На правах рукописи

КОРОЛЁВ ДМИТРИЙ ВИКТОРОВИЧ

Закономерности формирования и свойства микромагнитов на основе сплава редкоземельных металлов с переходными 3d металлами и бором

01.04.17 Химическая физика, горение и взрыв,

физика экстремальных состояний вещества

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

доктора физико-математических наук

Черноголовка – 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт проблем химической физики Российской академии наук» и Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»

Научный консультант: Моргунов Роман Борисович,
доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты: Каневский Владимир Михайлович
доктор физико-математических наук, Федеральное государственное учреждение «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук» (ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН), г. Москва, лаборатория роста тонких пленок и неорганических наноструктур, заведующий лабораторией;

Кокшаров Юрий Алексеевич
доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова», г. Москва, кафедра «Физика магнитных явлений», доцент/старший научный сотрудник;

Савин Валерий Васильевич
доктор физико-математических наук, профессор, Институт физико-математических наук и информационных технологий ФГАОУВО «БФУ им. И. Канта», г. Калининград, лаборатория физического материаловедения, заведующий лабораторией.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Воронежский государственный технический университет».

Защита состоится “07” октября 2021 г. в 10 часов 30 минут на заседании диссертационного совета 24.1.108.02 ФГБУН Институт проблем химической физики РАН по адресу: 142432, Московская область, г. Черноголовка, ул. Проспект академика Семёнова д.1, тел./факс (496)522-51-34.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института проблем химической физики РАН по адресу: 142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Проспект академика Семёнова д.1, и на сайте ИПХФ РАН www.icp.ac.ru.

Автореферат разослан “____”_____2021 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета д.х.н. Золотухина Екатерина Викторовна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности

Актуальность исследования микромагнитов (в частности микропроводов) на основе редкоземельных сплавов связана с поисками новых магнитных состояний в объектах, размеры которых сопоставимы с размерами магнитных доменов. В сплавах RE-TM-B (RE – редкоземельные элементы, TM –переходные металлы, B – бор), где величина кристаллической магнитной анизотропии высока ~ 10^7 эрг/см^3 [1], размеры доменов попадают в диапазон ~ 1-10 мкм. В результате в объектах микронного масштаба закономерности намагничивания существенно зависят от конкуренции кристаллической, поверхностной, магнито-упругой анизотропии, а также анизотропии формы. Закономерности кристаллизации расплава и формирования структурно-фазового состояния, детально исследованные в макроскопических магнитах RE-TM-B, значительно меняются в микронном масштабе, где имеют место иные условия теплообмена, возрастает роль поверхностных явлений. Современная направленность на микро- и нанотехнологии приводит к необходимости проверки, уточнения и разработки химических и физических закономерностей, моделей и теорий для магнитных сплавов микроскопического масштаба. Многокомпонентность системы, состоящей из нескольких химических элементов (до 5 и более), конкуренция образования различных фаз, определяемая их энергиями Гиббса и кинетикой роста, существенное влияние процессов окисления и возникновения немагнитных межзеренных промежутков со сложной химией их образования - все это и прямые факторы управления магнитными свойствами микромагнитов являются методами химической физики. Аморфные материалы RE-TM-B уникальны тем, что могут проявлять свойства, характерные для спиновых стекол. Значительный вклад в развитие науки об аморфных металлах и их магнитных свойствах в нашей стране внесли профессора Звездин А.К., Грановский А.Б. (МГУ), Глезер А.М. (ЦНИИчермет), Васильев А.Н. (МГУ), Золотухин И.В. и Калинин Ю.Е. (ВГТУ), Васьковский В.О., Кудреватых Н.В. (УРО РАН) и др.

Имеется и практическая сторона актуальности исследования магнитов микронного и субмикронного масштаба. Ферромагнитные микропровода давно и успешно используются в качестве датчиков магнитного поля, температуры, деформации, механических напряжений [2-11]. Признанными лидерами этого направления являются профессора А. Жукова, В. Жуков, А. Чижик, Г.В. Курляндская, Н.С. Перов, М.М. Серов, Л.В. Панина, а также д.ф.-м.н. В.С. Горнаков и к.ф.-м.н. Ю.П. Кабанов.

Одним из преимуществ редкоземельных магнитных материалов является очень высокая остаточная намагниченность, которая обеспечивает значительную величину градиента магнитного поля и ее напряженности вблизи микромагнитов специальной формы. Кроме того, магнитострикция, оказывается на порядок выше в микропроводах RE-TM-B по сравнению с микропроводами на основе переходных металлов [8, 9]. На основе микропроводов изготавливают

множество уникальных изделий: сверхминиатюрные электродвигатели, в которых магнито-жесткие микропровода служат элементами статора; микророботы, микропинцеты для биологических и медицинских применений, датчики магнитного поля, температуры, деформации и механической нагрузки, микрохолодильники, основанные на высоком значении магнитной энтропии [4-10]. Совершенствование технологии изготовления микромагнитов тесно связано с 3D печатью и лазерными технологиями селективного спекания и выращивания [12-14]. Хотя в литературе имеются многочисленные примеры модификации поверхности металлов и полупроводников лазерным излучением, быстрая локальная кристаллизация и фазовые переходы под действием короткого лазерного импульса не получили до сих пор исчерпывающего объяснения.

Новизна исследований микроструктур на основе сплавов RE-TM-B обусловлена большим разнообразием магнитных фаз в редкоземельных сплавах по сравнению с более детерминированными материалами на основе Fe или Co. Известно, что в зависимости от режима охлаждения расплава (и метода приготовления микропроводов, соответственно) в них может возникать множество фаз помимо основной магнитной фазы $RE_2TM_{14}B$ (далее фаза 2-14-1) [15]. В основном все эти дополнительные фазы обладают невысокой намагниченностью, однако в целом их наличие может даже увеличивать коэрцитивную силу микромагнита, изолировать зерна основной магнитной фазы, препятствуя движению доменных стенок.

Процессы образования и устойчивости всех возможных фаз в исследуемой многокомпонентной системе определяются физико-химическими закономерностями их зарождения и роста в неравновесных условиях затвердевания сильно переохлажденного расплава при больших скоростях охлаждения и направленном теплоотводе. Еще одна проблема химической физики связана с формированием оптимального фазового состава микропровода при различных режимах нагрева-охлаждения расплава. Эта проблема рассматривается в рамках представлений об энергии Гиббса многофазной системы в состоянии равновесия, либо с помощью представлений о метастабильных и неравновесных состояниях. В микропроводах RE-TM-B проблемы формирования фаз, химических соединений, окисления, пластичности и прочности, температурной устойчивости далеки от решения. Можно предположить, что, например, структурное фазовое равновесие в микропроводе, где значительную роль играет поверхностный слой, будет оптимизироваться при другом соотношении фаз даже в ситуации таких же концентраций химических элементов, как в объемном магните. Но наиболее сильных изменений можно ожидать при исследовании магнитной структуры микропроводов, поскольку их поперечный размер становится близок к размеру доменов. В этой ситуации условие минимума магнитостатической энергии приводит к иной магнитной структуре (по сравнению с макромагнитами) ввиду значительного вклада поверхностных слоев, наличия механических напряжений и многообразия конкурирующих видов магнитной анизотропии поверхностного слоя микропроводов. Эти закономерности формирования магнитных свойств

микропроводов почти не исследованы в системе RE-TM-B. Таким образом, уже в микромасштабе можно ожидать существенного изменения всего комплекса физико-химических свойств многокомпонентных редкоземельных сплавов.

Микропровода RE-TM-B кажутся весьма привлекательными и с точки зрения фундаментальных проблем химической физики и материаловедения. Известно, что высокая одно-ионная анизотропия и тетрагональная симметрия основной магнитной фазы, обеспечивающая понижение симметрии кристаллического поля лигандов по сравнению с кубической симметрией материала CoFeB, является главной причиной высокой магнитной анизотропии редкоземельных магнитов [16]. В тетрагональном кристаллическом поле снимается вырождение спиновых уровней, и спин-орбитальное взаимодействие вместе с магнитной анизотропией значительно возрастают. Принято считать, что объемная магнитная анизотропия ферромагнетика в целом является фундаментальным свойством материала и зависит от одно-ионных анизотропий атомов кристаллической решетки. Присутствие ионов Pr^{3+}, Dy^{3+}, Co^{2+} создает значительную суммарную анизотропию (а значит и коэрцитивную силу). В объемных магнетиках имеются в основном химические пути оптимизации магнитной анизотропии. В микропроводах полная магнитная анизотропия включает в себя анизотропию различных межфазных интерфейсов, поверхностную анизотропию, магнито-упругую анизотропию, связанную с наличием магнитострикции, и анизотропию формы, сравнимую с объемной анизотропией в аморфном материале. Это расширяет возможности управления магнитными характеристиками микромагнитов по сравнению с объемными образцами.

Цель исследования заключается в установлении закономерностей формирования функциональных свойств микромагнитов RE-TM-B в зависимости от их структуры, химического и фазового состава, формируемых химическим травлением, лазерным облучением и различными режимами термообработки.

Задачи исследования

1. Установление закономерностей изменения физико-химических свойств микропроводов, полученных из расплава, охлаждаемого с регулируемой (в том числе сверхбыстрой ~10^6 К/с) скоростью охлаждения, позволяющей добиваться различных соотношений аморфной и кристаллических фаз микропроводов.
2. Поиск взаимосвязи между формой микропроводов и их морфологией, структурой, химическим и фазовым составами, разделение вкладов поверхностных и объемных свойств микропроводов при разных условиях их формирования.
3. Определение интегральных магнитных характеристик микромагнитов: магнитной анизотропии, коэрцитивной силы, намагниченности насыщения, ориентационной зависимости намагниченности во внешнем

магнитном поле. Сравнение магнитных свойств микропроводов с объемными аналогами в виде поликристаллических магнитов.

4. Исследование локальных магнитных характеристик и доменной структуры микропроводов магнито-оптическими методами, позволяющими устанавливать распределение поверхностной намагниченности. Выявление особенностей доменной структуры микропроводов и влияния на неё их методики приготовления, внешнего магнитного поля и морфологии микропроводов.

5. Разработка метода селективного химического травления поверхности микропровода для создания субмикронного наконечника микропровода, позволяющего добиться высокого значения локального градиента магнитного поля, достаточного для манипуляций магнито-активными биологическими объектами.

6. Получение данных о фазовых превращениях в спин-стекольном магнитном состоянии сплава PrDyFeCoB.

7. Поиск условий для создания магнитной модуляции микропроводов с помощью, лазерно-индуцированной микрокристаллизации и периодических механических дефектов поверхностного слоя микропровода. Получение магнито-модулированного микропровода с локально измененной микроструктурой.

8. Создание и исследование интерфейсов ферромагнетик-ферримагнетик в двуслойных микропроводах, состоящих из ядра RE-TM-B, покрытого α-Fe, а также систем, состоящих из ядра α-Fe, покрытого оболочкой RE-TM-B.

Объекты исследования

Микропровода полученные сверхбыстрым охлаждением расплава RE-TM-B и их модификации лазерным отжигом, химическим селективным травлением, магнетронным напылением, механическим скрайбированием.

Предмет исследования

Исследование магнитных свойств микромагнитов RE-TM-B и выявление стратегий управления их микроструктурой и фазовым составом. Поиск условий формирования требуемых свойств микромагнитов и путей управления ими с помощью химического, структурного и фазового состава, а также с помощью целенаправленного формирования доменной структуры, термообработкой и лазерным воздействием, механическим скайбированием, химическим травлением, магнетронным напылением.

Методология и методы диссертационного исследования

В работе были использованы методы исследования химического и фазового состава, структуры материала. Масс-спектроскопия и рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС) использовались для определения химического состава материала. Сканирующая электронная микроскопия (Scanning Electron Microscopy, SEM) использовалась для исследования морфологии образцов, а также фазового состава по изображениям, полученным в режиме обратно отражённых электронов (Back Scattering Electrons, BSE). Химический состав фаз определяли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDX).

Локальную структуру исследовали с помощью просвечивающей электронной микроскопии (Transmission Electron Microscopy, TEM). Рентгеновская дифрактометрия (X-Ray diffraction, XRD) использовалась для определения содержания аморфной фазы в образцах. Использовали несколько взаимодополняющих методик исследования магнитных свойств. СКВИД-магнитометрия (SQUID) использовалась для исследования температурных и полевых зависимостей интегрального магнитного момента. Вибромагинтометрия (VSM) использовалась для исследования угловых зависимостей намагниченности образцов. Магнито-оптическая микроскопия на основе эффекта Керра (Magneto-optical Kerr effect, MOKE) и метод магнито-оптических индикаторных пленок (Magneto-optical Indicator Films, MOIF), основанный на эффекте Фарадея, а также атомная силовая (Atomic Force Microscopy, AFM) и магнитная силовая микроскопия (Magnetic Force Microscopy, MFM) использовались для исследования магнитной доменной структуры образцов микромагнитов. Для получения микропроводов использовали оригинальную установку для сверхбыстрого охлаждения расплава, разогретого электронным пучком, а также программируемый иттербиевый лазер мощностью до 20 кВт в импульсе длительностью 120 нс, позволяющий исследовать локальную кристаллизацию аморфных микропроводов в области размером 10 мкм.

Теоретическая и практическая значимость работы

Получены новые типы микропроводов PrDyFeCoB с различной степенью аморфности (до 86%), регулируемой скоростью охлаждения расплава. Установлено, что в зависимости от условий охлаждения в микропроводах можно создавать заданную концентрацию фаз 2-14-1, 1-4-1, 2-1, а также включения α-Fe (в том числе получены микропровода с центральным ядром α-Fe).

Обнаружен переход Альмейды-Таулеса (Almeda-Thoules) в аморфных микропроводах с Изинговскими ионами Dy^{3+}. Данный переход между спин-стекольным состоянием Изинга и ферримагнитным состоянием микропровода исследован, как функция магнитного поля H и температуры T. Установлена граница перехода в координатах H-T между упомянутыми состояниями при разных температурах 2-300 K.

Обнаружена новая пара магнитоупорядоченных металлов с обменным смещением ферримагнетик – ферромагнитный переходный металл α-Fe/PrDyFeCoB. Это явление наблюдается как в микропроводах, в которых образование включений α-Fe происходит самопроизвольно в процессе сверхбыстрого охлаждения расплава, так и в микропроводах, где ядро PrDyFeCoB было целенаправленно покрыто слоем α-Fe с помощью магнетронного напыления. Магнетронным напылением созданы надёжные и воспроизводимые условия получения интерфейса α-Fe/PrDyFeCoB с обменным смещением.

