

# Атомно-силовая микроскопия аморфных электротехнических сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB)

Т.П. Каминская<sup>1</sup>, М.Н. Шипко<sup>2</sup>, М.А. Степович<sup>3</sup>, В.В. Попов<sup>1</sup>, А.И. Тихонов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова г. Москва

<sup>2</sup>Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, г. Иваново

<sup>3</sup>Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, г. Калуга

**Аннотация** — Методами атомно-силовой микроскопии изучена поверхность образцов аморфной электротехнической стали (фольги) Fe(Ni, Cu)(SiB) толщиной около 100 мкм, шириной 10 мм, длиной 50 мм, которая была получена методом сверхбыстрого охлаждения при расплывании расплава на вращающемся барабане. На контактной поверхности фольги обнаружены характерные структурные элементы, наличие которых в различных местах поверхности может существенно влиять на электротехнические свойства материала.

**Ключевые слова** — аморфные электротехнические сплавы, атомно-силовая микроскопия, структура поверхности.

## I. ВВЕДЕНИЕ

Возрастающий интерес к аморфным магнитным материалам связан с перспективами их широкого применения в высокоточных измерительных трансформаторах, электронных счётчиках электрической энергии, электрических машинах нового поколения. В зависимости от состава и технологии получения материалов удаётся получать составы с высокой магнитной индукцией, большим коэффициентом прямоугольности петли магнитного гистерезиса, высоким удельным электрическим сопротивлением при относительно низких значениях магнитострикции [1]. Так как чаще всего эти сплавы изготавливаются по тонкоплёночной технологии или в результате их сверхбыстрого охлаждения на вращающемся медном барабане, их электромагнитные свойства во многом определяются состоянием поверхности, особенностями поверхностной миграции атомов [2]. Это обусловлено тем, что поверхность таких материалов представляет собой сложную систему атомов с различной пространственной организацией и ближним порядком, которые легко изменяются в результате внешних электромагнитных воздействий, либо воздействий полей измерительных приборов [3]. Это обеспечивает выход такой системы атомов из состояния равновесия, появления локальных участков поверхности с изменённой степенью позиционного порядка в расположении атомов. Такие участки представляют собой неоднородности в распределении электрических полей, характеризуются высокими значениями их градиентов, которые обеспечивают изменение энергетического состояния зарядов и, как след-

ствии, изменение микро- и макроскопических свойств сплавов. Для изучения особенностей состояний упомянутых неоднородностей и возможностей модификации электротехнических материалов используют различные методы [4-8], при этом при создании технологий поверхностной и объёмной микрообработки, интегрированных в технологию полупроводниковых и/или гибридных интегральных схем [9] особое значение имеет изучение поверхности таких материалов. Одним из перспективных методов исследования поверхности материалов в нано- и микрометровом масштабах является атомно-силовая микроскопия (АСМ) [10, 11]. Однако публикаций о результатах использования этого метода для исследования материалов микро- и нанoeлектроники и электротехнических материалов имеется сравнительно немного [12-14].

В электротехнической промышленности для изготовления сердечников цифровых трансформаторов широко используются аморфные сплавы Fe(Ni, Cu)(SiB). Одной из причин, сдерживающих более широкое их применение, являются относительно высокие потери на перемагничивание, определяемые состоянием поверхности аморфной ленты и геометрией доменной структуры.

В силу того, что эксплуатационные характеристики ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB) во многом определяются их локальными свойствами, изучение этих свойств и составляет предмет рассмотрения. В настоящей работе изложены результаты исследований структуры поверхности ленточных аморфных сплавов Fe(Ni, Cu)(SiB) методами АСМ.

## II. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Образцы аморфной электротехнической стали (фольги) Fe(Ni, Cu)(SiB) представляли собой ленты толщиной около 100 мкм, шириной 10 мм, длиной 50 мм, которые были получены методом сверхбыстрого охлаждения расплава на вращающемся со скоростью около 3000 оборотов в минуту медном барабане.

