширине дифракционного пика, значительно не увеличивается (5,9-6,1 нм).

В процессе направленной кристаллизации кластеры формирующейся кристаллической фазы Co под действием магнитного поля ориентируются вдоль оси микропровода. В этих условиях полная энергия системы будет снижаться за счет уменьшения магнитостатической энергии. Растущие кристаллиты ориентируют свои

легкие оси в направлении вектора магнитного поля, то есть вдоль оси провода. Исходя из вида кривой намагничивания микропроводов типа 6 (Рисунок 7) и того факта, что для кубических кристаллов с отрицательной константой магнитокристаллической анизотропии (K1) направлениями легкого намагничивания являются кристаллографические оси типа <111>, можно сделать вывод о формировании структуры с преобладанием кубической модификацией кобальта.

Преимущественная магнитная текстура и ориентация кристаллитов вдоль оси микропроводов, прошедших кристаллизацию в присутствии магнитного поля (тип 6), была также подтверждена анализом мессбауэровских спектров.

Также было проведено более подробное исследование структурных и магнитных свойств микропроводов, прошедших отжиг вблизи температуры кристаллизации. При отжиге микропроводов состава $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ током менее 100мА (~490 °C) отмечалось изменение типа преобладающей анизотропии без значительного увеличения коэрцитивной силы (Рисунок 8).

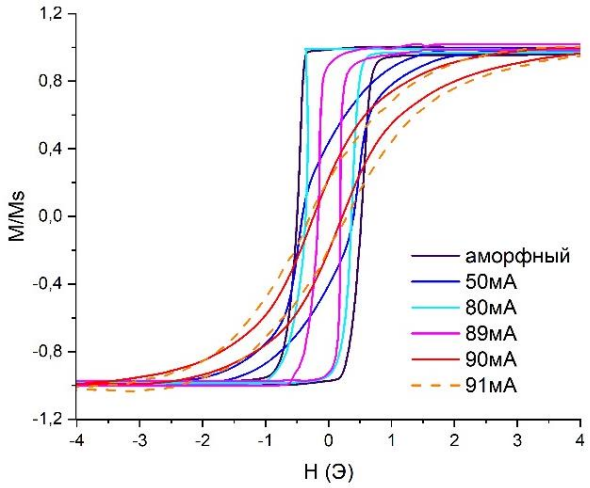


Рисунок 8 – Кривые намагничивания микропроводов $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, отожжённых током ($T_{отж}<T_{кр}$)

Прямоугольный вид петель магнитного гистерезиса в исходном аморфном состоянии свидетельствует об аксиальной магнитной анизотропии, ось легко намагничивания совпадет с геометрической осью проводов. При отжиге 50 мА (плотность тока -110 А/мм^2, 330 °C, ниже $T_{Кюри}$) в микропроводе формируется наведенная циркулярная магнитная анизотропия, и наклон петли увеличивается. При увеличении тока до 80 мА (176 А/мм^2) происходит восстановление формы кривой намагничивания практически до первоначального вида в аморфном состоянии. В данном случае температура отжига превышала значение $T_{Кюри}$ ($T_{отж}$~460 °C), но не достигала

температуры кристаллизации, и формирование магнитной структуры за счет воздействия внешнего магнитного поля не рассматривается. Повторный переход от преобладающей аксиальной магнитной анизотропии к циркулярной отмечался вблизи температуры первичной кристаллизации при отжиге током 90-91 мА (199 А/мм^2).

Важно отметить, что данное явление не является уникальным для конкретного состава сплава и также было обнаружено в микропроводах близких составов, например, $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69.}$

В исходном состоянии коэффициент магнитострикции микропровода $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ близок к нулю и отрицательный (Рисунок 9), что было установлено в работе [49] методом малоуглового вращения вектора намагниченности, поэтому изменение его знака в результате отжига можно объяснить зависимостью магнитострикции от внутренних напряжений. Коэффициент магнитострикции увеличивается и меняет свой знак при увеличении интенсивности тока при отжиге вплоть до 60-70мА, а затем достигает насыщения. При отжиге током около 90мА (температура отжига близка к температуре кристаллизации) наблюдается резкое падение значения коэффициента магнитострикции со сменой знака на отрицательный (как и в исходном состоянии). Исключительно механизмами релаксации внутренних напряжений данное поведение не объяснить, начинает влиять изменения атомной конфигурации. В результате нагрева происходит уменьшение свободного объема в следствии релаксации внутренних напряжений, что приводит к увеличению коэффициента магнитострикции. Резкое изменение знака магнитострикции вероятнее всего связано с зарождением наноразмерных кристаллитов Co с отрицательной магнитострикцией, однако их наличие не было подтверждено результатами HRTEM [49].