Обнаружен режим сверхбыстрой кристаллизации аморфной фазы под действием лазерного облучения. Получены микропровода с локально кристаллизованной аморфной фазой под действием лазерного облучения, а

также механически и лазерно- модулированные микропровода с периодической намагниченностью.

Научно-практическая ценность результатов работы

Решена научно-практическая задача, связанная с получением магнито-модулированных структур и микромагнитов с высоким градиентом магнитного поля для медико-биологических применений (Рис. 1):

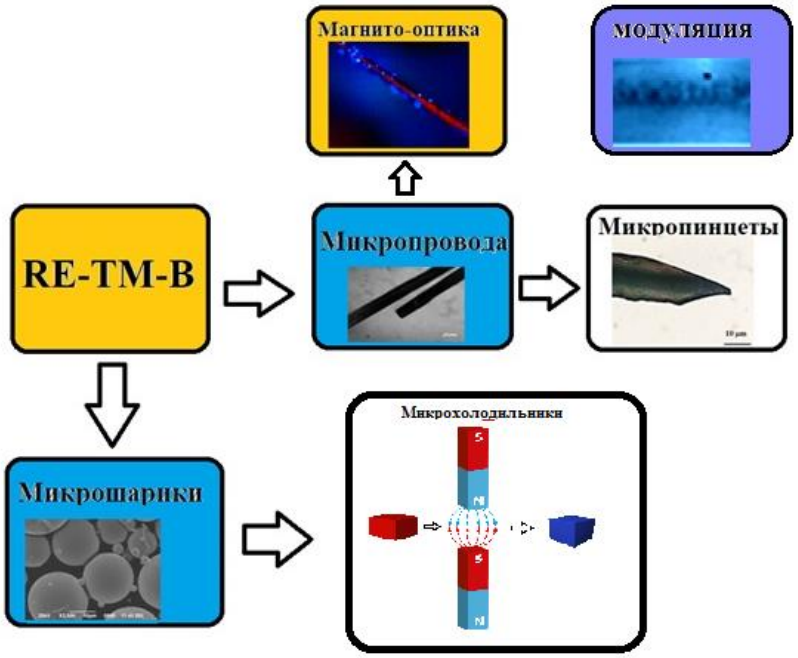


Рис. 1. Направления развития редкоземельных ферромагнитных микромагнитов [17].

1) Значительно увеличена сила микропинцетов, изготовленных из микропроводов PrDyFeCoB, с помощью химического заострения конца микропровода (Рис. 1).

2) Обнаружено фотолюминесцентное свечение в видимом диапазоне микропроводов под действием ультрафиолетового света 350 нм. Это открывает возможности для использования оптических маркеров на микромагните для использования в медико-биологических исследованиях. Фотолюминесцентные маркеры микропровода являются удобным средством позиционирования магнитных микропроводов с модуляцией распределения поля вдоль длины.

3) Показано, что нанесение периодических канавок на поверхность микропровода алмазным резцом или программируемым лазерным отжигом приводит к магнитной модуляции доменной структуры, период которой совпадает с периодом распределения механических напряжений в приповерхностных слоях микропроводов.

4) Получены аморфные микропровода с локально кристаллизованными периодическими микроучастками с перпендикулярной компонентой намагниченности.

5) Разработаны методы напыления двуслойных и мультислойных микропроводов с заданными параметрами магнитного гистерезиса. Это дает возможность для ступенчатого переключения суммарной намагниченности

микропровода, имеющего четыре стабильных состояния, определяемых взаимным направлением намагниченностей оболочки и ядра. Переключение этих состояний позволяет открреплять объекты, захваченные микропинцетом, с помощью внешнего магнитного поля.

Положения, выносимые на защиту:

1) Экспериментальное доказательство разделения вкладов магнитных фаз 2-14-1, 2-1, 1-4-1 и α-Fe в магнитные свойства микропроводов PrDyFeCoB при различных режимах термообработки и скоростях охлаждения расплава.

2) Установление степени уплощения поперечного сечения быстро охлаждаемых микропроводов и соответствующего изменения фазового состава в зависимости от микрокристаллического до аморфного (на 86%) с ростом скорости охлаждения.

3) Разработка экспериментального метода, позволяющего разделять вклады кристаллической, поверхностной, магнито-упругой анизотропии, а также анизотропии формы в угловые зависимости интегрального магнитного момента микропроводов. Различия энергетического баланса перечисленных энергий анизотропии с балансом в макроскопических магнитах такого же химического состава.

4) Идентификация продольного центрального домена, радиальных и концевых доменов, а также создание периодической доменной структуры путем нанесения локальных царапин-релаксаторов поверхностных механических напряжений, управляющих магнито-упругой анизотропией в нанокристаллических микроповодах PrDyFeCoB.

5) Разработка метода получения заостренных наконечников двуслойных микропроводов α-Fe/PrDyFeCoB с высоким остаточным градиентом магнитного поля до 10^6 Тл/м вблизи острия и разработка концепции переключения намагниченности такого двуслойного провода внешним однородным магнитным полем, позволяющим использовать наконечники в качестве микропинцетов в биологии и медицине.

6) Обнаружение перехода Альмейды–Таулеса из состояния спинового стекла в ферромагнитное состояние и установление границы этого перехода в пространстве поле-температура в аморфно-кристаллическом сплаве PrDyFeCoB.

7) Разработка метода получения структурно модулированных микропроводов, в котором аморфные области чередуются с нанокристаллическими областями заданной длины, сформированными коротким одиночным импульсом лазерного облучения.

8) Разработка метода создания интерфейса между ферромагнетиком и ферримагнетиком α-Fe/PrDyFeCoB с обменным взаимодействием, приводящего к обменному смещению петли гистерезиса в двуслойных микропроводах.

Степень достоверности полученных результатов обеспечивается:

1. Использованием современного оборудования, в том числе электронной микроскопии со сверхвысоким разрешением и нескольких

высокочувствительных методов магнитных измерений, взаимно подтверждающих друг друга.

2. Воспроизводимостью и статистической достоверностью полученных результатов, оцененной современными методами математической статистики.

3. Соответствием теоретическим представлениям о природе спин-стекольного и кристаллического состояний в материалах с сильной локальной анизотропией, моделям доменных стенок и моделям лазерной тепловой обработки металлов.

4. Сопоставимостью полученных в работе данных с данными других авторов для аналогичных систем.

5. Независимой экспертизой, проведенной при рецензировании опубликованных статей в ведущих российских и зарубежных журналах.

Апробация работы

Результаты, изложенные в диссертации, докладывались и обсуждались на VII Международной конференции с элементами научной школы для молодежи (Суздаль 2018), XXIII Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (HMMM- XXIII) (Москва 2018), 5th International Conference of Asian Union of Magnetics Societies (IcAUMS 2018), XXII Международной конференции по постоянным магнитам (Суздаль 2019), V Всероссийской научно-технической конференции «Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» (Москва 2019), IV Школе ПИЯФ по физике конденсированного состояния (ФКС-2020, Санкт-Петербург), XXXII Симпозиуме «Современная химическая физика» (Туапсе, 19 – 28 сентября 2020), VIII Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (Суздаль, 05 – 09 октября 2020), Второй Международной Конференции «Физика конденсированных состояний» ФКС-2021, посвященной 90-летию со дня рождения академика Ю.А. Осипьяна (Черноголовка, 31 мая – 3 июня 2021 г.).

Публикации автора по теме диссертации

По теме диссертации опубликовано 46 статей в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК, и 2 в печати, из них 36 статей, индексируемых Scopus и Web of Science, 1 обзор и 1 монография, рекомендованная УМО МИСИС в качестве учебного пособия для вузов, и 11 тезисов докладов на международных и всероссийских научных конференциях.

Личный вклад автора

Автором диссертационной работы были выполнены основные экспериментальные работы по получению магнитных микропроводов, изучению их химического и фазового состава, магнитных свойств; проведен анализ полученных экспериментальных данных, сделаны расчеты, численные оценки, обобщения и выводы, написаны основные публикации в соавторстве.

Структура и объем диссертации

Диссертация изложена на 355 страницах, содержит 172 рисунка и 14 таблиц. Библиография включает 249 наименований. Диссертация состоит из введения, семи глав, заключения и списка литературы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, отмечены основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава является обзором литературы. Рассмотрены особенности перемагничивания и специфика доменной структуры в микропроводах. Представлен анализ аморфной и кристаллической структуры макроскопических магнитов и микромагнитов RE-TM-B и различные аспекты влияния структуры, химического и фазового состава на магнитные свойства. Проанализированы известные факты о спин-стекольном состоянии переходных и редкоземельных магнитов. Обсуждены работы в области создания микромагнитных пинцетов и проанализированы пути оптимизации микропинцетов. Рассмотрена ретроспектива развития аддитивных лазерных технологий и микропечати магнитов. Рассмотрены магнитные свойства кристаллических магнитов RE-TM-B.

Во второй главе описаны методики выплавки сплава PrDyFeCoB и получения микропроводов. Представлена последовательность аттестации образцов магнитных материалов: определение химического состава и содержания примесей, проведение структурно-фазовых исследований методами дифракции рентгеновских лучей (XRD), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (XPS), сканирующей электронной микроскопии (SEM), атомной силовой микроскопии (AFM). Подробно описаны методы исследования магнитных свойств, используемых в работе. Представлены методики исследования магнитной доменной структуры с помощью магнитно-силовой микроскопии (MFM), метода магнито-оптических индикаторных пленок (MOIF). Описаны методики измерения локального магнитного гистерезиса намагниченности на поверхности микропроводов при помощи микроскопа, основанном на магнитооптическом эффекте Керра (MOKE).

В третьей главе представлены данные о разных типах микропроводов, получаемых из расплава RE-TM-B, а также результаты аттестации их химического и фазового состава. Пример вариаций кристаллической структуры и формы микропроводов в зависимости от скорости охлаждения, регулируемой скоростью вращения охлаждающего барабана, приведен на Рис. 2. Из Рис. 2 следует, что регулировка условий охлаждения микропроводов при спиннинговании позволяла получать разные степени кристаллизации от аморфных образцов с нанокристаллическими включениями при высокой скорости охлаждения (Рис. 2 строка а), до микропроводов с субмикрокристаллической структурой (Рис. 2 строка г). По мере изменения условий охлаждения изменялись и магнитные свойства, демонстрируя нулевую

коэрцитивную силу в аморфных микропроводах и высокую коэрцитивную силу 15-20 кЭ в микрокристаллических микропроводах.

Форма микропроводов определялась конкуренцией поверхностного натяжения расплава и его вязкости. Показано, что вариация этих характеристик при изменении температуры приводит к изменению формы поперечного сечения в соответствии с теорией Таннера [18]. Наиболее круглую форму имеют поперечные сечения быстро охлаждаемых микропроводов, которые успевают затвердеть раньше, чем расплав растекается по охлаждающему цилиндру. Медленно охлаждаемые микропровода имеют форму, близкую к плоской, т.к. при медленном охлаждении растекание расплава происходит раньше затвердевания.

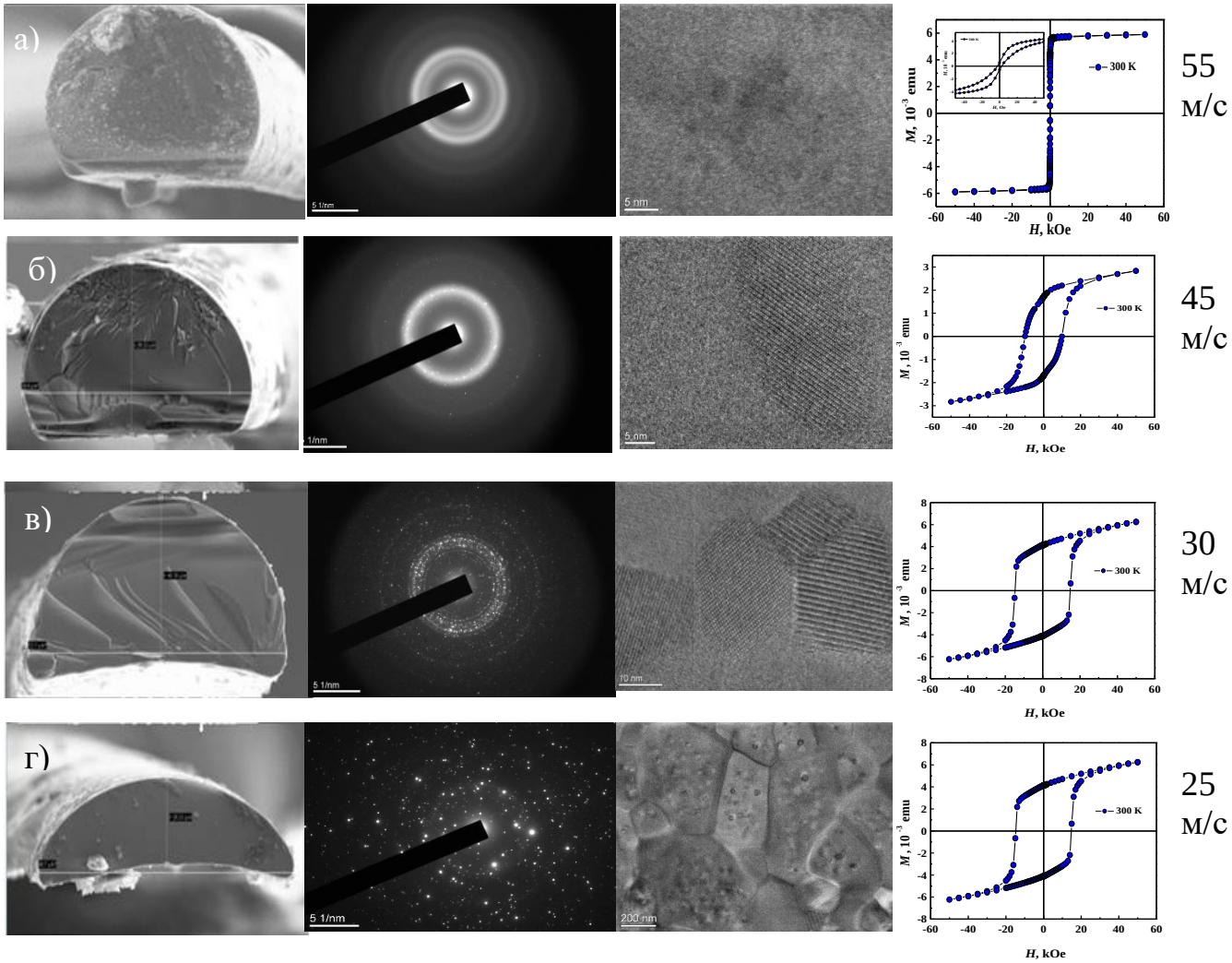


Рис. 2. Поперечное сечение по данным SEM (1-я колонка), рефлексы TEM (2-я колонка), кристаллическая или аморфная наноструктура (колонка 3) и гистерезисы магнитного момента (колонка 4) в микропроводах, полученных при разных скоростях вращения охлаждающего барабана (указаны в правой колонке).