АСМ – наиболее подходящий метод исследования таких объектов, так как не требует нанесения на поверхность проводящего покрытия и создания высокого вакуума. Подробно применение метода АСМ для ис-

следования рельефа поверхности металлов и сплавов изложено нами в статье [15]. Исследования образцов в АСМ проводились с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver» (NT-MDT, РФ, г. Зеленоград). Для сканирования выбирались гладкие участки фольги с перепадами высот, обычно не превышающими 10 нм, что позволило визуализировать мелкие особенности рельефа фольги. Образцы исследовались в полуконтактной колебательной моде в режиме фазового контраста и в контактной моде в режиме латеральных сил (Lateral Force) [10, 11]. Исследования проводились при комнатной температуре с использованием стандартных кремниевых кантилеверов HA-NC ETALON с резонансными частотами от 110 до 235 кГц с радиусом закругления кончика иглы (tip) 10 нм. Образцы сканировались в областях от  $2,5 \times 2,5$  мкм (наномасштаб) до  $80 \times 80$  мкм. Использование наномасштаба позволяет изучать особенности рельефа поверхности образцов, сравнимые по размерам с радиусом кривизны кончика кантилевера (10 нм). Исследования проводились на контактной, прилегающей к медному барабану, поверхности, а также на второй – свободной (free) поверхности.

### III. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Поверхность быстроокалённых образцов, прилегающая к медному барабану имела неоднородную, характерную для всех быстроокалённых образцов, структуру, представленную на рис. 1, вследствие чего на вид эта поверхность фольги кажется матовой. Наблюдается рельефная поверхность с перепадами высот до 800 нм и характерными треугольными впадинами-размерами от 5 до 20 мкм, наличие которых, по всей видимости, связано с быстрой кристаллизацией расплава на медном барабане. Это приводит к резкому температурному градиенту и большому термическим напряжениям. Другая поверхность ленты имела однородную структуру и казалась на вид блестящей.

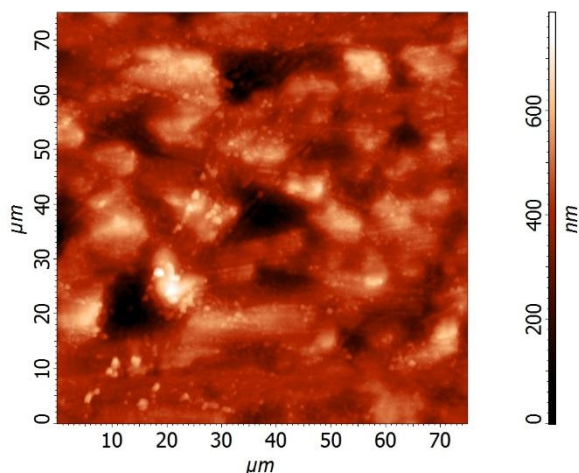


Рис. 1. Участок поверхности контактной стороны фольги. Область сканирования  $75 \times 75$  мкм

Отметим, что ранее в результате исследований методом растровой электронной микроскопии [8] для матовой контактной стороны установлено, что на по-

верхности фольги имеются довольно большие (примерно от 15-20 мкм до примерно 100 мкм) неровности ярко выраженной направленности, обусловленные вращением барабана и характером сверхбыстрого охлаждения расплава на вращающемся барабане. Также имелись пористые участки различной размерности – в основном менее 10 мкм.

В отличие от матовой стороны ленты, у другой стороны фольги, блестящей на вид, поверхность имела однородную структуру с меньшим количеством пор с размерами менее 10 мкм; скоплений пористых участков здесь не наблюдалось. Но наши исследования подтвердили наличие большого количества пор на блестящей свободной стороне поверхности фольги (рис. 2).