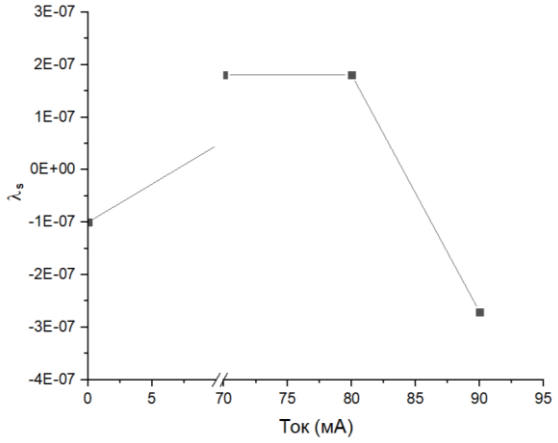


Рисунок 9 – Изменение коэффициента магнитострикции микропроводов $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ в зависимости от интенсивности тока при отжиге [50].

При отжигах в печи при температурах близких к тем, что были при отжиге током, также отмечалась подобная смена преобладающего типа анизотропии.

В четвертой главе исследованы магнитные свойства FeCo нанопроводов и нанотрубок, полученных методом электрохимического осаждения в мембранах полиэтилентерефталата (ПЭТФ) [50] с разными диаметрами пор. Состав полученных нанопроводов варьировался Fe_xCo_{1-x} (x = 7÷83 мас.%), диаметры – 30,65,100нм, длина ~4 мкм (образцы были предоставлены Лабораторией роста тонких пленок и неорганических наноструктур (ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия)), нанотрубки составов $Fe_{58}Co_{42}$ и $Fe_{49}Co_{51}$, диаметром около 100 нм, толщина стенки – 20 нм, длина – 11мкм, расстояние между соседними нанотрубками 200-400 нм (образцы были предоставлены Институт химии новых материалов НАН Беларуси (Минск, Белоруссия)).

Коэрцитивная сила нанопроводов бинарного сплава FeCo с одинаковым диаметром, но с различной концентрацией железа (от 7% до 83%), нелинейно зависит от содержания Fe, уменьшаясь в области высокой концентрации Fe и увеличиваясь при уменьшении диаметра, как показано на Рисунок 10. Максимальное увеличение коэрцитивной силы было получено в нанопроводах с диаметром 30 нм с содержанием Fe менее 30% и составляла ~1300 Э. Такое увеличение H_c может быть объяснено увеличением вклада магнитной анизотропии формы в общую магнитную анизотропию и доминированием процесса когерентного вращения намагниченности. Преимущественная ориентация кристаллитов вдоль оси роста нанопроводов при росте в порах будет определяться не только условиями проведения электрохимического осаждения, но и соизмеримостью диаметра пор и размерами формирующихся кристаллитов.

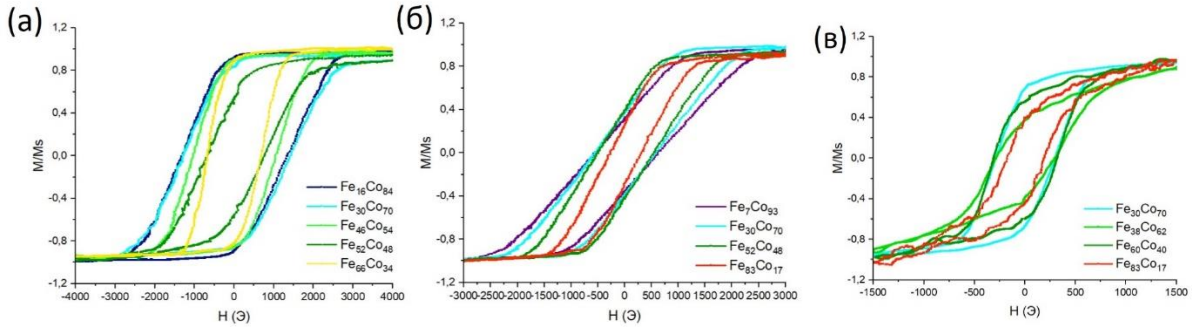


Рисунок 10 – Кривые намагничивания нанопроводов Fe_xCo_{100-x} (x = 7 ÷ 83 мас.%) при приложении магнитного поля вдоль оси проводов с диаметрами (а) 30, (б) 65 и (в) 100 нм