Химический состав микропроводов был детально исследован методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) (Рис. 3). Было определено распределение химических элементов вдоль и поперек оси

микропровода, что позволило судить о химическом составе включений, обнаруживаемых другими методами (см., например, включения на Рис. 2). Хотя глубина анализа составляет 10-30 нм, был использован метод EDX для установления концентраций элементов, как в поверхностных слоях, так и внутри микропровода, после его расщепления на части в жидком азоте. Это достигалось также путем вырезания микроскопических ламелей из разных участков микропровода, что позволяло судить о различии кристаллической структуры и химического состава этих ламелей с помощью TEM микроскопии и EDX анализа фрагментов микропровода.

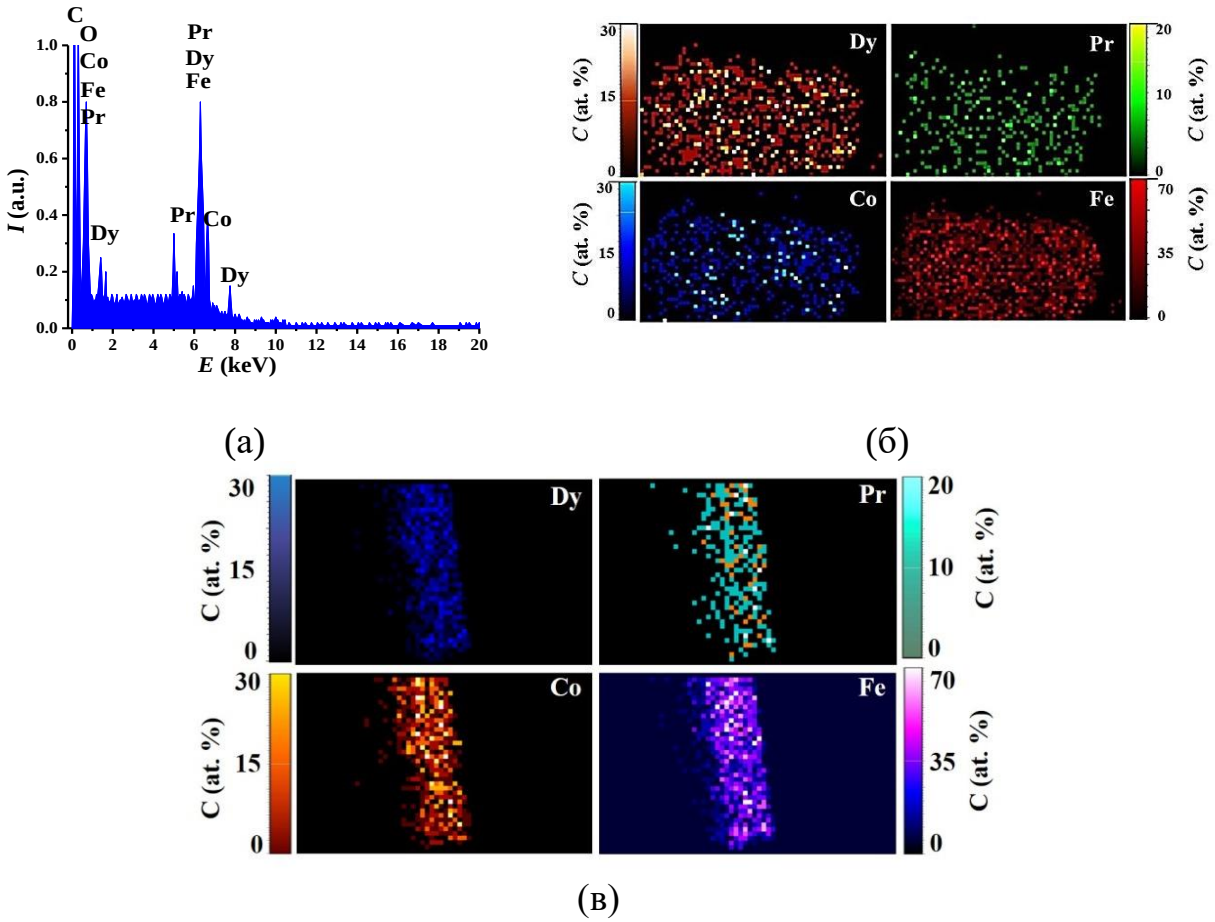
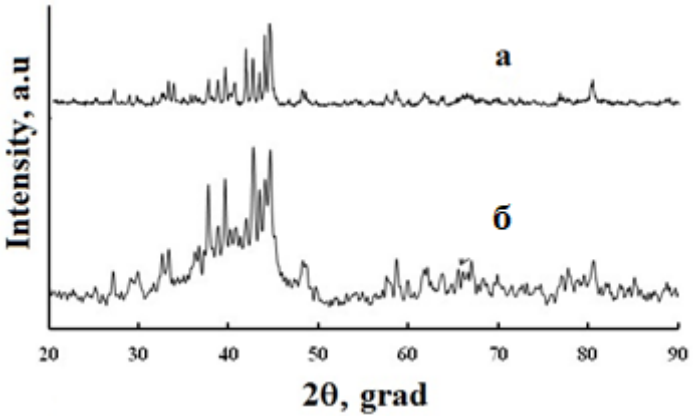


Рис. 3. Типичный EDX спектр, записанный в центре микропровода (Рис. 2 в) - микропровод «в» (а); распределение химических элементов Pr, Dy, Co, Fe в поперечном сечении микропровода «в» (б); распределение элементов вдоль оси микропровода (в).

С помощью рентгеновского дифрактометра были изучены образцы со значительной долей аморфной фазы, которая давала гало на спектре аморфных образцов в отличие от этих же образцов после отжига (см. Рис. 4 а). Быстро охлажденные микропровода состояли из аморфной фазы. Ее доля в лучших образцах достигала 86%. Постепенное уменьшение скорости охлаждения приводило к появлению сначала нанокристаллических включений, а затем и микрокристаллической структуры образца (Рис. 2, строка г и Рис. 4). Фазовый состав определялся с помощью приставки к сканирующему электронному микроскопу, которая позволяла анализировать отраженные от поверхности

электроны и строить контраст, зависящий от энергии отраженных электронов, которая, в свою очередь, зависит от локальной фазы, от которой произошло отражение (Back Scattering Electrons (BSE)). Таким способом мы могли наблюдать кристаллические включения на фоне аморфной или нанокристаллической матрицы (Рис. 4 б). Доля аморфной фазы могла достигать 86%, что позволяло получить уникальное спин-стекольное состояние сплава с высокой локальной анизотропией, превышающей обменное взаимодействие.



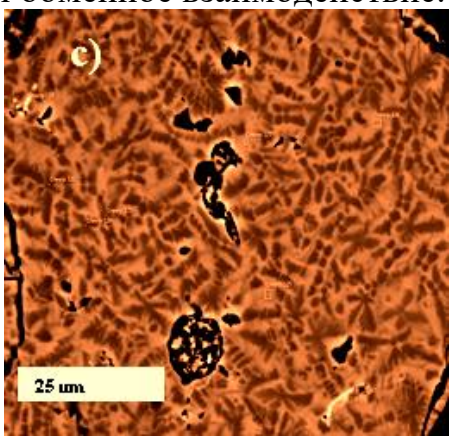
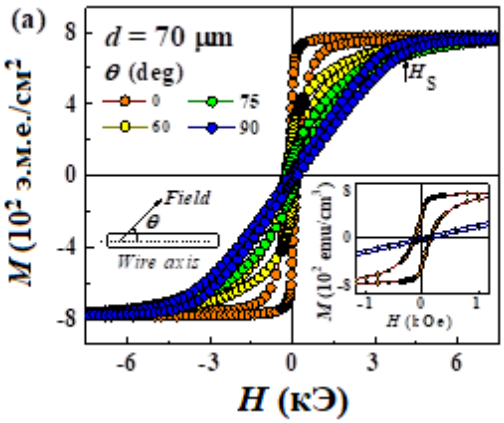
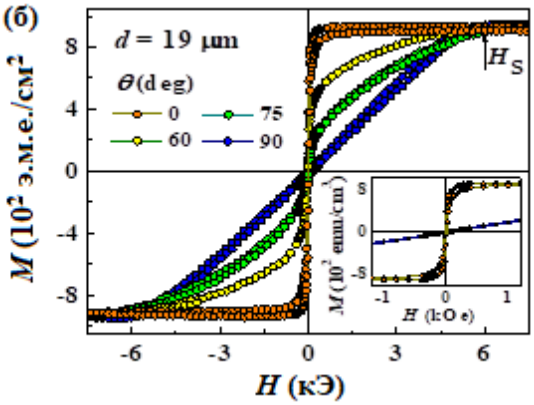


Рис. 4. Рентгеновские дифракционные спектры быстро охлажденных микропроводов после отжига (900 °C, 30 мин) (а) и перед отжигом (б). Изображение поверхности быстро охлажденного микропровода, полученное методом обратно рассеянных электронов (BSE). Светлые области соответствуют аморфному или нанокристаллическому материалу, темные дендридообразные области отвечают кристаллическим включениям фазы 2-14-1; черные области – поры.

<u>В четвертой главе</u> описаны исследования структуры и магнитных свойств химически однородных микропроводов сплава системы RE-TM-B, полученных методом экстракции висящей капли расплава (Рис. 5, Рис. 6). Магнитная анизотропия химически однородных микропроводов определяется кристаллической анизотропией, магнито-упругой анизотропией поверхностных слоев и анизотропией формы. Получены угловые зависимости магнитного момента в разных полях.





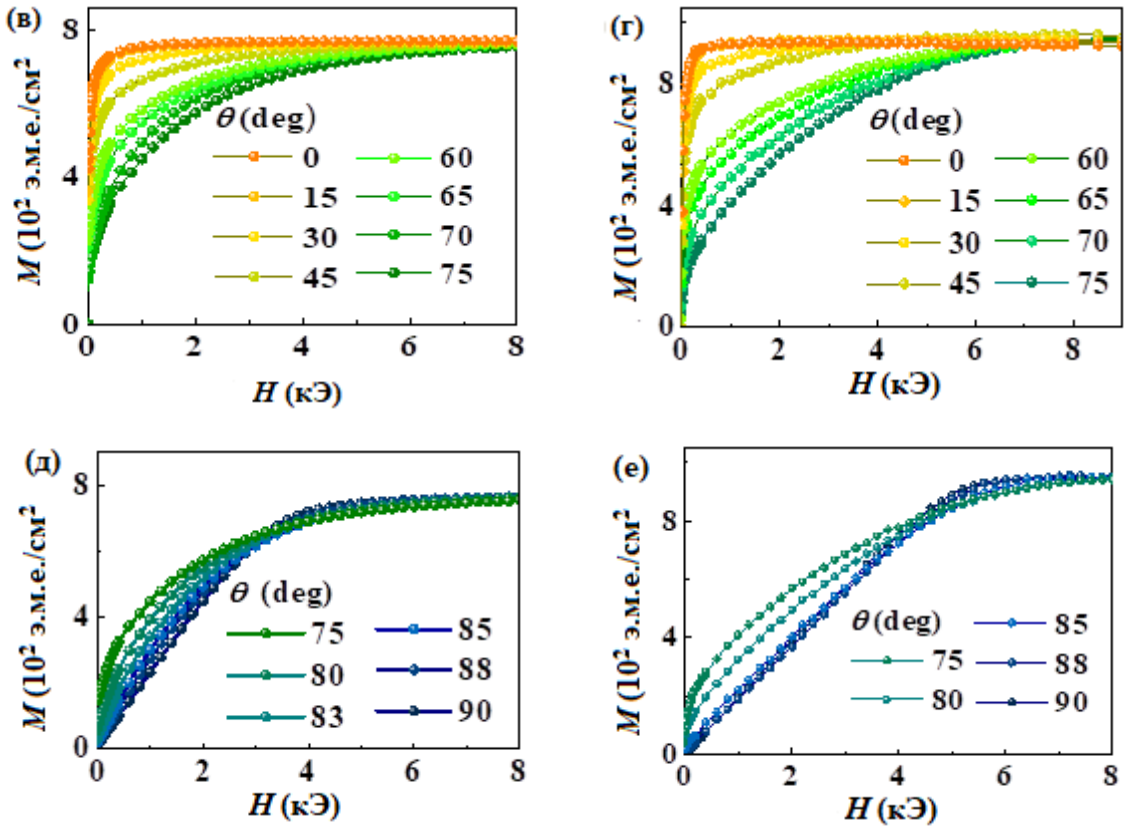


Рис. 5 Полевые зависимости магнитных моментов двух одиночных микропроводов ((а, в, д) d = 70 мкм, (б, г, е) d = 19 мкм) при комнатной температуре. (а, б) *M*(H) петли при четырех ориентациях приложенного поля относительно оси микропровода: 0°, 60°, 75° и 90°. На вставках: «легкая» ось (θ = 0 °) и «трудная» ось (θ = 90°) петли *M*(H) в увеличенном масштабе. (в, г) и (д, е) Два набора кривых *M*(H), измеренные под разными углами приложенного поля от 0° до 75° (в, г) и от 75° до 90° (д, е) в поле 0- 10 кЭ.