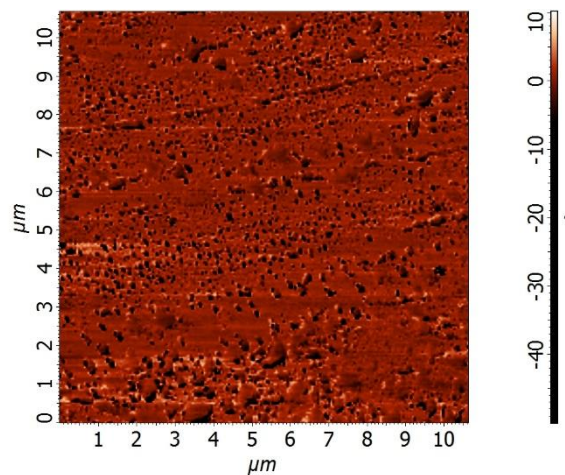


Рис. 2. Участок поверхности блестящей стороны фольги, полученный в полуконтактной моде в режиме фазового контраста. Область сканирования  $10 \times 10$  мкм

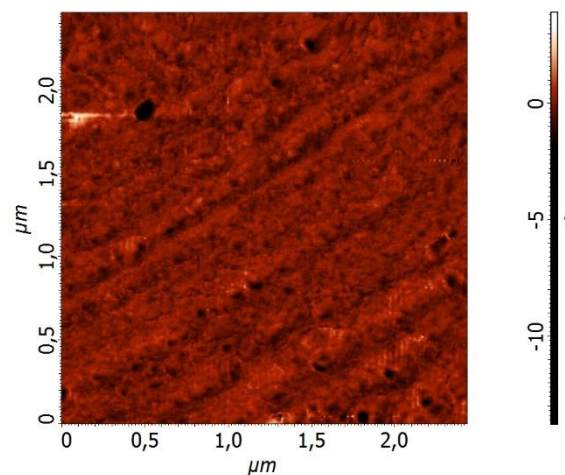


Рис. 3. Участок поверхности блестящей стороны фольги, полученный в полуконтактной моде в режиме фазового контраста. Область сканирования  $2,5 \times 2,5$  мкм

Особенно хорошо поры видны в наномасштабе (рис. 3). Поры округлой формы имеют разные размеры: от 30 до 120 нм. Наличие пор, по всей видимости, связано с возникновением кристаллических дефектов в результате интенсивной пластической деформации и

их последующей коагуляцией в некоторых локальных областях [16].

На рис. 4 и рис. 5 приведены АСМ-снимки участков поверхности блестящей, свободной, стороны фольги.

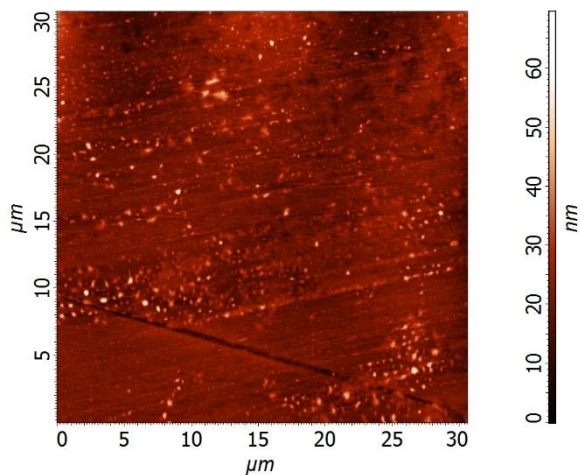


Рис. 4. Участок поверхности блестящей стороны фольги, полученный в полуконтактной моде. Область сканирования 30x30 мкм

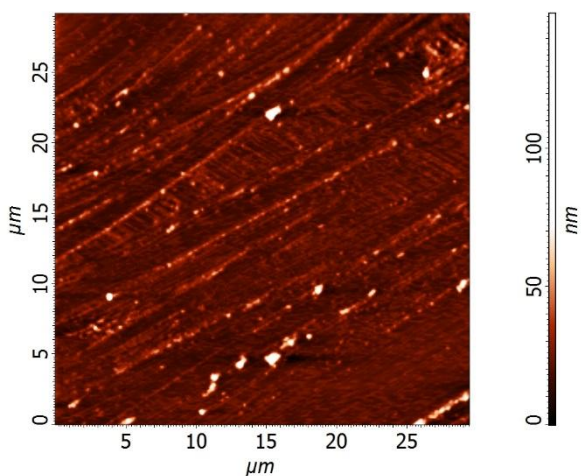


Рис. 5. Участок поверхности блестящей стороны фольги, полученный в полуконтактной моде. Область сканирования 27x27 мкм