Согласно данным РФА смещение основного пика в меньшую сторону при содержании Fe 7 и 16 ат% свидетельствует об образовании ГЦК-решетки с направлением роста вдоль [111]. Для других сплавов рост происходит преимущественно в направлении [110] ОЦК структуры. Однако заметны другие пики (200), (220) и (211), что указывает на отсутствие однозначного направления роста. Изменение формы и интенсивности пиков вызвано дефектами и несовершенствами кристаллической структуры. Нанотрубки из сплава FeCo, полученные по той же методике, демонстрируют схожие картины электронной дифракции: при содержании Co менее 85% формируется ОЦК-структура и рост происходит преимущественно в направлении [110].

В зависимости от условий осаждения гексагональная ось с располагается вдоль направления роста нанотрубок/проводов или в перпендикулярном направлении. В последнем случае сильная конкуренция кристаллической анизотропии и анизотропии формы приводит к отсутствию четкого направления легкого намагничивания и способствует образованию магнитных максимумов. Если ось с проходит почти вдоль оси нанопровода, то в осевую легкую анизотропию вносят вклад как кристаллическая анизотропия, так и анизотропия формы.

Коэрцитивная сила нанотрубок $Fe_{49}Co_{51}$ при параллельной ориентации магнитного поля (Рисунок 11) при низких температурах составляла около 500 Э и уменьшилась при комнатной температуре. При перпендикулярной ориентации внешнего магнитного поля наблюдалось резкое уменьшение Hc и остаточной намагниченности при комнатной температуре.

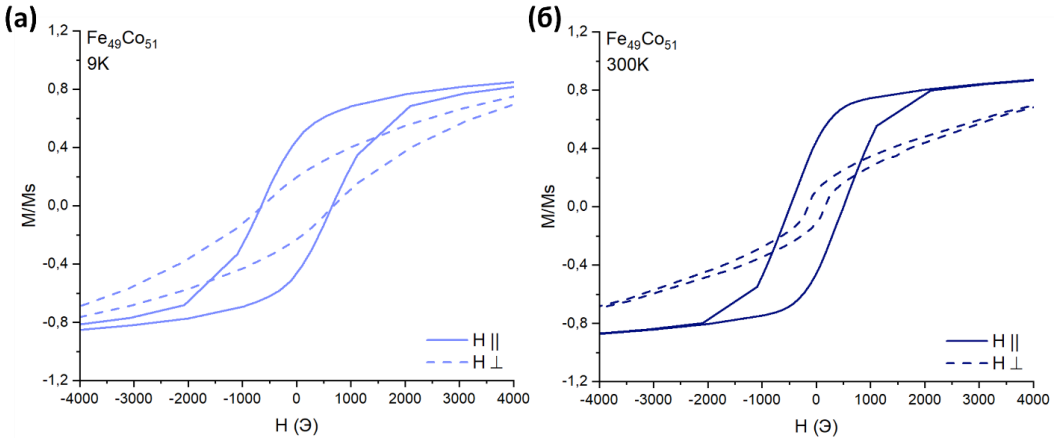


Рисунок 11 – Петли магнитного гистерезиса массива нанотрубок состава $Fe_{49}Co_{51}$ снятые при температуре 9 К (а) и 300 К(б) при приложении внешнего магнитного поля параллельно (сплошные линии) и перпендикулярно (пунктирные линии) относительно оси нанотрубок.