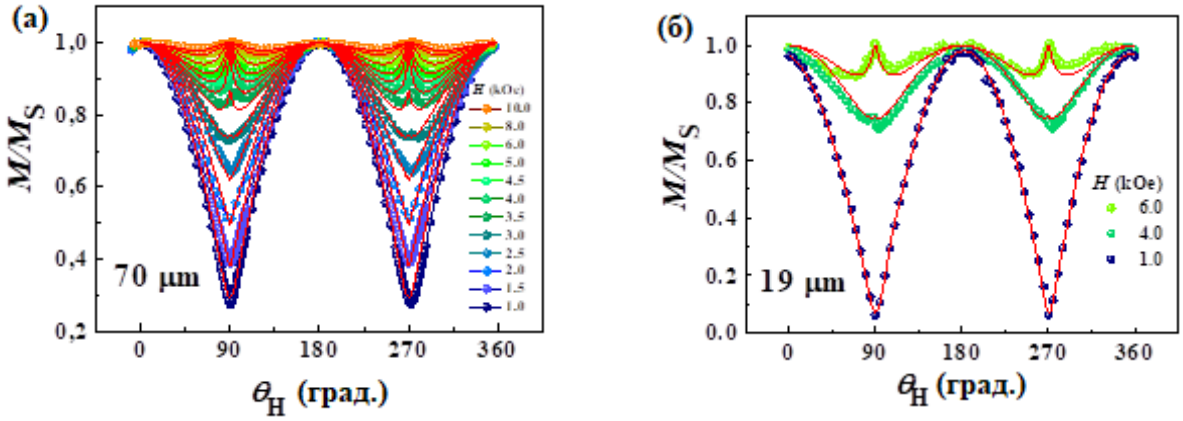


Рис. 6. Угловые зависимости магнитного момента для образцов I (а) и II (б), измеренные в приложенных полях в диапазоне от 1 кЭ до 10 кЭ. Сплошные линии – результаты расчета.

Чтобы различить вклады магнитокристаллической анизотропии в поведение намагниченности микропроводов I и II (Рис. 5 ((а, в, д) d = 70 мкм, (б, г, е) d = 19 мкм), был записан набор угловых зависимостей намагниченности в постоянно приложенном магнитном поле в диапазоне от 1 кЭ до 10 кЭ (Рис. 6). Угловая зависимость с максимумами при 0 и 180° в малых полях 0 - 3 кЭ

сменяется угловой зависимостью с дополнительным максимумом в сильных магнитных полях 3 - 10 кЭ в микропроводах обоих типов (Рис. 6 а, б). Эти угловые зависимости согласуются с постепенно изменяющимися полевыми зависимостями в слабых полях (Рис. 6 а, б) и наблюдаются там, где имеет место пересечение полевых зависимостей в сильных магнитных полях > 3 кЭ (Рис. 5 д). Подобное поведение кривой M(H) сообщалось ранее и приписывалось эффектам анизотропии формы. Нами была применена модель Стонера-Вольфарта (S-W) для описания зависимостей $M(\theta_H)$, когда микропровода находится в однодоменном состоянии. Это условие выполняется, когда приложенное магнитное поле превышает значение H_S поля насыщения легкой оси (соответствующие значения поля составляют 0,9 кЭ и 0,4 кЭ для образцов I и II соответственно). Все угловые зависимости $M(\theta_H)$, измеренные в приложенном поле выше 0,9 кЭ, могут быть описаны S-W-моделью. Для данного приложенного магнитного поля H магнитное состояние микропровода определяется минимумом плотности магнитной энергии ε, которая представляет собой сумму трех компонент: энергии магнитной анизотропии ε_K, энергии внешнего поля ε_H и энергии размагничивающего поля ε_D:

$$\varepsilon = \varepsilon_K + \varepsilon_H + \varepsilon_D = K_1 \sin^2\theta_M + K_2\sin^4\theta_M - M_S H\cos(\theta_H - \theta_M) - 2\pi M_S^2 (N_\perp - N_{||}) \sin^2\theta_M \quad (1)$$

$$\frac{\partial\varepsilon}{\partial\theta_M} = 0,\ \frac{\partial^2\varepsilon}{\partial\theta_M^2} > 0 \quad (2)$$

$$\theta_H(\theta_M) = \theta_M + \arcsin\frac{K_{EFF}\sin 2\theta_M + 4K_2\sin^3\theta_M\cos\theta_M}{M_S H} \quad (3)$$

$$M(\theta_M) = M_S\cos(\theta_H - \theta_M) \quad (4)$$

где K_1 и K_2 константы магнито-кристаллической анизотропии 1 и 2 порядка, $K_{EFF} = K_1 - 2\pi M_S^2 (N_\perp - N_{||})$ – константа эффективной анизотропии, $N_{||}$ и $N_\perp$ размагничивающие факторы вдоль и поперек оси микропровода, θ_M угол между намагниченностью и легкой осью, θ_H угол между полем и легкой осью, M_S намагниченность насыщения. Набор угловых зависимостей на Рис. 6 был аппроксимирован соотношениями (1-3) и получены следующие параметры: $K_{EFF1} = 1{,}4\cdot10^6$ эрг/см^3 и $K_{EFF2} = 2{,}4\cdot10^6$ эрг/см^3, $K_2 \sim -0{,}01\ K_{EFF}$ ($-1{,}5\cdot10^4$ эрг/см^3 для образца I и $-2{,}0\cdot10^4$ эрг/см^3 для образца II). С помощью этих данных показано, что перпендикулярная микропроводу компонента (радиальная намагниченность) возникает в результате магнито-упругой анизотропии на поверхности микропровода, что хорошо согласуется с результатами исследования его доменной структуры.

Главным результатом главы было исследование магнитного состояния аморфных микропроводов в зависимости от приложенного поля и температуры (Рис.7). Было установлено, что микропровода являются спиновым стеклом с локально высокой одно-ионной магнитной анизотропией.

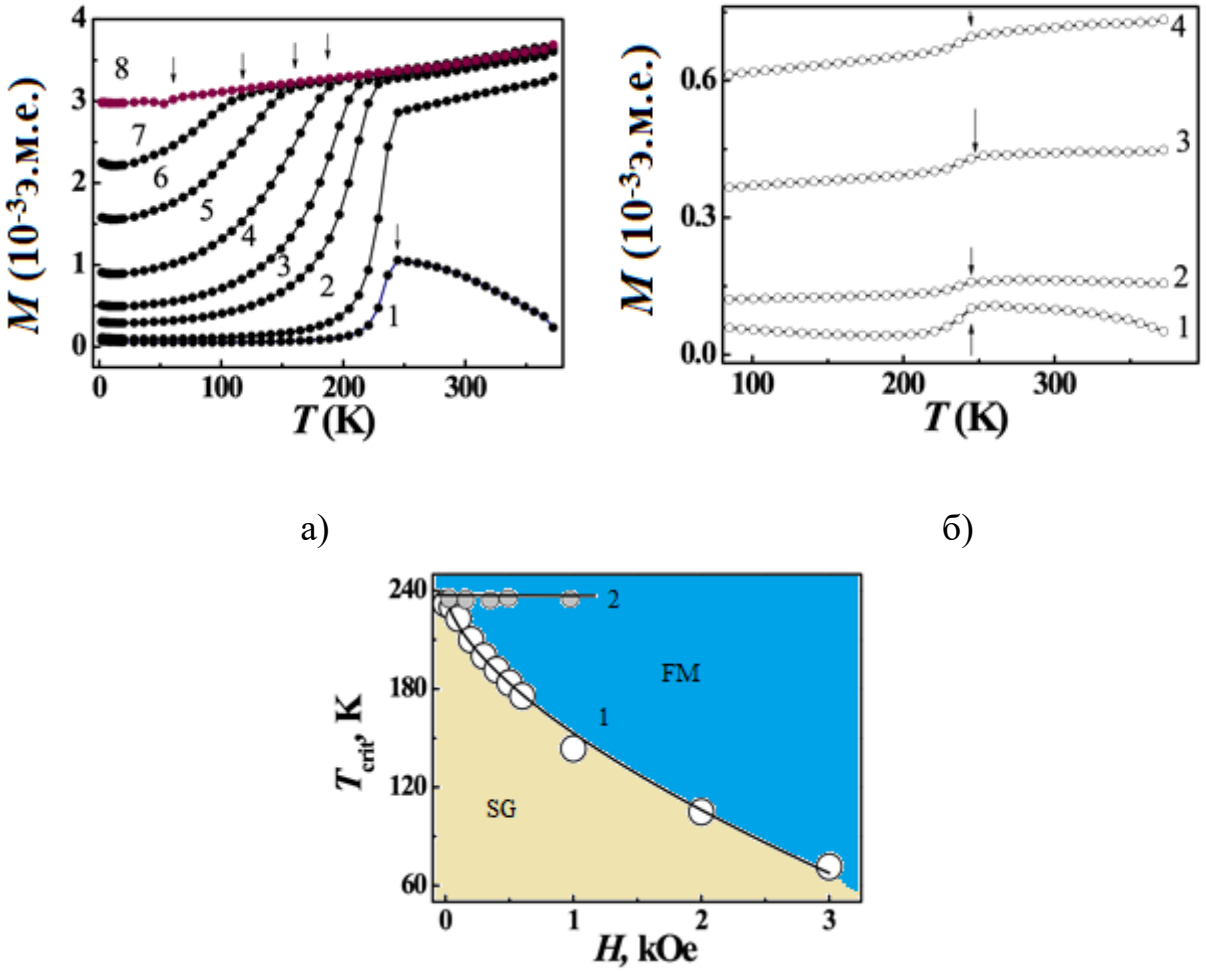
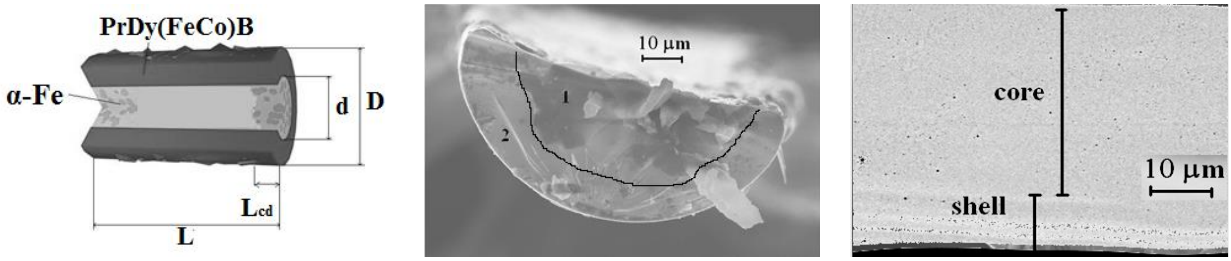


Рис. 7. (а) Зависимости магнитного момента микропровода от температуры в магнитном поле, направленном вдоль оси микропровода: 0 Э (1), 50 Э (2), 300 Э (3), 600 Э (4), 1кЭ (5), 2 кЭ (6), 3 кЭ (7), 10 кЭ (8). (б) Зависимости магнитного момента микропровода от температуры в магнитном поле, направленном перпендикулярно оси микропровода: 0 Э (1), 200 Э (2), 600 Э (3), 1 кЭ (4). Вертикальными стрелками показаны критические температуры переходов. (в) зависимость температуры перехода T_{crit} от магнитного поля, приложенного вдоль оси микропровода при нагреве образца от 2 К. Сплошной линией показана температурная зависимость, предсказанная теорией Альмейды-Таулеса для аморфных спиновых стекол с высокой локальной анизотропией.

Обнаружен спин-переориентационный переход, при котором продольная составляющая магнитного момента микропровода уменьшается в несколько раз скачком (Рис. 7 а), в то время, как поперечная составляющая меняется слабо (Рис.7 б). Температура T_{crit}, при которой это происходит, зависит от приложенного поля (Рис. 7 в), как и величина скачка намагниченности. Аппроксимация полевой зависимости T_{crit} формулой Альмейды-Таулеса ($T(H) = T(0) - k(H/H_0)^{\delta}$) для аморфных спиновых стекол с высокой локальной анизотропией (Рис. 7 б) свидетельствует о спин-переориентационном переходе. Резкое изменение намагниченности при вариации поля и температуры

свидетельствует о значительном изменении магнитной части энтропии, что может быть использовано для магнитокалорических устройств.

<u>В пятой главе</u> описаны химически неоднородные микропровода с необычной структурой, содержащие однодоменное ядро α-Fe, покрытое оболочкой RE-TM-B (Рис. 8).



а б в

Рис. 8. Схематическое изображение микропровода с ядром и оболочкой (а); СЭМ-изображения поперечного сечения микропровода с темным ядром 1, соответствующего фазе α-Fe, и светлой оболочкой 2, соответствующей аморфной фазе RE-TM-B (б) и продольного сечения (в).

Петля гистерезиса, записанная в центре такого двуслойного микропровода с помощью микроскопа Керра (рис.11), характеризуется наличием четырех уровней магнитного момента (M1–M4), отвечающим разным взаимным ориентациям намагниченности ядра и оболочки. Уровень M1 отвечает состоянию, когда намагниченность в ядре и оболочке направлены в одну сторону вдоль внешнего поля; уровни M2 и M3 соответствуют состоянию, в котором намагниченности ядер и оболочки ориентированы антипараллельно, при этом на уровне M2 внешнее магнитное поле сонаправлено с намагниченностью оболочки, а на уровне M3 внешнее поле сонаправлено с намагниченностью ядра; на уровне M4 обе намагниченности ядра и оболочки направлены против внешнего поля. Таким образом, каждый уровень соответствует одной из четырех взаимных ориентаций магнитных моментов PrDyFeCoB оболочки и α-Fe ядра.