На рис. 5 приведена поверхность свободной стороны поверхности фольги после воздействия на фольгу 20 магнитных импульсов, что особо не сказалось на рельефе поверхности. Поверхности гораздо более сглажены по сравнению с контактными поверхностями фольги. Если на контактных поверхностях размеры дефектов превышают 800 нм, то размеры дефектов блестящих поверхностей не превышают 150 нм по высоте. Хорошо видны на обоих снимках и скопления дефектов поверхности вдоль прокатки фольг. Следует отметить, что только на блестящей стороне поверхности фольги удалось выявить методом магнитно-силовой микроскопии доменную структуру на поврежденных участках поверхности, что является предметом наших дальнейших исследований. Мелких структур-

ных элементов (зёрен) на свободной поверхности фольги выявить не удалось, но они очень хорошо видны на контактной (матовой) поверхности фольги (рис. 6-8).

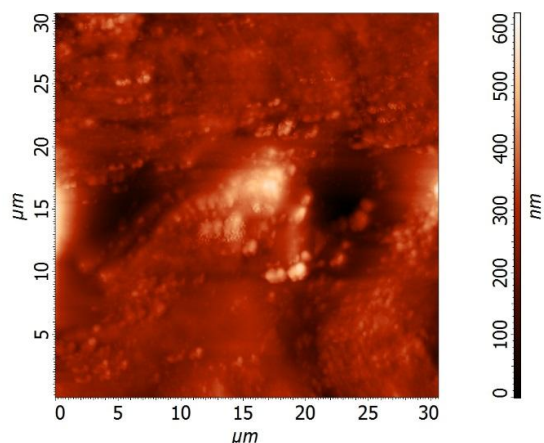


Рис. 6. Участок поверхности матовой стороны фольги, полученный в полуконтактной моде. Область сканирования 30x30 мкм

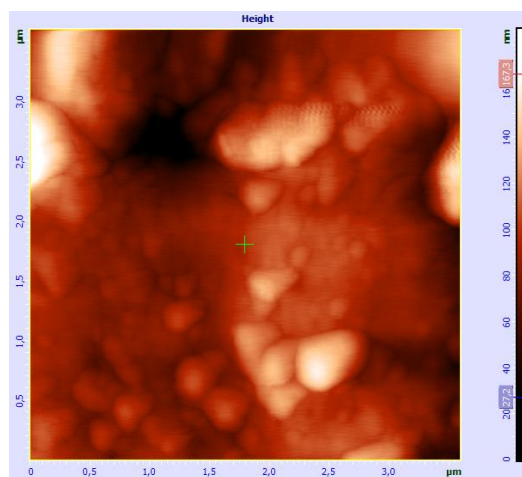


Рис. 7. Участок поверхности матовой стороны фольги, полученный в полуконтактной моде. Область сканирования 3,5x3,5 мкм

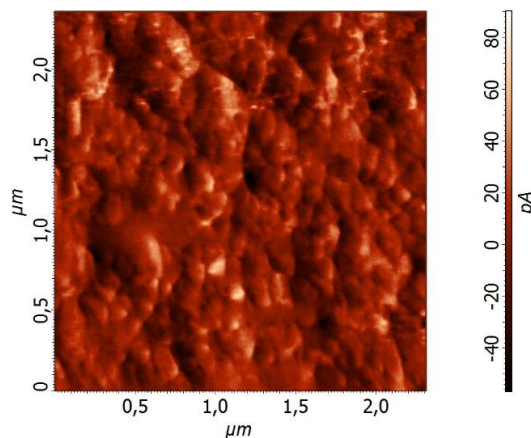


Рис. 8. Участок поверхности матовой стороны фольги, полученный в контактной моде в режиме латеральных сил. Область сканирования 2,5x2,5 мкм

На этих рисунках в наномасштабе хорошо видны характерные структурные элементы на контактной поверхности фольги. Размеры структурных элементов округлой формы от 80 нм до 120 нм по высоте и от 60 нм до 90 нм по ширине. Имеются и скопления этих элементов с максимальными размерами до 500 нм по ширине. Наличие таких скоплений в различных местах поверхности существенно сказывается на многих свойствах фольги, особенно магнитных.