При комнатной температуре поле насыщения для случая перпендикулярного намагничивания составляет около 6 кЭ, что значительно ниже, чем размагничивающее поле длинного цилиндра ($H_D = 2\pi Ms \approx 11{,}75$ кЭ, взяв $M_S = 1870$ Гс для объемного Fe-Co с почти одинаковым соотношением элементов в составе). Снижение поля насыщения может быть связано с циркулярным типом намагничивания и эффектом поверхностной анизотропии. Для низких температур поле насыщения при перпендикулярном направлении поля несколько выше, вероятно, отражая влияние внутренних напряжений на кристаллическую магнитную анизотропию. Дипольное взаимодействие между соседними нанотрубками в геометрии изготовления образцов (расстояние между порами почти в два раза больше, чем диаметр нанотрубок) будет невелико и, следовательно, основной вклад будет вносить анизотропия форма.

Нанопровода или нанотрубки из чистого Co, имеющие ГПУ кристаллическую структуру, имеют большую кристаллическую магнитную анизотропию вдоль оси роста (длина) в сочетании с большой намагниченностью насыщения. При преимущественной ориентации кристаллитов ГПУ Co вдоль оси нанопроводов ось легкой намагниченности будет также ориентирована вдоль оси проводов, причем в эту анизотропию вносят вклад как кристаллическая анизотропия, так и анизотропия формы. При когерентном вращении намагниченности в поле, приложенном вдоль оси нанопроводов, коэрцитивная сила будет максимальной.

Основные результаты и выводы

1. Проведено детальное исследование корреляции структурных и магнитных свойств ферромагнитных микропроводов составов $Fe_{45}Co_{30}Si_{10}B_{15}$ и $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$ в стеклянной оболочке, полученных по методу Тейлора-Улитовского с разной скоростью вытягивания при закалке на воздухе. Было установлено зарождение кристаллитов ГЦК-Co при низких скоростях вытягивания, что в случае $Co_{69}Fe_{4.5}Cr_4Si_{12}B_{11}$ приводило к изменению преобладающего типа анизотропии с циркулярного на осевой, с увеличением коэрцитивной силы до 100 Э.

2. Исследования поведения высокочастотного магнитоимпеданса в микропроводах, полученных с различной скоростью вытяжки, показали значительное увеличение магнитной анизотропии даже при относительно высоких скоростях вытягивания.

3. По результатам исследования микропроводов составов $Co_{67.7}Fe_{4.3}Si_{11}B_{14}Cr_3$, $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ и $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ до и после термо-, термо-магнитных обработок был выделен метод токового отжига, как наиболее эффективный для получения

микроструктур с относительно магнитожесткими свойствами. Были получены образцы микропроводов $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ в результате отжига током 100 мА в течение 30 мин со значением коэрцитивной силы 600 Э, за счет формирования мелкозернистой структуры с ГПУ-Co (размер зерен 70-75 нм) с преимущественной ориентацией зерен вдоль оси микропроводов.

4. Детальное исследование влияния режимов токового отжига позволило определить температуру отжига непосредственно вблизи температуры кристаллизации, при которой коэффициент магнитострикции становится отрицательным, как и в исходном состоянии. Однако с помощью отжига устраняется разброс внутренних напряжений, и такое состояние является термостабильным. Таким образом, получены магнитомягкие микроструктуры с высокой температурной стабильностью. Для этих материалов получены высокие значения изменения магнитоимпеданса ($\Delta Z/Z \sim 280\%$ на частоте 1 ГГц)

5. Результаты исследований магнитных свойств наноструктур на основе сплавов Fe-Co, полученных методом электроосаждения в пористые мембраны, позволили установить, что при преимущественном содержании Co в бинарных соединениях Fe-Co формируются нанопровода с коэрцитивной силой более 200 Э. Были получены нанопровода с коэрцитивной силой до 1000 Э в мембранах с порами диаметром 30 нм. Такое значительное увеличение коэрцитивной силы обусловлено преимущественной ориентацией кристаллитов вдоль оси роста нанопроводов и соизмеримостью размеров зерен с однодоменным состоянием (процессы перемагничивания преимущественно происходят за счет когерентного вращения магнитных моментов). Нанотрубки с практически одинаковым содержанием Fe и Co, полученные тем же способом, что и нанопровода, также продемонстрировали высокие значения коэрцитивности (до 500 Э), но с низким значением остаточной намагниченности.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Alfadhel, A.; Khan, M.A.; Cardoso, S.; Leitao, D.; Kosel, J. A Magnetoresistive Tactile Sensor for Harsh Environment Applications. Sensors 2016, 16, 650. https://doi.org/10.3390/s16050650