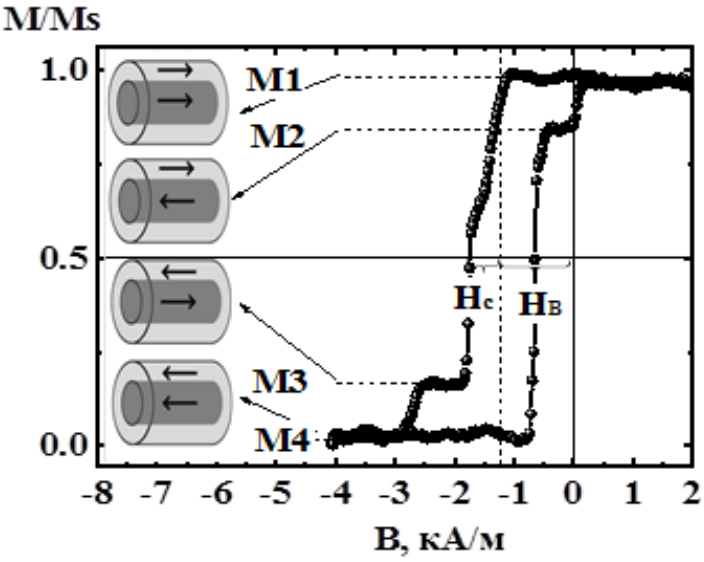
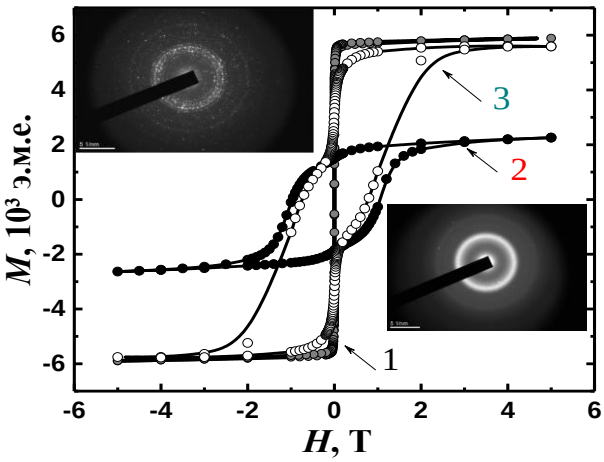


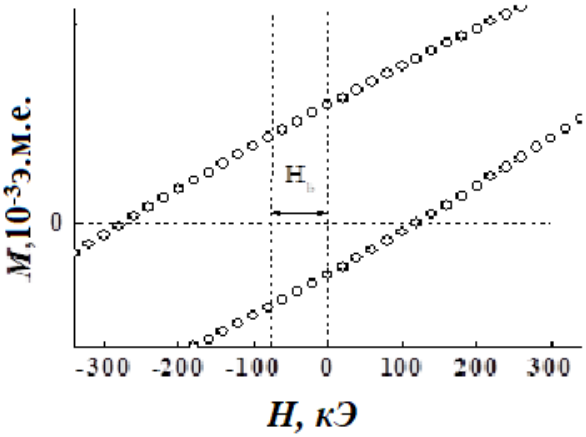
Рис. 9. Гистерезис нормированного угла поляризации света, пропорционального поверхностной намагниченности, полученный методом МОКЕ в центре микропровода. Четыре уровня соответствуют различным магнитным моментам микропровода α-Fe/PrDyFeCoB (показаны пунктирными линиями). На вставке показаны соответствующие эскизы с взаимными ориентациями магнитного момента ядра α-Fe и оболочки PrDyFeCoB.

Поскольку глубина проникновения света не превышала ~ 20 - 30 нм, была определена намагниченность тонкого поверхностного слоя микропровода, которая зависит от магнитного поля рассеяния ядра α-Fe и внешнего магнитного поля. Аморфная оболочка PrDyFeCoB является хорошим преобразователем поля рассеяния ядра α-Fe, поскольку обладает нулевой коэрцитивной силой, при этом коэрцитивная сила H_c ядра составляет 0.55 кА/м (6,875 Э). Наличие обменной связи между ферромагнитным ядром α-Fe и ферримагнитной оболочкой PrDyFeCoB приводит к смещению петли гистерезиса на величину H_B ~ 1,2 кА/м (15 Э).

Кроме того, в этой главе описана методика и результаты магнетронного напыления железа на микрокристаллические и аморфные микропровода. В микрокристаллических микропроводах PrDyCoFeB с широкой петлей гистерезиса напыление железа приводит к появлению составной петли гистерезиса с аддитивными вкладами оболочки железа и ядра микропровода, однако при этом не возникает обменного смещения петли гистерезиса (Рис. 10 а). Поскольку основной объем микропровода состоит из микрокристаллов фазы 2-14-1, можно предполагать, что интерфейс этой фазы с α-Fe не является источником обменного смещения.



а)



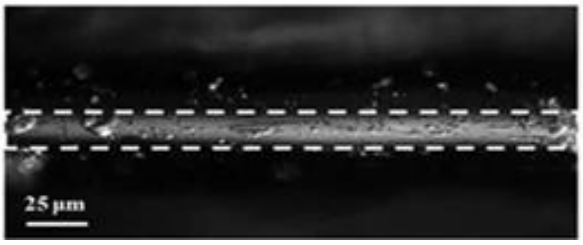
б)

Рис. 10. (а) Петли магнитного гистерезиса микрокристаллических микропроводов PrDyFeCoB: (1) до отжига, (2) после отжига 30 мин при T= 900 °C, (3) после напыления слоя железа. Магнитное поле направлено вдоль образца. На врезке показаны рефлексы электронной дифрактограммы, полученные в HR-TEM. (б) Гистерезис магнитного момента M аморфно-нанокристаллического микропровода после напыления железа. H_b - поле смещения показано стрелкой.

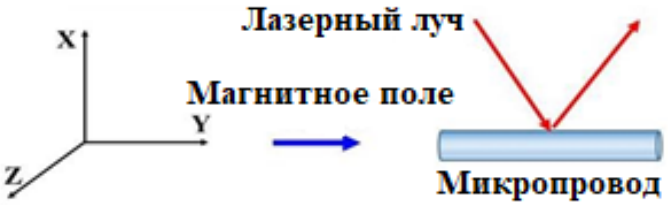
В аморфно-нанокристаллических микропроводах PrDyCoFeB с напыленным слоем железа на их поверхность при 2 K наблюдается обменное

смещение 70 Ое, которое отсутствует в тех же микропроводах до напыления (Рис. 10 б). Величина обнаруженного эффекта смещения в микропродах с напыленным слоем железа близка к обменному смещению 50 Э в микропроводах, где включения железа самопроизвольно формировались в ядре микропровода в процессе охлаждения расплава. Знак и величина обменного смещения определяются величиной магнитного поля, приложенного при их охлаждении до 2 K. Это показывает, что причиной смещения является обменное взаимодействие на границе между ферромагнитной фазой α-Fe и ферримагнитными фазами $PrDy(CoFe)_2$ или $PrDy(CoFe)_4B$, независимо от способа создания интерфейса ферромагнетик–ферримагнетик.

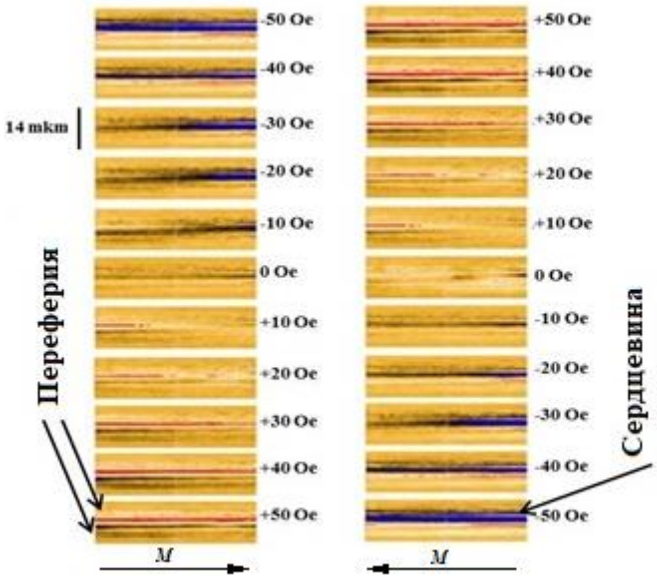
<u>В шестой главе</u> описаны магнито-оптические исследования микропроводов. Локальный гистерезис намагниченности поверхности микропровода был получен при помощи микроскопа основанном на магнито-оптическом эффекте Керра (MOKE). При приложении внешнего магнитного поля вдоль оси микропровода с помощью микроскопии Керра идентифицирован центральный продольный магнитный домен. На полученных изображениях наблюдается движение доменной стенки в зависимости от величины приложенного внешнего магнитного поля (Рис. 11). Изменение доменной структуры микропровода под действием внешнего магнитного поля так же подтверждается прямоугольностью локальных петель гистерезиса намагниченности. Переключение центрального магнитного домена при воздействии внешнего магнитного поля пороговой величины приводит к магнитной бистабильности микропровода. При этом поля рассеяния локализованы на концах микропровода. Это приводит к образованию замыкающих доменов только на концах микропровода, наблюдаемых как методом MOIF, так и MOKE. В зависимости от длины микропровода наблюдается конкуренция вкладов анизотропии формы, магнитокристаллической анизотропии и магнитострикции, а также вкладов намагниченностей ядра микропровода, его диаметра и аморфной редкоземельной оболочки.



а)



б)



в)

Рис. 11. а) Оптическое изображение центральной части микропровода. Пунктирная линия показывает область, сканируемую микроскопом Керра, б) Геометрия измерений - угол падения лазерного луча составлял 60°, в) изображения продольного эффекта Керра (L-MOKE), записаны в пунктирной области в магнитном поле от -50 до +50 Э.

На Рис. 12 показаны распределения перпендикулярной компоненты намагниченности в микропроводах, не подвергавшихся лазерной обработке. В них также имеет место самопроизвольная модуляция намагниченности потому, что кроме центрального домена (Рис. 12 а) в них присутствует радиальная периодическая намагниченность, обусловленная радиальными доменами. Показано, что они возникают потому, что в поверхностном слое с достаточно высокими механическими напряжениями имеется значительная магнитострикция и константа магнито-упругой анизотропии достаточно велика. Спонтанно возникающие радиальные домены (Рис. 12 a-f) вносят вклад в общую намагниченность, так что наличие радиальной намагниченности приводит к появлению максимума на угловой зависимости микропроводов (Рис. 6). Нами показано, что количество доменов, расстояние между ними и ширина зависят от приложенного продольного поля. Период магнито-модулированной структуры доменов определяется конкуренцией энергии Зеемана во внешнем поле, взаимодействием с продольно намагниченным ядром микропровода и магнитной анизотропией поверхностных слоев. Минимизация магнитостатической энергии микропровода реализуется путем разбиения его поверхности на радиальные домены. Неожиданным эффектом в наших экспериментах является значительное уменьшение ширины доменов с ростом магнитного поля, приложенного вдоль оси микропровода. В объемных ферромагнетиках насыщающее магнитное поле практически полностью подавляет разбиение на домены, делая его энергетически невыгодным. Мы наблюдаем противоположный эффект. В насыщающем магнитном поле количество доменов, напротив, растет. Мы

связываем это с тем, что намагниченность приповерхностных слоев зависит от внутренних напряжений.

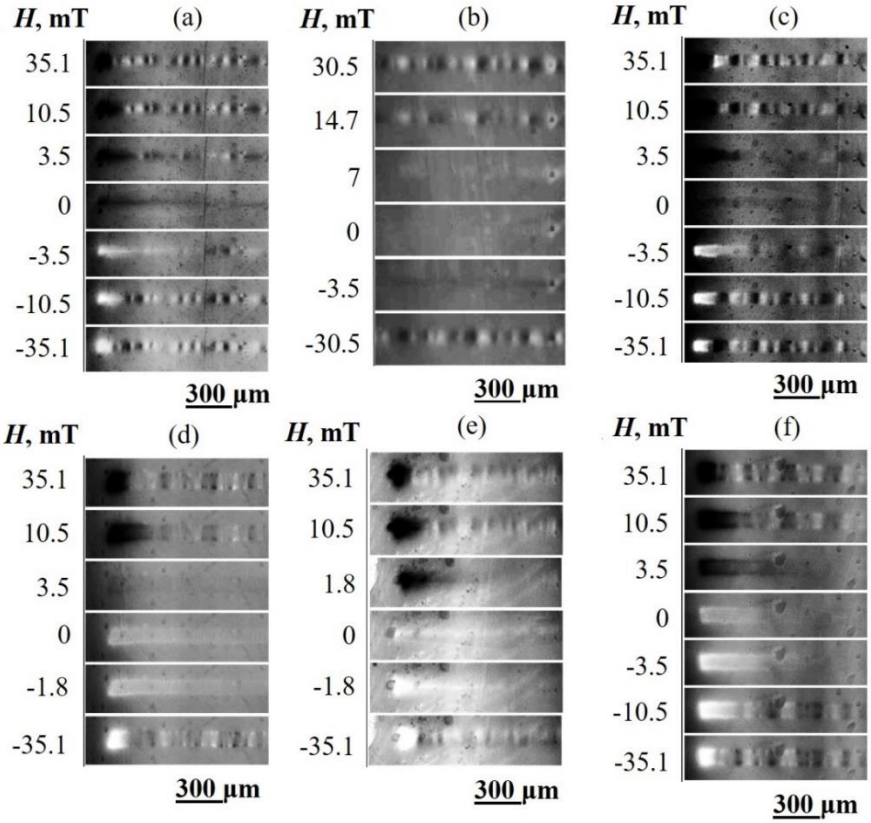


Рис. 12. (a) MOIF-изображения доменной структуры микропроводов диаметрами 60 µm (a), 70 µm (b), 75 (c), 90 µm (d), 100 µm (e), 105 µm (f). Магнитное поле направлено вдоль образца.

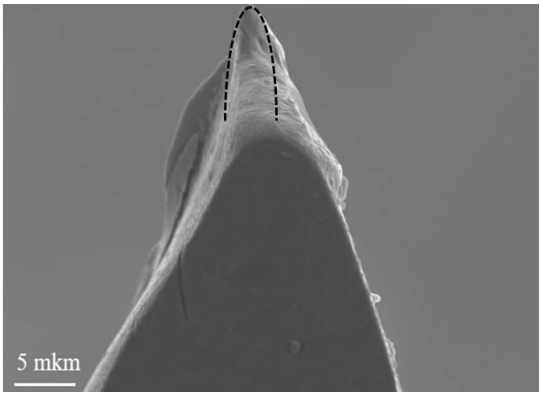
В седьмой главе описаны модификации полученных микропроводов для получения магнитных пинцетов. Предложен магнитный пинцет с острым концом, состоящий из ядра α-Fe, покрытого аморфной оболочкой DyPrFeCoB с увеличенным магнитным полем рассеяния (Рис. 13). Оптимальное заострение наконечника микропровода параболической формы, с радиусом магнитного полюса до ~ 1.5 мкм удалось получить путем химического травления в смеси кислот HNO_3 + HCl (1:3) и H_2SO_4 + HNO_3 (1:1). Можно предположить, что ядро микропровода, растворяется медленнее оболочки в результате следующих химических реакций:

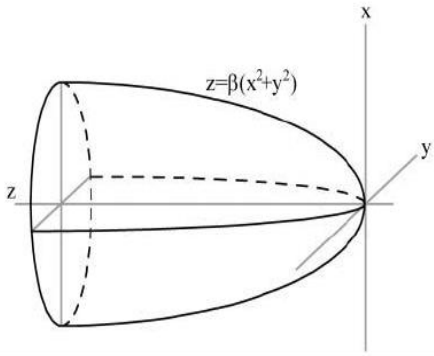
$$2Fe + 6H_2SO_4 = Fe_2(SO_4)_3 + 3SO_2\uparrow + 6H_2O \quad (7.1)$$

$$Fe + 4HNO_3 = Fe(NO_3)_3 + NO\uparrow + 2H_2O \quad (7.2)$$

Большого градиента магнитного поля вблизи наконечника микропровода вполне достаточно, чтобы обеспечить магнитную силу ~ 2000 пН, что достаточно для захвата микрочастицы PrDyFeCoB. Описаны химические процессы, приводящие к заострению конца микропровода, дана методика оценки градиента поля вблизи его конца. Значимость полученных результатов заключается в переключении взаимного направления намагниченности ядра и оболочки микропровода под действием внешнего однородного магнитного поля. Это

обеспечивает простой способ поэтапного захвата-открепления микрочастиц без электромагнитных микрокатушек.