#### IV. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами атомно-силовой микроскопии изучена поверхность образцов аморфной электротехнической стали (фольги) Fe(Ni, Cu)(SiB) толщиной около 100 мкм, шириной 10 мм, длиной 50 мм, которая была получена методом сверхбыстрого охлаждения при распылении расплава на вращающемся барабане. Изучена структура поверхности обеих сторон фольги. В наномасштабе обнаружены характерные структурные элементы на контактной поверхности фольги, наличие которых в различных местах поверхности может существенно влиять на электротехнические свойства фольги, особенно на её магнитные свойства.

#### ПОДДЕРЖКА

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271).

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Глезер А.М., Молотилев Б.В. Структура и механические свойства аморфных сплавов. М.: Металлургия, 1992. 208 с.
- [2] Шешин Е.П. Структура поверхности и автоэлектронные свойства углеродных материалов. М.: МФТИ, Физматкнига, 2001. 287 с.
- [3] Сахаров А.С., Иванов В.А. Автоэлектронная эмиссия как механизм иницирования микроплазменных разрядов на металле в потоке плазмы // Успехи прикладной физики. 2016. Т. 4. № 2. С. 150-166.
- [4] Егоров Н.В., Шешин Е.П. Автоэлектронная эмиссия. Принципы и приборы. Долгопрудный: Интеллект, 2011. 704 с.
- [5] Егоров Н.В., Шешин Е.П. Современное состояние автоэмиссионной электроники // // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2017. № 3. С. 5-15.
- [6] Белянин А.Ф., Борисов В.В., Самойлович М.И., Багдасарян А.С. Влияние лазерного облучения и термической обработки на строение и автоэмиссионные свойства углеродных наностенок // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2017. № 3. С. 16-26.
- [7] Шипко М.Н., Сибирев А.Л., Степович М.А., Тихонов А.И., Савченко Е.В. Влияние магнитоимпульсной обработки на эмиссионные и магнитные свойства поверхностного слоя аморфных сплавов, используемых в электротехнике // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2021. № 9. С. 80-85.
- [8] Шипко М.Н., Степович М.А., Сибирев А.Л., Тихонов А.И., Савченко Е.В., Каминская Т.П. Влияние магнитоимпульсной обработки на состояние поверхности, эмиссионные и магнитные свойства аморфных магнитных сплавов // Изв. РАН. Сер. физическая. 2021. Т. 85. № 11. С. 1528-1531.
- [9] Жуков А.А., Стешенко В.Б., Капустян А.В. Проблемы разработки и применения нано- и микросистемной техники в перспективных изделиях РКТ // Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем – 2012. Сб. трудов /Под общ. ред. академика РАН А.Л. Стемповского. М.: ИППМ РАН, 2012. С. 612-617.
- [10] Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учеб. пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН, 2004. 114 с.
- [11] Сазанова Т.С., Воротынцев И.В. Атомно-силовая микроскопия: принцип, устройство, применение. Нижний Новгород: НГТУ, 2016. 107 с.
- [12] Шипко М.Н., Тихонов А.И., Степович М.А., Вирюс А.А., Каминская Т.П., Коровушкин В.В., Савченко Е.С., Еремин И.В. Влияние магнитоимпульсной обработки на микроструктуру и магнитные свойства аморфной электротехнической стали // Изв. РАН. Сер. физическая. 2018. Т. 82. № 8. С. 1090-1095.
- [13] Быков В.А., Быков Ан.В., Бобров Ю.А., Котов В.В., Леесмент С.И., Поляков В.В. Возможности метрологических систем атомно-силовой микроскопии для исследований, разработок и контроля параметров изделий микро и наноэлектроники // Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем (МЭС). 2020. Выпуск 4. С. 187-192.
- [14] Viryus A.A., Kaminskaya T.P., Shipko M.N., Bakhteeva N.D., Korovushkin V.V., Savchenko A.G., Stepovich M.A., Savchenko E.S. and Todorova E.V. Microscopic research of amorphous alloys AlFeNiLa exposed to magnetic pulse processing // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020. Vol. 848. Art. No. 012085.
- [15] Каминская Т.П., Попов В.В., Степович М.А. Исследование рельефа поверхности металлов и сплавов методом атомно-силовой микроскопии // Научные труды Калужского государственного университета им. К.Э. Циолковского. Естественные науки. – Калуга: КГУ им. К.Э. Циолковского, 2017. – С. 110-116.
- [16] Андреева Н.В., Филимонов А.В., Рудской А.И., Бурханов Г.С., Терёшина И.С., Политова Г.А., Пелевин И.А. Исследование наноструктурированных магнитотвердых материалов системы Nd-Нo-Fe-Co-B методами атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии // Физика твердого тела. 2016. Т 58. № 9. С. 1798-1805.