2. Huang, YY., Chen, P., Wu, CH. et al. Screening and Molecular Analysis of Single Circulating Tumor Cells Using Micromagnet Array. Sci Rep 5, 16047 (2015). https://doi.org/10.1038/srep16047

3. Stress effect on magnetoimpedance in amorphous wires at gigahertz frequencies and application to stress-tunable microwave composite materials / Panina L. V., Sandacci S. I., Maknovskiy D. P. // Appl. Phys. - 2015. - vol. 97, No. 013701 (doi: 10.1063/1.1821640);

4. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials / Qin F, Peng H-X // Progr. Mater. Sci. - 2013. - vol. 58. - pp. 183–259 (doi: 10.1016/j.pmatsci.2012.06.001);

5. Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire / Gudoshnikov S, Usov N, Nozdrin A et al. // Phys. Status Solidi A. - 2014. - vol. 211. - pp. 980–985 (doi: 10.1002/pssa.201300717);

6. DC and AC linear magnetic field sensor based on glass coated amorphous microwires with giant magnetoimpedance / García-Chocano V. M., García-Miquel H. // J. Magn. Magn. Mater. - 2015. - vol. 378. - pp. 485–492 (doi: 10.1016/j.jmmm.2014.11.017)

7. Stress effect on magnetoimpedance in amorphous wires at gigahertz frequencies and application to stress-tunable microwave composite materials / Panina L. V., Sandacci S. I., Maknovskiy D. P. // Appl. Phys. - 2015. - vol. 97, No. 013701 (doi: 10.1063/1.1821640);

8. Embedded ferromagnetic microwires for monitoring tensile stress in polymeric materials / Makhnovskiy D. P., Zamorovskii V., Summerscales J. // Composites A. - 2014. - vol. 61. - pp. 216–223 (doi: 10.1016/j.compositesa.2014.03.006);

9. Preparation and properties of glass-coated microwires / Larin V.S., Torcunov A.V., Zhukov A. et al. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. - 2002. - vol. 249, issues 1–2. - pp. 39-45 (https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)00501-2);

10. Technology Preparation and Properties of the Cast Glass-Coated Magnetic Microwires / Baranov, S.A., Larin V.S., Torcunov A.V. // Crystals. - 2017. - vol. 7 (6), 136. - 12 p. (https://doi.org/10.3390/cryst7060136);

11. Structural relaxation in amorphous $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ studied by energy dispersive X-ray diffraction / Egami T. // J Material Science. - 1978. - vol. 13. - pp. 2587–2599 (https://doi.org/10.1007/BF02402745);

12. Structural relaxation and magnetic properties of Co-rich amorphous wire / Gomez-Polo C., Vazquez M. J. // Magn. Magn. Mater. - 1993. - vol. 118. - pp. 86–92 (https://doi.org/10.1016/0304-8853(93)90161-T);

13. Magnetic anisotropy and stress-magnetoimpedance (S-MI) in current-annealed Co-rich glass-coated microwires with positive magnetostriction / Nematov M., Adam A., Panina L. et al. // J. Magn. Magn. Mater. - 2019. - vol. 474. - pp. 296–300 (https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.11.042);

14. Enhanced high-frequency magneto-impedance response of melt-extracted Co69.25Fe4.25Si13B13.5 microwires subject to Joule annealing / Thiabgoh O., Shen H., Eggers T. et al. // J. Sci. Adv. Mater. Devices. - 2016. - vol. 1. - pp. 69–74 (https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2016.04.003);

15. Enhancing GMI properties of melt-extracted Co-based amorphous wires by twin-zone Joule annealing / Liu J., Cao F., Xing D. et al. // J. Alloy. Compd. - 2012. - vol. 541. - pp. 215–221 (https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.05.126);

16. Trends in optimization of giant magnetoimpedance effect in amorphous and nanocrystalline materials / Zhukov A., Ipatov M., Churyukanova M. et al. // J. Alloy. Compd. - 2017. - vol. 727. - pp. 887–901 (https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.119);

17. Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: Helical and circumferential / Makhnovskiy D., Panina L., Mapps D.J. // Phys. Rev. B. - 2002. - vol. 63, No. 144424 (doi/10.1103/PhysRevB.63.144424);

18. Directed crystallization of glass-coated microwires / Larin V. Panina L. V., Patroi E.-A. et al. // Physica Status Solidi (a). - 2016. - vol. 213(2). - pp. 384–389 (doi:10.1002/pssa.201532579);

19. Effect of heat treatment on phase transformations and magnetization of amorphous Co69Fe4Cr4Si12B11 microwires / Elmanov G. N., Chernavskii P. A., Kozlov I. V. et al. // J. Alloy Compd. - 2018. - vol. 741. - pp. 648–655 (doi: 10.1016/j.jallcom.2018.01.114);

20. Fabrication and magnetic properties of arrays of amorphous and polycrystalline ferromagnetic nanowires obtained by electron beam lithography / J.I. Martín, M. Vélez, R. Morales et al. // Magn. Magn. Mater. - 2002. - vol. 249. - pp. 156–162 (http://dx.doi.org/ 10.1016/S0304-8853(02)00524-3);

21. Studies on surface facets and chemical composition of vapor grown one-dimensional magnetite nanostructures / S. Barth, S. Estrade, F. Hernandez-Ramirez et al. // Cryst. Growth Des. - 2009. - vol. 9. - pp. 1077–1081 (http://dx.doi.org/10. 1021/cg8009095);

22. Advanced scanning probe lithography / R. Garcia, A.W. Knoll, E. Riedo // Nat. Nanotechnol. - 2014. - vol. 9. - pp. 577–587 (http://dx.doi.org/10.1038/nnano.2014.157);

23. Magnetic properties of Co nanopillar arrays prepared from alumina templates / L.G. Vivas, Y.P. Ivanov, D.G. Trabada et al. // Nanotechnology. - 2013. - vol. 24, No. 105703 (http://dx.doi.org/ 10.1088/0957-4484/24/10/105703);

24. Magnetic interaction in FeCo alloy nanotube array / D. Zhou, T. Wang, M.G. Zhu et al. // J. Magn. - 2011. - vol. 16. - pp. 413–416 (http://dx.doi. org/10.4283/JMAG.2011.16.4.413);

25. Magnetoelectric properties of nickel nanowires-P(VDF-TrFE) composites / T.H.L. Nguyen, L. Laffont, J.F. Capsal et al. // Mater. Chem. Phys. - 2015. - vol. 153. - pp. 195–201 (http://dx.doi.org/10. 1016/j.matchemphys.2015.01.003);

26. Metal nanotubes prepared by a sol–gel method followed by a hydrogen reduction procedure / Z. Hua, S. Yang, H. Huang, et al. // Nanotechnology. - 2006. - vol. 17. - pp. 5106–5110 (http://dx.doi.org/10.1088/ 0957-4484/17/20/011);

27. Magnetic and microstructural characterizations of CoFe and CoFeB nanowires / R. Sharif, S. Shamaila, M. Ma et al. // J. Magn. Magn. Mater. - 2008. - vol. 320. - pp. 1512–1516 (http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.12.018);

28. Fabrication of ordered magnetite-doped rare earth fluoride nanotube arrays by nanocrystal self-assembly / F. Zhang, D. Zhao // Nano Res. - 2009. - vol. 2. - pp. 292–305 (http://dx.doi.org/10.1007/s12274-009-9027-6);

29. Electrochemical synthesis and magnetoresistance properties of Ni, Co and Co/Cu nanowires in a nanoporous anodic oxide layer on metallic aluminium / T. Ohgai, X. Hoffer, A. Fabian et al. // J. Mater. Chem. -2003. - vol. 13, No. 2530 (http://dx.doi.org/10.1039/b306581b);

30. Fabrication of integrated arrays of ultrahigh density magnetic nanowires on glass by anodization and electrodeposition / S.Z. Chu, S. Inoue, K. Wada et al. // Electrochim. Acta - 2005. - vol. 51. - pp. 820–826 (http://dx.doi.org/ 10.1016/j.electacta.2005.03.075);

31. Electrochemical processing of Cu and Ni nanowire arrays / M. Motoyama, Y. Fukunaka, T. Sakka et al. // J. Electroanal. Chem. - 2005. - vol. 584. - pp. 84–91 (http://dx.doi.org/10.1016/j.jelechem.2005.07.023);