а) б)

Рис. 13. (а) СЭМ-изображение микропровода α-Fe/PrDyFeCoB после травления смесью кислот HNO_3 + HCl (1:3); (б) Модель параболического наконечника микропровода.

На Рис. 13 а показан параболический профиль кончика этого микропровода. Распределение намагниченности наиболее близко оценивается в предположении параболической формы наконечника (Рис. 13 б). Таким образом эффективный концентратор магнитного поля был создан путем утонения микропровода в смеси кислот. Максимальная сила захвата ферромагнитных частиц определяется градиентом поля рассеяния, создаваемого наконечником. В [19] предложен метод расчета градиента поля ∇B и его зависимости от расстояния частицы от кончика микропровода *r* с помощью формулы [19]:

$$\nabla B\,(r) = 4\mu_0 M_s \beta/(4\beta r + 1)^2 \qquad (7.3),$$

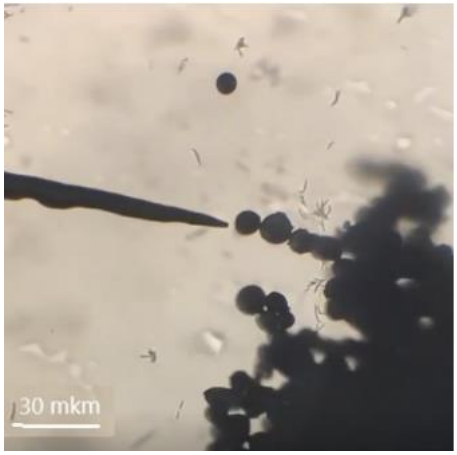
где M_s = 6,3 10^5 A/m намагниченность насыщения, β ~ 10^6 $м^{-1}$ постоянный коэффициент формы параболы $y(r) = \beta r^2$, μ_0 = 4π 10^{-7} Т м/А магнитная проницаемость вакуума. Максимальный градиент поля магнита достигается в точке $r = 1/4\beta$ = 0,25 мкм. Его величина равна $\nabla B = \mu_0 M_s/4r$ = 7,9 10^5 Т/м при r = 0,25 μm. Этот градиент значительно выше, чем в ранее созданных микропинцетах на основе сплавов FeCoSi. Магнитная сила $F = m\nabla B$ = 2000 пН, действующая на микрочастицу из того же материала радиусом 1 мкм на порядок величины превышает силу, достигнутую в микромагнитных пинцетах из переходных магнито-мягких металлов ~ 10-100 пН. Полученный градиент магнитного поля близок к значению ~ 10^6 Тл/м, максимально достигнутому в литературе значению для редкоземельных микропинцетов. Мы оценили максимальное расстояние, достаточное для захвата частицы с силой 200 пН, требуемой в медицине для управления клетками), как r ~ 5 μm. Это расстояние ограничено спаданием магнитной силы с расстоянием от частицы до острия микопровода по закону $F \sim r^{-1}$.

На Рис. 14 представлены стоп-кадры видеосъемки работы полученного микропинцета с ферромагнитными частицами и ядрами клеток HeLa –

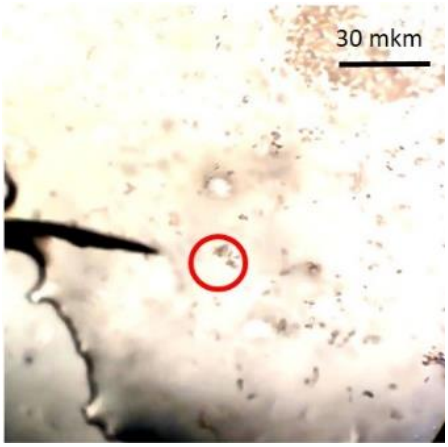
«бессмертных» клеток, способных делиться неограниченное число и производить фермент теломеразу и за счет этого наращивать теломеры на концах ДНК.

Микроманипулирование ферромагнитными частицами

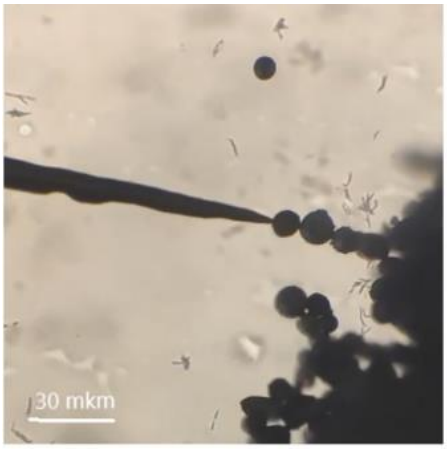
Микроманипулирование ядрами клеток Hela



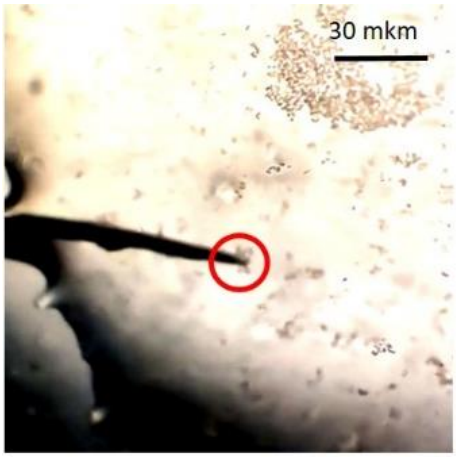
а)



г)

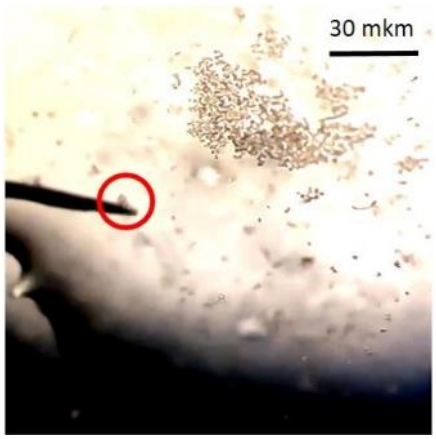


б)



д)

в)



е)

Рис. 14. Пример работы микропинцета PrDyFeCoB с химически заостренным кончиком. а)-в) стоп-кадры видеонаблюдения микроманипулированием феромагнитными частицами; (г)-(е) стоп-кадры видеонаблюдения микроманипулированием ядрами клеток Hela.

Другим методом модификации микропроводов было модулирование их магнитных свойств вдоль их главной оси с помощью локального нагрева микрообластей лазером. Такая обработка приводила к локальному нагреву, достаточному для кристаллизации аморфного материала в программируемо задаваемых микро-областях (Рис. 15 а). При этом методом MOIF наблюдалась периодическая модуляция намагниченности вдоль микропровода (Рис. 15 б).

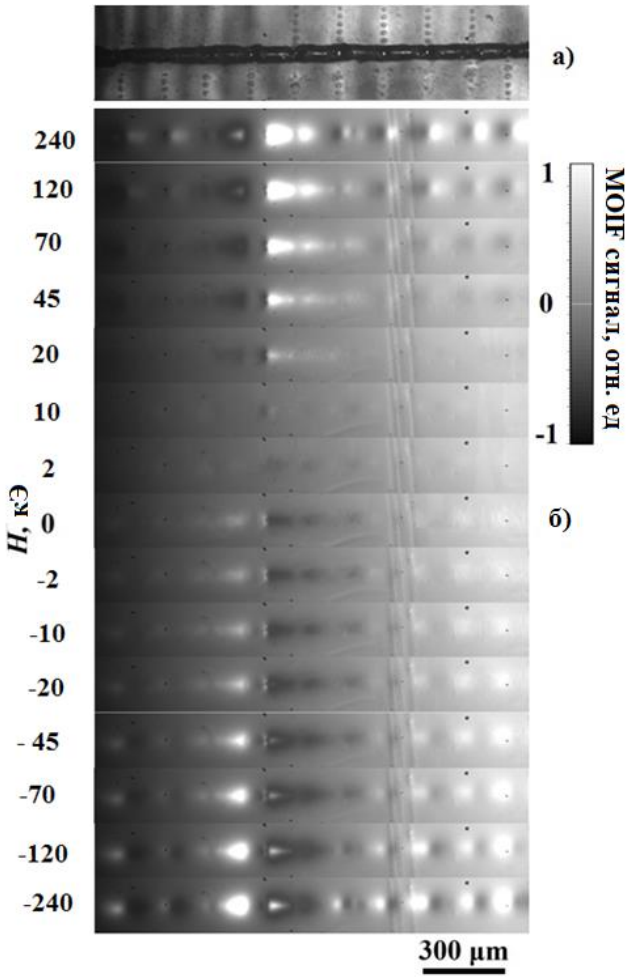


Рис. 15. (а) Оптическая фотография микропровода, облученного импульсом лазера, в режиме сканирования поперек микропровода. Пунктирные следы одиночных лазерных импульсов с точками на расстоянии 34 мкм указывают периодичность импульса 40 мкс; (б) Распределение радиальной составляющей намагниченности, выявленной методом MOIF в микропроводах, подвергнутых лазерному облучению. Справа дана тоновая шкала величины перпендикулярной намагниченности микропровода.

Идентификация структурного состояния лазерно-обработанных микропроводов осуществлялась с помощью ТЕМ (Рис. 16 а). Видно, что в отличие от участков, не подвергнутых облучению, те участки, которые были нагреты лазером, имеют нанокристаллическую структуру (Рис. 16 г).

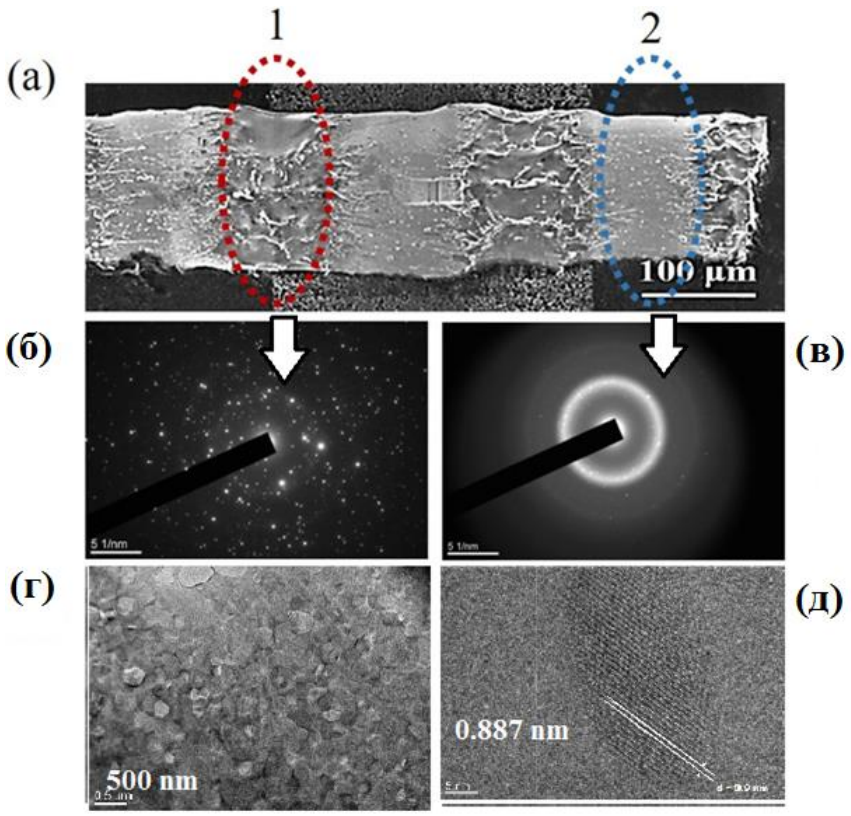


Рис. 16. (а) Микропровода после лазерной обработки облученных (1) и необлученных (2) участков; (б, в) картины дифракции электронов в облученных (б) и необлученных (в) областях соответственно; (г, д) Электронные микрофотографии в облученных (г) и необлученных (д) областях, соответственно.

Получены аморфные микропровода PrDyFeCoB с небольшой долей (~ 14-15%) нанокристаллических включений фазы 2-14-1. Коэрцитивная сила этих микропроводов 10 Э близка к нулю. Согласно данным калориметрии, отжиг микропроводов при 900°C в течение 30 мин в вакуумной печи ведет к твердофазному превращению аморфного материала в кристаллические фазы 1-2 и 2-1 с выделением тепла, а также к плавлению фаз 1-2, 1-4-1, 2-14-1 с поглощением тепла. В результате вакуумного длительного отжига структура микропровода становится поликристаллической со средним размером зерна 0,2 µm (Рис. 17), а петля магнитного гистерезиса уширяется до коэрцитивной силы 1,5 Тл (Рис. 18 а), которая характеризует появление фазы 2-14-1 наряду с магнитомягкими фазами 1-2 и 1-4-1.