# Atomic force microscopy of amorphous electrotechnical alloys Fe(Ni, Cu)(SiB)

T.P. Kaminskaya<sup>1</sup>, M.N. Shipko<sup>2</sup>, M.A. Stepovich<sup>3</sup>, V.V. Popov<sup>1</sup>, A.I. Tikhonov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Lomonosov Moscow State University, Moscow, ktp53@mail.ru

<sup>2</sup>Lenin Ivanovo State Power Engineering University, Ivanovo

<sup>3</sup>Tsiolkovsky Kaluga State University, Kaluga

**Abstract** — In the electrotechnical industry, amorphous Fe(Ni, Cu)(SiB) alloys are widely used for the manufacture of digital transformer cores. One of the reasons hindering their wider application is the relatively high magnetization reversal losses determined by the state of the surface of the amorphous ribbon and the geometry of the domain structure. In this work, we consider the surface of samples of amorphous electrical steel (foil) Fe(Ni, Cu)(SiB) with a thickness of about 100 μm, a width of 10 mm, and a length of 50 mm, which was obtained by ultrafast cooling by melt spraying on a rotating drum. As a result of ultrafast cooling on a rotating copper drum, the electromagnetic properties of such materials are largely determined by the state of the surface, the features of the surface migration of atoms, the appearance of local areas of the surface with a changed degree of positional order in the arrangement of atoms. Such areas are inhomogeneities in the distribution of electric fields, characterized by high values of their gradients, which provide a change in the energy state of the charges and, as a consequence, a change in the micro- and macroscopic properties of the alloys. To study the features of the states of inhomogeneities and the possibilities of modifying electrical materials, the study of the surface of such materials is of particular importance. Atomic force microscopy is the most suitable method for studying such objects, since it does not require the deposition of a conductive coating on the surface and the creation of a high vacuum. In this work, studies were carried out on the contact surface adjacent to the copper drum, as well as on the second, free surface. A detailed description of the characteristic features of the structure of both surfaces of the foil is given. Characteristic structural elements were found on the contact surface of the foil, the presence of which in various places on the surface can significantly affect the electrical properties of the material.