32. The morphology of the alumina films formed tn the anodization process of aluminium in the orthophosphoric acid solution. The Co-Fe alloys electrodeposition into obtained alumina pores / W. Gumowska, I. Dobosz, B. Wrzoszczyk // Acta Metall. Mater. - 2014. - vol. 59. (http://dx.doi.org/10.2478/ amm-2014-0022);

33. Investigation of magnetic interactions in large arrays of magnetic nanowires / P.S. Fodor, G.M. Tsoi, L.E. Wenger // J. Appl. Phys. - 2008. - vol. 103 (http: //dx.doi.org/10.1063/1.2834242);

34. Fabrication and characterization of Co[sub 1-x]Fe[sub x] alloy nanowires / P.S. Fodor, G.M. Tsoi, L.E. Wenger // J. Appl. Phys. - 2002. - vol. 91, No. 8186 (http://dx.doi.org/10.1063/1.1449450);

35. Geometry dependence of the annealing effect on the magnetic properties of Fe48Co52 nanowire arrays / H.L. Su, G.B. Ji, S.L. Tang et al. // Nanotechnology. - 2005. - vol. 16. - pp. 429–432 (http://dx.doi.org/10. 1088/0957-4484/16/4/016);

36. Conversion of FeCo from soft to hard magnetic material by lattice engineering and nanopatterning / T. Hasegawa, S. Kanatani, M. Kazaana, et al. // Sci. Rep. - 2017. - pp. 1–7 (http://dx.doi.org/10.1038/s41598- 017-13602-x);

37. Current progress and future challenges in rare-earth-free permanent magnets / J. Cui, M. Kramer, L. Zhou et al. // Acta Mater. - 2018. - vol. 158. - pp. 118–137 (http://dx.doi.org/10. 1016/j.actamat.2018.07.049);

38. Tunable Magnetic Properties of Glass-Coated Microwires by Initial Technical Parameters. Rodionova V. V., Baraban I. A., Panina L. V., Bazlov A. I., Perov N. S. 11, 2018 г., IEEE Transactions on Magnetics, T. 54, стр. 1-6.

39. Tailoring of magnetic properties of glass-coated microwires by current annealing. V. Zhukova, A.F. Cobeño, A. Zhukov, J.M. Blanco, S. Puerta, J. Gonzalez, M. Vázquez. 1-3, 2001 г., Journal of Non-Crystalline Solids, T. 287, стр. 31-36.

40. Structural and magnetic transformations in amorphous ferromagnetic microwires during thermomagnetic treatment under conditions of directional crystallization. A.T. Morchenko, L.V. Panina, V.S. Larin, M.N. Churyukanova, M.M. Salem, H. Hashim, A.V. Trukhanov, V.V. Korovushkin, V.G. Kostishyn. 698, 2017 г., Journal of Alloys and Compounds, стр. 685-691.

41. Structural and magnetic anisotropy of directionally-crystallized ferromagnetic microwires. Svetlana Evstigneeva, Alexander Morchenko, Alexey Trukhanov, Larissa Panina, Vladimir Larin, Natalia Volodina, Nikolay Yudanov, Makhsudsho Nematov, Hisham Hashim, Haseeb Ahmad. 185, 2018 г., EPJ Web Conf., стр. 04022.

42. Quantitative evaluation of α-Al nano-particles in amorphous Al87Ni7Gd6—comparison of XRD, DSC, and TEM. P., Wesseling. 48, 2003 г., Scripta Materialia, стр. 1537–1541. 11.

43. Evaluation of the volume fraction of nanocrystals devitrified in Al-based amorphous alloys. Yang H. W., Wen J., Quan M. X., Wang J. Q. 355(4-5), 2009 г., Journal of Non-Crystalline Solids, стр. 235–238.

44. Temperature-stable magnetoimpedance (MI) of current-annealed Co-based amorphous microwires. A. Dzhumazoda, L.V. Panina, M.G. Nematov, A.A. Ukhasov, N.A. Yudanov, A.T. Morchenko, F.X. Qin. 474, 2019 г., Journal of Magnetism and Magnetic Materials, стр. 374-380.