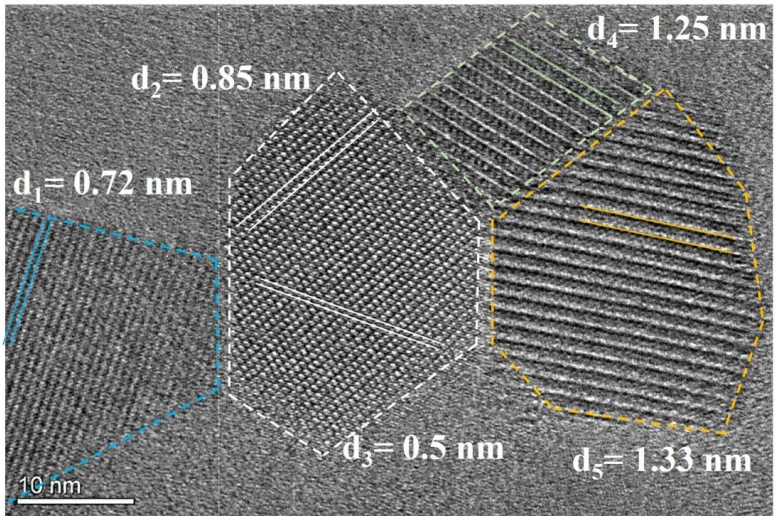
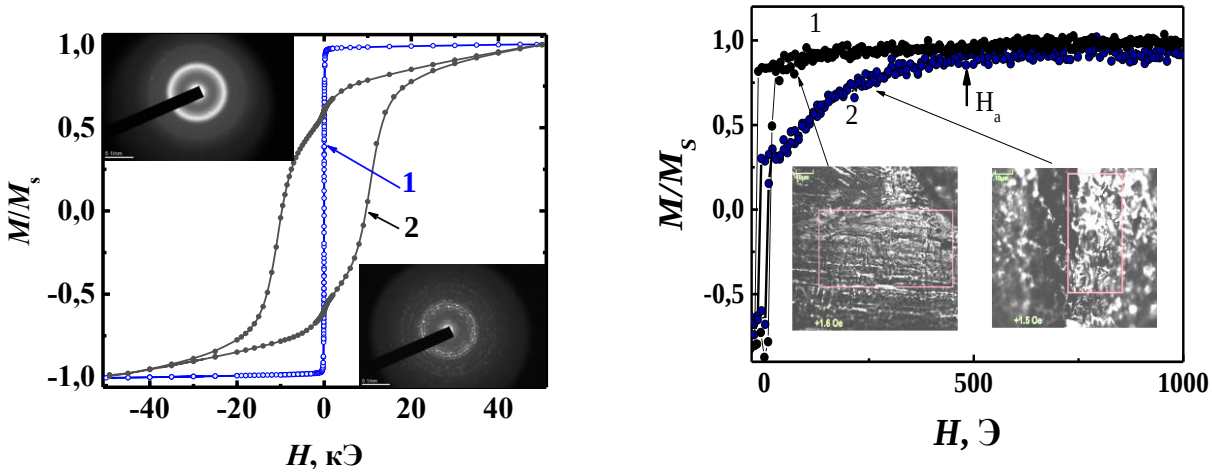


Рис. 17. Зерна фазы 2-14-1 и других магнитомягких фаз в области микропровода 1 (Рис. 16 г), подвергнутой лазерному облучению одиночным импульсом длительностью 120 нс.

Длительный вакуумный отжиг микропровода при температуре 900 °С приводит к появлению зерен фазы 2-14-1 размером 0,8-1 мкм и вызывает значительную коэрцитивную силу в микропроводе (Рис. 18 а). Сосуществование мягкой и жесткой магнитных фаз приводит к ступенчатой форме петли гистерезиса (Рис. 18 а).



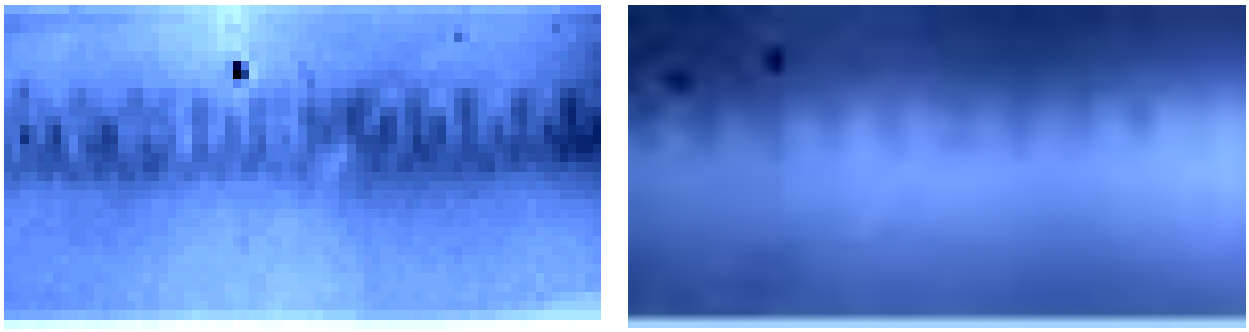
а) б)

Рис. 18. (а) Петли гистерезиса магнитного момента, нормированного на магнитный момент затравки при 5 Тл для того же микропровода до отжига (1), после отжига 0,5 ч при 900°С. На вставке представлены электронные дифрактограммы, как исходного аморфного (вверху), так и отожженного (внизу) микропровода. (б) Петли гистерезиса магнитного момента областей микропровода не подвергавшихся лазерному облучению (1) и подвергнутых облучению (2).

Локальный отжиг одиночным импульсом ИК лазера не эквивалентен вакуумному отжигу. Одиночный лазерный импульс приводит к превращению аморфного материала микропровода в нанокристаллическую структуру со средним размером зерна 20-30 нм в областях размером 20-30 мкм (Рис. 15 б). Ферромагнитные фазы, полученные коротким лазерным отжигом из аморфного материала, имеют низкую коэрцитивную силу, но увеличенное поле

кристаллической анизотропии 500 Э. Несмотря на формирование фазы 2-14-1, размеры ее кристаллитов 10-20 нм оказываются слишком малы, чтобы формировать сколь-нибудь заметную коэрцитивную силу, однако увеличенное поле насыщения является признаком формирования ферромагнитной фазы (Рис. 18 б). Таким образом, с помощью лазерного локального отжига получены магнито-модулированные периодические структуры, в которых нанокристаллические ферромагнитные участки чередуются с аморфным материалом. Перпендикулярная составляющая полей рассеяния участков, кристаллизованных под действием лазерного облучения, может быть использована для инженерии микромагнитов.

Были предприняты усилия по получению искусственно созданной периодической доменной структуры. С этой целью использовали нанесение микроцарапин (скрайбирование) алмазным индентором в направлении, поперечном оси микропровода. Известно, что быстро охлажденный поверхностный слой находится в механически напряженном состоянии, а нанесенные царапины играют роль релаксаторов напряжений. Поэтому скрайбирование приводило к появлению радиальных доменов заданной периодичности (Рис. 19).



а) б)

Рис. 19. Изображение периодической магнитной структуры, созданной скрайбированием в микропроводе PrDyFeCoB: в атомном силовом микроскопе (а), в магнитном силовом микроскопе (б).

Магнитная модуляция, созданная лазерной обработкой и скрайбированием, дает возможность для создания высокостабильных периодических микроструктур с высокой остаточной намагниченностью [20, 21]. Это является необходимым условием для использования таких структур в качестве роторов линейных микродвигателей, медицинских микророботов, линейных приборов сортировки микро- и наночастиц в переменном магнитном поле и других устройств.

В заключении приводятся **основные выводы работы:**

1. Разработан метод получения нового типа магнитных материалов – однокомпонентных и многокомпонентных микропроводов на основе RE-TM-B с

управляемыми магнитными свойствами и сложной целенаправленно изменяемой морфологией.

2. Установлены закономерности изменения физико-химических свойств микропроводов RE-TM-B на примере состава PrDyFeCoB при различных условиях получения:

2.1. Выявлены и исследованы фазы, которые возникают при сверхбыстром охлаждении расплава PrDyFeCoB и их объемные доли. Наибольшая объемная доля аморфной фазы достигает 86%. Данные о нано- и микротвердости поверхностных слоев микропровода, указывают на значительные микронапряжения в приповерхностных слоях сформированных микропроводов.

2.2. Обнаружено, что в микропроводах PrDyFeCoB, полученных сверхбыстрым охлаждением из расплава, уменьшение скорости охлаждения ведет к уплощению сечения, что объясняется конкуренцией вязкости и поверхностного натяжения расплава. При этом фазовая структура меняется при варьировании скорости охлаждения от микропроводов с ядром α-Fe и аморфной оболочкой PrDyFeCoB до субмикрокристаллических структур, не содержащих включений α-Fe.

3. Экспериментально исследованы основные магнитные свойства многокомпонентных микромагнитов:

3.1. Установлены температурные зависимости констант магнитной анизотропии, обменного взаимодействия кристаллических микромагнитов PrDyFeCoB. Выявлено отличие фазового состава и доменной структуры микропроводов PrDyFeCoB от фазового состава и доменной структуры поликристаллических макромагнитов того же химического состава.

3.2. В аморфных микропроводах PrDyFeCoB методами микроскопии Керра и магнитооптических индикаторных пленок обнаружены радиальные домены и исследованы их параметры в зависимости от внешнего магнитного поля, диаметра микропровода, присутствия периодических механических нарушений поверхности. В химически однородных микропроводах PrDyFeCoB и микроповодах с ядром α-Fe и оболочкой PrDyFeCoB установлена продольная намагниченность ядра и радиальная намагниченность оболочки.

4. Разработаны методы модификации многокомпонентных микропроводов, позволяющие целенаправленно изменять их магнитные свойства и достигать практических применений:

4.1. Методом селективного химического травления получены заострения микропроводов радиусом ~ 1 мкм, создающих градиент магнитного поля ~ 10^6 Тл/м, достаточный для манипулирования объектами с силой 2000 пН в расчете на железную частицу диаметром 50 нм.

4.2. Обнаружена локальная кристаллизация микроучастков микропровода под действием короткого лазерного импульса 120 нс, позволяющая создавать периодические структуры, в которых аморфные участки PrDyFeCoB чередуются с нанокристаллическими участками этого же материала с увеличенной до 500 Э магнитной анизотропией. Созданы экспериментальные условия для механически индуцированной модуляции доменной структуры, обеспечивающей периодическое изменение магнитного поля рассеяния вдоль длины микропровода.

4.3. Установлено, что интерфейс α-Fe/PrDyFeCoB обладает обменным смещением, которое обнаружено, как в микропроводах с самопроизвольно образовавшимся ядром α-Fe и оболочкой PrDyFeCoB, так и при напылении оболочки α-Fe на ядро PrDyFeCoB.

Публикации по теме диссертации

1. Пискорский В.П., **Королев Д.В.**, Валеев Р.А., Моргунов Р.Б., Куницына Е.И. Физика и инженерия постоянных магнитов // Учебное пособие с грифом ФУМО, М.: ВИАМ, 2018. – 359 с.: ил. ISBN 978-5-905217-00-0 УДК 537.6, ББК 22.334+31.235 ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ (2018).
2. **Королев Д.В.**, Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бакрадзе М.М., Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Инженерия редкоземельных микромагнитов RE-TM-B (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. Т. 1. №62. С. 44-60.
3. R.B. Morgunov, O.V. Koplak, A.D. Talantsev, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev. Core-shell ferromagnetic microwires extracted from PrDyFeCoB and GdPrDy(FeCo)B melts // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2020. V. 497. P. 166004-1-7.
4. **Д.В. Королев**, И.И. Резчикова, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, Р.Б. Моргунов. Метод горячей деформации для изготовления постоянных магнитов системы РЗМ-Fe-B с использованием установок искрового плазменного спекания (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 4 (49). С. 11-18.
5. E. I. Kunitsyna, O.V. Koplak, R.B. Morgunov, V.V. Kucheryaev, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskiy. Ultra low frequency Barkhausen noise versus domain structure and reversal magnetization in sintered (NdDy)(FeCo)B magnets // Journal of Applied Physics. 2018. V. 124. № 16. P. 163906.
6. E.I. Kunitsyna, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev, V.V. Kucheryaev, R.B. Morgunov. Magnetocrystalline Anisotropy of (PrDy)(FeCo)B Sintered Magnets // Physics of the Solid State. 2018. V. 60. N. 12. C. 2486-2490.
7. O.V. Koplak, E.I. Kunitsyna, R.B. Morgunov, V.L. Sidorov, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii. Bistable and multi-domain states of α-

FE/(PrDy)(FeCo)B ferromagnetic microwires // Physics of the Solid State. 2019. V. 61. N.11. C. 2061-2068.

8. V.V. Kucheryaev, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskiy, R.B. Morgunov, O.V. Koplak. Analysis of distribution of the surface magnetic-field gradient in (PrDy)(FeCo)B rare-earth magnets // Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2018. V. 12. N. 5. P. 939-943.

9. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, D.E. Kablov, V.P. Piskorskii, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, I.I. Rezchikova, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna, A.I. Dmitriev, A.D. Talantsev. Bifurcation of magnetic anisotropy caused by small addition of Sm in $(Nd_{1-x}Sm_xDy)(FeCo)B$ magnetic alloy // Journal of Applied Physics. 2015. V. 117. N. 24. P. 243903.

10. E.I. Kunitsyna, O.V. Koplak, V.V. Kucheryaev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskiy, A.I. Bezverkhnii, R.B. Morgunov. Dependence of the coercive force on the magnetic field sweep rate in (PrDy)(FeCo)B alloys // Physics of the Solid State. 2017. V. 59. N. 8. P. 1520-1523.

11. V.V. Kucheryaev, E.I. Kunitsyna, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii, R.B. Morgunov. Contributions of Magnetic Phases to the FORC Diagram in (NdDy)(FeCo)B Magnets // Physics of the Solid State. 2018. V. 60. N. 12. P. 2481-2485.

12. Р.Б. Моргунов, О.В. Коплак, А.Д. Таланцев, **Д.В. Королев**, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев. Феноменология петель магнитного гистерезиса в многослойных микропроводах α-Fe/DyPrFeCoB // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). С. 67-75.

13. E. N. Kablov, O. G. Ospennikova, V. P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R. B. Morgunov, A. Dmitriev, E.I. Kunitsyna. Accurate tuning of (NdDySm)(FeCo)B coercivity by Sm magnetic anisotropy **//** European Physical Journal Plus. 2016. V. 131. № 2. P. 1-9.

14. В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, **Д.В. Королев**, Р.Б. Моргунов, И.И. Резчикова. Влияние легирования тербием и гадолинием на термостабильность и магнитные свойства спеченных материалов Pr-Tb-Gd-Fe-Co-B // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). С. 59-66.

15. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsina, A.I. Dmitriev. Competition of magnetization mechanisms in (NdDy)(FeCo)B alloys, doped with samarium **//** Low Temperature Physics. 2016. V. 42. № 1. P. 45-49.

16. О.В. Коплак, Е.И. Куницына, Р.А. Валеев, **Д.В. Королев**, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. Ферромагнитные микропровода α-Fe/(PrDy)(FeCo)B для микроманипуляторов и полимерных композитов // Труды ВИАМ. 2019. № 11 (83). С. 60-67.

17. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna. Effect of annealing, stoichiometry, and surface on magnetism of (Pr,Dy)FeCoB microparticles ensemble // Archives of Metallurgy and Materials. 2017. V. 62. № 3. P. 1923-1930.

18. А.И. Дмитриев, Е.И. Куницына, **Д.В. Королев**, Р.Б. Моргунов, В.П. Пискорский, О.Г. Оспенникова, Е.Н. Каблов. Скачкообразное перемагничивание сплавов (SmNdDy)(FeCo)B // Известия Российской академии наук. Серия физическая. 2016. Т. 80. № 9. С. 1294-1296.

19. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Резчикова И.И., Королев Д.В., Бузенков А.В., Сульянова Е.А., Чередниченко И.В., Моргунов Р.Б. Магнитотвердый материал и изделие, выполненное из него // Патент на изобретение RU 2604092 C1, 10.12.2016.

20. Р.Б. Моргунов, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, **Д.В. Королев**. Температурная стабильность редкоземельных магнитов, поддерживаемая с помощью магнитокалорического эффекта // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 88-94.

21. I.I. Rezchikova, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, R.B. Morgunov. Increase in the boron content in Pr–Dy–Fe–Co–B materials by solid-phase alloying // Russian metallurgy (Metally). 2019. V. 2019. № 7. C. 727-732.

22. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Min P.G., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Rezchikova I.I., Davydova E.A., **Korolev D.V**. Effect of added alloys on the properties of sintered (Pr,Dy)-(Fe,Co)-B magnets with a high cobalt content // Russian metallurgy (Metally). 2014. V. 2014. № 11. C. 898-901.

23. Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, В.П Пискорский., **Д.В. Королев**, Е.И. Куницына, А.Д. Таланцев, Р.Б. Моргунов, Е.А. Сульянова. Спин-флоп переход в сплаве (NdSmDy)(FeCo)B, обнаруживаемый в переменном магнитном поле // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2 (39). С. 47-50.

24. Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, В.П. Пискорский, **Д.В. Королев**, А.И. Дмитриев, Р.Б. Моргунов, Е.А. Сульянова. Экспресс-метод аттестации временно́й стабильности магнитов (NdDySm)(FeCo)B // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2 (39). С. 35-41.

25. Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, **Д.В. Королев**, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, И.И. Резчикова. Механизмы влияния содержания бора и термообработки на свойства магнитов системы Nd-Fe-Al-Ti-B // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2 (39). С. 30-34.

26. Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, И.И. Резчикова, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, **Д.В. Королев.** Зависимость свойств спеченных материалов системы Nd-Dy-Fe-Co-B от технологических параметров // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2 (39). С. 24-29.

27. Е.Н. Каблов, О.Г. Оспенникова, **Д.В. Королев**, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, И.И. Резчикова. Влияние алюминия на магнитные свойства спеченных материалов системы Nd-Fe-Co-B // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2 (39). С. 20-23.

28. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, D.E. Kablov, V.P. Piskorskii, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, I.I. Rezchikova, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna, A.D. Talantsev, A.I. Dmitriev. Anomalous effect of Sm additives on the magnetic properties of $(Nd_{1-x}Sm_xDy)(FeCo)B$ intermetallics // Journal of Experimental and Theoretical Physics. 2015. V. 121. № 3. P. 429-436.

29. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, I.I. Rezchikova, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii, R.B. Morgunov, O.A. Bayukov, N.O. Pletnev, E.I. Kunitsyna Effect of stoichiometry of Fe and Co on the temperature stability of the magnetic anisotropy in Pr–Dy–Fe–Co–B alloys // Physics of the Solid State. 2015. V. 57. № 7. P. 1362-1365.

30. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, O.V. Koplak, E.I. Kunitsyna, A.D. Talantsev. Magnetic properties of CoFeB alloys doped with Dy and Pr // Physics of the Solid State. 2015. V. 57. № 6. P. 1134-1141.

31. N.S. Moiseeva, I.I. Rezchikova, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii, R.B. Morgunov. Limitation of the allowed coercive force caused by the scattering field of magnet // Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. 2019. V. 64. № 7. P. 994-997.

32. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna, A.D. Talantsev. Effects of magnetic dipole–dipole interaction and rotation of (DyPr)CoFeB microparticles on the magnetic properties of their ensembles // Physics of the Solid State. 2015. V. 57. № 11. P. 2221-2226.

33. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, I.I. Rezchikova, **D.V. Korolev**, I.V. Cherednichenko, E.A. Sul'yanova. Relation between the residual induction and the temperature stability of sintered Nd–Dy–Fe–Co–B magnets // Russian metallurgy (Metally). 2015. V. 2015. № 11. P. 908-909.

34. E.N., Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, I.I. Rezchikova, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**. Effect of gadolinium on the properties of Pr–Dy–Fe–Co–B materials // Russian metallurgy (Metally). 2015. V. 2015. № 11. P. 905-907.

35. A.I. Bezverkhnii, O.V. Koplak, R.B. Morgunov, R.A. Valeev, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii. Effect of texture on the width of domains in sintered magnets (PrDy)(FeCo)B and (NdDy)(FeCo)B // Physics of the Solid State. 2019. V. 61. № 11. P. 2055-2060.

36. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, E.I. Kunitsyna, A.D. Talantsev. Competition of single-ion anisotropy of Sm and Dy ions during the spin-reorientation transition in $(Nd_{1-x-y}Sm_xDy_y)(FeCo)B$ supermagnets // Physics of the Solid State. 2016. V. 58. № 7. C. 1320-1324.

37. E.N. Kablov, O.G. Ospennikova, D.E. Kablov, V.P. Piskorskii, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, S.A. Kurochkin, E.I. Kunitsyna, A.D. Talantsev. Increase in the coercivity of an ensemble of (DyPr)–(CoFe)–B microparticles during their dispersion in a polymer matrix // Physics of the Solid State. 2016. V. 58. № 7. C. 1314-1319.

38. **D.V. Korolev**, I.I. Rezchikova, R.A. Valeev, R.B. Morgunov, V.P. Piskorskii. Coercive Force of (Pr, Dy)–(Fe, Co)–B Sintered Materials with a Low Rare-Earth Metal Content // Russian Metallurgy (Metally), V. 2019, N. 3, P. 257–260.

39. O.V. Koplak, E.V. Dvoretskaya, R.B. Morgunov, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, A.S. Denisova. Spin reorientation transition in α-Fe microwires with an amorphous PrDyCoFeB shell //Physics of the Solid State. 2020. V. 62. № 8. P. 1333-1337.

40. O.V. Koplak, E.V. Dvoretskaya, A.D. Talantsev, R.B. Morgunov, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, A.S. Denisova. Orientation dependence of the magnetic moments of α-Fe(PrDy)(CoFeB) microwires // Physics of the Solid State. 2020. V. 62. № 4. P. 648-652.

41. I.I. Rezchikova, N.S. Moiseeva, **D.V. Korolev**, R.B. Morgunov, V.P. Piskorskii. Spontaneous magnetization loss dynamics of (Pr, Dy)–(Fe, Co)–B magnets // Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. 2020. V. 65. № 3. P. 377-381.

42. I.I. Rezchikova, N.S. Moiseeva, **D.V. Korolev**, V.P. Piskorskii, R.B Morgunov. Possible contributions of phases to magnetization of the Nd−Dy−Fe−Co−B sintered materials and temperature dependence of the magnetization // Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. 2020. V. 65. № 2. P. 216-220.

43. О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, В.Л. Сидоров, Н.Н. Дремова, И.В. Шашков, **Д.В. Королев**, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. Химический дизайн микропинцета на основе сплава DyPrFeCoB // Журнал Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2021. №3. С. 94-100.

44. О.В. Коплак, В.Л. Сидоров, Е.В. Дворецкая, И.В. Шашков, Р.А. Валеев, **Д.В. Королев,** Р.Б. Моргунов. Радиальные домены в микропроводах DyPr−FeCo−B // Физика твердого тела. 2021. Т. 63. № 2. С. 242-247.

45. **Д.В. Королев**, Е.В. Дворецкая, О.В. Коплак, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, Р.Б. Моргунов. Магнитооптические свойства и фотолюминесценция микропроводов (PrDy)(FeCo)B // Физика твердого тела. 2021. Т. 63. №. 4. С. 503-512.

46. O.V. Koplak, E.V. Dvoretskaya, R.B. Morgunov, K.S. Kravchuk, A.S. Useinov, **D.V. Korolev**, R.A. Valeev, V.P. Piskorskii, O.S. Dmitriev. The morphology and mechanical properties of PrDyFeCoB microwires //Physics of the Solid State. 2020. T. 62. № 12. C. 2272-2279.

47. **Д.В. Королев**, В.П. Пискорский, Р.А. Валеев, О.В. Коплак, Р.Б. Моргунов. Локальная кристаллизация под действием одиночного лазерного импульса в аморфных микропроводах PrDyFeCoB// Физика твердого тела. 2021. Т. 63. № 8. С. 1105-1114.

48. **Д.В. Королев**, Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, О.В. Коплак, О.С. Дмитриев, А.Д. Таланцев, Р.Б. Моргунов. Магнитная анизотропия микропроводов и доменная структура микрополосок PrDyCoFeB// Физика твердого тела. 2021. Т. 63, №. 8. С. 1098-1104.

49. О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, **Д.В. Королев,** Р.А. Валеев, В.П. Пискорский, М.В. Гапанович, Р.Б. Моргунов. Обменное смещение на границе ферро-ферримагнетик в микропроводах PrDyCoFeB/α-Fe // Физика твердого тела. 2021. Т. 63. Принята к печати.

50. О.В. Коплак, Е.В. Дворецкая, Е.В. Куницына, **Д.В. Королев,** А.В. Палий, Р.В. Моргунов. Спиновая релаксация, замедленная в моно-ионных магнитах полем рассеяния ферромагнитных наночастиц // Письма в ЖЭТФ. 2021. Т. 113. №12. С.

Цитируемая литература

1. Ming Yue, R. M. Liu, W. Q. Liu, D. T. Zhang, J. X. Zhang, Z. H. Guo, W. Li. Ternary DyFeB Nanoparticles and Nanoflakes With High Coercivity and Magnetic Anisotropy // IEEE Transactions on Nanotechnology. 2012. V. 11. N. 4. P. 651-653.
2. Anthony H. B. de Vries, Bea E. Krenn, Roel van Driel, and Johannes S. Kanger. Micro Magnetic Tweezers for Nanomanipulation Inside Live Cells // Biophysical Journal. 2005. V. 88. P. 2137–2144.
3. P. Szary, I. Luciu, D. Duday, E. A. Périgo, T. Wirtz, P. Choquet, and A. Michels. Synthesis and magnetic properties of Ta/NdFeB-based composite microwires // Journal of Applied Physics. 2015. V.117. P. 17D134.
4. H. Zhang, M. Qian, X. Zhang, S. Jiang, L. Wei, D. Xing, J. Sun, L. Geng. Magnetocaloric effect of Ni-Fe-Mn-Sn microwires prepared by melt-extraction technique // Materials & Design. 2017 V.114. N.15. P. 1-9.
5. M.F. Qian, X.X. Zhang, L.S. Wei, P.G. Martin, J.F. Sun, L. Geng T.B., Scott, L.V. Panin, H.X. Penge. Microstructural evolution of Ni–Mn–Ga microwires during the melt-extraction process // Journal of Alloys and Compounds. 2016. V.660. P. 244-251.
6. Taylor G.F. Method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses // Physical Review. 1924. V. 23. P. 655-660.
7. M. Vazquez. Advanced Magnetic Microwires, Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials. Edited by Helmut Kronmuller and Stuart Parkin. Volume 4: Novel Materials. 2007 John Wiley & Sons, Ltd. P. 34.
8. Lopez-Dominguez V., Garcia M.A., Marin, P., et al. Tuning Metamaterials by using Amorphous Magnetic Microwires // Scientific Reports, 2017, V. 7, P.9394.
9. Huanpo Ning, Yan Zhang, Hong Zhu, Andreas Ingham, Gaoshan Huang, Yongfeng Mei and A.A. Solovev. Geometry Design, Principles and Assembly of Micromotors //Journal of Micromachines. 2018. V. 9. N. 75. P. 35.
10. S. D. Jiang, T. Eggers, O. Thiabgoh, D. W. Xing, W. D. Fei, H. X. Shen, J. S. Liu, J. R. Zhang, W. B. Fang, J. F. Sun, H. Srikanth, M. H. Phan. Relating surface roughness and magnetic domain structure to giant magneto-impedance of Co-rich melt-extracted microwires // Scientific Reports. 2017. V.7. P. 46253.
11. S. Kavita, G. Anusha, P. Bhatt, V. Suresh, R. Vijay, K. Sethupathi, R. Gopalan. On the giant magnetocaloric and mechanical properties of Mn–Fe–P–Si-Ge alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2020. V. 817. P. 153232.
12. A. Walther, C. Marcoux, B. Desloges, R. Grechishkin, Dominique Givord. Micro-patterning of NdFeB and SmCo magnet films for integration into micro-electro-mechanical-systems // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2008. V. 321. P. 590-594.
13. J. Jaćimović, F. Binda, L. G. Herrmann, F. Greuter, J. Genta, M. Calvo, T. Tomše, and R. A. Simon. Net Shape 3D Printed NdFeB Permanent Magnet // Adv. Eng. Mater. 2017. V. 19. P. 1700098.

14. Harada T., M. Fujita, T. Kuji. Laser annealing of an amorphous Nd-Fe-B alloy // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 1997. V. 12. N. 1. P. 383-386.

15. Herbst J.F. R2Fe14B materials: Intrinsic properties and technological aspects // Reviews of Morden Physies. 1991. V. 63. No. 4. P. 819–900.

16. D. Givord, Q. Lu, M.F. Rossignol, P. Tenaud, T. Viadieu. Experimental approach to coercivity analysis in hard magnetic materials // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1990. V. 83. P. 183–188.

17. Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бакрадзе М.М., Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Инженерия редкоземельных микромагнитов RE-TM-B (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. Т. 1. №62. С. 44-60.

18. L.H. Tanner. The spreading of silicone oil drops on horizontal surfaces // J. Phys. D: Appl. Phys. 1979. V. 12. P. 1473.

19. Zablotskii V., Polyakova T. , Lunov O., Dejneka A. How a High-Gradient Magnetic Field Could Affect Cell Life // Scientific Reports. 2016. V. 6. P. 37407

20. Yu.P. Ivanov, R.P. del Real, O. Chubykalo-Fesenko, M. Vázquez. Vortex magnetic structure in circularly magnetized microwires as deduced from magneto-optical Kerr measurements // J. Appl. Phys. 2014. V.115. P.063909-1 - 063909-6.

21. A. Chizhik, A. Zhukov, J. Gonzalez, P. Gawroński, K. Kułakowski, A. Stupakiewicz. Spiral magnetic domain structure in cylindrically-shaped microwires // Scientific Reports. 2018. V. 8. P. 15090.