**Keywords** — amorphous electrotechnical alloys, atomic force microscopy, surface structure.

## REFERENCES

- [1] Glezer A.M. and Molotilov B.V. *Struktura i mekhanicheskiye svoystva amorfnykh splavov* (Structure and Mechanical Properties of Amorphous Alloys). M.: Metallurgiya, 1992. 208 s.
- [2] Sheshin E.P. *Struktura poverkhnosti i avtoelektronnyye svoystva uglernodnykh materialov* (Surface structure and autoelectronic properties of carbon materials). M.: MFTI, Fizmatkniga, 2001. 287 s.
- [3] Sakharov A.S. and Ivanov V.A. Avtoelektronnaya emissiya kak mekhanizm initsirovaniya mikroplazmennyykh razryadov na metalle v potoke plazmy (Field emission as a mechanism for microplasma discharge initiation on a metal in a plasma flow). // *Uspekhi prikladnoy fiziki*. 2016. T. 4. No. 2. S. 150-166.
- [4] Egorov N.V. and Sheshin E.P. Avtoelektronnaya emissiya. Printsipy i pribory (Autoelectronic Emission: Principles and Instruments). Dolgoprudnyy: Intellekt, 2011. 704 s.
- [5] Egorov N.V. and Sheshin E.P. The Current State of the Field Emission Electronics // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2017. Vol. 11. No. 2. P. 285-294.
- [6] Belyanin A.F., Borisov V.V., Samoylovich M.I. and Bagdasarian A.S. Effect of Laser Irradiation and Heat Treatment on the Structure and Emission Properties of Carbon Nanowalls // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2017. Vol. 11. No. 2. P. 295-304.
- [7] Shipko M.N., Sibirev A.L., Stepovich M.A., Tikhonov A.I. and Savchenko E.V. Effect of Magnetic-Pulse Processing on the Emission and Magnetic Properties of the Surface Layer of Amorphous Alloys Used in Electrical Engineering // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2021. Vol. 15. No. 5. P. 970-974.
- [8] Shipko M.N., Stepovich M.A., Sibirev A.L., Tikhonov A.I., Savchenko E.S. Kaminskaya T.P. Effect of magnetic pulse treatment on the surface state, emission, and magnetic properties of amorphous magnetic alloys // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2021. Vol. 85. No. 11. P. 1191-1194.
- [9] Zhukov A.A., Steshenko V.B., Kapustyan A.V. Working out and application problems nano - and the microsystem technique in perspective products of space technics // *Problems of Perspective Micro- and Nanoelectronic Systems Development - 2012. Proceedings / edited by A. Stempkovsky, Moscow, IPPM RAS, 2012. P. 612-617.*
- [10] Mironov V.L. *Osnovy skaniruyushchey zondovoy mikroskopii. Uchebnoye posobiye dlya studentov starshikh kursov vysshikh uchebnykh zavedeniy* (Fundamentals of scanning probe microscopy. Textbook for senior students of higher educational institutions). Nizhniy Novgorod: Institut fiziki mikrostruktur RAN, 2004. 114 s.
- [11] Sazanova T.S., Vorotyntsev I.V. *Atomno-silovaya mikroskopiya: printsip, ustroystvo, primeneniye* (Atomic force microscopy: principle, device, application). Nizhniy Novgorod: NGTU, 2016. 107 s.
- [12] Shipko M.N., Tikhonov A.I., Stepovich M.A., Viryus A.A., Kaminskaya T.P., Korovushkin V.V., Savchenko E.S., and Eremin I.V. Effect of Magneto-Pulse Processing on the Microstructure and Magnetic Behavior of Amorphous Electrotechnical Steel // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2018. Vol. 82. No. 8. P. 988-992.
- [13] Bykov V.A., Bykov A.V., Bobrov Y.A., Kotov V.V., Leesment S.I., Polyakov V.V. Possibilities of metrological systems of atomic force microscopy for research, development and control of parameters of micro and

nanoelectronic products // Problems of Perspective Micro- and Nanoelectronic Systems Development - 2020. Issue 4. P. 187-192. doi:10.31114/2078-7707-2020-4-187-192

- [14] Viryus A.A., Kaminskaya T.P., Shipko M.N., Bakhteeva N.D., Korovushkin V.V., Savchenko A.G., Stepovich M.A., Savchenko E.S. and Todorova E.V. Microscopic research of amorphous alloys AlFeNiLa exposed to magnetic pulse processing // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020. Vol. 848. Art. No. 012085.
- [15] Kaminskaya T.P., Popov V.V., Stepovich M.A. Issledovaniye rel'yefa poverkhnosti metallov i splavov metodom atomno-silovoy mikroskopii (Investigation of the relief of the surface of metals and alloys by atomic force microscopy) // Nauchnyye trudy Kaluzhskogo gosudarstvennogo universiteta im. K.E. Tsiolkovskogo. Yestestvennyye nauki. Kaluga: KGU im. K.E. Tsiolkovskogo, 2017. S. 110-116.
- [16] Andreeva N.V., Filimonov A.V., Rudskoi A.I., Burkhanov G.S., Tereshina I.S., Politova G.A., and Pelevin I.A. A Study of Nanostructure Magnetosolid Nd-Ho-Fe-Co-B Materials via Atomic Force Microscopy and Magnetic Force Microscopy // Physics of the Solid State. 2016. Vol. 58. No. 9. P. 1862-1869.