45. Soft Magnetic Amorphous Microwires for Stress and Temperature Sensory Applications. Panina L, Dzhumazoda A, Nematov M, Alam J, Trukhanov A, Yudanov N, Morchenko A, Rodionova V, Zhukov A. 19, 2019 г., Sensors, стр. 5089.

46. Glass coated microwires with enhanced coercivity / Sinnecker E. H. C. P., Paramo D., Larin V. et al. // J. Magn. Magn. Mater. - 1999. - vol. 203. - pp. 54–56 (doi: 10.1016/S0304-8853(99)00186-9);

47. The magnetocrystalline anisotropy of cobalt. D.M. Paige, B. Szpunar, B.K. Tanner. 3, 1984 г., Journal of Magnetism and Magnetic Materials, T. 44, стр. 239-248.

48. Switching Field dependence on applied field orientation in bistable Fe-rich microwires. Zhukova V, Zhukov A, Blanko J M, Gonzalez J. 2002 г., Phys. Status Solid (A), T. 189, стр. 795–798.

49. Excellent soft magnetic properties in Co-based amorphous alloys after heat treatment at temperatures near the crystallization onset. M.G. Nematov, V. Kolesnikova, S.A. Evstigneeva, J. Alam, N.A. Yudanov, A.A. Samokhvalov, N. Andreev, S.V. Podgornaya, I. Soldatov, R. Schaefer, V. Rodionova, L.V. Panina. 2022 г., Journal of Alloys and Compounds, T. 890, стр. 10. 161740.

50. Towards smooth and pure iron nanowires grown by electrodeposition in self-organized alumina membranes. Haehnel, V., Fähler, S., Schaaf, P., Miglierini, M., Mickel, C., Schultz, L., & Schlörb, H. 7, 2010 г., Acta Materialia, T. 58, стр. 2330–2337

Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах:

1. **S. A. Evstigneeva**, M. G. Nematov, A. Omelyanchik, N. A. Yudanov, V. V. Rodionova and L. V. Panina, "Hard Magnetic Properties of Co-Rich Microwires Crystallized by Current Annealing," IEEE Magnetics Letters, vol. 11, pp. 1-5, Art no. 7501305 (2020) doi: 10.1109/LMAG.2020.2974152.

2. E.Yu. Kaniukov, A.E. Shumskaya, A.L. Kozlovskiy, M.V. Zdorovets, A.V. Trukhanov, T.I. Zubar, D.I. Tishkevich, D.A. Vinnik, D.R. Khairetdinova, **S.A. Evstigneeva**, V.S. Rusakov, B.Z. Rameev, L.V. Panina, Structure and magnetic properties of FeCo nanotubes obtained in pores of ion track templates//Nano-Structures & Nano-Objects, V. 26, number: 100691 (2021) https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2021.100691

3. А.А. Самохвалов, **С.А. Евстигнеева**, А.Т. Морченко, Н.А. Юданов, Л.В. Панина, М.Г. Нематов «Методика измерения малых величин магнитострикции в аморфных микропроводах с произвольным типом магнитной анизотропии»//Заводская лаборатория. Диагностика материалов, Т.88(1), с. 62-68 (2022) doi: 10.26896/1028-6861-2022-88-1-I-62-68

4. M.G. Nematov, V. Kolesnikova, **S.A. Evstigneeva**, J. Alam, N.A. Yudanov, A.A. Samokhvalov, N. Andreev, S.V. Podgornaya, I. Soldatov, R. Schaefer, V. Rodionova, L.V. Panina, Excellent soft magnetic properties in Co-based amorphous alloys after heat treatment at

temperatures near the crystallization onset//Journal of Alloys and Compounds, V. 890, number: 161740 (2022) https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161740

5. Panina, L.V., Zagorskiy, D.L., Shymskaya, A., Doludenko, I.M., **Evstigneeva S.A**., Melnikova, P.D., Khairetdinova, D.R., Lukkareva, S.A. and Gilimyanova, A.R. 1D Nanomaterials in Fe-Group Metals Obtained by Synthesis in the Pores of Polymer Templates: Correlation of Structure, Magnetic, and Transport Properties//Phys. Status Solidi A, number: 2100538 (2022) https://doi.org/10.1002/pssa.202100538